

Mise au point d'un procédé d'impression 3D pour le recyclage des sciures de MDF

RAMAUX Johan^{1,2,3}, NOUVEL Cécile², ZIEGLER-DEVIN Isabelle³, BESSERER Arnaud³, NOYEL Mélanie¹

¹Acta Mobilier, 7 Rue de Madrid, 89470 MONETEAU

² Université de Lorraine, CNRS, LRGP, F-54000 Nancy, France

³ LERMAB, Université de Lorraine, GP4W, F 54 000 Nancy, France

jramaux@acta-mobilier.fr

Mots clés : Impression 3D ; Recyclage ; Panneaux de Fibres de Densité Moyenne (MDF) ; Procédé ; Tomographie Rayons X

Contexte et Présentation

La production de déchets bois et la tension sur la matière première pour les différents besoins de l'industrie sont en constante augmentation. La production de déchets bois a atteint 240 millions de mètres cubes en 2020 (FAO 2022). Par ailleurs, bien que diverses méthodes de valorisations existent, comme l'incorporation dans des composites thermoplastiques ou encore l'extraction de molécules à haute valeurs ajoutées, le réemploi de la ressource n'est pas total et nécessite la création de nouvelles filières de recyclage (Pandey 2022). Parmi les techniques de recyclage pour la création de composites plastiques à base de bois, une nouvelle technologie prometteuse est en train d'émerger : la fabrication additive (plus communément appelée impression 3D). L'impression 3D permet, en plus d'offrir des possibilités de création presque sans limites, de pouvoir utiliser une vaste source de matières premières, incluant l'utilisation de composites plastique/bois. Cette technique est donc un moyen peu coûteux de réutiliser les déchets de biomasse tout en augmentant la valeur ajoutée de ces derniers et des polymères utilisés. C'est dans ce contexte, que l'entreprise Acta Mobilier (Monéteau, France) cherche à valoriser des déchets de panneaux de fibres de densité moyenne (MDF). Ces sciures sont présentes en grandes quantités (environ 68 t par an). La volonté de l'entreprise est donc de pouvoir recycler ses sciures de MDF en utilisant l'impression 3D pour la création de nouveaux produits à haute valeur ajoutée. Afin de rendre ce nouveau procédé viable et industrialisable, de nombreux verrous restent encore à lever. Parmi eux, la formulation du composite afin de mieux comprendre son comportement et son imprimabilité.

Matériels et Méthodes

Fibres de MDF utilisées

Les fibres de MDF utilisées sont les déchets d'usinage récupérés chez Acta Mobilier. Afin de ne pas boucher la buse de l'imprimante 3D (diamètre de 0.4 à 0.8 mm) les sciures ont au préalable été tamisées à 300 µm. Cette fraction correspond à plus de 90% de la masse totale de déchet MDF. Par ailleurs, une analyse granulométrique (Malvern 3000, Malvern Panalytical) a permis de montrer que leur taille moyenne (D50) est de 100 µm. Les sciures ont une humidité relative de 5%.

Fabrication des composites

A l'aide d'une extrudeuse bi-vis (Thermo Scientific, PTW24), différents lots de composites ont été fabriqués en mélangeant le MDF à l'acide polylactique (PLA). Le PLA est amené dans l'extrudeuse par un débitmètre volumique calibré alors que les fibres de MDF sont amenées par

un débitmètre massique (également calibré au préalable). Le PLA utilisé est le PLE005 de chez NaturePlast (Iffs, France) avec une densité de 1,25 et un indice de fluidité à chaud de 23 g/10 min (donnée fournisseur). Le profil de température de l'extrudeuse est constant sur toute sa longueur et de 170°C pour l'expérience de référence avec du PLA vierge contre 160°C pour produire un composite PLA / MDF (avec une teneur de 20% en masse de MDF). Dans le but de rendre le procédé le plus simple industriellement, l'influence du séchage a pu être étudié. Différents lots ont été réalisés :

- Un lot A constitué de 20% en masse de fibres de MDF et 80% de PLA pour lequel les deux intrants ont été au préalable séchés.
- Un lot C constitué de 20% en masse de fibres de MDF et 80% de PLA. Aucun des intrants n'a été séché.

Mesure de l'indice de fluidité à chaud (Melt Flow Index – MFI)

Les mesures de l'indice de fluidité à chaud ont été réalisées à l'aide d'un testeur de fluidité polyvalent (CEAST MF20, Instron). La précharge utilisée est de 2.16 kg et la température de 180°C. Chaque mesure a été répétée huit fois. Les graphiques obtenus ont été réalisés sous R (R Core Team 2021).

Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

La DSC est une calorimétrie permettant de comparer les flux de chaleurs échangés entre un échantillon et une référence (ici une capsule remplie d'air). Cette caractérisation permet de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux tel que la température de transition vitreuse (T_g) ou la température de fusion. L'analyse a été menée de 25 à 250 °C, avec une rampe de chauffe à 10 °C/min. Une première chauffe est effectuée, puis un refroidissement et enfin une deuxième chauffe. Entre chaque étape, une isotherme de 2 min est respectée. La T_g est mesurée lors de la première chauffe. Sur le thermogramme, elle est caractérisée par un changement de pente de la courbe.

Microscopie à Fluorescence

La microscopie à fluorescence, technique d'imagerie non destructive, est un type de microscopie optique utilisant le phénomène de fluorescence de particules (Davidson 1996). La lignine, de par la présence de noyaux aromatiques et de liaisons conjuguées est un composé auto-fluorescent (sans l'ajout de molécules fluorescentes). Le microscope à fluorescence Leica DM 2700 M a été utilisé avec un filtre UV pour voir l'auto-fluorescence de la lignine contenue dans le MDF. Ce filtre permet une excitation entre 320-360 nm et une émission pour toutes les longueurs d'ondes supérieures à 470 nm. Ce microscope est couplé à un objectif de microscopie à épiscopie permettant d'obtenir une image nette de la surface de l'échantillon sans avoir à réaliser de lame mince.

Tomographie RX

La tomographie RX permet de visualiser les différentes densités relatives d'un matériau. Cette technique, proche de la radiographie médicale, permet donc de visualiser l'ensemble du matériau et de ses différents composants. Afin de rendre l'analyse plus visuelle, un traitement d'image a été réalisé via le logiciel ImageJ (Schindelin et al. 2012) permettant un affichage en fausses couleurs.

Impression 3D

L'objectif principal de ce projet, est l'impression 3D du matériau composite obtenu. Le procédé choisi pour l'impression 3D est l'extrusion de matière et plus spécifiquement le *Fused Granular*

Fabrication (FGF, permettant l'extrusion de pellets). Pour cela, une imprimante Creality CR10 équipé d'une tête d'extrusion de pellets Mahors V4 a été utilisée (avec l'apport technique de l'ERPI¹). Cela permet d'obtenir de premiers essais préliminaires, montrant la faisabilité du procédé. La technologie d'impression 3D a été testée avec des pellets issu du lot A (intrants séchés, 20% de MDF).

Résultats et Discussion

Les propriétés du composite obtenu dépendent grandement des intrants. Du fait de la variabilité de la sciure de MDF, c'est pourquoi, il est important de mettre en place des outils performants afin de pouvoir corrélérer les propriétés initiales de la sciure et du PLA à celles du matériau composite final.

Mesures de MFI

La mesure du MFI permet d'obtenir une première image de son comportement à l'état fondu à des taux de cisaillement faibles. Les échantillons testés sont le PLA pur, le lot A et le lot C. Les résultats sont présentés dans la Fig. 1.

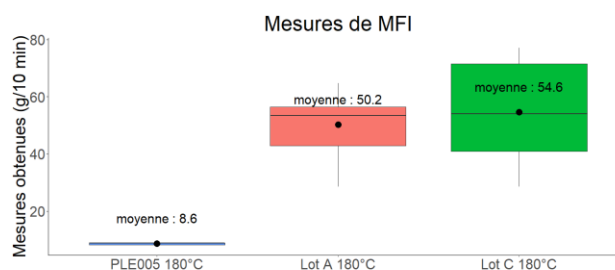


Fig. 1 : Mesures de MFI obtenues pour les différents lots

Le PLA à 180°C présente un MFI qui est en adéquation avec ce qui est couramment obtenu pour la fabrication additive (environ 10 g/10min) comme recommandé par Wang (2017). L'ajout de MDF dans le PLA entraîne alors une augmentation importante de ce dernier (facteur 6). En première approche, il apparaît que l'influence du séchage sur la fluidité à chaud du composite semble négligeable. Néanmoins, la dispersion des valeurs augmente avec l'ajout de MDF, et ce d'autant plus que les intrants ne sont pas séchés. Les recherches sont actuellement en cours pour comprendre cette augmentation de la fluidité, et de la dispersion des valeurs. Les pistes envisagées sont actuellement liées à l'hétérogénéité du mélange et à un début de dégradation du PLA, accéléré par l'eau apportée par le MDF lors de la mise en forme. Cette dispersion des valeurs se traduit par une reproductibilité médiocre des résultats et du procédé.

Calorimétrie Différentielle à Balayage

La température de transition vitreuse (T_g) est un paramètre permettant de caractériser la qualité d'un mélange. Le Tab. 1 permet de visualiser l'évolution de T_g en fonction des différents lots. Une diminution de T_g aurait été le signe d'un effet plastifiant d'un des composants, ici plus particulièrement, l'influence de la lignine contenue dans le MDF aurait pu être attendue. Or, on remarque une augmentation de T_g , traduisant le signe d'un mélange partiel entre le PLA et le MDF. Ainsi la DSC ne permet pas de conclure sur l'augmentation de la dispersion mais montre au contraire la qualité du mélange entre matrice et charge. Il convient alors d'observer la microstructure de ce mélange entre PLA et MDF et notamment la dispersion du MDF au sein de la matrice PLA.

¹ Équipe de Recherche sur les Processus Innovatifs

Tab. 1 : Evolution de la T_g des différents lots

Matériaux	PLA vierge	Composite lot A	Composite lot C
T° de transition vitreuse (°C)	61	87	95

Microscopie à fluorescence

L'observation en microscopie à fluorescence du composite à base de bois, permet d'observer indépendamment la dispersion du PLA et du MDF. Les images ci-dessous permettent de visualiser les fibres de MDF sous fluorescence UV (Fig. 2a – les fibres apparaissent en vert). Le PLA n'est pas fluorescent mais visible en brun sur l'image en épiscopie fond noir (Fig. 2b). Par reconstruction d'image, il est possible de combiner les deux images (a et b) pour obtenir l'image c. Cela permet de mettre en évidence une répartition globalement homogène du MDF dans la matrice PLA, bien qu'imparfaite. De plus, après reconstruction, des zones sombres (cercles blancs) sont toujours apparentes. La microscopie à fluorescence montre donc une hétérogénéité du mélange, due à une miscibilité imparfaite des constituants de ce mélange. La conséquence pour l'impression de cette mauvaise miscibilité, c'est-à-dire d'une concentration en MDF localement plus importante, est la formation d'imperfections esthétiques. Afin de caractériser ces zones sombres, une imagerie en tomographie à rayons X a été réalisée.



Fig. 2 : Analyse par microscopie d'un pellet du lot C (20% de MDF, pas de séchage) : a) Fluorescence (vert=MDF) ; b) Episcopie fond noir (brun/transparent = PLA), c) Superposition

Tomographie à rayons X (RX)

La tomographie RX permet de visualiser les différentes densités relatives du matériau. Cela permet notamment de visualiser sa porosité. Le résultat de l'imagerie d'un pellet de lot C est montré en Fig. 3. Les nombreuses zones sombres correspondent à une densité nulle, c'est-à-dire du vide. Ces cavités peuvent s'expliquer par une mauvaise dispersion de la charge au sein de la matrice mais aussi par la présence d'eau à l'intérieur du composite, l'échantillon analysé n'ayant pas été séché. Effectivement cette dernière s'évapore lors du procédé générant des bulles.

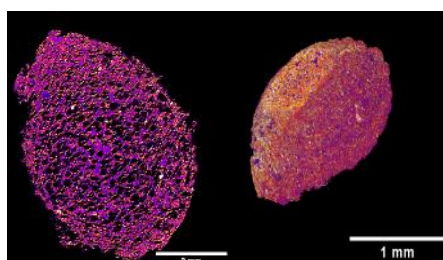


Fig. 3 : Tomographie RX d'un pellet du lot C

Impression 3D

En utilisant du PLA vierge (référence) le procédé FGF permet d'obtenir des résultats très encourageants. De premiers essais préliminaires montrent que l'impression d'un matériau composite, à base de PLA et contenant 20% en masse de fibres de MDF, est possible.

Néanmoins, certains défauts d'impressions, illustrés sur la Fig. 4 doivent être résolus. De plus, ces essais doivent pouvoir être transposés au milieu industriel, tout en permettant d'avoir des résultats reproductibles. C'est pourquoi l'étude de l'impact du séchage des intrants sur la qualité du produit finis est primordial.

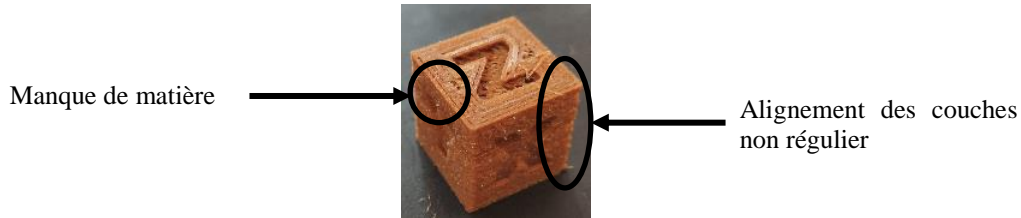


Fig.4 : Essais préliminaire d'impression 3D FGF (lot A) – cube d'arrête 20 mm

Conclusion

Le procédé d'impression 3D à partir des sciures de MDF avec du PLA, est prometteur. Nous avons montré qu'il est possible d'obtenir un composite doté de caractéristiques satisfaisantes pour l'impression 3D à partir de déchets d'usinage. Le séchage des intrants de matière ne semble pas être une nécessité puisque le MFI n'est pas significativement affecté. En revanche, l'absence de séchage augmente la variabilité de MFI et semble créer des cavités dans le matériau obtenu. Les essais d'impression en cours permettront de déterminer si les variabilités de MFI mesurées peuvent être la cause d'une hétérogénéité de qualité d'impression. Dans l'objectif d'obtenir une dispersion plus homogène du MDF dans le PLA, l'ajout d'un compatibilisant sera étudié. Ces derniers pourraient également conférer de nouvelles propriétés, tel qu'une meilleure résistance au vieillissement.

Références

Davidson R.S. (1996) Application of fluorescence microscopy to a study of chemical problems. *Chemical Society Reviews*. Vol. n°25, pp. 241-253.

FAO (2022) FAOSTAT. [en ligne]. [Consulté le 27/10/2022]. Disponible à l'adresse : <https://www.fao.org/faostat/fr/#data/FO>

Pandey S. (2022) Wood waste utilization and associated product development from under-utilized low-quality wood and its prospects in Nepal. *SN Applied Sciences*. Vol. n°4, pp. 1-8.

R Core Team (2021) R: A Language and Environment for Statistical Computing [en ligne]. R. R Foundation for Statistical Computing. Disponible à l'adresse : <https://www.R-project.org>

Schindelin J., Arganda-Carreras I., Frise E., Kaynig V., Longair M., Pietzsch T., Preibisch S., Rueden C., Saalfeld S., Schmid B., Tinevez J.-Y., White D. J., Hartenstein V., Eliceiri K., Tomancak P., Cardona A. (2012) Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*. Vol. n°9, pp. 676-682.

Wang S. (2017) Can the melt flow index be used to predict the success of fused deposition modelling of commercial poly(lactic acid) filaments into 3D printed materials? *Plastics Rubber and composites*. Vol. n°47, pp. 9-16.