



HAL
open science

Fonctionnalisation par traitement au plasma froid de fibres de carbone recyclées pour une réincorporation dans des composites PA6/RCF

Louis Jeantet, Perrin Didier, Arnaud Regazzi, Patrick Ienny

► To cite this version:

Louis Jeantet, Perrin Didier, Arnaud Regazzi, Patrick Ienny. Fonctionnalisation par traitement au plasma froid de fibres de carbone recyclées pour une réincorporation dans des composites PA6/RCF. Journées Scientifiques et Techniques: Fin de Vie et Recyclage des Composites 2024, May 2024, Albi, France. <hal-04676006>

HAL Id: hal-04676006

<https://imt-mines-ales.hal.science/hal-04676006v1>

Submitted on 21 Jan 2026

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

Fonctionnalisation par traitement au plasma froid de fibres de carbone recyclées pour une réincorporation dans des composites PA6/RCF

Functionalization of recycled carbon fibers via cold plasma treatment for recycling in PA6/RCF composites

Louis Jeantet¹, Didier Perrin², Arnaud Regazzi¹, Patrick Ienny¹

1 : Durabilité Matériaux et Structures, C2MA

IMT Mines Alès

6 avenue de Clavières, 30100 Alès

e-mail : louis.jeantet@mines-ales.fr et arnaud.regazzi@mines-ales.fr et patrick.ienny@mines-ales.fr

2 : Polymer Composites and Hybrids (PCH), C2MA

IMT Mines Alès

6 avenue de Clavières, 30100 Alès

e-mail : didier.perrin@mines-ales.fr

La grande quantité de déchets composites produits par l'industrie aéronautique nécessite la mise en place de procédés de recyclage performants afin de limiter l'impact environnemental du démantèlement des transporteurs aériens [1]. Dans ce contexte, la récupération des fibres de carbone par un procédé de pyrolyse est une voie prometteuse pour traiter des volumes importants de déchets composites. L'impact carbone du procédé est compétitif et les propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées (FCR) ainsi récupérées sont en majeure partie préservées [2,3]. Cependant, les propriétés de surface des fibres, elles, sont fortement impactées par le processus de recyclage ce qui rend l'incorporation des FCR dans de nouveaux matériaux composites peu attractive. En effet, la modification de la composition chimique de la surface de la FCR diminue sa capacité d'adhésion à la matrice lors de la formulation du composite et nuit donc aux propriétés mécaniques du composite final [4]. L'objectif de la présente étude est d'évaluer la capacité d'un traitement par plasma froid à restaurer les propriétés d'adhésion des FCR par oxydation de leur surface. Pour ce faire, les propriétés d'adhérence des FCR traitées par plasma froid ont été évaluées par des essais de mesure de contrainte de cisaillement interfaciale de décrochement microgoutte (InterFacial Shear Stress ou IFSS).

La matrice thermoplastique choisie pour cette étude est un polyamide 6 (PA6) produit par Solvay : le Technyl C206F Natural. Les fibres de carbone vierges avec ensimage PA6 coupées à 20 mm ont été fournies par Procotex (Mouscron, Belgique). Les FCR ont été achetées à ELG Carbon Fibre (Bilston, Royaume Uni). Ces fibres ont été coupées à une longueur moyenne de 20 mm après un processus de récupération par pyrolyse en deux étapes. Pour des raisons de clarté les fibres vierges ensimées seront par la suite notées FVE. L'appareillage de traitement plasma utilisé est une torche plasma UL-SCAN fournie par AcXys technologies. Le gaz utilisé est de l'air sec filtré avec un débit de gaz fixé à 60 l/min, une pression d'entrée du gaz à 4 bar et une fréquence de 80 Hz permettant d'obtenir une puissance de jet flux plasma de 1200 W. La torche plasma est montée au sein d'une chambre réactionnelle munie d'un système de séparation gaz/fibres par hydrocyclone. Les FCR sont ensuite introduites dans le conduit sous la forme d'agrégats et soufflées par le débit de gaz jusqu'au système cyclone qui permet la récupération des fibres après traitement. Ce processus est reproduit trois fois afin d'obtenir un temps d'exposition au plasma suffisant.

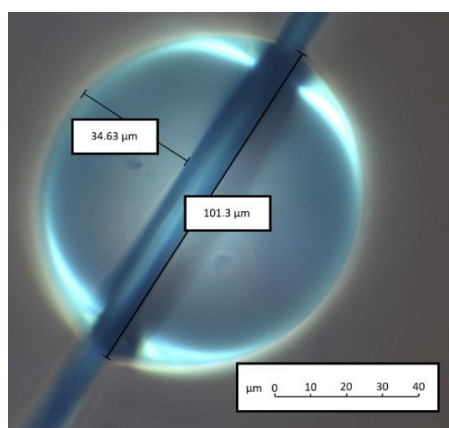


Fig. 1 – Vue de détail d'un échantillon microgoutte observé en microscopie optique

Les fibres ainsi traitées sont utilisées pour la production d'échantillons microgouttes. Une fine poudre de PA6, obtenue par Cryo-broyage de granulés de PA6, est déposée sur une fibre unitaire sélectionnée aléatoirement le contact étant assuré par les interactions

électrostatiques entre la poudre et la fibre. L'ensemble est ensuite exposé à une source de chaleur à 250 °C et le polymère forme ainsi naturellement des gouttelettes par capillarité, comme illustré par la (Fig).

Des échantillons microgouttes ont été préparés pour les FVE, les FCR non-traitées, les FCR 4 h après traitement plasma (temps de préparation des échantillons), ainsi que 24 h, 48 h et 7 jours après le traitement. Des essais de déchaussement microgoutte ont été effectués pour chaque type d'échantillon à l'aide du module de mesure de contrainte de cisaillement interfaciale IFSS) d'un extensomètre DIAS-TRON (Royaume-Uni) lex 820 équipé d'une lame de 20 µm.

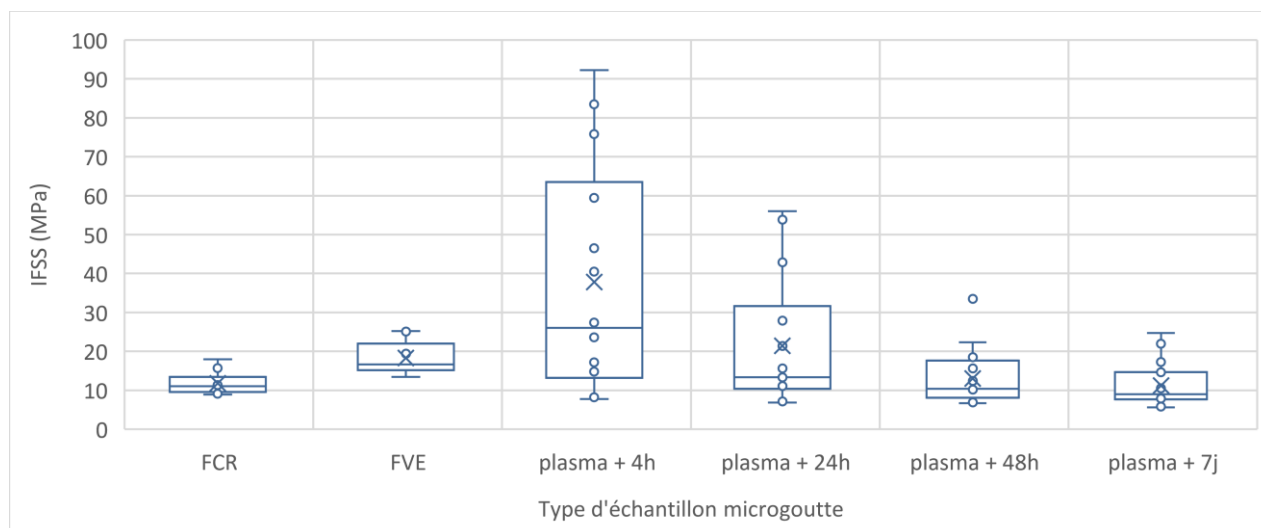


Fig. 1 – Valeurs d'IFSS pour chaque type d'échantillon microgoutte

Les valeurs d'IFSS mesurées sont présentées en (Fig. 1). Ces valeurs confirment que la fonctionnalisation de la surface des fibres est temporaire et qu'une diminution rapide des capacités d'adhésion accrue de la FCR à la matrice polymère a lieu au cours des 48 h suivant le traitement par plasma froid. Après 24 h, une diminution de 177 % de la valeur moyenne d'IFSS est observée pour les FCR et cette diminution passe à 290 % après 48 h. Au bout de 7 jours les valeurs d'IFSS des échantillons sont comparables à celles des FCR non traitées.

Une augmentation conséquente des valeurs d'IFSS des FCR dans une plage de 4 h après le traitement est observée. La valeur moyenne d'IFSS des FCR augmente de 351 % après traitement par plasma froid, cette valeur est également 207 % plus élevée que celle obtenue pour les FVE. Cependant, les valeurs obtenues présentent une dispersion très élevée ce qui est probablement dû au protocole de traitement des fibres. Il est possible que la conformation des agrégats de FCR ne permette pas au plasma d'entrer en contact de manière uniforme avec l'ensemble des fibres. Il se pourrait également que la présence de résidus polymères à la surface des FCR contribue à cette hétérogénéité des propriétés d'adhésion observées. Cette hétérogénéité du traitement à l'échelle des fibres unitaires devrait néanmoins permettre la formulation d'un composite aux propriétés mécaniques uniformes, du moment que la répartition des FCR est uniforme dans le composite. L'augmentation de la capacité d'adhésion des FCR traitées à la matrice polymère en moyenne devrait alors engendrer des propriétés mécaniques supérieures à un composite produit à l'aide de FCR non traitées.

Les FCR traitées seront utilisées pour produire des composites recyclés à fibres courtes avec une matrice Polyamide 6. Elles seront ensuite caractérisées mécaniquement afin de confirmer que les changements de propriétés d'adhésion des FCR se traduisent réellement en une augmentation mesurable des propriétés mécaniques du composite. La présence de groupes fonctionnels promouvant des liaisons chimiques entre la FCR et la matrice polymère sera également évaluée par des essais de spectrométrie photoélectronique X (XPS), de façon à déterminer plus précisément les interactions chimiques en surface des fibres permettant une adhésion accrue à la matrice polymère. Ces résultats complémentaires seront présentés lors de la présente communication.

Remerciements

Ces travaux ont été effectués dans le cadre d'une thèse financée en fonds propres par SEGULA Technologies. Les auteurs tiennent à remercier Valérie Flaud (Institut Charles Gerhardt Montpellier, Montpellier, France) pour son assistance dans la réalisation d'essais d'XPS et sa contribution à l'évaluation des résultats obtenus lors de ces analyses.

Références

- [1] Vieira DR, Vieira RK, Chang Chain M. Strategy and management for the recycling of carbon fiber-reinforced polymers (CFRPs) in the aircraft industry: a critical review. *Int J Sustain Dev World Ecol* 2017;24:214–23. <https://doi.org/10.1080/13504509.2016.1204371>.
- [2] Meng F, Olivetti EA, Zhao Y, Chang JC, Pickering SJ, McKechnie J. Comparing life cycle energy and global warming potential of carbon fiber composite recycling technologies and waste management options. *ACS Sustain Chem Eng* 2018;6:9854–65.
- [3] Ma C, Sánchez-Rodríguez D, Kamo T. Influence of thermal treatment on the properties of carbon fiber reinforced plastics under various conditions. *Polym Degrad Stab* 2020;178:109199.
- [4] Han SH, Oh HJ, Kim SS. Evaluation of fiber surface treatment on the interfacial behavior of carbon fiber-reinforced polypropylene composites. *Compos Part B Eng* 2014;60:98–105.