

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 35688 B1

(51) Cl. internationale :
C08L 23/00

(43) Date de publication :
01.12.2014

(21) N° Dépôt :
35851

(22) Date de Dépôt :
25.04.2013

(71) Demandeur(s) :
**MASCIR MOROCCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION, RUE
MOHAMED ELJAZOULI MADINAT ALIRFANE RABAT 10100 (MA)**

(72) Inventeur(s) :
BOUHFID RACHID ; QUAISS ABOU EL KACEM

(74) Mandataire :
ABDELHAQ AMMANI

(54) Titre : **UTILISATION DE LA FIBRE DE LUFFA SOUS FORME DE FIBRE COURTE
COMME RENFORT DANS LES MATRICES THERMOPLASTIQUES**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un nouveau composite sous forme d'un mélange-granulé composé matrice thermoplastique, des fibres de luffa et un compatibilisant pour améliorer l'adhésion à l'interface.

Utilisation de la fibre de LUFFA sous forme de fibre courte comme renfort dans les matrices thermoplastiques

5

ABREGE

La présente invention concerne un nouveau composite sous forme d'un mélange-granulé composé matrice thermoplastique, des fibres de luffa et un compatibilisant pour améliorer l'adhésion à l'interface.

10

15

20

25

30

01 DEC 2014

**Utilisation de la fibre de LUFFA sous forme de fibre courte comme renfort
dans les matrices thermoplastiques**

5 **Domaine de l'invention :**

La présente invention concerne la mise au point de nouveau matériau composite renforcé par la fibre de luffa à matrice thermoplastique avec des propriétés mécaniques et thermiques améliorées. Il peut être utilisé dans le domaine de la plasturgie.

10

Etat de l'art:

Au cours des dernières années, des efforts considérables ont été faits pour l'étude de la possibilité d'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans les composites thermoplastiques. Les fibres naturelles sont en train d'émerger pour
15 remplacer les fibres synthétiques classiques [1] pour diverses applications, telles que les matériaux de construction, les pièces automobiles, les industries de l'emballage, des applications biomédicales [2-4]. L'utilisation de ces charges lignocellulosiques est due à leur morphologie fibrillaire, de faible densité, une bonne isolation thermique et les propriétés mécaniques [5, 6]. Malgré les
20 avantages des fibres naturelles dans les thermoplastiques, la préparation des polymères-fibres composites est handicapée par le caractère fortement hydrophile des fibres constituées de cellulose, hémicelluloses et lignine macromolécules [7,8] conduisant à leur caractère hydrophile, ces fibres sont associés à une faible compatibilité avec les polymères hydrophobes [9,10]. Pour remédier à la mauvaise
25 compatibilité entre la matrice polymère et la surface des fibres naturelles, des traitements physiques ou chimiques doivent être appliqués afin d'améliorer l'adhérence à l'interface entre la fibre et la matrice. A cet effet, l'utilisation de compatibilisant et de traitement de surface des fibres (traitement Alcalin) ont reçu une attention considérable en raison de leur efficacité dans la modification de
30 l'interface en créant un lien entre les composants [11-13].

Description de l'invention :

La présente invention concerne la préparation d'un nouveau composite renforcé pour la première fois par des fibres de luffa, cette préparation comprenant les étapes suivantes :

- 5 1- Le broyage de la fibre de luffa en utilisant un broyeur à couteaux muni d'un tamis qui dépend de la taille des fibres voulu. Dans notre cas et à titre d'exemple on a utilisé un tamis de 500 μm ce qui nous a permis l'obtention d'un diamètre moyen de 138 μm et une longueur moyenne de 718 μm .
- 10 2- Les fibres broyées de Luffa ont été maintenues pendant 48 heures dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium 1,6 mol/L (traitement alcalin), puis traitée avec de l'acide acétique (100 ml) pour neutraliser la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium restant. Ces fibres ont été finalement séchées à l'air pendant 24 heures avant une nouvelle utilisation. Le
15 traitement alcalin élimine une certaine quantité de la lignine, de la cire et les huiles qui recouvrent la surface externe des fibres qui pourraient limiter l'adhérence avec la matrice polymère.
- 20 3- L'extrusion de mélange matrice polymère et les fibres traitées pour obtenir un mélange sous forme de granulés dont le pourcentage massique des fibres peut atteindre 40%. Les fibres sont introduites dans l'extrudeuse une fois que la matrice est à l'état fondu pour minimiser le temps de séjour des fibres dans le cylindre d'extrusion et pour éviter la dégradation des fibres.

25

Mode de réalisation préféré de l'invention

Préparation d'un matériau composite à matrice polyéthylène haute densité et des fibres de luffa :

Luffa a été broyé avec un broyeur à couteau muni d'un tamis de 500 μm .

- 30 Les fibres broyées ont subi un traitement alcalin à la soude pendant 48 h, suivi d'un traitement à l'acide acétique.

Les fibres traitées ont été séchées à l'air libre.

Le matériau composite sous forme de granulés et qui est un mélange entre la matrice polymère de polyéthylène haute densité (PEHD) et les fibres de luffa est obtenu par mélange à l'état fondu par le procédé extrusion dont les vis sont configurées de telle sorte à assurer un mélange dispersif et distributif.

- 5 L'introduction des fibres est faite à une étape d'extrusion où le polymère est déjà à l'état fondu pour minimiser le temps de séjour des fibres dans l'extrudeuse. A la sortie de la filière le matériau est refroidi à l'eau ou à l'air puis granulé, ce qui permet ainsi l'obtention du matériau composite objet de l'invention sous forme de granulés.
- 10 Un compatibilisant a été utilisé à 8% en poids pour améliorer l'adhérence à l'interface et pour remédier au caractère fragile apporté par l'ajout des fibres. Le compatibilisant est un tribloc Styrène-Ethylène-Butadiène-Styrène greffé Anhydride Maléique (SEBS-g-MA) et qui a un caractère caoutchoutique.
- 15 Le tableau 1 présente les deux séries de matériaux composites préparés avec et sans compatibilisant.

Tableau 1 : série de mélanges

Sans compatibilisant		Avec compatibilisant	
% en poids de Matrice PEHD	% en poids de Fibres	% en poids de Matrice PEHD à 8% en poids de SEBS-g-MA	% en poids de Fibres
95	5	95	5
90	10	90	10
85	15	85	15
80	20	80	20
75	25	75	25

- 20 Le procédé d'injection a été utilisé pour vérifier la possibilité de mise en œuvre du composite ainsi développé et pour la préparation de différents échantillons pour les différents tests.

La mise en œuvre par injection a été vérifiée pour les deux séries et à différents pourcentages de fibre de luffa.

Propriétés mécaniques et thermiques

L'ajout des fibres de luffa a permis une amélioration de la rigidité mécanique du composite jusqu'à un pourcentage de 20 % suivi d'une baisse tout en restant supérieur au polymère vierge (sans fibres). La contrainte maximale et qui reflète l'état d'adhérence n'a pas été trop affectée par l'ajout des fibres dans la série avec compatibilisant. La figure 2 présente les résultats de la rigidité (Young Modulus) et de la contrainte maximale (Tensile Strength) en fonction du pourcentage en poids des fibres.

Les propriétés thermiques ont été évaluées par l'analyse thermogravimétrique et qui nous a renseignés sur la température de dégradation des matériaux développés. Il a été observé une amélioration de la dégradation du matériau par l'ajout des fibres et ce par l'augmentation de la température de dégradation.

Le tableau 2 récapitule les résultats des piques de dégradation.

15

Tableau 2 : Températures de dégradation du polymère PEHD, Les fibres de Luffa et des composites avec et sans compatibilisant.

HDPE	Fibres de Luffa	HDPE/ Luffa			HDPE-SEBS-g-MA /Luffa		
		Pourcentage en poids des fibres			Pourcentage en poids des fibres		
		10	20	25	10	20	25
398	336/442	384/469	424/476	432/480	387/440	406/480	438/485

20 Brève description des dessins :

Figure 1. Luffa avant et après broyage avec distribution de diamètre et de longueur des fibres après broyage et traitement.

Figure 2. Présente les résultats de la rigidité (Young Modulus) et de la contrainte maximale (Tensile Strength) en fonction du pourcentage en poids des fibres.

Le graphe (a) représente la contrainte maximale et le graphe (b) représente le module de Young en fonction du pourcentage des fibres pour les deux séries, avec et sans compatibilisant.

25

Références:

1. Joshi, S.V., Drzal, L.T., Mohanty, A.K., Arora, S.. Compos. Part A – Appl. S. **2004**, 35, 371–376.
2. Parida, C., Das, S.C., Dash, S.K. Procedia Chemistry **2012**, 4, 53–59.
- 5 3. Arrakhiz, F.Z., El Achaby, M., Bouhfid, R., Vaudreuil, S., Essassi, M., Qaiss, A. Mater. Design **2012**,35, 318–322.
4. Arrakhiz, F.Z., El Achaby, M., Kakou, A.C., Vaudreuil, S., Benmoussa, K., Bouhfid, R., Fassi-Fehri, O., Qaiss, A. Mater. Design **2012**, 37, 379–383.
5. Van de Velde, K., Kietkens, P. Polym. Test. **2001**, 20, 885–893.
- 10 6. Essabir, H., Nekhlaoui, S., Malha, M., Bensalah, M.O., Arrakhiz, F.Z., Qaiss, A., Bouhfid, R. Mater. Design **2013**, 51, 225–230.
7. Ofomaja, A.E., Naidoo, E.B.. Chem. Eng. J. **2011**, 175, 260–270.
8. Elkhaoulani, A., Arrakhiz, F.Z., Benmoussa, K., Bouhfid, R., Qaiss, A. Mater. Design
15 **2013**, 49, 203–208.
9. Tajvidi, M., Ebrahimi, G.. J. Appl. Polym. Sci. **2003**,88,941–946.
10. Torres, F.G., Cubillas, M.L.. Polym. Test. **2005**, 24, 694–698.
11. Sawpan, M.A., Pickering, K.L., Fernyhough, A.. Compos. Part A. – Appl. S. **2011**, 42, 888–895.
- 20 12. Arrakhiz, F.Z., El Achaby, M., Benmoussa, K., Bouhfid, R., Essassi, E.M., Qaiss, A.. Mater. Design **2012**, 40, 528–535.
13. Mizanur Rahman, M., Khan, M.A. Compos. Sci. Technol. **2007**, 67, 2369–2376,.

Revendications.

1. Nouveau composite sous forme de granules comprenant :
 - des fibres de luffa broyées et traitées à la soude.
 - Une matrice à base de polyoléfine.
 - 5 • un compatibilisant à base d'anhydride maléique

2. Nouveau composite selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** les fibres de luffa représentent des pourcentages de 0 à 40% en poids du composite.
10

3. Nouveau composite selon les revendications 1 et 2 **caractérisé en ce que** les fibres de luffa ont un diamètre moyen allant de 50 à 150µm et une longueur moyenne comprise entre 500 et 1500 µm.
15

4. Nouveau composite selon les revendications 1 à 3 **caractérisé en ce que** la fibre de luffa, est fonctionnalisée par différentes fonctions (chaîne aliphatique, silane, ester) pour assurer une bonne adhérence à l'interface matrice-fibre.
20

5. Nouveau composite selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** la proportion du compatibilisant est comprise entre 0 et 8% en poids.

- 25 6. Nouveau composite selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** la matrice polyoléfine est choisie parmi le groupe= {le polyéthylène PE, le polypropylène PP, le polyéthylène à basse densité LDPE, le polyéthylène à haute densité HDPE, le polyéthylène linéaire à basse densité LLDPE}.

- 30 7. Nouveau composite selon les revendications 1 à 6 **caractérisé en ce que** le mélange fibres de luffa, matrice et éventuellement le compatibilisant se fait à l'état fondu dans une extrudeuse avec une configuration des vis permettant d'avoir une bonne dispersion et distribution des fibres dans la matrice.

1/2

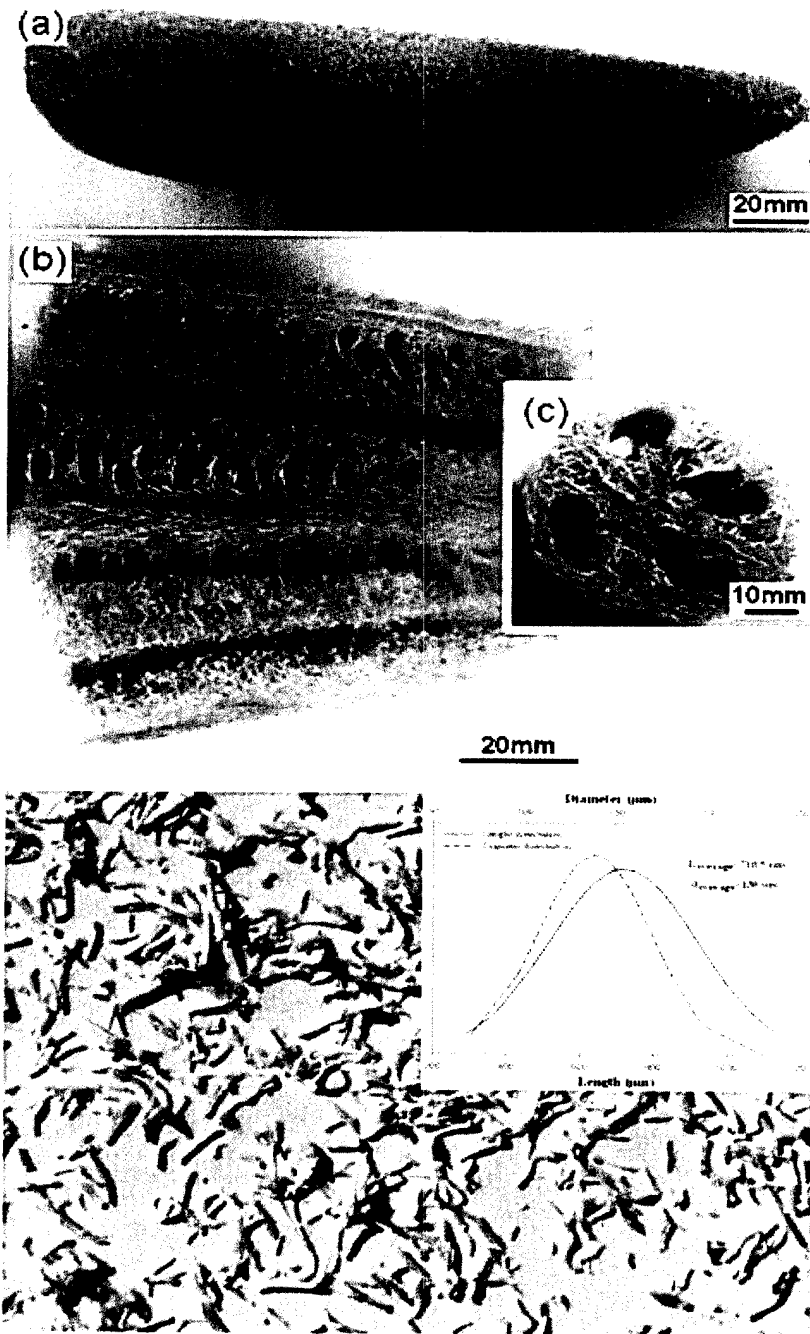


Figure 1

5

10

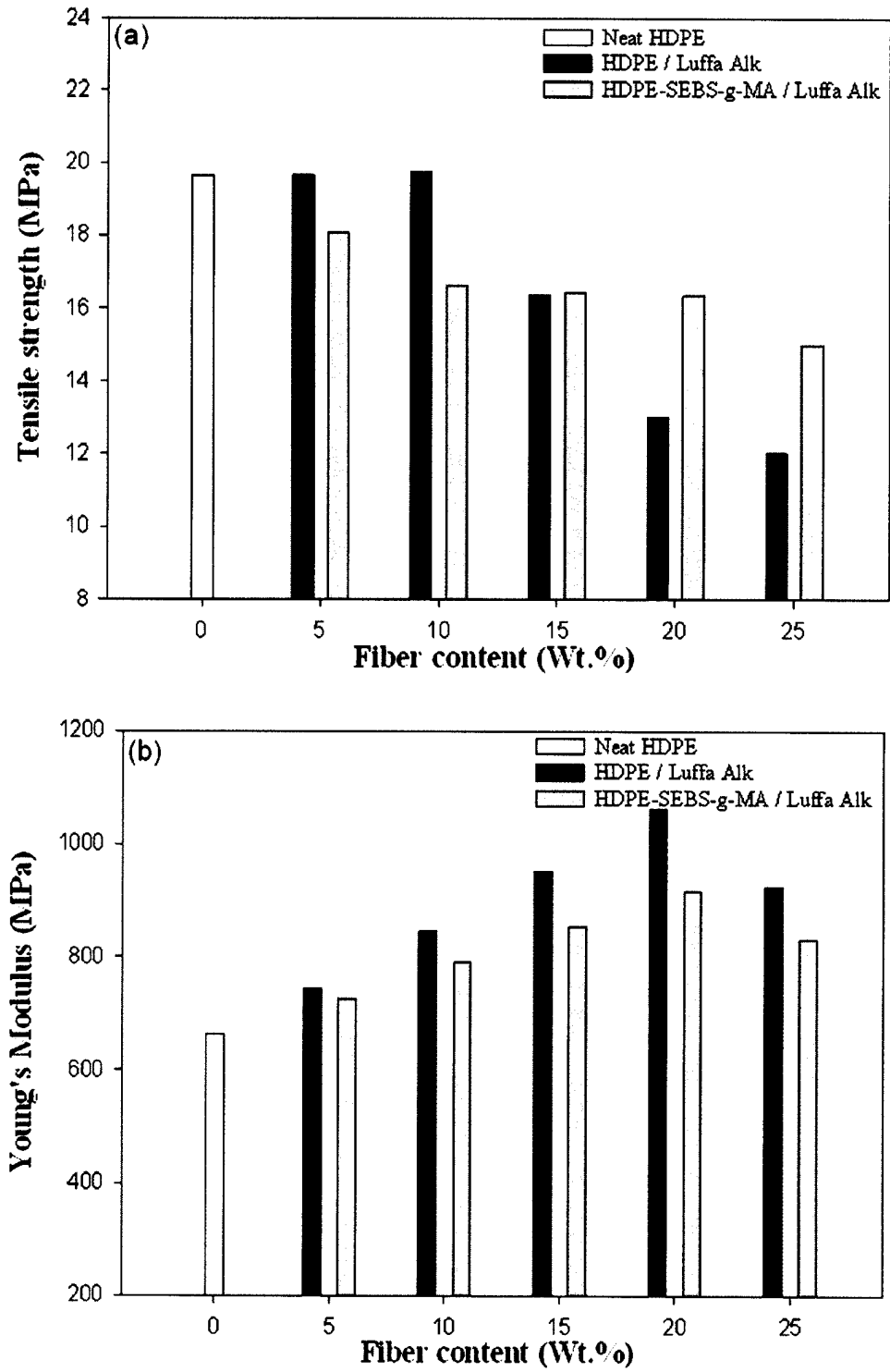


Figure 2