



INnovative fishing Gear for Ocean



## T2.1.2 Les semi-produits développés à l'échelle laboratoire

*version publiable*



EUROPEAN UNION

**Interreg**   
EUROPEAN UNION

France ( Channel  
Manche ) England

European Regional Development Fund



## Sommaire

|      |   |    |
|------|---|----|
| I.   | Introduction.....   | 3  |
| II.  | Stratégie de développement des semi-produits à l'échelle laboratoire..... | 4  |
| III. | Sélection des formulations.....   | 5  |
| 1.   | Compoundage par extrusion.....  | 5  |
| a.   | Extrudeuse 21 mm.....   | 5  |
| b.   | Extrudeuse 27 mm.....   | 6  |
| IV.  | Caractérisation des formulations.....                                     | 6  |
| 1.   | Mise en œuvre par injection.....  | 6  |
| 2.   | Caractérisation des mélanges.....   | 7  |
| a.   | Test de traction, test de flexion.....                                    | 7  |
| b.   | Choc Charpy (non entaillé).....   | 8  |
| c.   | Propriétés rhéologiques.....  | 9  |
| d.   | Mesure de densité.....  | 9  |
| e.   | Vieillessement accéléré.....  | 10 |
| V.   | Mise en œuvre des semi-produits.....                                      | 11 |
| 1.   | Monofilament.....   | 11 |
| 2.   | Multifilament.....  | 11 |
| VI.  | Caractérisation des filaments.....  | 12 |
| 1.   | Propriétés mécaniques.....  | 12 |
| 2.   | Mesure de résistance à l'abrasion.....                                    | 12 |
| VII. | Conclusion.....   | 13 |

## I. Introduction

Dans le cadre du WP2 du projet INDIGO, deux semi-produits réalisés à partir de plastiques biodégradables ont été développés, un monofilament pour un filet de pêche, et un multifilament pour un filet de catinage. Le livrable T2.1.2 de cette activité rassemble le détail des formulations produites par NaturePlast et le développement des semi-produits, monofilament et multifilament, développés à l'échelle laboratoire par UBS à partir de formulations plastiques. Ce rapport technique décrit les différentes étapes de traitement des différentes formulations. De nombreuses formulations ont été testées pour évaluer le comportement mécanique et l'aptitude à la transformation de divers polymères et additifs potentiels :

- Pour les filets d'aquaculture : plus de 30 formulations.
- Pour les filets de pêche : plus de 45 formulations.

Ce rapport détaille les différents essais réalisés sur les compounds et les éprouvettes d'essai injectées, afin de caractériser les matériaux et d'améliorer les formulations : essais mécaniques (essai de traction à rupture, module d'Young, module de flexion, essai cyclique, essai d'impact), essai rhéologique (Melt Flow Index : MFI), densité...

Ensuite, les granulés de plastique ont été transformés dans une extrudeuse pour obtenir les multifilaments et les monofilaments. Selon le type de semi-produit (mono ou multifilament), l'équipement de transformation n'est pas le même. Les machines utilisées, ainsi que les propriétés de mise en œuvre telles que les températures, la vitesse des vis, le rapport d'étirage appliqué, ont été définis afin que les essais puissent être reproduits ultérieurement. Tous les essais de caractérisation du prototype de filament sont également présentés dans ce rapport : résistance mécanique, déformation avant rupture du filament... Il s'agit de paramètres essentiels qui présentent un grand intérêt pour des groupes cibles tels que les professionnels de la pêche et de l'aquaculture. Ces filaments seront ensuite utilisés dans l'activité 2 par le partenaire FILT pour tester le filage sur l'une des machines à fabriquer des filets, et des échanges seront prévus entre les partenaires pour s'assurer que les filaments seront facilement adaptables au cours du processus de fabrication.

## II. Stratégie de développement des semi-produits à l'échelle laboratoire

Cette activité 1 du module de travail 2 est centrale pour assurer un développement de semi-produits répondant au cahier des charges, c'est également une étape primordiale pour la réussite du projet INDIGO. Le partenariat, par l'intermédiaire du schéma présenté sur la figure 1 ci-dessous, a souhaité présenter clairement la stratégie de développement des semi-produits à l'échelle laboratoire et aussi à l'échelle semi-industrielle. Les partenaires impliqués dans ce livrable sont donc NaturePlast, l'université de Bretagne Sud (UBS) via son plateau technique CompositIC ainsi que IRMA et Filt pour apporter leur expertise sur les filaments développés.

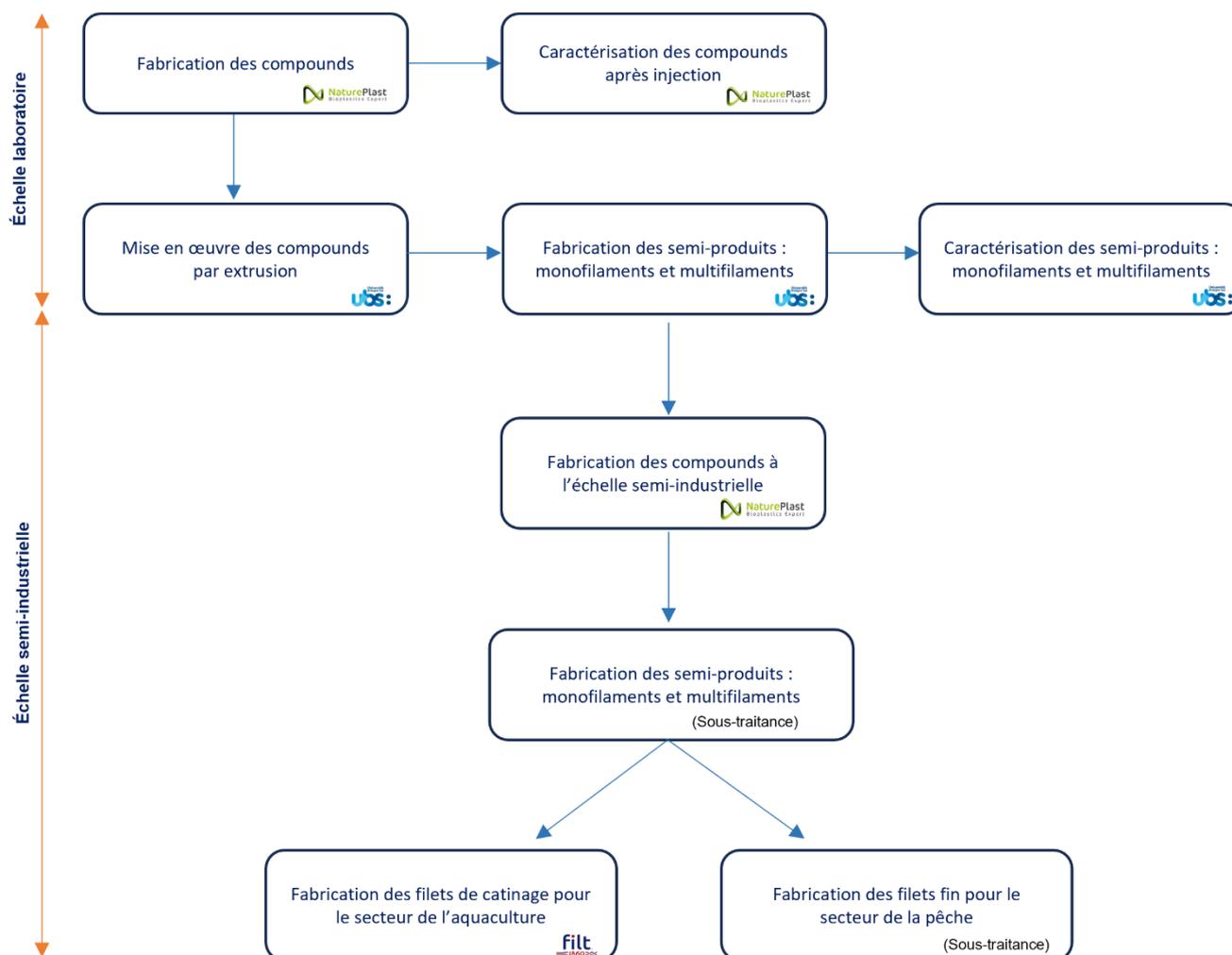


Figure 1 : Stratégie de développement des semi-produits à l'échelle du laboratoire et semi-industrielle

Les descriptions présentées dans ce rapport ne concerneront que la première partie du schéma, soit le développement à l'échelle laboratoire.

### III. Sélection des formulations

Les propriétés cibles en termes de viscosité par exemple pour chaque application sont définies dans le livrable *T1.2.1-Cahier des charges*. Les mélanges ont donc été définis par UBS/IRMA/NaturePlast sur la base de ce document.

Les polymères biodégradables ont été sélectionnés sur la base de diverses spécificités :

- Propriétés rhéologiques (exigences spécifiques de fluidité définies par l'équipement utilisé pour la production de filaments)
- Propriétés mécaniques (exigences spécifiques de résistance à la traction, d'élasticité, etc. définies par les propriétés visées des filets finaux).
- Un compromis entre les capacités de biodégradation efficaces et la durabilité requise.

Différents types d'additifs ont été testés pour augmenter l'une ou plusieurs des trois catégories de propriétés décrites ci-dessus.

*La liste des mélanges étudiés dans le cadre du projet est ajoutée dans la version confidentielle de ce livrable.*

Les équipements utilisés pour produire les formulations sont présentés ci-dessous.

#### 1. Compoundage par extrusion

L'extrusion à l'échelle du laboratoire a été réalisée par BiopolyNov (Extrudeuse 21 mm) tandis que l'extrusion à l'échelle semi-industrielle a été réalisée par NaturePlast (Extrudeuse 27 mm).

##### a. Extrudeuse 21 mm

Afin de préparer les différents mélanges à l'échelle du laboratoire, une extrudeuse bi-vis co-rotative TSA FSCM 21-50, avec un rapport L/D de 50 et cinq zones de chauffage (quatre dédiées au fût, une à la filière), est utilisée (Figure 2). Deux alimentateurs volumétriques sont disponibles pour l'incorporation des différents composants à l'intérieur du cylindre, ainsi qu'une pompe à liquide. Les dispositifs environnants disponibles consistent également en un bain de refroidissement à l'eau et un granulateur.

Le doseur volumétrique latéral peut être déplacé le long du tonneau pour choisir la zone d'introduction du second composant. De plus, plusieurs zones de dégazage peuvent être ouvertes si nécessaire.



Figure 2 : Extrudeuse bi-vis co-rotative

### b. Extrudeuse 27 mm

Une extrudeuse bi-vis co-rotative TSA d'un diamètre de 27 mm et d'un rapport L/D de 50, modèle TSA TT27-50, est utilisée. L'extrudeuse est équipée de deux doseurs gravimétriques Schenck Proflex C500, l'un comme alimentation principale, l'autre via une alimentation latérale ainsi qu'une pompe à liquide (figure 3). La zone d'introduction du second alimentateur gravimétrique est réglable. La filière à deux ou six trous est suivi d'un réservoir de refroidissement à eau pour refroidir les torons et les acheminer vers le granulateur.



Figure 3 : Extrudeuse bi-vis co-rotative TSA FSCM 27-50

*Les paramètres de mise en œuvre pour produire les différents mélanges sont disponibles dans la version confidentielle de ce document.*

## IV. Caractérisation des formulations

La première étape consiste à fabriquer les compounds, NaturePlast avait également en charge de caractériser les différents mélanges réalisés, via des caractérisations classiques après injection d'éprouvettes.

### 1. Mise en œuvre par injection

L'injection a été réalisée par BiopolyNov.

Pour réaliser les essais mécaniques, les mélanges ont été injectés selon deux formes :

- Eprouvette de type haltères (spécimen de type 1A défini dans EN ISO 527)
- Barres simples (spécimen 1 défini dans EN ISO 179, L=80 mm, L=10 mm, T=4 mm).

L'injection est réalisée à l'aide d'une machine de moulage par injection (presse à injecter), modèle KM80-22 de Krauss Maffei (figure 4).



Figure 4 : Presse à injecter

*Les paramètres de mise en œuvre pour produire les différentes éprouvettes sont disponibles dans la version confidentielle de ce document.*

## 2. Caractérisation des mélanges

Les tests ont été réalisés par BiopolyNov, à l'exception du vieillissement accéléré qui a été réalisé par NaturePlast.

### a. Test de traction, test de flexion

Avant l'essai, les éprouvettes sont conditionnées au moins trois jours à 23°C et 50% d'humidité relative. L'équipement utilisé est un banc de traction, modèle 3367 de la société INSTRON, et est présenté sur la figure 5.



Figure 5: Banc de traction INSTRON 3367

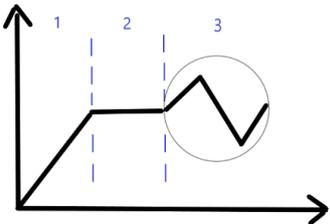
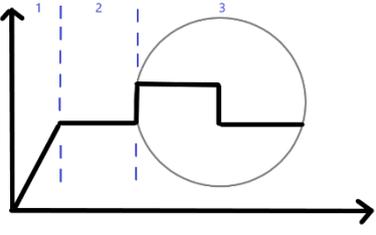
Pour les propriétés mécaniques à la rupture, les mesures sont effectuées selon la norme NF EN ISO 527. La vitesse d'essai est fixée à 50 mm.min<sup>-1</sup>. Deux cellules peuvent être utilisées selon le niveau de charge : capacité 1 kN ou 30 kN. La déformation est mesurée par l'enregistrement du déplacement de la barre perpendiculaire du banc de traction.

Pour le module d'Young, les mesures sont effectuées selon la norme NF EN ISO 527. En particulier, la vitesse d'essai est fixée à  $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ , et le module est défini comme la pente de la courbe contrainte-déformation entre 0,05 et 0,25% de déformation. La capacité de charge de la cellule est de 1 kN. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre de contact.

Pour déterminer le module de flexion, le banc est équipé d'une cellule d'une capacité de charge de 1 kN. Les mesures sont effectuées selon la norme NF EN ISO 528. La mesure est effectuée à  $2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ .

En ce qui concerne les essais de traction cyclique, les essais sont contrôlés en imposant une charge donnée (et non une déformation). Deux types différents de profils de contrainte sont définis (triangulaire et rectangulaire) sur la figure 6 :

- 1 : phase de chargement
- 2 : Plateau de charge constante (pour évaluer la déformation)
- 3 : contraintes cycliques

| Triangular stress  | Rectangular stress   |
|--|--|
|    |   |
| <i>Detailed parameters in confidential deliverable</i>   | <i>Detailed parameters in confidential deliverable</i>   |
| Outputs: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Maximum/minimum strain during phase 2</li> <li>- Maximum/minimum strain after specific number of cycles</li> </ul> | Outputs: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Maximum/minimum strain during phase 2</li> <li>- Maximum/minimum strain after specific number of cycles</li> </ul> |

**Figure 6 : Les deux types de sollicitations cycliques**

L'un des objectifs de ces tests de fatigue est de simuler les sollicitations imposées aux filets lors de leur phase d'utilisation

- **Filet fin** : sollicitations dynamiques pour simuler les phases d'utilisation (mis à l'eau, remontée ensuite sur le bateau, stockage...)
- **Filet mytilicole** : sollicitations statiques auxquels s'ajoutent des surcharges ponctuelles (poids lié à la croissance des coquillages, effets de la marée et du vent...)

### **b. Choc Charpy (non entaillé)**

Avant l'essai, les éprouvettes sont conditionnées pendant au moins 3 jours à  $23^\circ\text{C}$  et 50 % d'humidité relative. Les essais sont réalisés sur un dispositif CEAST Pendulum Impactor II (Figure 7). Les éprouvettes testées sont des barres de dimensions normalisées (barre de type 1). Le marteau utilisé est un marteau de 2 ou 15 joules, selon la formulation.



Figure 7 : Mouton pendule Impactor II

### c. Propriétés rhéologiques

Avant le test, tous les échantillons sont séchés dans un four à 90°C pendant au moins 4 heures. Cette méthode permet de déterminer l'indice de fluidité à chaud (MFI). L'équipement est un testeur modulaire d'écoulement de la matière fondue de type CEAST (figure 8).



Figure 8 : appareil de MFI modulaire utilisé

Les mesures sont effectuées selon la norme NF EN ISO 1133. La chambre est remplie de granulés et chauffée à la température souhaitée sans charge pendant 300s. Une charge de 2,16 kg est appliquée et des échantillons sont coupés à intervalles réguliers. Les extrudats sont ensuite pesés pour déterminer l'indice de fluidité, en g/10 min.

### d. Mesure de densité

Avant d'être testés, les granulés sont conditionnés pendant au moins trois jours à 23 °C et 50 % d'humidité relative. L'équipement utilisé est une balance de précision de type ALS/PLS 01, avec un kit de détermination de la densité (figure 9).

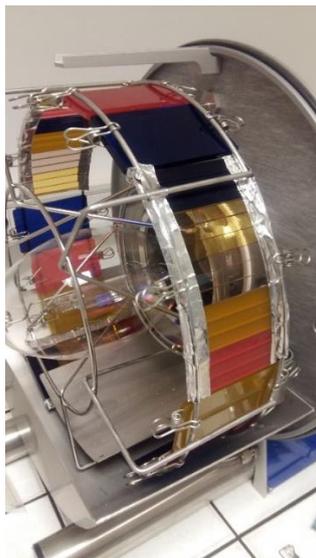


Figure 9 : Kit de détermination de la densité

Les mesures sont effectuées selon la norme NF EN ISO 1183 (méthode par immersion). Le liquide utilisé est de l'eau distillée. Les granules sont pesés à l'air ambiant, puis ils sont pesés après immersion dans un liquide de densité connue. Les essais sont réalisés sur des granules obtenus après extrusion.

#### *e. Vieillessement accéléré*

La chambre de vieillissement accéléré utilisée pour les tests est une station Artacc H 400 (Figure 10). Les éprouvettes de type haltères et les barres sont placés sur le tourniquet de la chambre de vieillissement. Un échantillonnage de 3 haltères et 3 barres est prévu et des prélèvements sont effectués après 48 h (2 jours), 144 h (6 jours) et 240 h (10 jours).



**Figure 10 : Échantillons placés sur le tourniquet de la chambre de vieillissement accéléré Artacc H400**

Après chaque période de vieillissement, les échantillons sont séchés et utilisés pour des essais de traction à la rupture et de résistance à l'impact.

*Le détail des conditions d'essai et les résultats des tests effectués sur les différentes formulations sont ajoutés dans la version confidentielle de ce livrable.*

## V. Mise en œuvre des semi-produits

### 1. Monofilament

Les tests de fabrication de monofilaments sont effectués sur la ligne d'extrusion SCAMEX disponible chez CompositIC et l'étirage des monofilaments est possible grâce à l'acquisition d'une machine à filer/étirer obtenue grâce à un appel d'offre lancé par UBS (Figure 11) :



Figure 11 : ligne d'extrusion et machine d'étirage.

Le monofilament est étiré par différents rouleaux chauffants qui tournent à différentes vitesses afin d'initier l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirement. Cette étape est nécessaire pour améliorer les propriétés mécaniques du monofilament.

### 2. Multifilament

Les essais à l'échelle du laboratoire sont réalisés à l'ENSAIT (École nationale supérieure des arts et industries textiles) en France (figure 12). L'UBS est également équipée d'une filière multifilament, adaptable à la machine existante (figure 11), mais les premiers essais ont montré la nécessité d'améliorer le système d'étirage en ligne pour suivre les cadences.

En ce qui concerne les paramètres du procédé, les formulations référencées ont pu être traitées (figure 12). Il s'agit d'un procédé très sensible qui exige une viscosité très spécifique à une température donnée.



Figure 12 : Processus de transformation des multifilaments

## VI. Caractérisation des filaments

### 1. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des monofilaments et des multifilaments sont caractérisées par des essais de traction sur une machine Instron 5566A, équipée de mors spécifiques pour les filaments (figure 13). Les essais ont été réalisés conformément à la norme ISO 2062.



Figure 13 : monofilament installé sur la machine de traction avant le test

*Les résultats des tests sont ajoutés dans la version confidentielle de ce livrable.*

### 2. Mesure de résistance à l'abrasion

La machine utilisée pour réaliser ces tests est une adaptation de la machine décrite dans la norme ASTM D6611 destinée à la mesure de la résistance à l'abrasion de multifilaments. En effet, selon cette norme, l'abrasion a lieu par frottement du filament contre lui-même, soumis à un poids défini et entraîné par un moteur à 1tr/s (Figure 14 gauche). Dans ce projet, une étude qualitative a été réalisée afin de comparer les résistances à l'abrasion entre les monofilaments. Les principaux paramètres utilisés sont les suivants :

- 4 poids différents : 26 g, 42 g, 71 g, 91 g
- 10 répétitions par poids, même série réalisée en immersion dans l'eau

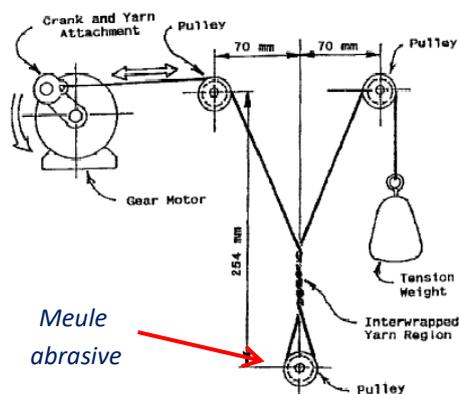


Figure 14 : Schéma correspondant à la norme ASTM où l'abrasion a lieu filament contre filament (gauche) Machine utilisée avec à la place de la poulie, une surface abrasive (droite)

*Les résultats des tests sont ajoutés dans la version confidentielle de ce livrable.*

## VII. Conclusion

Les différentes étapes de développement des semi-produits dans le projet INdIGO s'avèrent longues et fastidieuses, mais elles sont néanmoins nécessaires pour que le produit développé réponde aux attentes du cahier des charges et des utilisateurs finaux. Le processus itératif a permis d'augmenter pas à pas les propriétés de la formulation et de sélectionner les meilleurs candidats polymères et additifs. Diverses formulations ont été sélectionnées pour la production de filaments à l'échelle du laboratoire et à l'échelle semi-industrielle, et quelques prototypes initiaux ont été développés.

Tous les essais réalisés jusqu'à présent ont été prometteurs. Cependant, à chaque étape, par exemple chez NaturePlast entre une extrudeuse de laboratoire et une extrudeuse semi-industrielle ou entre des essais de filage à l'UBS et sur le site industriel, de nouvelles contraintes apparaissent et des ajustements sont souvent nécessaires.

Pour la prochaine étape, des tests optimisés seront effectués sur les formulations afin d'évaluer leur capacité à être utilisées pour produire des prototypes d'engins de pêche :

- Monofilament : La production du monofilament est prévue sur une formulation sélectionnée, et environ 50 kg de matériel seront produits. Les monofilaments seront ensuite utilisés pour la fabrication du filet fin, étape qui sera sous-traitée.
- Multifilament : La production du multifilament est prévue pour une formulation sélectionnée, et environ 50 kg de matériel seront produits. Les multifilaments seront ensuite utilisés à l'étape suivante pour la production du filet pour l'aquaculture chez le partenaire Filt.