

Valorisation des chutes de fibres de verre produites lors de la fabrication des pales éoliennes comme renforcement pour un polymère d'injection

par

Charles-Olivier MOREAU

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTREAL, LE 10 AVRIL 2025

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Charles-Olivier Moreau, 2025



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY
CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

Mme Martine Dubé, directrice de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Larry Lessard, codirecteur de mémoire
Département de génie mécanique à l'Université McGill

M. Lucas Hof, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Ilyass Tabiai, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 7 AVRIL 2025

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier ma directrice de recherche, la Professeure Martine Dubé de l'École de technologie supérieure, ainsi que mon codirecteur de recherche, le Professeur Larry Lessard de l'Université McGill, pour leur soutien et leur encadrement tout au long de cette maîtrise. Leurs expertises ainsi que leurs précieux conseils ont été d'une grande aide et ont fortement contribué à la réalisation de ce projet.

Je souhaite également remercier LM Wind Power Gaspé pour leur soutien financier ainsi que pour m'avoir accueilli dans leur usine au début du projet. Je tiens à remercier particulièrement François Mathurin pour son dévouement et sa disponibilité lors de mon passage à Gaspé, qui m'a permis de réaliser l'importance de ce projet de revalorisation.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers mes collègues et amis du LIPEC avec qui j'ai pu avoir des discussions enrichissantes et qui ont su me guider lors de moments d'incertitude. Je tiens à remercier particulièrement Nabil Mazeghrane pour son expertise et sa volonté d'aider en laboratoire.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à ma famille et à mes amis pour leur support tout au long de ce parcours. Malgré certaines hésitations par rapport à la nature exacte de mon projet, leurs encouragements ont été une source de motivation m'ayant aidé à compléter cette maîtrise.

Enfin, je souhaite remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Valorisation des chutes de fibre de verre produites lors de la fabrication des pales éoliennes comme renforcement pour un polymère d'injection

Charles-Olivier MOREAU

RÉSUMÉ

Cette étude vise à démontrer le potentiel de valorisation des chutes de production des pales d'éoliennes composées de textiles de fibres de verre vierges. Ces retailles, produites lors de la découpe des rouleaux de textiles de verre pour le moulage des pales, possèdent des tailles et des géométries très variables, requérant un traitement d'uniformisation sous forme de déchiquetage. Ce déchiquetage mène à une agglomération des fibres de verre, qui sont ensuite soumises à une deuxième réduction de taille sous forme de déchiquetage secondaire menant à des fibres courtes ou de broyage menant à une fine poudre de fibres de verre. Ces deux produits sont ensuite insérés dans des granules de polypropylène (PP) afin d'agir comme matériau de renforcement à un taux massique de 20%. Les deux types de granules renforcés produites, soient le PPGF – ÉTS pour les granules ayant un renforcement de fibres courtes et le PPGF – Coalia pour les granules ayant un renforcement de poudre de fibres de verre, sont ensuite caractérisées thermiquement, physiquement et mécaniquement. La caractérisation thermique démontre que l'ajout du renforcement de verre impacte très peu les températures de fusion et de dégradation du polypropylène. Cependant, le procédé de fabrication du PPGF – ÉTS semble augmenter l'indice de coulabilité (MFI) des granules de 48%, ce qui indique une certaine dégradation de la matrice polymérique. La caractérisation physique révèle des taux de fibre massique réel des granules de 23,90 % pour le PPGF – Coalia et de 20,1% pour le PPGF – ÉTS, avec des longueurs moyennes des fibres de 0,066 mm et de 0,216 mm respectivement. La caractérisation mécanique des granules indique que l'ajout de la poudre de verre nuit légèrement (-12,3%) à la résistance mécanique du PP, mais qu'elle améliore similairement (+14,9%) sa rigidité. Les effets de l'ajout des fibres de verre courtes au PP dépendent des conditions d'injections, mais peuvent mener à une faible augmentation (+3,5%) de la résistance mécanique et à une forte augmentation (+77,2%) de sa rigidité en tension. Ces résultats démontrent le potentiel de revalorisation des fibres de verre issues des déchets de production du domaine éolien en les intégrant dans des matrices thermoplastiques, permettant de contribuer à une approche plus durable et à la réduction des matières allant à l'enfouissement.

Mots-clés: recyclage, fibres de verre, pales éoliennes, rebuts de production, renforcement, injection plastique, composites

Reuse of textiles from wind blade production waste as reinforcement for an injection polymer

Charles-Olivier MOREAU

ABSTRACT

The aim of this project is to demonstrate the recycling potential of wind blade production waste composed of unused glass fibre textiles. These off-cuts, generated during the initial cutting of the glass fibre textile rolls used to mold the blades, have highly variable sizes and geometries, which require a standardization treatment, realized through shredding. This first shredding leads to agglomeration of the glass fibres, which are then subjected to a second size reduction to allow the agglomerates to dissociate. This step can be done in the form of a secondary shredding, leading to short glass fibres, or through milling, leading to a fine glass fibre powder. These two products are then inserted into polypropylene granules to act as reinforcement material at a mass ratio of 20%. The two types of granules generated are PPGF – ÉTS, which uses the short-fibre reinforcement, and PPGF – Coalia, which uses the glass fibre powder reinforcement. These pellets are then characterized thermally, physically, and mechanically. Thermal characterization shows that the addition of glass reinforcement has little impact on polypropylene melting and degradation temperatures. However, the PPGF - ÉTS manufacturing process appears to increase the MFI of the pellets by 48%, indicating some degradation of the polymer matrix. Physical characterization reveals that the actual average pellet mass fiber contents are 23.90% for PPGF - Coalia and 20.1% for PPGF - ÉTS, with average fiber lengths of 0.066 mm and 0.216 mm, respectively. Mechanical characterization of the pellets indicates that the addition of the glass powder slightly (-12.3%) reduces the mechanical strength of PP, but similarly (+14.9%) improves its stiffness. The addition of short glass fibers to PP can be optimised for strength or for stiffness, depending on injection parameters. They can lead to a small increase (+3.5%) in mechanical strength and a large increase (+77.2%) in tensile stiffness. These results demonstrate the potential for recycling glass fibers from wind energy production waste by integrating them into thermoplastic matrices, thereby contributing to a more sustainable approach and reducing the waste sent to landfill.

Keywords: recycling, glass fibres, wind blade, production waste, reinforcement, injection molding, composites

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	3
1.1 Contexte	3
1.2 Matériaux composites en fin de vie	5
1.2.1 Recyclage mécanique.....	7
1.2.2 Recyclage thermique.....	9
1.2.3 Recyclage chimique	10
1.3 Effets de la réclamation des fibres sur leurs propriétés mécaniques	11
1.4 Récupération et revalorisation des fibres de verre vierges	11
1.4.1 Projection simultanée.....	12
1.4.2 Moulage par compression	13
1.4.3 Injection plastique.....	14
1.4.4 Fabrication additive	15
1.4.5 Charges dans les matériaux de construction	16
1.4.6 Alignement des fibres	17
1.5 Demande mondiale en matériaux composites à fibres courtes	19
1.6 Contributions du projet	20
CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE	21
2.1 Déroulement chronologique du projet	21
2.2 Caractérisation des rebuts de production de pales éoliennes	22
2.2.1 Séparation de la production d'une pale éolienne	22
2.2.2 Matériel et espace requis.....	22
2.2.3 Fiches de caractérisation	23
2.2.4 Procédure des essais.....	24
2.2.5 Registre des textiles	25
2.3 Transformation des textiles de fibres de verre	25
2.3.1 Réduction de taille primaire des textiles de fibres de verre	25
2.3.1.1 Déroulement des tests de déchiquetage primaire	27
2.3.1.2 Pyrolyse des textiles de verre (TEST-02-01).....	28
2.3.1.3 Mesure du diamètre des agglomérats par résolution d'image ...	29
2.3.2 Séparation des agglomérats.....	30
2.3.2.1 Séparation à la main.....	31
2.3.2.2 Séparation par tamiseuse.....	31
2.3.2.3 Séparation par mouvement fluide	32
2.3.3 Réduction de taille secondaire	32
2.3.3.1 Broyage des agglomérats de fibres de verre	33
2.3.3.2 Déchiquetage des agglomérats de fibres de verre.....	33
2.4 Fabrication d'un matériau renforcé de verre recyclé	35
2.4.1 Choix du procédé de fabrication	35

2.4.2	Choix de la matrice plastique.....	36
2.4.3	Fabrication des granules de PPGF – Coalia.....	36
2.4.4	Fabrication des granules de PPGF – ÉTS	37
2.4.4.1	Mélangeur	38
2.4.4.2	Mise en granules	39
2.5	Caractérisation des granules	39
2.5.1	Température de dégradation des granules par TGA	40
2.5.1.1	TGA en atmosphère inerte (azote).....	40
2.5.1.2	TGA en atmosphère d'air.....	41
2.5.1.3	Acquisition et analyse des données de TGA.....	41
2.5.2	Températures de fusion, température de cristallisation et taux de cristallinité par DSC.....	41
2.5.2.1	Protocole de test de DSC	42
2.5.2.2	Acquisition et analyse des données.....	42
2.5.3	Indice de coulabilité par MFI.....	43
2.5.3.1	Méthodologie du test de MFI.....	43
2.5.4	Taux de fibres massique par TGA	44
2.5.5	Masse Volumique par pycnomètre à gaz	44
2.5.5.1	Méthodologie du pycnomètre à gaz	45
2.5.5.2	Masse volumique théorique des granules renforcés	45
2.5.6	Longueurs de fibres.....	46
2.5.6.1	Prises de mesure par MicroCT.....	47
2.5.6.2	Analyse des longueurs de fibres avec Dragonfly.....	47
2.6	Propriétés mécaniques des granules injectés	49
2.6.1	Équipements.....	49
2.6.1.1	Mini-Injecteur	49
2.6.1.2	Machine de traction.....	50
2.6.1.3	Montage DIC	51
2.6.2	Phase d'exploration des paramètres d'injection	53
2.6.2.1	Fabrication et essais	53
2.6.3	Phase d'optimisation des paramètres d'injection.....	54
2.6.3.1	Fabrication et test des spécimens	55
2.6.3.2	Analyse des images DIC	55
CHAPITRE 3	TRANSFORMATION DES RETAILLES DE TEXTILES DE FIBRES DE VERRE.....	57
3.1	Caractérisation des déchets de la production de pale d'éoliennes	57
3.1.1	Résultats de la collecte de rebuts de production	57
3.1.2	Hypothèses simplificatrices	58
3.1.3	Estimation de la génération totale des rebuts de production.....	59
3.2	Variabilité des échantillons de textiles de fibres de verre.....	61
3.3	Réduction de taille des textiles	62
3.3.1	Tests de déchiquetage des textiles de fibres de verre vierges	62
3.3.1.1	Problème d'agglomération des fibres de verre	65
3.3.2	Test de déchiquetage des textiles de verre pyrolysés.....	65

3.3.3	Test de déchiquetage des textiles de verre sans tamis de recirculation	67
3.3.4	Conclusion du déchiquetage des textiles de fibres de verre	68
3.4	Désagglomération des fibres de verre	68
3.4.1	Séparation non-destructive des agglomérats	68
3.4.1.1	Séparation à la main	69
3.4.1.2	Séparation avec une tamiseuse	70
3.4.1.3	Séparation par mouvement de fluide	71
3.4.2	Désagglomération par réduction de taille supplémentaire	71
3.4.2.1	Broyage des agglomérats de fibre de verre	72
3.4.2.2	Déchiquetage des agglomérats de fibres de verre	73
3.4.3	Conclusion sur la réduction de taille secondaire	75
CHAPITRE 4	RENFORCEMENT DE GRANULES DE POLYMÈRE À L'AIDE DES FIBRES DE VERRE TRANSFORMÉES	77
4.1	Fabrication des granules thermoplastiques renforcés	77
4.1.1	Fabrication des granules renforcés de poudre de verre	77
4.1.2	Fabrication des granules renforcés de fibres de verre courtes	78
4.2	Caractérisation des granules thermoplastiques	79
4.2.1	Propriétés thermiques	80
4.2.1.1	Température de dégradation	80
4.2.1.2	Température de fusion et de cristallisation	82
4.2.1.3	MFI	84
4.2.2	Propriétés physiques	86
4.2.2.1	Taux de renfort	86
4.2.2.2	Masse volumique	88
4.2.2.3	Longueur des fibres	89
4.3	Propriétés mécaniques des matériaux renforcés	92
4.3.1	Exploration des paramètres d'injection	92
4.3.2	Optimisation des paramètres d'injection	94
4.3.2.1	Polypropylène Pur	94
4.3.2.2	PPGF – Coalia	95
4.3.2.3	PPGF – ÉTS	96
4.3.2.4	Paramètres d'injection optimaux et performances mécaniques	97
CONCLUSION	99
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	111

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Énergie requise pour la production d'un mat de fibres de verre. Adapté de Joshi et al. (2004).4
Tableau 2.1	Tests de déchiquetage primaire effectués28
Tableau 2.2	Formulation du renforcement du PP par la poudre de verre37
Tableau 2.3	Valeurs de seuils utilisées pour chaque échantillon.....48
Tableau 2.4	Paramètres fournis au module Open Fiber Segmentation.....48
Tableau 3.1	Étapes de fabrication des pales éoliennes ayant été auditées.....57
Tableau 3.2	Matières collectées lors de la caractérisation des rebuts.....58
Tableau 3.3	Hypothèses simplificatrices de la caractérisation des déchets59
Tableau 3.4	Génération des rebuts de production prévue pour une pale entière59
Tableau 3.5	Diamètres moyens des agglomérats obtenus avec le tamis de 20 mm63
Tableau 3.6	Diamètres moyens des agglomérats obtenus pour chaque tamis63
Tableau 4.1	Températures de dégradation des granules dans l'azote et dans l'air80
Tableau 4.2	Températures de fusion et de cristallisation des granules.....82
Tableau 4.3	Valeurs de MFI des trois types de granules85
Tableau 4.4	Longueurs moyennes et maximales des fibres de renforcement91
Tableau 4.5	Coefficients codés du DSD93
Tableau 4.6	Performances mécaniques optimales des matériaux composites.....97

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Pales éoliennes à l'enfouissement Tiré de Mishnaevsky (2021).....6
Figure 1.2	Taille et géométrie des fibres de verre au fil des paliers de déchiquetage mécanique Tiré de Gonçalves et al. (2022)7
Figure 1.3	Schéma de la projection simultanée Tirée de Ngo (2020).....12
Figure 1.4	Pièces moulées par injection plastique14
Figure 1.5	Principe de fonctionnement du HiPerDiF Tiré de Aravindan et al. (2020).....18
Figure 2.1	Cheminement des rebuts de fibre de verre.....21
Figure 2.2	Fiche de caractérisation des rebuts d'une étape de production23
Figure 2.3	Lames du déchiqueteur industriel26
Figure 2.4	Mesure du diamètre d'un échantillon d'agglomérats de fibres de verre30
Figure 2.5	Déchiqueteur à couteaux.....34
Figure 2.6	Profil de vitesse du mélangeur.....38
Figure 2.7	Moule des éprouvettes de traction de type V.....50
Figure 2.8	Préparation des spécimens de traction pour la DIC51
Figure 2.9	Montage DIC utilisé lors des tests de traction52
Figure 3.1	Répartition des différents matériaux dans les rebuts de production60
Figure 3.2	Distribution des longueurs de chaîne et de trame des retailles de verre61
Figure 3.3	Distribution des diamètres des agglomérats selon le tamis utilisé.....64
Figure 3.4	Textiles de fibres de verre pyrolysés66
Figure 3.5	Comparaison des agglomérats de fibres pyrolysés (gauche) et non pyrolysés (droite)66
Figure 3.6	Résultat du déchiquetage des textiles de verre sans tamis.....67

Figure 3.7	Séparation à la main d'un agglomérat	69
Figure 3.8	Accumulation de fibres courtes sur le tamis inférieur de la tamiseuse	70
Figure 3.9	Aplatissement des agglomérats de fibres de verre	71
Figure 3.10	Chambre du broyeur avant (gauche) et après (droite) le broyage	72
Figure 3.11	Poudre de verre obtenue après le broyage des agglomérats	73
Figure 3.12	Résultat du déchiquetage secondaire des agglomérats de fibres de verre ..	74
Figure 3.13	Microscopie d'un échantillon de fibres de verre courtes déchiquetées	74
Figure 4.1	Granules de PPGF - Coalia	78
Figure 4.2	Granules de PPGF - ÉTS	79
Figure 4.3	Dégradation du PP dans l'azote (A) et dans l'air (B), du PPGF – Coalia dans l'azote (C) et dans l'air (D) et du PPGF – ÉTS dans l'azote (E) et dans l'air (F)	81
Figure 4.4	Courbes de DSC du PP pur (A), du PPGF - Coalia (B) et du PPGF - ÉTS (C)	83
Figure 4.5	Superposition des courbes de DSC des trois matériaux	84
Figure 4.6	Valeurs de MFI des granules originales et mélangés	85
Figure 4.7	Évaluation du taux de renfort massique du PPGF – Coalia	86
Figure 4.8	Évaluation du taux de renfort massique du PPGF – ÉTS	87
Figure 4.9	Masses volumiques des trois types de granules	88
Figure 4.10	Histogrammes des longueurs de fibres détectées dans le PPGF - Coalia ..	90
Figure 4.11	Histogrammes des longueurs de fibres détectées dans le PPGF – ÉTS	91
Figure 4.12	Importance décroissante des paramètres d'injection	93
Figure 4.13	Résistance en traction et module d'élasticité du PP pur	94
Figure 4.14	Résistance à la traction et module d'élasticité du PPGF – Coalia	95
Figure 4.15	Résistance à la traction et module d'élasticité du PPGF – ÉTS	96

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ABS	Acrylonitrile butadiène styrène
BMC	Mélange à mouler en vrac (Bulk Moulding Compound)
CSV	Comma Separated Values
DIC	Corrélation d'image numérique (Digital Image Correlation)
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)
DSD	Definitive Screening Design
FFF	Dépôt de fil fondu (Fused Filament Fabrication)
HiPerDiF	Fibres alignées à haute performance (High Performance-Discontinuous Fibre)
LDPE	Polyéthylène basse densité (Low Density Polyethylene)
MFI	Indice de fluidité à chaud (Melt Flow Index)
PE	Polyéthylène
PLA	Acide polylactique (Polylactic Acid)
PP	Polypropylène
PPGF	Polypropylène renforcé de fibres de verre (Glass Fiber)
PPS	Polysulfure de phénylène
PU	Polyuréthane
SMC	Mélange à mouler en feuille (Sheet Moulding Compound)
TGA	Analyse thermogravimétrique (Thermogravimetric Analysis)

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

Symboles

T_c	Température de cristallisation (°C)
T_{dair}	Température de dégradation dans l'air (°C)
T_{dazote}	Température de dégradation dans l'azote (°C)
T_m	Température de fusion (°C)
w_f	Fraction massique de fibres
w_m	Fraction massique de la matrice
ΔH_t	Enthalpie de cristallisation théorique (J/g)
ε	Déformation
ρ_c	Masse volumique du composite (g/cm ³)
ρ_f	Masse volumique des fibres (g/cm ³)
ρ_m	Masse volumique de la matrice (g/cm ³)

Unités de mesure

°C	Degré Celsius
bar	Bar (unité de pression)
cm ³	Centimètre cube
g	Gramme
g/10min	Gramme par 10 minutes
g/cm ³	Gramme par centimètre cube
GPa	Gigapascal

J/g	Joules par gramme
kg	Kilogramme
kg/h	Kilogramme par heure
kN	Kilonewton
kt	Kilotonnes
kV	Kilovolt
L	Litre
m	Mètre
m ²	Mètre carré
MJ/kg	Mégajoules par kilogramme
mm	Millimètre
mm/min	Millimètre par minute
MPa	Mégapascal
N	Newton
rpm	Rotation par minute
s	Seconde

INTRODUCTION

La demande toujours grandissante en matériaux composites provenant de nombreux domaines tels que l'automobile, l'aéronautique ou même la construction amène de nombreux défis environnementaux et sociétaux. En effet, les matériaux composites possèdent généralement des durées de vie limitées, et la dissociation des textiles de renforcement de leur matrice est très complexe, ce qui rend la gestion des matériaux en fin de vie très difficile. Le domaine éolien, propulsé par les besoins actuels en énergie verte, est un consommateur grandissant en matériaux composites, principalement pour la fabrication des pales éoliennes souvent composées de textiles de fibres de verre et de résines thermodurcissables. Disposer de ces pièces énormes constitue actuellement un enjeu mondial, en partie due à leur composition, mais également grâce au grand volume de pales en fin de vie provenant des nombreux parcs éoliens construits dans les 25 dernières années.

Beaucoup d'efforts de recherche sont actuellement axés sur la gestion des quantités énormes de matériaux composites en fin de vie tels que les pales éoliennes. En effet, certaines méthodes mécaniques, thermiques ou chimiques permettent actuellement de traiter ces matériaux afin de récupérer leurs textiles de renforcement, leur matrice, ou dans certains cas, les deux. Cependant, ces transformations viennent souvent affecter négativement les fibres de renforcement de manière permanente, et sont très énergivores lorsqu'appliqué à grande échelle. Les méthodes chimiques et thermiques mènent souvent au retraitage complet de l'agent liant sur les fibres, qui offre généralement une meilleure adhérence entre les fibres individuelles et la matrice. C'est donc pour ces raisons que de nombreuses méthodes sont encore au stade de développement et n'ont pas encore vu le jour en industrie.

Une autre source de rebuts grandissant au même rythme que les déchets en fin de vie sont les rebuts de production, qui sont généralement beaucoup moins considérés dans les efforts de recherche puisque leur tonnage est inférieur à celui des composites en fin de vie. Ces pertes matérielles sont générées tout au long du cycle de fabrication des pales éoliennes, de la production des textiles eux-mêmes jusqu'à leur utilisation dans des procédés de moulage, où les géométries spécifiques nécessaires sont découpées à même les rouleaux. Ces matériaux possèdent d'ailleurs toujours leurs propriétés mécaniques d'origine puisqu'ils n'ont pas été

traités mécaniquement, thermiquement ou chimiquement. Les textiles de renforcement provenant des rebuts de production constituent donc un matériau vierge possédant toujours son plein potentiel de revalorisation.

Cependant, la variabilité des tailles et des géométries de ces chutes de textiles vierges pose un problème significatif au niveau de leur traitement. Afin de minimiser les opérations de séparation des textiles tout en maximisant leur débit de transformation, une réduction de taille significative est imposée aux textiles de verre, afin d'obtenir un produit plus uniforme. À la suite de cette réduction de taille, les fibres courtes dérivées des textiles de verre pourront être insérées dans des granules plastiques vierges destinées à l'injection plastique.

Ce projet de recyclage des retailles de verre est donc séparé en deux phases principales. La première partie du projet concerne exclusivement le traitement et la transformation des retailles de textiles de verre. Pour sa part, la seconde phase du projet consiste à intégrer les rebuts traités dans un polymère, permettant d'obtenir des granules pour l'injection.

Le premier chapitre de ce mémoire présente un état de l'art des méthodes de recyclage présentement utilisées pour traiter les matériaux composites en fin de vie, ainsi que des méthodes de revalorisation actuelles des fibres de renforcement. Le second chapitre présente la démarche expérimentale suivie lors du projet, de la caractérisation de la production de rebuts industriels à la fabrication de granules de polymère renforcés de verre recyclé. Le troisième chapitre contient les résultats obtenus lors de la première partie du projet, soit le traitement et la réduction de taille des textiles de verre vierges. Le quatrième et dernier chapitre rassemble les résultats obtenus suite à l'insertion des fibres courtes dans des granules de polypropylène destinés à l'injection plastique, leurs tests mécaniques et les discussions par rapport aux différences de propriétés observées.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Contexte

En 2021, la production mondiale de composites de fibres de carbone a atteint environ 181 000 tonnes, avec une projection à 285 000 tonnes par année d'ici 2025 (J. Zhang, Lin, Vaidya, & Wang, 2023). Pour leur part, les composites en fibre de verre ont atteint une production totalisant 996 000 tonnes en 2020 en Europe seulement (Witten & Mathes, 2020). Cette demande en matériaux composites trouve des applications variées, notamment en aéronautique pour les composites de carbone et dans le secteur de la construction pour ceux à base de verre. L'industrie éolienne constitue un consommateur majeur de ces deux types de composites, principalement dans le cas de la production des pales d'éoliennes, qui représente environ 12 % de la demande mondiale en fibres de verre (Witten & Mathes, 2020).

Avec une durée de vie généralement limitée, les matériaux composites en fin de vie représentent une source importante de déchets. En Europe, en 2025, les composites en fin de vie devraient atteindre 53 687 tonnes dans le cas des composites en fibres de verre et 1754 tonnes dans le cas des composites de fibres de carbone (Sommer, Stockschröder, & Walther, 2020). La popularité grandissante des énergies renouvelables accentue le problème de consommation de composites. Au Canada seulement, l'industrie éolienne génère actuellement 8.9 kt de pales en fin de vie annuellement (Heng, Meng, & McKechnie, 2021), alors que certains parcs éoliens commencent à atteindre leur durée de vie estimée entre 20-30 ans (Majewski, Florin, Jit, & Stewart, 2022). D'ici 2050, une génération annuelle de 800 000 tonnes de pales éoliennes en fin de vie est prévue à l'échelle mondiale (Andersen, Bonou, Beauson, & Brøndsted, 2014).

Ces déchets de composites en fin de vie sont généralement difficilement recyclables dû à leurs compositions à la fois de matières plastiques et de textiles de renforcement. Différentes avenues sont actuellement disponibles pour traiter ces matériaux (section 1.2), cependant, les pièces en fin de vie ne sont pas les seuls rebuts provenant de la production des matériaux composite. Une source de déchets beaucoup moins souvent considérée est la génération de

rebuts en amont, durant la production des textiles de renforcement. Le volume de déchets émis à la source est proportionnel à la quantité de matériaux produits, et, dans le cas de la production de textiles de renforcement, représente de 2 à 5 % de la masse totale en fibres de renforcement vierges gaspillées (Rybicka, Tiwari, Alvarez Del Campo, & Howarth, 2015).

Lors de la production de pièces composites dans le domaine éolien, cette perte matérielle est encore plus importante, alors que certaines estimations proposent des pertes massiques se situant entre 20 et 35% du poids total d'une pale éolienne (Liu & Barlow, 2015). Parmi ces pertes, Jensen & Skelton estiment que les chutes de textiles de verre représentent entre 10-18% de la masse totale (Jensen & Skelton, 2018), alors que Liu & Barlow estiment plutôt cette proportion à 21% (Liu & Barlow, 2017). En appliquant ces estimations à la production européenne de pales éoliennes en 2020 (Witten & Mathes, 2020), il est possible d'estimer des pertes en fibres de verre vierges de 10 000 à 25 000 tonnes, et ce, seulement pour le domaine éolien.

La fabrication des fibres de verre neuves est un processus énergivore nécessitant l'extraction d'une grande quantité de matières premières. L'énergie requise pour produire des fibres non tissées varie de 13 à 32 MJ/kg, selon la taille de production, l'équipement utilisé et l'emplacement des manufactures (Song, Youn, & Gutowski, 2009). De leur côté, Joshi et al. évaluent les dépenses énergétiques à 31.7 MJ/kg pour la production des fibres de verre, et à 23 MJ/kg supplémentaire pour leur transformation en textiles (Joshi, Drzal, Mohanty, & Arora, 2004). Un résumé des différentes dépenses sont présentées dans le Tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Énergie requise pour la production d'un mat de fibres de verre
Adapté de Joshi et al. (2004)

Étape de fabrication du mat de fibre de verre	Énergie requise (MJ/kg)
Extraction des matières premières	1,7
Transport des matières premières	1,6
Mélange des composants	1,0
Fusion du mélange de verre	21,5
Fibrage	5,9
Production du mat à fibres courtes	23,0
Total	54,7

Les chutes de textiles de fibres de verre générées lors de la production constituent donc une perte matérielle significative, puisqu'en plus de représenter une dépense énergétique

importante, ces matériaux neufs sont encore intacts sur le plan mécanique. N'ayant pas été en contact avec des produits contaminants comme des résines ou des agents chimiques autres que leur agent d'ensimage d'origine, ces matériaux pourraient bénéficier d'une réintégration directe dans leur cycle de vie.

Ce projet vise donc à trouver une solution durable au problème actuel de gestion des chutes de textiles de verre générés lors de la production des pales éoliennes. L'objectif est de trouver une utilisation directe pour ces fibres de verre qui permettrait d'écouler les déchets à grande échelle tout en minimisant les étapes de transformation nécessaires. Une solution à ce problème permettrait de détourner de grandes quantités de matériaux de l'enfouissement, suivant les principes d'un développement durable.

1.2 Matériaux composites en fin de vie

La gestion des matériaux composites en fin de vie est un sujet rejoignant de plus en plus de chercheurs à travers le monde. Pour le moment, une grande majorité des industries préfèrent disposer de ces matières en les envoyant à l'enfouissement (Ramirez-Tejeda, Turcotte, & Pike, 2017). En effet, le manque d'incitatifs à détourner les rebuts de production ainsi que le faible coût associé à l'enfouissement (Liu, Meng, & Barlow, 2022) mènent souvent les producteurs de pièces composites à préférer une solution simple et rapide pour se débarrasser de leurs déchets. Cependant, l'enfouissement ne constitue pas une solution durable à long terme. Composés en grande partie de résines plastiques, les composites se dégradent une fois enterrés, posant de sérieux risques à l'environnement (Oliveux, Dandy, & Leeke, 2015). Cette option devient donc de plus en plus restreinte au fur et à mesure que certaines lois sont mises en place pour protéger l'environnement, tel qu'en Allemagne, en Autriche, aux Pays-Bas ou même en Finlande où l'enfouissement de ces matières est maintenant interdit (Majewski et al., 2022). La figure 1.1 présente un exemple de pales envoyées à l'enfouissement (Mishnaevsky, 2021).



Figure 1.1 : Pales éoliennes à l'enfouissement
Tiré de Mishnaevsky (2021)

Les efforts de revalorisation de ces matériaux progressent, mais leur traitement reste généralement très complexe. La séparation des fibres de renforcement de la matrice plastique est complexe, et nécessite une grande quantité d'énergie (Liu, Meng, & Barlow, 2019). De plus, celle-ci peut mener à des pertes partielles ou complètes de la matrice, ou même à des pertes significatives des propriétés mécaniques des fibres de renforcement.

Bien que ce projet traite exclusivement des fibres de verre vierges provenant des chutes de production de pales d'éoliennes, la gestion des déchets de composites est un sujet qui s'y rattache. Les différentes méthodes de réutilisation des fibres réclamées pourraient s'appliquer aux fibres neuves, ou même bénéficier de leur addition, celles-ci possédant toujours leur ensimage et leurs propriétés mécaniques d'origine.

Les méthodes de gestion de fin de vie les plus communes sont présentées et détaillées dans cette section, incluant leur demande énergétique afin de les comparer à la production de fibres de renforcement vierges.

1.2.1 Recyclage mécanique

Le recyclage mécanique des matériaux composites consiste à transformer des pièces de composites en fin de vie en fragments réutilisables. Les étapes de réduction de taille sont effectuées à l'aide de divers appareils, dépendamment de la taille des pièces initiales et du produit final désiré. Ces techniques de réduction de taille peuvent également être employées comme prétraitement avant les procédés thermiques ou chimiques afin d'obtenir un produit de taille et de géométrie plus uniforme (Oliveux et al., 2015). La figure 1.2 démontre l'apparence des rebuts de fibres de verre selon différentes transformations mécaniques.

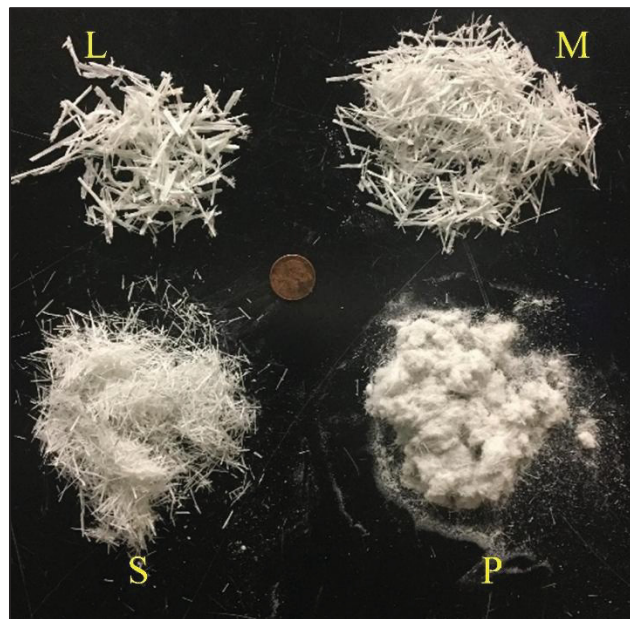


Figure 1.2 : Taille et géométrie des fibres de verre
au fil des paliers de déchiquetage mécanique
Tiré de Gonçalves et al. (2022)

Le déchiquetage est une technique mécanique visant à fragmenter les morceaux de composites en les faisant passer entre plusieurs lames tournant à basse vitesse mais à couple élevé (Rani, Choudhary, Krishnan, & Zafar, 2021). Cette technique permet d'obtenir des morceaux ayant des tailles pouvant atteindre 10 mm (Cooperman, Eberle, & Lantz, 2021), et peut parfois nécessiter plusieurs paliers en fonction de la taille initiale des intrants et des grilles de sortie des déchiqueteurs (Karuppannan Gopalraj & Kärki, 2020).

Le broyage, quant à lui, est généralement effectué sur des pièces plus petites ou même sur des morceaux ayant été déchiquetés au préalable (Heng et al., 2021). Les extrants des broyeurs sont généralement des poudres pouvant servir de renforcement ou de charges lors de leur revalorisation (Sakellariou, 2018).

Les techniques de réduction de taille comme le broyage et le déchiquetage sont souvent accompagnées d'opérations de tamisage, qui permettent de séparer les résidus en deux catégories : les particules plus fines, qui ont une très forte teneur en matrice, et les morceaux de plus grandes dimensions, qui représentent les morceaux de renforts (Pegoretti, 2021). Cependant, malgré les étapes de filtrage et de séparation, ces techniques mènent souvent à des restes de matrice dans les morceaux de renforts et vice-versa, tel qu'observé par Pu et al. (Pu, Yang, & Wang, 2024) lors de l'utilisation de fibres réclamées mécaniquement dans du polypropylène d'injection, et par Rahimizadeh et al. (Rahimizadeh, Kalman, Fayazbakhsh, & Lessard, 2019) lors de leur insertion dans du PLA pour la fabrication additive.

Le recyclage mécanique est une méthode de recyclage de composites peu dispendieuse (Gonçalves, Martinho, & Oliveira, 2022) et ayant un impact faible sur l'environnement (Liu et al., 2019). Lors du traitement de composites, la consommation énergétique d'un déchiqueteur est estimée entre 0.27 MJ/kg et 2.03 MJ/kg en fonction du débit de matériaux à déchiqueter (Howarth, Mareddy, & Mativenga, 2014). Pour sa part, Pickering et al. estime la consommation d'un déchiquetage primaire à 0.04 MJ/kg et celle d'un broyage subséquent à 0.22 MJ/kg, pour un total de 0.26 MJ/kg pour la transformation d'un composite en poudre (Pickering et al., 2015).

Le plus grand inconvénient du recyclage mécanique est que son principe de réduction de taille mène à une perte de continuité des fibres de renforcement et donc à une diminution des propriétés mécaniques (Mallick, 2007). Cette dégradation réduit le potentiel de réutilisation des fibres réclamées dans des applications à haute performance (Oliveux et al., 2015). Malgré leur adaptabilité aux procédés à fibres courtes, les renforts recyclés présentent des propriétés inférieures aux renforts vierges, tel que lors de leur insertion dans des granules de PPS où la présence de résine résiduelle semble avoir mené à des pertes de résistance en traction de 21% (Dollischek, Frohn-Sörensen, Kurz, & Engel, 2024).

1.2.2 Recyclage thermique

Le recyclage thermique représente l'ensemble des méthodes de recyclage utilisant l'énergie thermique pour dissocier les fibres de renforcement de la matrice polymérique. Cette catégorie comprend trois méthodes distinctes, soient la pyrolyse, la pyrolyse par lit fluidisé et la pyrolyse par micro-ondes (Martinez-Marquez et al., 2022).

La pyrolyse consiste à chauffer le composite à haute température (400-700 °C) sous atmosphère inerte afin de décomposer la matrice (Cooperman et al., 2021). L'énergie nécessaire pour retirer l'ensemble de la matrice correspond à environ 30 MJ/kg, pouvant varier en fonction du matériau et de la température visée (Liu et al., 2019). La pyrolyse a tendance à causer une perte des propriétés mécaniques des fibres synthétiques (Fraisie, Beauson, Brøndsted, & Madsen, 2016), en particulier dans le cas de la fibre de verre, comme le montre une réduction de 50% de la résistance à l'impact de type Charpy observée sur des plaques renforcées de fibres de verre pyrolysées (Cunliffe & Williams, 2003).

La pyrolyse par lit fluidisé consiste à chauffer les composites sur un lit de sable siliceux tout en les exposant à l'air, afin de favoriser une oxydation rapide (Meng, McKechnie, Turner, & Pickering, 2017). Certains chercheurs travaillent d'ailleurs sur le développement de cette méthode de recyclage, qui, dans certains cas, peut limiter la perte des propriétés mécaniques des fibres de carbone (Pickering et al., 2015) et des fibres de verre (Pender & Yang, 2019). La demande énergétique qui y est associée est très similaire à celle de la pyrolyse classique, nécessitant environ 22.2 MJ/kg (Pickering, Kelly, Kennerley, Rudd, & Fenwick, 2000).

La pyrolyse par micro-ondes utilise des ondes électromagnétiques pour chauffer directement les particules du matériau composite (Putra, Rozali, Patah, & Idris, 2022). Cette méthode permet d'assurer un chauffage plus uniforme et localisé (Åkesson et al., 2013), permettant de réduire la consommation énergétique à environ 10 MJ/kg (Liu et al., 2019). Cette méthode permet d'ailleurs aux fibres synthétiques de conserver de meilleures propriétés mécaniques que les autres types de recyclage thermique (Oliveux et al., 2015).

Les méthodes thermiques permettent une séparation efficace des fibres de leur matrice, mais elles entraînent généralement une dégradation significative des propriétés mécaniques, en particulier dans le cas des fibres de verre (Karuppannan Gopalraj & Kärki, 2020).

1.2.3 Recyclage chimique

Le recyclage chimique, également appelé solvololyse, regroupe l'ensemble des méthodes permettant de décomposer chimiquement la matrice polymérique des matériaux composites. La solvololyse utilise des solvants de tous types pour rompre les liaisons covalentes formées lors de la polymérisation, permettant de les dégrader (Arif, Khalid, Ahmed, Arshad, & Ullah, 2022). Selon le solvant et la matrice, ces méthodes permettent de récupérer les monomères initiaux ou l'obtention de résidus chimiques réutilisables (Martinez-Marquez et al., 2022).

Les solvants employés varient en fonction de la matrice et du produit final recherché, pouvant être à base d'eau, comme dans le cas de l'hydrolyse, ou même à base d'alcool ou d'acides (Asmatulu, Twomey, & Overcash, 2014). Les conditions de réaction diffèrent également : l'acidolyse des composites en fibres de verre peut être réalisée à seulement 90 °C, (Dang, Kubouchi, Yamamoto, Sembokuya, & Tsuda, 2002), alors que l'hydrolyse des pales éoliennes nécessite des températures pouvant atteindre 330 °C (Mattsson, André, Juntikka, Tränkle, & Sott, 2020).

Ces méthodes de recyclage sont souvent considérées comme plus énergivores que les recyclages mécaniques et thermiques (Rani et al., 2021), avec des dépenses énergétiques minimales de 19.2 MJ/kg dans le cas de solvololyse par acétone de matrices époxy (Keith, Oliveux, & Leeke, 2016) et pouvant même atteindre 101 MJ/kg dans le cas d'acidolyse de composites possédant des matrice en époxy (Hao et al., 2020). À l'échelle industrielle, cette valeur tend à se stabiliser entre 63 MJ/kg et 91 MJ/kg, comme dans le cas du recyclage de raquettes de tennis en composites de fibres de carbone (Nakagawa, 2014).

En plus de nécessiter de grandes quantités d'énergie pour traiter les matériaux composites, la solvololyse pose de nombreux enjeux pour l'environnement et la santé (Liu et al., 2019), bien que leurs effets exacts nécessitent davantage de travaux (Khalil, 2018). Néanmoins, la possibilité de retirer les fibres de la matrice tout en conservant les monomères de la matrice constitue un avantage écologique par rapport à la pyrolyse (Oliveux, Bailleul, & Salle, 2012). De plus, dans certains cas, il est possible de diminuer l'impact environnemental du procédé, tel que réalisé par Sokoli et al. en réduisant de 88 % la quantité d'acétone requise pour le

traitement des composites en fibres de verre à matrice époxy en recyclant le même solvant jusqu'à huit fois (Sokoli, Simonsen, & Søgaaard, 2017).

Les méthodes de recyclage chimique ont un impact un peu plus faible que les traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des matériaux composites (Gonçalves et al., 2022). Plusieurs travaux menés sur des composites thermodurcissables ont démontré des pertes en résistance mécanique allant de 3,5% à 10% lors de la solvolysse de différents composites de verre (Yuyan, Linghui, Yudong, & Lixun, 2006), (Wang et al., 2015) et (Yang, Zhou, Li, Yang, & Wang, 2014). En revanche, Oliveux et al. ont remarqué une réduction d'environ 35% de la résistance mécanique des fibres de verre récupérées à l'aide d'un procédé d'hydrolyse, mais expliquent qu'une température trop élevée pourrait avoir mené à cette réduction des propriétés mécanique (Oliveux et al., 2012).

1.3 Effets de la réclamation des fibres sur leurs propriétés mécaniques

Les transformations mécaniques, thermiques ou chimiques subies au cours de ces traitements peuvent altérer les propriétés mécaniques des fibres, réduisant ainsi leur potentiel de réutilisation, comme discuté pour chaque type de recyclage.

Afin de limiter les effets des pertes de propriétés mécaniques, un renforcement vierge pourrait être utilisé en combinaison avec les fibres réclamées. Une étude similaire a été réalisée en 2024 où l'utilisation de 50% de fibres courtes vierges avec 50% de fibres courtes réclamées a permis d'éviter une perte de résistance mécanique de 21% lors de l'injection de granules de PPS renforcé (Dollischek et al., 2024).

1.4 Récupération et revalorisation des fibres de verre vierges

Les fibres de verre vierges détournées de l'enfouissement conservent leurs propriétés mécaniques et leur agent d'ensimage d'origine. Cependant, leur géométrie irrégulière rend le travail de réutilisation complexe, puisqu'il nécessiterait des traitements de séparation des morceaux selon leur taille.

Afin de faciliter la transition des rebuts de fibres de verre vierge vers leur réutilisation, il est possible d'éviter le tamisage en visant une production de pièces composites à base de fibres

courtes, où les retailles de textiles peuvent agir comme source de matériau en passant d'abord par un déchiqueteur. Cette section porte donc sur différentes méthodes de fabrication de composites à fibres courtes, ainsi que sur la possibilité d'utiliser des fibres discontinues issues des chutes de production.

1.4.1 Projection simultanée

Le moulage par projection simultanée est un procédé de mise en forme de matériaux composites à fibres discontinues qui pourrait être adapté aux fibres recyclées. Ce procédé consiste à projeter un mélange de fibres courtes et de résine thermodurcissable sur les parois d'un moule (Ngo, 2020). La Figure 1.3 démontre le principe de fonctionnement de la projection simultanée en moule ouvert.

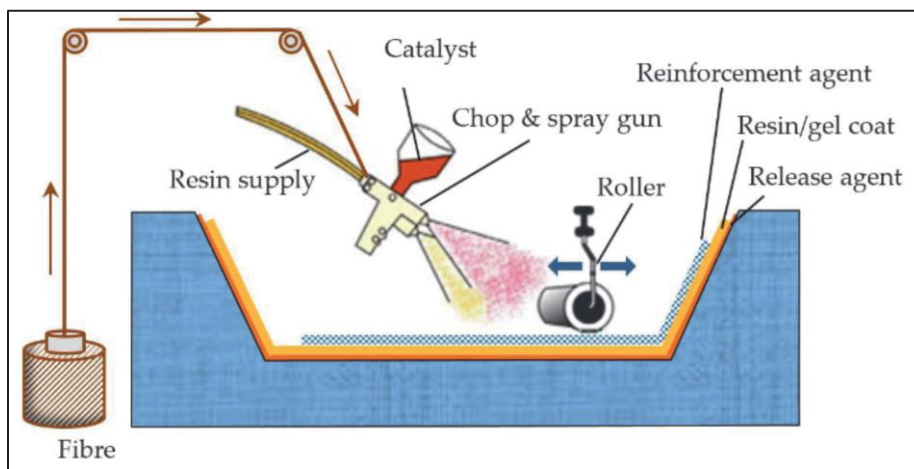


Figure 1.3: Schéma de la projection simultanée
Tirée de Ngo (2020)

Le procédé classique utilise généralement des bobines de fibres de verre qui sont coupées à la sortie du projecteur. Cependant, des mèches de fibres de verre discontinues pourraient y être introduites en remplacement de la bobine neuve. Très peu de littérature est disponible au niveau de l'utilisation de fibres recyclées, qui nécessiterait sans doute la modification du système d'apport des fibres du projecteur.

1.4.2 Moulage par compression

Le moulage par compression est une méthode de mise en forme nécessitant l'utilisation de deux moules refermables pour écraser un matériau, afin de le forcer à prendre une forme désirée. Le moulage par compression est compatible à la fois avec les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les matériaux pouvant être utilisés sont très nombreux, allant des mélanges à mouler aux empilements de textiles préimprégnés.

Les mélanges à mouler, couramment utilisés dans le moulage par compression, sont généralement composées d'une résine thermodurcissable et de fibres discontinues. Parmi ceux-ci, les BMC (*Bulk Molding Compound*) sont sous forme de pâtes contenant des fibres très courtes, alors que les SMC (*Sheet Molding Compound*) sont plus souvent sous forme de feuilles, où les fibres discontinues sont plus longues. Les SMC permettent généralement d'obtenir des meilleures performances mécaniques que les BMC, mais leurs plus longues fibres limitent les géométries réalisables.

L'utilisation de fibres de renforcement réclamées dans ces mélanges a déjà été investiguée, et il a été possible de démontrer une faible perte de résistance mécanique et de rigidité par rapport aux mélanges comprenant des fibres neuves. Dans le cas des SMC, des pertes d'environ 15% ont été observées lors de l'utilisation de fibres de verre réclamées (Palmer, Savage, Ghita, & Evans, 2010). Dans le cas de l'élaboration de BMC et de SMC à base de fibres de carbone réclamées par pyrolyse, les propriétés mécaniques obtenues sont similaires à celles de mélanges composés de fibres de verre, indiquant une perte de propriétés compte tenu de la supériorité mécanique des fibres de carbone (Turner, Warrior, & Pickering, 2010).

Les chutes de textiles pourraient également être utilisées directement dans un procédé de moulage par compression, tel qu'effectué avec des chutes de rouleaux préimprégnés de carbone (Wu, Centea, & Nutt, 2018). Cependant, les rebuts de préimprégnés possèdent déjà une matrice plastique, ce que les rebuts du domaine éolien n'ont pas. Il serait donc nécessaire de prétraiter les morceaux de chute de textiles, ce qui n'est pas désirable compte tenu la grande variabilité de leurs tailles et géométries.

1.4.3 Injection plastique

Le moulage par injection plastique est une méthode de fabrication de pièces plastique très commune pour la production de grandes séries. Ce procédé de fabrication fonctionne en chauffant un polymère pour le ramollir et en utilisant une presse pour l'injecter dans un moule. Au contact du moule, le plastique prend sa forme et se refroidit. Ce procédé d'injection est très flexible au niveau des géométries atteignables ainsi qu'au niveau des matériaux utilisables, ce qui le rend très attrayant pour de nombreuses industries (Fu et al., 2020). La Figure 1.4 présente un exemple de pièces moulées par injection plastique.

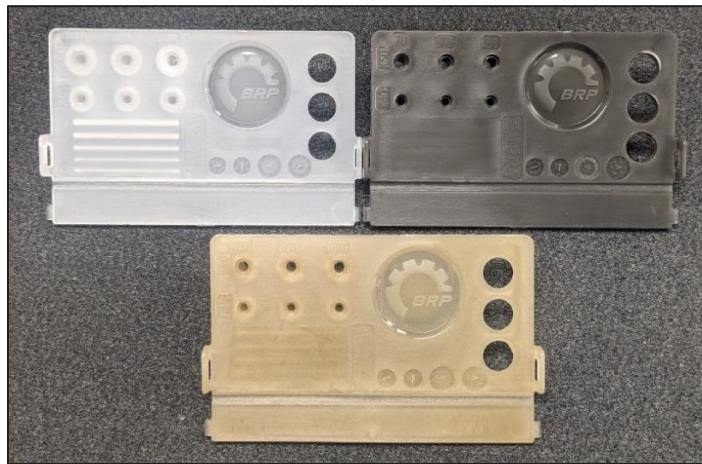


Figure 1.4 : Pièces moulées par injection plastique

Les polymères destinés à l'injection viennent généralement sous forme de granules ou de poudres directement utilisables dans une presse à injection. Parmi ces matériaux se trouvent les plastiques renforcés, dont l'utilisation est très fréquente dans certains domaines tels l'automobile, où des pièces possédant de bonnes propriétés mécaniques spécifiques est nécessaire.

L'intégration de fibres recyclées dans les polymères à injection reste moins répandue que celle des fibres neuves. Si la grande productivité du moulage par injection peut sembler incompatible avec l'utilisation de fibres recyclées nécessitant des prétraitements, la réduction du coût des matériaux entrants pourrait favoriser leur adoption dans un contexte de production en masse.

L'ajout de fibres de verre courtes réclâmées mécaniquement à des granules de PP permet de produire un matériau d'injection possédant des propriétés mécaniques supérieures à celles d'un PP seul (Pu et al., 2024). En effet, dans cette étude, la rigidité et la résistance du PP ont été grandement améliorées à l'aide d'un agent de compatibilité, puisque les fibres réclâmées étaient encore contaminées par des résidus de résine provenant de la pièce initiale. Similairement, l'utilisation de fibres de verre réclâmées par pyrolyse dans des granules de PP permet d'améliorer grandement sa rigidité, mais des problèmes de résistance sont aperçus alors qu'aucun agent compatibilisant n'est ajouté, diminuant l'efficacité des fibres de renforcement ne possédant plus leur agent d'ensimage (Åkesson et al., 2013). Une autre étude utilise des fibres de verre réclâmées par pyrolyse et une matrice de LDPE avec un agent compatibilisant, permettant d'obtenir des granules ayant des propriétés mécaniques similaires à celles obtenues avec des fibres de verre vierges (Onwudili, Miskolczi, Nagy, & Lipóczi, 2016). De leur côté, Dollischek et al. démontre que l'utilisation de fibres de verre courtes recyclées dans un PPS impacte ses propriétés mécaniques différemment en fonction de l'historique de transformation des fibres (Dollischek et al., 2024).

1.4.4 Fabrication additive

La fabrication additive regroupe plusieurs procédés permettant la mise en forme d'un objet par ajout de matière, sans nécessiter de moules ou d'outillages spécifiques. Cette méthode permet d'explorer des géométries très complexe et est très adaptée aux petites productions de pièces. Cependant, la grande versatilité des méthodes de fabrication additive rend son utilisation de plus en plus répandue, ce qui en fait un domaine intéressant pour la réutilisation des fibres des chutes.

Seules quelques méthodes de fabrication additive sont compatibles avec les renforcements de fibres de verre. En effet, l'utilisation de fibres courtes dans des procédés utilisant des résines liquides serait impossible, de même que leur insertion dans des lits de poudres qui empêcherait le fonctionnement normal de la fusion sur lit de poudre. La méthode de fabrication additive qui utilise le plus fréquemment les fibres de renforcement est la FFF (Fused Filament Fabrication), où les fibres courtes sont introduites dans les polymères sous

forme de filament sur rouleaux pour améliorer les propriétés mécaniques des pièces imprimées (Faidallah et al., 2024). Par exemple, l'ajout de fibres de verre à un taux massique de 18% dans l'ABS permet une amélioration significative de la résistance en traction des échantillons de traction (Zhong, Li, Zhang, Song, & Li, 2001).

Jusqu'à présent, très peu d'études ont été effectuées sur l'insertion de fibres recyclées dans les polymères d'impression. Cependant, en considérant les coûts associés aux filaments renforcés présentement disponibles, l'utilisation de fibres recyclées pourrait proposer une alternative économiquement avantageuse.

Une étude s'est d'ailleurs penchée sur l'insertion de morceaux de pales éoliennes en fibres de verre broyées dans un filament de PLA pour la FFF (Rahimizadeh et al., 2019). Avec un taux de renforcement massique de 5%, l'approche a permis une amélioration de la rigidité de 16% et de la résistance mécanique de 10% pour le filament de PLA renforcé par rapport au filament initial (Rahimizadeh et al., 2019). Dans cette étude, les fibres de renforcement ont été séparées mécaniquement de leur matrice, ce qui mène à des résidus d'époxy toujours présents sur leur surface. Cependant, aucune comparaison à l'insertion de fibres de verre vierges n'est effectuée, ce qui empêche la comparaison de leurs performances relatives.

1.4.5 Charges dans les matériaux de construction

Les fibres de verre courtes peuvent être utilisées comme charges dans de nombreux matériaux de construction, comme démontré par plusieurs études ayant observées des impacts sur les propriétés spécifiques de plusieurs matériaux suivant l'ajout des fibres.

L'utilisation de fibres courtes réclamées de pales éoliennes par pyrolyse a permis d'améliorer la résistance en compression du mortier de 15%, en plus de diminuer l'apport en matériaux neufs nécessaire à son élaboration (Yousef & Kalpokaitė-Dičkuvienė, 2024). De plus, une grande amélioration de performances est obtenue lors de l'ajout de fibres de verre vierges à l'asphalte en basse concentration. En effet, un ajout de 0,2% de ces fibres courtes a permis de diminuer significativement l'orniérage, d'améliorer le module de résilience et d'améliorer la résistance mécanique de l'asphalte (Eltwati, Enieb, Al-Saffar, & Mohamed, 2022).

D'autres études se penchent sur l'utilisation de composites de fibres de verre déchiquetées et triées de façon à minimiser la présence de résine résiduelle sur les fibres de renforcement. Par exemple, une étude effectuée sur un mortier renforcé à 10% de fibres de verre réclamées a permis de remarquer une diminution de la rétraction lors du durcissement du mortier, causée par une absorption de l'humidité par la charge ajoutée (Tittarelli & Shah, 2013). Un béton a également été réalisé avec un taux de charge allant de 0,5 à 10% de fibres de verre réclamées mécaniquement, permettant d'améliorer la résistance à la traction et à la compression du béton (García, Vegas, & Cacho, 2014). L'utilisation d'un renfort de fibres réclamées a également été testée pour produire des panneaux de particules, permettant d'améliorer entre autres le module d'élasticité de 42% (H. Zhang et al., 2024).

Il est évident que l'ajout des retailles de fibres de verre vierges pourrait constituer une bonne source de charges pour de nombreux produits du domaine de la construction. Cependant, l'utilisation de ce produit possédant encore ses pleines propriétés mécaniques en tant que charge ne permet pas une revalorisation complète des chutes de textiles, car elle détourne ces matériaux de leur cycle de vie optimal sans exploiter le maximum de leurs propriétés mécaniques toujours intactes.

1.4.6 Alignement des fibres

Une autre méthode de réutilisation des fibres courtes suscitant actuellement une grande attention est l'alignement des fibres, qui consiste à orienter les fibres dans une même direction afin de tirer un maximum de leurs propriétés.

Le procédé HiPerDiF (*High Performance-Discontinuous Fibre*), une méthode d'alignement développée à l'université de Bristol, permet de produire des mèches ou des rubans de fibres courtes alignées, qui peuvent ensuite être utilisés pour produire des pièces (Yu, Potter, & Wisnom, 2014). Ce procédé de fabrication a d'ailleurs été utilisé pour produire des mèches de fibres de carbone courtes à partir de rebuts de production de fibres de carbone, permettant d'obtenir une rigidité de 81 GPa et une résistance en traction de 783 MPa, ce qui en fait un matériau très intéressant pour des utilisations industrielles (Aravindan et al., 2020). Le HiPerDiF a également été utilisé pour produire des rubans hybrides de fibres courtes de

carbone et de verre, permettant à la fois de confirmer la versatilité de la méthode mais également le potentiel d'utilisation des fibres de verre courtes dans ce procédé, qui ont d'ailleurs permis d'augmenter l'allongement à la rupture des échantillons de test (Longana et al., 2019). La figure 1.5 présente un aperçu du fonctionnement du HiPerDiF.

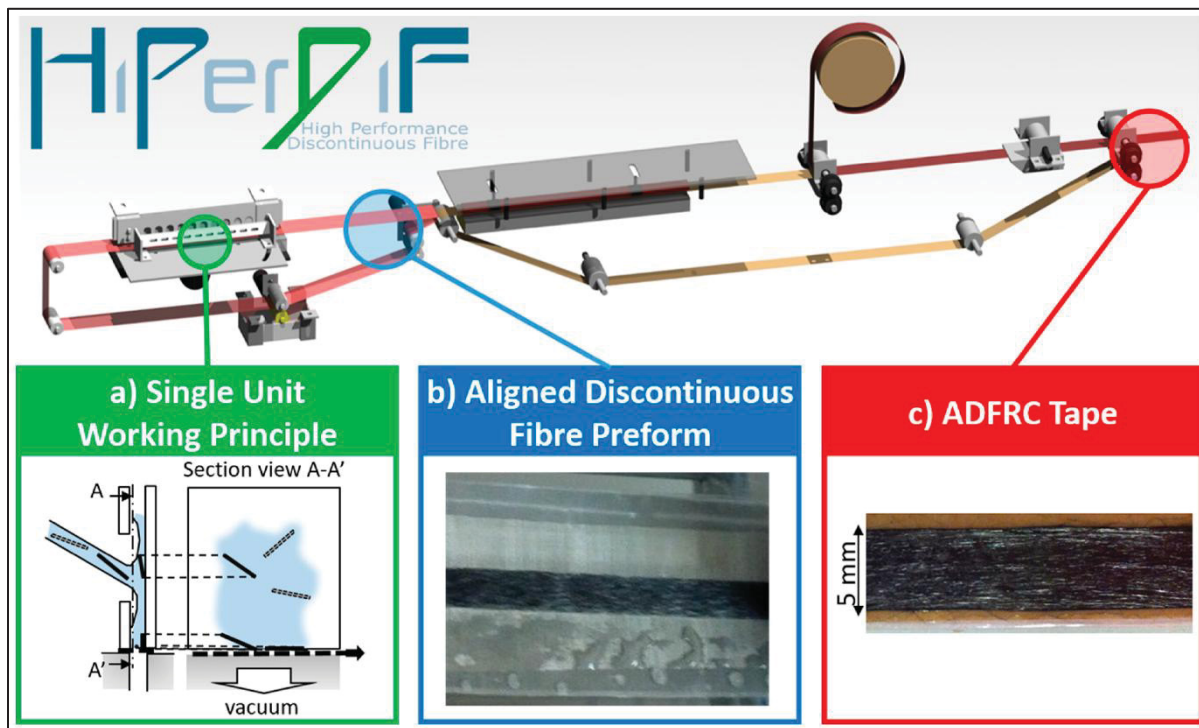


Figure 1.5 : Principe de fonctionnement du HiPerDiF
Tiré de Aravindan et al. (2020)

D'autres procédés d'alignement de fibres courtes sont également au stade de développement. Une de ces méthodes est l'alignement par cardage, permettant de produire des mèches de moyennes longueurs, qui est employée avec des fibres de carbone réclames par pyrolyse (Rimmel, May, Goergen, Poeppel, & Mitschang, 2018). Cette étude montre que malgré une perte significative des propriétés mécaniques en tension, les pièces produites avec des mèches alignées présentent des performances supérieures aux pièces faites de textiles de fibres courtes orientées aléatoirement (Rimmel et al., 2018).

Ces différentes méthodes d'alignement des fibres ont pour objectif de produire un matériau pouvant remplacer les rouleaux de fibres continues, dans des cas d'applications nécessitant de moins grandes performances mécaniques. Cependant, malgré leur adaptabilité aux différentes fibres synthétiques, l'utilisation de fibres de verre recyclées uniquement risque de

mener à des propriétés moins intéressantes, en plus de nécessiter des prétraitements. De plus, les coûts associés à l'alignement des fibres de verre risquent donc de rendre cette alternative peu viable économiquement, lorsque comparé au faible coût des fibres vierges continues.

1.5 Demande mondiale en matériaux composites à fibres courtes

La gestion actuelle des rebuts de production de composites tels que les pales éoliennes mène à une augmentation continue de la quantité de fibres de verre devant être détournée des sites d'enfouissement. Il est donc important de trouver une solution qui pourrait traiter l'entièreté de ces rebuts, contribuant au marché mondial de manière significative.

L'injection plastique est une des méthodes de fabrication de pièces plastiques les plus répandues, principalement dans des contextes de production de masse ou de pièces complexes (Czepiel, Bańkosz, & Sobczak-Kupiec, 2023). En effet, dans le domaine des polymères, l'injection plastique représente environ 43 % de la production mondiale, alors que le moulage par compression représente un peu plus de 27 % (Grand View Research, 2023). À l'inverse, la fabrication additive n'est pas un procédé applicable aux productions de grande échelle, ce qui rend celle-ci moins attrayante pour le détournement des chutes de textiles de verre industrielles.

Les polymères les plus populaires dans le domaine de l'injection plastique sont le polypropylène (PP), le polyéthylène (PE), l'ABS ou même le polyuréthane (PU). Parmi ceux-ci, le PP est généralement considéré comme le matériau le plus injecté, grâce à sa facilité d'injection, sa bonne coulabilité et son bas coût (Czepiel et al., 2023). Il est prisé dans de nombreux domaines tels que l'automobile, la construction, l'emballage ainsi que plusieurs autres puisqu'il possède également une bonne résistance chimique, une bonne résistance à l'humidité ainsi qu'une bonne résistance aux impacts (Fortune Business Insight, 2023). Sa faible densité le rend également très intéressant lorsqu'il est question de propriétés spécifiques (Straits Research, 2022).

1.6 Contributions du projet

L'objectif du projet est de proposer une avenue de revalorisation des retailles de découpe des textiles de verre vierges, permettant de les détourner de l'enfouissement. De plus, dans un souci d'économie circulaire, réintégrer ces produits dans leur chaîne de vie pourrait permettre de diminuer les pertes matérielles subies lors de la fabrication des pales éoliennes tout en diminuant leurs coûts de fabrication, en permettant d'économiser sur les matériaux utilisés.

Ce projet a également comme objectif de démontrer la sévérité des pertes matérielles générées lors de la production de pales éoliennes à l'aide d'une caractérisation des déchets, afin de sensibiliser la communauté scientifique et industrielle à l'importance d'une bonne gestion des rebuts tout au long du cycle de vie des matériaux composites.

Dans ce projet, uniquement les textiles de verre vierges seront traités. Cependant, la réutilisation des fibres vierges pourrait également être effectuée en parallèle avec la réutilisation des fibres réclamées telles qu'à la section 1.2, pour ainsi traiter une plus grande quantité de matériau à la fois. L'utilisation des deux matériaux en même temps pourrait permettre de limiter les pertes mécaniques associées aux fibres réclamées et donc d'offrir un meilleur potentiel de revalorisation à l'ensemble de ces fibres.

CHAPITRE 2

DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

2.1 Objectifs et déroulement chronologique du projet

L'objectif principal est le suivant : valoriser les rebuts de textiles de fibres de verre issus de la fabrication des pales éoliennes. Pour ce faire, les rebuts de production devront subir une transformation permettant de faciliter leur intégration dans un procédé de fabrication. Lors du chapitre précédent, l'injection plastique a été établie comme un candidat idéal pour accueillir les fibres de verre recyclées. Conséquemment, le projet comporte les deux sous-objectifs distincts suivants :

1. Traiter et transformer les retailles de verre pour obtenir un produit pouvant être inséré dans des granules thermoplastiques.
2. Intégrer les rebuts de verre transformés dans des granules polymériques destinées à l'injection plastique.

Ces deux sous-objectifs représentent également les deux phases principales du projet. Pour sa part, la Figure 2.1 présente un aperçu du projet complet, permettant de visualiser le cheminement des rebuts du domaine éolien entre leur génération et leur insertion dans des granules de polypropylène destinés à l'injection plastique.

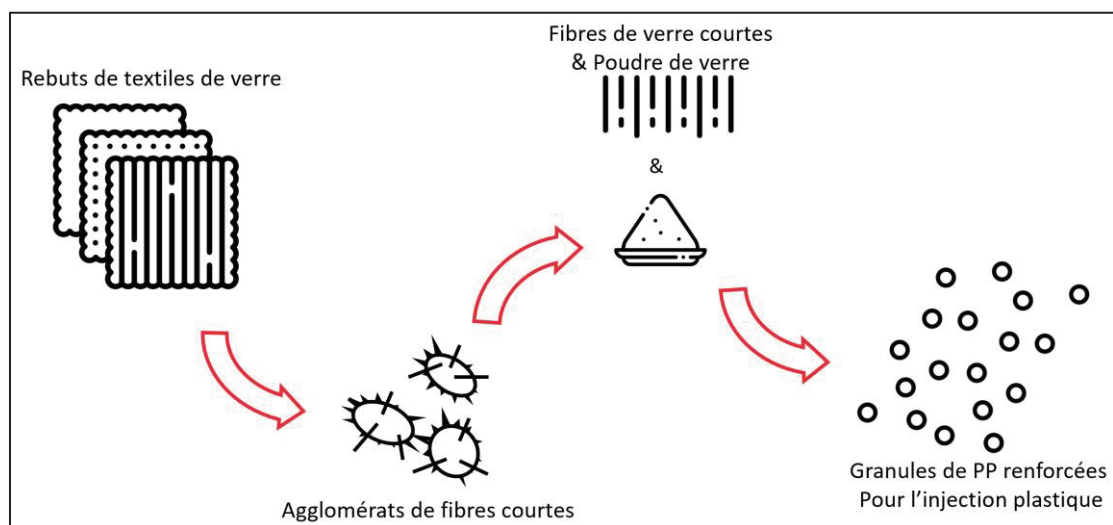


Figure 2.1 : Cheminement des rebuts de fibre de verre

2.2 Caractérisation des rebuts de production de pales éoliennes

La première étape du projet consiste à déterminer la provenance et la masse de tous les rebuts émis lors de la production des pales éoliennes, et est effectuée à l'aide d'une caractérisation complète du processus. Durant cette caractérisation, une attention particulière est accordée à l'obtention de la proportion, de la forme et de l'état des chutes de textiles de fibres de verre vierges dans l'ensemble des déchets produits.

La caractérisation des rebuts de production est effectuée chez LM Wind Power à Gaspé (Québec), et cible la fabrication des pales éoliennes de 107 m de longueur, qui sont les plus grandes pales offertes par l'entreprise. La procédure élaborée lors de l'audit a pour objectif d'être répétable, permettant à la compagnie de refaire cet exercice à des fins de comparaisons futures.

2.2.1 Séparation de la production d'une pale éolienne

Les pales d'éolienne de 107 m de long possèdent des temps de cycles très longs, pouvant aller jusqu'à plusieurs centaines d'heures entre le début de la production et la finition des surfaces. De plus, plusieurs pales sont fabriquées en parallèle, ce qui rend la caractérisation des déchets d'une seule pale à la fois plus complexe.

Les rebuts sont donc analysés séparément pour chaque étape de fabrication, soient le moulage, l'infusion, le *debugging* ainsi que le post-moulage. Ces étapes de production sont toutes effectuées sur les différentes pièces des pales, des coques jusqu'aux différents supports internes de la pale. S'ajoutent à ces étapes de fabrication la coupe des textiles de verre qui est effectuée avant le moulage, où les différents types de renforts fibreux sont coupés selon leur nécessité. Au total, 33 différentes étapes ont été générés pour représenter la fabrication d'une seule pale.

2.2.2 Matériel et espace requis

Un espace désigné dans l'usine doit d'abord être établi afin de permettre l'entreposage temporaire des rebuts. Ce périmètre doit inclure une balance de plancher de grande capacité,

des contenants de pesée, une caméra pour la documentation des rebuts ainsi que des rubans et affiches de sécurité pour interdire l'accès à la zone pour les ouvriers. Ce périmètre doit en tout temps pouvoir être accédé par un chariot élévateur, afin de peser les bennes métalliques lorsque nécessaire. De plus, des affiches interdisant l'accès doivent être posées pour éviter que les poubelles soient vidées par mégarde par les opérateurs sur le plancher.

2.2.3 Fiches de caractérisation

La fiche de caractérisation qui peut être utilisée lors de l'audit des déchets est présentée à la Figure 2.2. Cette fiche permet de suivre et d'analyser les masses de rebuts récupérées selon le type de matériau.

Phase:			Partie:		
Date de l'opération:		Début de l'opération:		Durée:	
Date de l'audit:		Début de l'audit:		Durée:	

Type	Catégorie	Masse Totale (kg)	Masse contenant à vide (kg)	Masse de matière relevée (kg)	Détails (composition)
Textiles de fibres de verre	UNIAXIAL				
	BIAXIAL				
	TRIAXIAL				
	TISSÉ				
	BIAXIAL AVEC MAT				
	CSM				
Fibres de Carbone	BIAXIAL				
	Pultrudé				
Hybride	TISSÉ				
Haut potentiel de revalorisation	Réutilisable				
	Recyclable				
Faible potentiel de revalorisation	Matériaux conatminés				
Masse envoyée à l'enfouissement					
Notes:					

Figure 2.2 : Fiche de caractérisation des rebuts d'une étape de production

Le premier type de déchet est la fibre de verre, qui est ensuite divisée en six architectures différentes, soient les uniaxiaux, biaxiaux, triaxiaux, tissés, biaxiaux avec mat et les textiles de fibres courtes. Les fibres de carbone ainsi que les fibres hybrides sont également utilisées en petites quantités dans certaines parties de la pale.

Les matériaux dits à haut potentiel de revalorisation représentent les items tels que les rouleaux de rubans, de plastique sous vide, ou tout autre matériau pouvant être réutilisés directement. Cette catégorie contient aussi les matériaux recyclables, tels que le bois, les plastiques et le carton.

Finalement, les matériaux contaminés sont les matériaux qui ne peuvent jouir d'aucun type de recyclage. Ces déchets sont généralement affectés par des agents chimiques tels que des résines thermodurcissables dans le cas des matériaux d'infusion, ou même des excédents de pièces composites.

2.2.4 Procédure des essais

La procédure à suivre pour effectuer la caractérisation se déroule en trois phases principales, soient la préparation, la collecte et le tri des matières. Elle peut être résumée par les points clés suivants :

1. Délimitation de la zone de travail.
2. Préparation et mise à zéro de la balance.
3. Organisation des contenants de collecte.
4. Sensibilisation des opérateurs à la collecte pour éviter la contamination des mesures.
5. Tri des déchets.
6. Pesée des matériaux selon leur type.
7. Documentation et mesure des différents morceaux de rebuts.

La procédure entière est présentée à l'annexe I. Ces étapes sont effectuées pour chaque collecte de déchets. Les résultats obtenus à la suite de l'audit des déchets permettent de déterminer les pertes matérielles, ainsi que de conclure sur l'importance de revaloriser les textiles de verre qui possèdent une apparence toujours neuve.

2.2.5 Registre des textiles

La caractérisation des rebuts a pu démontrer que le volume de textiles de fibres de verre générés par l'industrie des pales éoliennes est très grand. En effet, une grande quantité de matériau est envoyé à l'enfouissement, peu importe son état.

Les textiles de verre utilisés tout au long du projet de recyclage proviennent directement de l'usine de production des pales éoliennes, garantissant leur représentativité par rapport aux rebuts générés en usine, tant au niveau de leur état général qu'en termes de dimensions et de types de textiles. Ainsi, les résultats obtenus au terme du projet de recyclage pourraient être appliqués au niveau industriel en assumant que les matériaux intrants soient les mêmes.

Afin d'avoir une idée plus précise de la composition de l'échantillon des fibres de verre obtenus de la manufacture de pales éoliennes, les différents morceaux ont été mesurés, pesés et ensuite classés. Il est ensuite possible de suivre les différents textiles lors des opérations de transformation selon l'identifiant unique lui ayant été attribué. Toutes ces informations ont été rassemblées dans un seul registre afin de faciliter l'établissement des plans de déchiquetage des textiles de verre.

2.3 Transformation des textiles de fibres de verre

Une grande variabilité a pu être observée au niveau des dimensions des différents textiles fournis par LM Wind Power, tel que montré à la section 3.2. En effet, parmi les textiles destinés à l'enfouissement se trouvent des morceaux mesurant seulement quelques centimètres tels que des rebords, ainsi que des textiles de plusieurs mètres de long, ce qui complique la réutilisation et le recyclage de ce matériau. Afin de standardiser la taille du produit, une réduction de taille a été entreprise.

2.3.1 Réduction de taille primaire des textiles de fibres de verre

Le déchiqueteur industriel utilisé pour traiter les rebuts de textiles de verre est un déchiqueteur à disques *RS30-4-S* de *UNTHA*. Cet appareil comporte quatre arbres de rotation possédant des lames de coupe en acier trempé, ainsi qu'un système de tamis interchangeable

permettant de recirculer les morceaux de fibres trop volumineux. La figure ci-dessous présente d'ailleurs les lames vues de haut, où les deux lames du fond représentent les lames principales, ayant peu de dents afin de concasser graduellement les matières insérées dans le déchiqueteur, alors que les lames secondaires servent à recirculer la matière prise entre le tamis et les arbres de rotation.



Figure 2.3 : Lames du déchiqueteur industriel

La machine possède deux modes de fonctionnement, soient les modes automatiques et continus. Seulement le mode continu est utilisé dans ce projet, où les arbres de coupe tournent jusqu'à la mise hors tension de la machine, afin d'éviter les arrêts précoces du déchiquetage observés avec le mode automatique alors qu'il restait de faibles quantités de matières entre les lames.

Sous les lames du déchiqueteur se trouve un tamis interchangeable possédant des trous de 15 mm ou de 20 mm dépendamment de la grille choisie.

La procédure de test de déchiquetage nécessite seulement le dépôt des textiles de verre dans l'entonnoir de l'appareil alors que celui-ci est hors tension. Lorsqu'un réceptacle de collecte est positionné sous l'appareil, l'appareil est mis sous tension et démarré. Une fois le test lancé, il est possible d'ajouter des textiles de verre en les passant par-dessus le rebord de

l'entonnoir. Les blocages de l'appareil sont réglés sans nécessiter d'intervention de l'utilisateur par un système d'inversion du sens de rotation.

Une fois le test terminé, le réceptacle peut être retiré de sous la machine, et son contenu peut être transféré dans des bacs afin d'être pesé et analysé. De plus, le temps requis pour déchiqueter l'entièreté des textiles devra également être noté. Ces données pourront être utilisées pour estimer le débit massique de matière pouvant être déchiqueté par l'appareil.

2.3.1.1 Déroulement des tests de déchiquetage primaire

Six tests de déchiquetage ont été effectués dans le cadre de ce projet. Chacun des tests a permis de réduire considérablement la taille des textiles de verre, mais ont mené à une agglomération des fibres de verre individuelles. Afin de tenter de pallier cet effet indésirable, un test a été effectué sur des textiles ayant subi une pyrolyse initiale afin de tenter de retirer les fils de liaisons identifiés comme une cause potentielle de cette agglomération. Finalement, un test de déchiquetage a été effectué en enlevant complètement le tamis sous la machine afin d'évaluer l'influence de cette grille sur l'agglomération des fibres.

Les différents tests sont identifiés selon une nomenclature (TEST-XX-YY) où XX représente le type de test et YY représente l'identifiant spécifique du test.

Les différents types de tests qui ont été effectués sont les suivants : test effectué sur des textiles vierges n'ayant subis aucun traitement au préalable (01), test effectué sur des textiles ayant subi une pyrolyse au préalable (02) et test effectué sur des textiles vierges sans la présence d'un tamis (03). L'identifiant du test, pour sa part, est simplement un indicatif chronologique représentant l'ordre dans lequel le test est effectué.

Le tableau suivant (Tableau 2.1) présente les caractéristiques principales des tests effectués. La troisième colonne présente le ou les types de textiles utilisés lors de ce test, soient uniaxiaux, biaxiaux, ou un mélange des deux, suivi de la grille utilisée lors du test. Finalement, le nombre de morceaux ainsi que la masse totale de fibres de verre introduites sont présentées dans les deux dernières colonnes.

Tableau 2.1 : Tests de déchiquetage primaire effectués

Nom du test	Type de textiles	Grille utilisée	Nombre de textiles	Masse de fibres (kg)
TEST-01-01	Uniaxiaux	20mm	14	7,30
TEST-01-02	Biaxiaux	20mm	10	7,50
TEST-01-03	Uniaxiaux & Biaxiaux	20mm	9	8,50
TEST-01-04	Uniaxiaux & Biaxiaux	15mm	11	7,50
TEST-02-01	Uniaxiaux	20mm	3	2,10
TEST-03-01	Uniaxiaux	-	6	2,80

Lors de chaque test, le registre des textiles présenté précédemment est utilisé pour choisir minutieusement quels textiles seront déchiquetés. Ainsi, il est possible de connaître le type de textile présent dans le test, le nombre de morceaux utilisés, ainsi que la masse totale de matériau déchiqueté. Ces informations seront utiles par la suite pour déterminer l'influence de ces paramètres sur le résultat du déchiquetage.

2.3.1.2 Pyrolyse des textiles de verre (TEST-02-01)

La pyrolyse est effectuée sur les textiles de verre avant que ceux-ci soient introduits dans le déchiqueteur. L'objectif est d'entièrement retirer les fils de liaison thermoplastiques venant coudre les mèches de verre ensemble, afin d'évaluer l'impact de la présence de ces fils sur l'agglomération des fibres de verre courtes.

Les textiles de verre sont d'abord posés sur une plaque d'acier spécialement conçue pour subir des températures très élevées. Cette plaque est ensuite insérée dans un four à pyrolyse *F300* de *Pyradia*, qui est amené à une température de 550 °C pendant une durée de deux heures. Le four est ensuite refroidi graduellement jusqu'à ce que celui-ci atteigne une température permettant de manipuler son contenu. Les textiles de verre décousus sont ensuite retirés du four et préparés pour le déchiquetage comme pour les autres tests.

2.3.1.3 Mesure du diamètre des agglomérats par résolution d'image

La mesure par résolution d'image est une méthode permettant de mesurer la taille d'un objet sur une photo en utilisant un facteur de conversion pixels/millimètres. Le logiciel utilisé dans est un outil en ligne gratuit nommé *PhotoMeasure* (<https://eleif.net/photomeasure>).

Pour effectuer des mesures, il est nécessaire de placer un objet possédant une dimension connue telle qu'une règle proche de l'objet à mesurer. Ensuite, dans le logiciel, une ligne est tracée, représentant la mesure connue, lui permettant de calculer un ratio entre la distance en pixel et la mesure en unités réelle.

La Figure 2.4 présente un exemple de la configuration respectée lors de la prise de mesure d'un échantillon de fibres de verre, ainsi qu'un exemple des mesures obtenues à l'aide de la technique de mesure par résolution d'image. Les mesures indiquées sur la figure sont en mm, et correspondent au diamètre moyen de l'agglomérat en question.

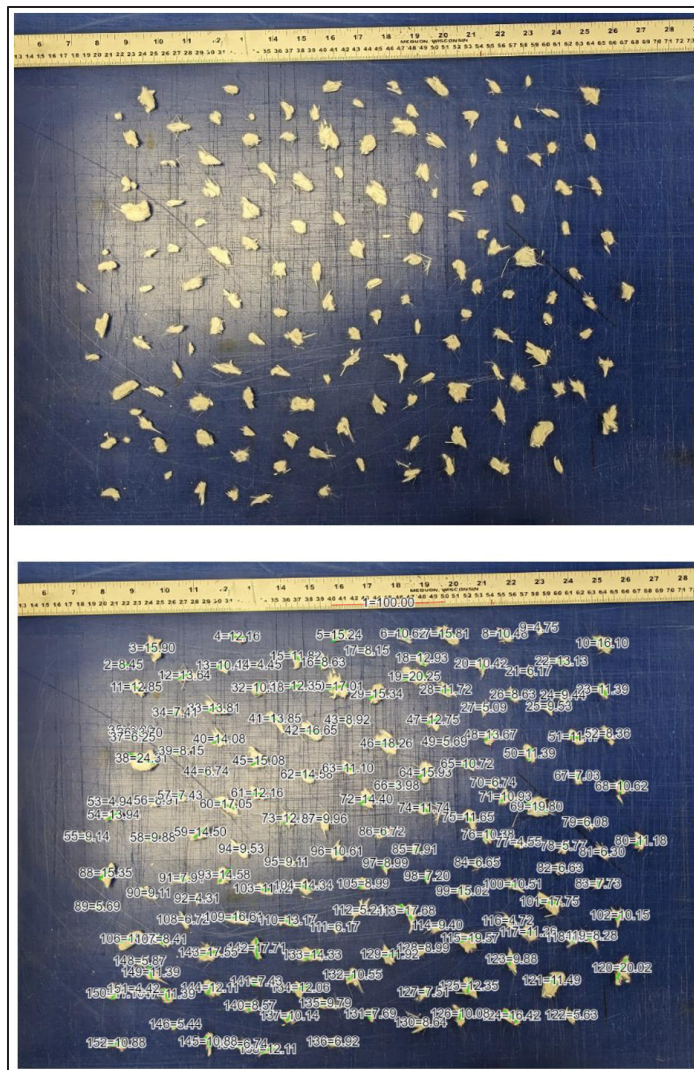


Figure 2.4 : Mesure du diamètre d'un échantillon d'agglomérats de fibres de verre

Une fois toutes les mesures effectuées sur l'image, l'outil exporte les mesures automatiquement en format CSV (*Comma-Separated Values*). Ces valeurs sont extraites et utilisées pour analyser les dimensions moyennes des agglomérats de fibres de verre.

2.3.2 Séparation des agglomérats

En consultant le chapitre 3.3.1 traitant des résultats du déchiquetage primaire, on remarque une agglomération constante des fibres de verre ainsi qu'une grande variabilité de leur taille et de leur forme, complexifiant l'idée d'un recyclage direct. Les agglomérats doivent donc

être séparés afin d'obtenir un produit plus homogène, sans poser un trop grand ralentissement lors du traitement des fibres recyclées.

Trois méthodes de séparation ont été testées sur les agglomérats, soient la séparation à la main des agglomérats, la séparation à l'aide d'une tamiseuse et la séparation par mouvement fluide.

2.3.2.1 Séparation à la main

La séparation des agglomérats à la main vise à établir s'il serait possible de bien séparer les fibres individuelles sans équipement et sans les endommager, ou bien si celles-ci sont trop emmêlées pour être retirées.

Cette méthode de test requiert deux pinces, une pour tenir l'agglomérat et une pour retirer les fibres individuelles de l'agglomérat de fibres.

2.3.2.2 Séparation par tamiseuse

La séparation des agglomérats par tamiseuse est effectuée à l'aide d'une tamiseuse générique de modèle 230016 par *ASC365 International LTD*. Cette tamiseuse à vibration possède deux étages de filtrage avec des tamis de 840 microns et de 150 microns.

L'objectif de ce test est de séparer les agglomérats en leur faisant subir des vibrations à plus haute intensité et fréquence qu'avec un tamis à main. Ces vibrations devraient causer des impacts entre les agglomérats, ce qui pourrait causer la séparation des fibres entremêlées.

Lors des tests initiaux, une quantité d'environ 500 grammes de fibres sont insérés dans le tamis supérieur, et l'appareil est activé pour une durée de 10 minutes. Une inspection est ensuite effectuée, et l'appareil peut être redémarré si la désagglomération n'est pas encore complétée. Le matériau se trouvant à chaque étage de la tamiseuse est ensuite récupéré dans des sacs plastiques identifiés.

Un seul test de désagglomération a été effectué avec cette méthode, car aucun résultat concluant n'a été obtenu.

2.3.2.3 Séparation par mouvement fluide

La séparation des agglomérats par mouvement fluide vise à tirer profit des forces visqueuses induites par le mouvement d'un fluide.

Dans le cadre de ce projet, il est important de s'assurer de l'intégrité des fibres de verre déchiquetées afin de pouvoir tirer le plein potentiel des fibres de verre vierges non contaminées. Ainsi, afin d'éviter toute contamination des fibres pouvant provenir de l'utilisation d'un fluide autre, seulement l'eau sera utilisée. Il est important de noter ici que l'eau ne possède pas une très grande viscosité, ce qui pourrait limiter les résultats obtenus avec cette méthode de test. Cependant, utiliser un fluide autre pourrait nécessiter une étape supplémentaire visant à décontaminer les fibres de verre, ce qui serait indésirable dans le cadre du projet de recyclage des textiles de verre.

Cette méthode de séparation nécessite seulement l'utilisation d'un bassin de test et d'un malaxeur permettant d'induire un mouvement au fluide. Il suffit ensuite d'ajouter de l'eau au bassin de test ainsi que de mettre les agglomérats dans le bassin avant d'activer le malaxeur pour une durée de 5 minutes.

À nouveau, le résultat obtenu à la suite du premier test ont permis de démontrer que cette méthode ne serait pas assez efficace pour séparer entièrement les agglomérats en un produit directement insérable dans un polymère pour le renforcer.

2.3.3 Réduction de taille secondaire

Les méthodes de séparation non destructives se sont avérées inefficaces pour désagglomérer les fibres de verre. La prochaine étape consiste à transiter vers une séparation destructive. Ce type de séparation verra la longueur des fibres de verre à nouveau réduite afin de démêler efficacement les fibres de verre les unes des autres. Pour ce faire, deux procédés différents sont utilisés, soient un broyage des agglomérats et un deuxième déchiquetage des agglomérats. Il sera ainsi possible d'évaluer si les fibres plus courtes peuvent éviter ce phénomène indésirable.

2.3.3.1 Broyage des agglomérats de fibres de verre

Une des hypothèses expliquant l'agglomération des fibres de verre est que leur longueur cause un entremêlement lorsqu'elles sont frottées les unes aux autres. La réduction des agglomérats de fibres de verre à une poudre de verre éliminerait entièrement le problème d'agglomération en offrant peu d'interfaces propices au frottement entre les fibres. Pour ce faire, des échantillons d'agglomérats seront utilisés dans un broyeur à boulet afin de tenter de réduire le plus possible les fibres de verre à une poudre de verre.

N'ayant pas les installations nécessaires pour effectuer ces tests sur place, ils ont été effectués par un partenaire industriel nommé *Coalio*. Les principales caractéristiques du broyeur à boulet sont les suivantes :

- Capacité de matériau : 10kg
- Charge de boulets : 50 kg
- Volume du cylindre de broyage : 26 L
- Volume occupé par les boulets : 9 L (~35%)

Un total de 5 kg de fibres agglomérées seront broyées en trois lots d'environ 1,7 kg à la fois. Le premier test de broyage a servi à déterminer la durée totale du broyage de chaque lot. Ainsi, après 30 minutes, l'appareil a été éteint et ouvert afin d'évaluer l'apparence des résidus de textiles de verre, et l'appareil a été redémarré pour 30 minutes supplémentaires. La durée totale du broyage a donc été établie à 60 minutes lorsque des résultats satisfaisants ont été obtenus.

Une fois le broyage terminé, la poudre de verre est retirée du broyeur, et les boules métalliques sont nettoyées de façon à récupérer l'ensemble du verre du broyeur. Ayant subi les mêmes opérations de réduction de taille, les différents lots de fibres sont mélangés en un seul lot.

2.3.3.2 Déchiquetage des agglomérats de fibres de verre

Afin de réduire la taille des fibres de verre pour limiter l'agglomération, tout en conservant la structure allongée des fibres, une autre solution a été approchée. Cette fois-ci, les rebuts de

textiles subissent un deuxième déchiquetage à l'aide d'un plus petit appareil possédant un tamis beaucoup plus fin.

Afin de tester cette possibilité, un déchiqueteur à couteau de modèle *12-12-000* de *C.W. Brabender Instruments Inc.* est utilisé. Celui-ci possède trois lames de découpe affixées sur un rotor et placées au-dessus d'un tamis interchangeable. Un réceptacle est également affixé sous la machine afin de récupérer toute matière déchiquetée obtenue. Cet appareil est également présenté à la Figure 2.5 ci-dessous.



Figure 2.5 : Déchiqueteur à couteaux

Seulement le tamis possédant des trous de 5mm est utilisé, puisqu'il s'agit du tamis possédant les plus gros trous disponibles pour cette machine, permettant de maximiser la longueur des fibres à la sortie du déchiqueteur. Il s'agit également de la grille permettant de maximiser le débit de déchiquetage des agglomérats.

Le déchiquetage secondaire des fibres est effectué par lots de 500 grammes d'agglomérats, afin d'éviter de congestionner l'embouchure du déchiqueteur et d'éviter que certaines fibres se coincent.

L'appareil possède une seule vitesse de fonctionnement, et peut être mis en marche une fois les fibres insérées. Aucun temps limite de déchiquetage n'est imposé, l'appareil est plutôt éteint lorsqu'aucun son provenant de la chambre de déchiquetage n'est audible.

Lors de la manipulation des fibres courtes résultantes, il a été remarqué que celles-ci avaient tendance à s'agglomérer légèrement. Ainsi, à la fin du déchiquetage, les fibres sont transférées directement du réceptacle vers la prochaine étape qui consiste au renforcement d'un polymère.

2.4 Fabrication d'un matériau renforcé de verre recyclé

La première partie du projet de revalorisation des rebuts de fabrication des pales d'éoliennes a visé à recenser les différents types et dimensions des textiles de verre générés, ainsi qu'à les transformer en un produit intermédiaire homogène. Pour ce faire, les textiles de fibres de verre ont été transformés jusqu'à atteindre la forme de poudre de verre et de fibres de verre courtes, tel que présenté à la section 2.3.3 des résultats.

La deuxième phase du projet se concentre sur l'incorporation de ce produit pour fabriquer des granules de polypropylène renforcé, qui pourront être utilisés dans l'injection plastique.

2.4.1 Choix du procédé de fabrication

La poudre de verre et les fibres de verre courtes ne possèdent pas la longueur nécessaire pour renforcer des composites à fibres longues. En effet, lors de leur intégration à une matrice, ceux-ci n'auront pas de fibres continues, et auront certainement une orientation difficilement contrôlable. Dans le cas de la poudre de verre, cet effet est encore plus marqué.

Compte tenu de la quantité importante de rebuts générés lors de la fabrication des pales, il est crucial de se diriger vers une solution permettant d'écouler de grands volumes de matériau. De plus, la fibre de verre vierge est très peu dispendieuse, ce qui renforce le besoin de viser un marché de production très abordable. L'injection plastique, telle que présentée à la section 1.5, est une solution répondant à ces critères. C'est donc le procédé de fabrication qui est visé pour la valorisation des chutes de textiles de verre. Pour ce faire, les textiles transformés seront insérés dans une matrice polymérique sous forme de granules.

2.4.2 Choix de la matrice plastique

Les granules thermoplastiques destinés à l'injection plastique peuvent être constituées d'une multitude de différents polymères. En considérant la quantité de rebuts générés dans le domaine éolien il est nécessaire de viser un matériau de grande commodité. Viser un marché niche ne permettrait pas d'écouler un aussi grand volume.

La revue de littérature présentée à la section 1.5 a permis d'identifier le polypropylène (PP) comme un matériau d'injection possédant une part significative du marché mondial. Il représente donc un très bon candidat pour le renforcement de granules, et sera la matrice utilisée dans la deuxième phase du projet.

Le *Pro-fax 6323* de *LyondellBasell*, qui est un polypropylène à injection tout usage, sera le thermoplastique initial utilisé. Il est disponible sous forme de granules transparents, et sa fiche technique est jointe à l'annexe II.

2.4.3 Fabrication des granules de PPGF – Coalia

Le renforcement des granules de polypropylène à l'aide de la poudre de verre est effectué à l'aide d'un extrudeur à double vis couplé à une filière. Ce procédé standard dans l'industrie permet d'obtenir un mélange homogène du plastique et du renfort, tout en produisant des granules de dimensions uniformes, adaptés aux procédés d'injection plastique.

L'appareil utilisé pour réaliser le mélange et la mise en granules du polymère composite est un *ZKS 25 WLE* de *Coperion*. Cet appareil possède six zones de chauffe indépendantes, une vitesse de rotation réglable ainsi que plusieurs entrées de matières permettant d'intégrer la poudre de verre seulement lorsque la matrice est en fusion.

Le procédé de mélange et de mise en granules a été réalisé par le même partenaire industriel que précédemment, *Coalia*. La formulation suivie par *Coalia* pour l'extrusion du polymère est présentée dans le tableau ci-dessous, contenant les caractéristiques des matériaux entrants et les configurations respectées par l'extrudeuse lors de la fabrication des granules.

Tableau 2.2 : Formulation du renforcement du PP par la poudre de verre

Matériaux	PP-Profax 6323	Poudre de verre
Concentration massique (%)	80	20
Quantité (kg)	20	5
Profil de température d'extrusion (°C)	215/218/218/220/220/220	
Vitesse de rotation (rpm)	150	
Débit d'extrusion (kg/h)	13	
Filière couplée	4 brins de diamètre 4 mm	
Refroidissement	Bain d'eau	

Un total de 25 kg de granules a été produit en un seul lot, sans variations dans le procédé de fabrication pour assurer une bonne homogénéité dans le thermoplastique.

Afin d'éviter toute confusion possible entre les différents types de granules produits, les granules composés du PP et de la poudre de verre seront dorénavant référés en tant que : PPGF – Coalia. Le nom provient à la fois de la composition, soit le polypropylène (PP) et la fibre de verre (Glass Fibre, GF) ainsi que de la méthode de fabrication utilisée, soit celle du partenaire Coalia.

2.4.4 Fabrication des granules de PPGF – ÉTS

La méthode de fabrication des granules de polypropylène renforcé de fibres de verre courtes nécessite deux étapes afin d'obtenir un matériau granulaire pouvant être injecté par la suite. Cette différence est due à l'abrasivité et à la longueur des fibres courtes, qui pourrait causer des dommages à l'extrudeur. Premièrement, à l'aide d'un mélangeur possédant une grande chambre de mélange, le polymère et le renfort fibreux sont mélangés pour obtenir une substance d'apparence homogène. Ensuite, le mélange est retiré à la main de la chambre, refroidi à l'air ambiant, et passé dans un déchiqueteur pour effectuer une mise en granules. Les granules fabriqués par cette méthode seront nommés PPGF – ÉTS, en raison de la méthode de mise en granule développée et effectuée dans les laboratoires d'ÉTS.

2.4.4.1 Mélangeur

L'appareil utilisé pour mélanger le polymère avec les fibres de verres déchiquetées est un *Thermo Scientific Haake PolyLab OS Modular Torque Rheometer*, un rhéomètre à couple pouvant être affixé d'un mélangeur ou d'un extrudeur à double vis. Le mélangeur qui y est affixé est le *Rheomix 3000*, possédant deux rotors et un volume interne de 300 à 450 cm³, permettant de produire de petites quantités de polymère renforcé à la fois. La chambre du mélangeur comporte trois zones pouvant atteindre des températures allant jusqu'à 400 °C, en fonction des besoins.

La procédure de mélange consiste en:

1. Préchauffer la chambre de mélange à 230 °C pour fondre la matrice.
2. Peser 120 g de granules de polymère ainsi que 30 g de fibres de verres courtes (20% massique).
3. Introduire les deux matériaux dans l'entonnoir situé sur le dessus du mélangeur.
4. Chauffer pendant 2 minutes pour atteindre le point de fusion du polypropylène.
5. Mélanger selon le profil de vitesse prédéfini et présenté à la Figure 2.6.
6. Retirer le mélange homogène à l'aide de spatules et refroidir les morceaux de PP renforcé à l'air libre.

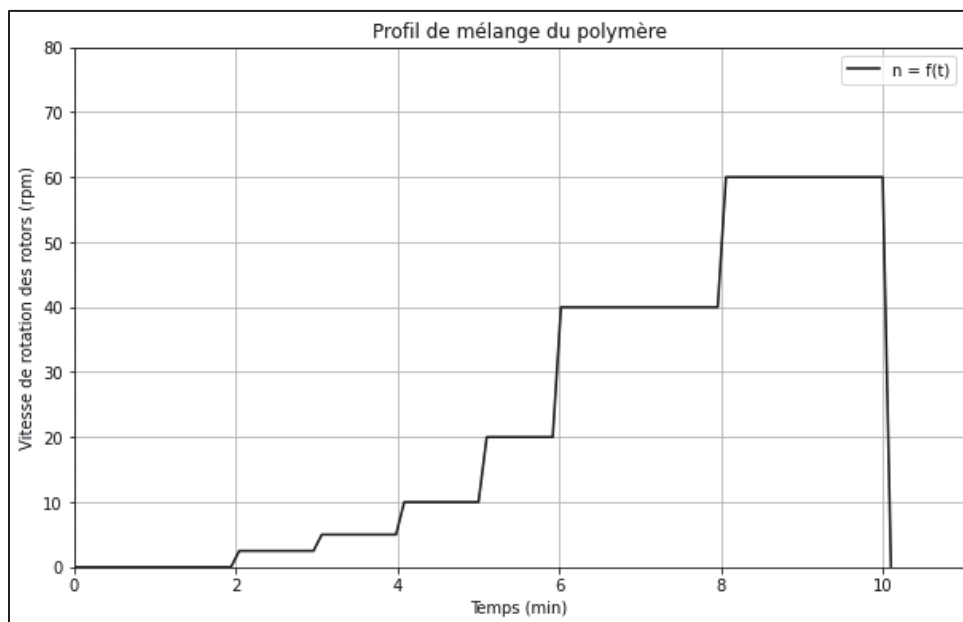


Figure 2.6 : Profil de vitesse du mélangeur

Lors de la fabrication d'un lot de polymère renforcé, le profil est maintenu l'aide d'une manette permettant d'ajuster manuellement la vitesse des rotors, ce qui peut induire des différences mineures entre chaque mélange. Cependant, aucune différence notable ne devrait être remarquable entre les différents lots de PPGF – ÉTS. Le contenu en fibre de chaque production a d'ailleurs été évalué lors de la caractérisation des granules, en fonction des lots individuels pour en assurer sa constance.

2.4.4.2 Mise en granules

Une fois complètement refroidis, les morceaux de PPGF – ÉTS obtenus sont amenés vers un déchiqueteur afin de les transformer en granulés plus réguliers. L'appareil utilisé pour cette réduction de taille est le même que celui utilisé pour déchiqueter les agglomérats de fibres de verre à la section 2.3.1. L'appareil est équipé d'un tamis possédant des trous de 5mm afin d'obtenir des granules de dimensions standard.

Pour réduire la taille des morceaux de PPGF – ÉTS, il est important de démarrer l'appareil avant d'y introduire le matériau. Ainsi, les couteaux seront déjà en rotation lorsque le plastique y entrera, permettant de minimiser les risques que le rotor de coupe vienne bloquer si de trop gros morceaux de plastique viennent s'y loger.

À nouveau, l'appareil doit être tenu en marche jusqu'à ce que la totalité du déchiquetage soit complété. Cela peut être détecté lorsqu'aucun son de concassage ne puisse être entendu. Lorsque terminé, le réceptacle sous le déchiqueteur est retiré, et les granules sont collectés dans des sacs identifiés selon le lot de production de PPGF – ÉTS approprié.

2.5 Caractérisation des granules

L'impact de l'ajout des fibres de verre recyclées dans le polypropylène est vérifié en caractérisant les trois types de granules suivants:

1. Polypropylène pur (PP non renforcé)
2. PPGF – Coalia (renforcé avec de la poudre de verre)
3. PPGF – ÉTS (renforcé avec des fibres de verre courtes)

Les propriétés thermiques ayant été étudiées sont les températures de dégradation dans l'azote et dans l'air, les températures de fusion et de cristallisation des granules, ainsi que le MFI des granules. En ce qui concerne les propriétés physiques qui ont été évaluées, il s'agit du taux de renfort massique réel des granules, leur densité ainsi que la longueur moyenne des fibres des verre qui les renforcent.

2.5.1 Température de dégradation des granules par TGA

L'analyse thermogravimétrique, communément appelée TGA de l'anglais *Thermogravimetric Analysis* est un test utilisé pour analyser l'évolution de la masse d'un échantillon selon un profil de température donné. La TGA est utilisée dans ce projet pour deux objectifs principaux : déterminer la température de dégradation des granules et calculer le taux massique de fibres, lorsque applicable.

L'appareil utilisé est un *TGA Q500* de *TA Instruments*. Deux méthodes de test sont appliquées pour analyser la dégradation des granules dans deux types d'atmosphères : une en atmosphère inerte (azote) et une en atmosphère d'air.

2.5.1.1 TGA en atmosphère inerte (azote)

La première méthode vise à déterminer la température de dégradation des polymères en absence d'oxygène, où seule l'énergie thermique fournie à l'échantillon agit sur la matrice polymérique. En fin de test, une purge à l'oxygène est effectuée afin d'assurer la dégradation complète de toute matière organique. Le test suit les étapes suivantes :

1. Sélection d'une atmosphère d'azote.
2. Rampe de chauffe de 10°C / min de la température ambiante à 600°C.
3. Passage d'une atmosphère d'azote à une atmosphère d'air.
4. Période isotherme à 600°C pour une durée de 5 minutes.
5. Rampe de chauffe de 10°C / min de 600°C à 700°C.

Ce protocole permet de déterminer la sévérité de la dégradation de la matrice thermoplastique dans une atmosphère inerte et la température à laquelle elle se produit.

2.5.1.2 TGA en atmosphère d'air

La deuxième méthode a pour objectif d'obtenir la température de dégradation dans une atmosphère d'air, similairement à l'atmosphère dans laquelle le polymère se trouverait lors de sa mise en forme en industrie. La méthode de test suit les étapes suivantes :

1. Sélection d'une atmosphère d'air.
2. Rampe de chauffe de $10^{\circ}\text{C} / \text{min}$ de la température ambiante à 600°C .
3. Période isotherme à 600°C pour une durée de 5 minutes.

2.5.1.3 Acquisition et analyse des données de TGA

Pour les deux atmosphères, les données obtenues lors des tests sont le temps écoulé, la température au temps donné ainsi que la masse détectée dans le réceptacle. Ces informations permettent de calculer la fraction de masse restante, obtenue en divisant la masse actuelle par la masse initiale. Ces valeurs sont ensuite tracées sous forme de courbe, montrant l'évolution de la masse en fonction de la température.

Le logiciel *Universal Analysis* de *TA Instruments* est utilisé pour analyser graphiquement les courbes de dégradation. En utilisant les fonctions d'analyse du logiciel, il est possible d'obtenir les températures de début de dégradation, soient T_{dazote} et T_{dair} , dépendamment de la méthode du test choisie.

Un minimum de trois échantillons sont testés pour chaque matériau et pour chaque atmosphère.

2.5.2 Températures de fusion, température de cristallisation et taux de cristallinité par DSC

La calorimétrie différentielle à balayage, communément appelée DSC de l'anglais *Differential Scanning Calorimetry* consiste à comparer les flux de chaleurs entrants et sortant d'un échantillon de matériau aux flux de chaleur d'une référence ayant des propriétés thermiques connues. Cette analyse est généralement utilisée pour identifier les températures de changement de phase, le taux de cristallisation ou les enthalpies de changement de phases. Dans le cadre de ce projet, l'équipement utilisé est le *DSC 2500* de *TA Instruments*.

Les tests de DSC comprennent deux cycles de chauffe et un cycle de refroidissement, entrecoupés de périodes isothermes.

- Première chauffe: l'objectif est d'effacer l'historique thermique de l'échantillon, éliminant les effets des manipulations antérieures. L'échantillon est chauffé à une température supérieure à sa température de fusion.
- Refroidissement: le matériau est refroidi pour déterminer les températures de cristallisation et, le cas échéant, la température de transition vitreuse.
- Deuxième chauffe: ce cycle permet d'évaluer les caractéristiques de fusion, notamment la température de fusion du matériau sans historique thermique.

2.5.2.1 Protocole de test de DSC

Les tests de DSC effectués sur les différents échantillons de granules sont composés des étapes suivantes :

1. Rampe de chauffe de $10^{\circ}\text{C} / \text{min}$ de la température ambiante à 300°C .
2. Période isotherme à 300°C pour une durée d'une minute.
3. Rampe de refroidissement de $-10^{\circ}\text{C} / \text{min}$, de 300°C à -50°C .
4. Période isotherme à -50°C pour une durée d'une minute.
5. Rampe de $10^{\circ}\text{C} / \text{min}$ de -50°C à 300°C .

2.5.2.2 Acquisition et analyse des données

Le logiciel *TRIOS* de *TA Instruments* est utilisé pour récupérer et analyser les données lors des tests de DSC. Les données obtenues sont des valeurs présentant le flux de chaleur entrant ou sortant de l'échantillon et la température actuelle de l'échantillon dans le temps. En utilisant les fonctions d'analyse du logiciel, il est possible de calculer la température du début de fusion (T_m) et du début de cristallisation (T_c). Il est également possible d'obtenir l'énergie totale absorbée par le polymère lors de sa cristallisation afin de déterminer le taux de cristallinité du matériau en comparant celle-ci avec l'énergie de cristallisation totale

théorique (ΔH_f) de 207 J/g (Beuguel et al., 2018). Un minimum de trois échantillons sont analysés pour chaque matériau.

2.5.3 Indice de coulabilité par MFI

L'indice de coulabilité ou MFI (*Melt Flow Index*) est un indicateur fréquemment utilisé pour comparer la coulabilité de matériaux dans des conditions définies. Cet indice est mesuré à une température et une pression définie en fonction du matériau évalué, tel que mentionné dans la norme ASTM D1238. Pour mesurer le MFI des différents matériaux, l'appareil utilisé est le *Computerized Melt Flow Index Tester (Test Method A)* de *International Equipments*.

2.5.3.1 Méthodologie du test de MFI

Le test de MFI consiste en:

1. Préparation de l'appareil: les paramètres de test sont programmés, et la machine est préchauffée.
2. Introduction du matériau : une quantité de matériau est insérée dans le cylindre chauffant, où elle fond complètement.
3. Application de la pression : une masse prédéfinie est placée à l'extrémité du cylindre, exerçant une pression sur le polymère fondu.
4. Extrusion et mesure : sous cette pression, le polymère s'écoule par l'embout de l'appareil. Une lame coupe régulièrement l'échantillon extrudé, et la machine mesure la masse de ces sections sur une balance intégrée.
5. Calcul du MFI : le MFI est calculé automatiquement par l'appareil en fonction des masses collectées et du temps d'extrusion.

Les paramètres de tests pour le polypropylène par la norme ASTM D1238 sont les suivants :

- Température de test : 230 °C
- Masse appliquée : 2,16 kg
- Temps de chauffe : 240 secondes
- Durée d'échantillonnage : 15 secondes

Dans le cas des granules composés de polypropylène renforcés de fibres de verre, les mêmes paramètres seront utilisés à des fins de comparaison. Ainsi, les valeurs de MFI obtenues pourront être comparées directement.

L'appareil utilisé permet d'effectuer jusqu'à huit mesures avec un seul remplissage du cylindre. Afin de déterminer l'indice de fluidité du matériau, au moins trois remplissages complets du cylindre seront nécessaires, pour un total d'au moins 24 mesures afin d'éviter qu'une mauvaise lecture de la masse de polymère récupéré puisse impacter significativement la valeur de MFI obtenue.

2.5.4 Taux de fibres massique par TGA

Pour mesurer le taux de renfort massique des granules, des tests par analyse thermogravimétrique sont utilisés, tel qu'à la section 2.5.1. Suite à la dégradation de la matrice, seule la fibre de verre subsiste dans le réceptacle, puisque le verre ne subit aucune perte de masse par dégradation dans la plage de température de 20°C à 700°C.

Les analyses de TGA effectuées pour évaluer la dégradation thermique de la matrice sont également utilisées pour déterminer le taux de fibres moyen des granules.

Le logiciel *Universal Analysis* de *TA Instruments* est à nouveau utilisé pour analyser graphiquement les courbes de dégradation. Cette fois-ci, seulement l'outil permettant de déterminer la différence entre les masses initiales et finales des granules est utilisé, pour obtenir la masse relative restante.

2.5.5 Masse Volumique par pycnomètre à gaz

Le pycnomètre à gaz est un appareil servant à mesurer le volume d'un spécimen de test. La prise de mesure est effectuée à l'aide du principe de déplacement de gaz, dans une chambre fermée possédant un volume prédéfini. L'appareil utilisé pour cette procédure est le *AccuPyc II 1340* de *Micrometrics*.

2.5.5.1 Méthodologie du pycnomètre à gaz

1. Équipement : Volume de la chambre de test de 10 cm³, adapté aux spécimens de taille variable.
2. Préparation des échantillons : une balance de haute précision est utilisée pour mesurer la masse de chaque échantillon. Les spécimens sont placés dans la chambre de test, qui est ensuite insérée dans l'appareil.
3. Principe de fonctionnement : l'appareil remplit la chambre de mesure avec de l'hélium, atteignant une pression spécifique. Une chambre de référence de volume connu est ensuite ouverte. La différence de pression avant et après cette étape permet de calculer le volume du spécimen.
4. Calcul des propriétés physiques : une fois le volume mesuré, la masse volumique est déterminée automatiquement à partir de la masse entrée. Chaque échantillon subit 10 répétitions pour assurer la précision.

Les tests de masse volumique sont effectués pour chaque matériau, soient le PP pur, le PPGF – Coalia et le PPGF – ÉTS. Un minimum de trois échantillons par matériau est nécessaire pour assurer la fiabilité des résultats obtenus.

Ensuite, la masse volumique de la fibre de verre vierge est également mesurée afin de déterminer la masse volumique théorique des matériaux renforcés.

2.5.5.2 Masse volumique théorique des granules renforcés

La masse volumique théorique pour un matériau composite (ρ_c) peut être calculée à l'aide de l'équation ci-dessous (Mallick, 2007):

$$\rho_c = \frac{1}{\left(\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{w_m}{\rho_m}\right)} \quad (2.1)$$

où

- w_f = fraction massique de fibres
- w_m = fraction massique de la matrice
- ρ_f = Masse volumique des fibres
- ρ_m = Masse volumique de la matrice

Les valeurs nécessaires pour l'estimation de la masse volumique théorique sont donc toutes connues. En effet, les fractions massiques théoriques des fibres de renforcement et de la matrice sont de 20% et de 80% respectivement. Ensuite, la masse volumique des fibres et de la matrice en polypropylène auront également été mesurés à l'aide du pycnomètre à gaz. Il sera donc possible de comparer les matériaux renforcés en laboratoire au résultat théorique espéré.

2.5.6 Longueurs de fibres

La longueur des fibres de renforcement est une propriété très importante influençant grandement les performances mécaniques des matériaux composites. Pour les matériaux granulés, bien que les fibres ne puissent pas atteindre une continuité parfaite dans la matrice, leur longueur individuelle contribue significativement à l'amélioration des propriétés mécaniques.

Les deux types de granules renforcés produites possèdent le même matériau de renforcement, cependant, la longueur des fibres présentes dans la matrice devrait différer, puisque les rebuts de textiles de verre ont été broyés dans le cas du PPGF – Coalia, et simplement déchiquetés dans le cas du PPGF – ÉTS.

L'objectif est donc de quantifier les longueurs des fibres après leur intégration dans la matrice polymérique, en utilisant une méthode non destructive. Pour cette application, la technologie utilisée est la microtomographie.

2.5.6.1 Prises de mesure par MicroCT

L'appareil de microtomographie à rayon X (MicroCT) utilisé est le modèle *X-Radia Versa* de *Zeiss*, qui peut contenir des échantillons solides allant de quelques millimètres à plusieurs centimètres. Cet équipement possède une plage d'énergie allant de 40 kV à 160 kV, en plus d'une dimension de pixel d'imagerie variant entre 0,3 et 30 microns.

Trois échantillons de chacun des deux matériaux renforcés ont été analysés afin d'obtenir un échantillon significatif de fibres de verre mesurées, et afin de déterminer s'il existe des différences notables entre les différents granules analysés.

Les paramètres de mesure utilisés lors des scans sont les suivants :

- Puissance d'émission : 60 kV (optimisé pour bien différencier le polypropylène et les fibres de verre grâce à leur contraste de densité).
- Résolution :
 - PPGF – Coalia : 2,5 microns pour favoriser la détection des particules de verre de petite taille.
 - PPGF – ÉTS : 3,5 microns pour obtenir un plus grand échantillon de fibres de verre courtes (plus grands granules).

Une fois la prise de mesure complétée par le MicroCT, un fichier contenant l'objet tridimensionnel est généré. Ainsi, six fichiers identifiés selon leur numéro d'échantillons ainsi que les paramètres de mesure sont générés, et seront analysés à l'aide d'un logiciel d'imagerie.

2.5.6.2 Analyse des longueurs de fibres avec Dragonfly

L'analyse des échantillons de polymère renforcés est effectuée à l'aide de *Dragonfly*, un logiciel de visualisation et d'analyse de fichiers d'imagerie offert par *Comet Technologies* où il est possible de segmenter les différents matériaux selon l'absorption des rayons X les traversant. Ainsi, les matériaux plus denses sont plus opaques face aux rayons, alors que les matériaux moins denses tendront généralement à laisser passer les rayons X plus facilement.

L'absorption est représentée un gradient de gris présent sur les résultats d'imagerie. Cependant, cette échelle peut différer légèrement selon divers paramètres tels que les

dimensions de l'échantillon ou même la dispersion des fibres de verre dans le matériau. Ainsi, il n'est pas possible d'utiliser une seule valeur de seuil pour séparer la matrice des fibres de verre, et chaque spécimen est segmenté individuellement pour mieux séparer le composite. Les valeurs de seuil utilisées pour chaque spécimen sont présentées au Tableau 2.3, où la valeur représente l'intensité des pixels entre 1 et 65536 (encodage à 16 bits).

Tableau 2.3 : Valeurs de seuils utilisées pour chaque échantillon

Échantillon	PPGF – ÉTS #1	PPGF – ÉTS #2	PPGF – ÉTS #3	PPGF – Coalia #1	PPGF – Coalia #2	PPGF – Coalia #1
Seuil utilisé	10000	7000	11000	8000	6000	9500

L'ensemble des fibres de verre sont obtenues en un seul objet, nécessitant ici une séparation en fibres individuelles pour permettre au logiciel de mesurer la longueur des fibres seules, et non d'un ensemble de fibres possédant des points de contacts. Pour ce faire, un module de séparation nommé *Open Fiber Segmentation* est utilisé. Le produit obtenu à la suite de l'analyse est une grande quantité de régions d'intérêt délimitées par les différentes fibres. Le Tableau 2.4 présente les différents paramètres fournis au module pour effectuer l'analyse de séparation des fibres.

Tableau 2.4 : Paramètres fournis au module Open Fiber Segmentation

Minimum Fiber length (pixels)	Fiber diameter (mm)	Max stitching distance (mm)	Initial Water Level (pixels)	Convexity Defect Distance (pixels)
8	0,01	0,025	1,0	1,2

La longueur minimale des fibres a été décidé de manière à seulement conserver les fibres allongées, de sorte à écarter la détection de bruit ou de particules non significatives. Ensuite, le diamètre des fibres représente le diamètre des fibres individuelles. Les trois autres paramètres sont des paramètres de calcul tirés directement de la revue de littérature.

Une fois l'analyse terminée, la validité de la séparation est vérifiée en regardant individuellement les fibres composées des plus grands volumes pour déterminer si celles-ci sont composées d'une seule ou de plusieurs fibres de verre.

Une fois cette vérification complétée, une série de mesures sont lancées dans le logiciel afin d'obtenir les longueurs de chaque région d'intérêt. Cette étape permet d'obtenir la plus grande longueur de chaque volume, ce qui représente la longueur de la fibre en question.

2.6 Propriétés mécaniques des granules injectés

Les propriétés mécaniques en traction des trois matériaux sont évaluées afin de quantifier l'impact du renforcement fibreux dans les granules thermoplastiques. Les spécimens de traction sont d'abord fabriqués avec des paramètres d'injection variables afin d'identifier leur influence sur la résistance mécanique des matériaux. Une fois les paramètres les plus influents relevés, une deuxième série de test est effectuée visant à déterminer les paramètres permettant de maximiser la résistance en traction et le module d'élasticité de chaque matériau.

2.6.1 Équipements

Trois équipements sont utilisés pour caractériser le comportement mécanique en traction des matériaux. Il s'agit d'une petite machine à injection servant à réaliser les spécimens de traction, d'un équipement permettant d'effectuer les essais de traction, ainsi que d'un équipement servant à capturer des photos à grande fréquence des échantillons lors des essais de traction.

2.6.1.1 Mini-Injecteur

L'appareil utilisé est un *Haake MiniJet Pro*. Cette machine comporte une chambre de chauffe, un moule interchangeable et un piston pour l'injection. Le dispositif possède les six paramètres modifiables suivants :

- Température de fusion (°C)
- Température du moule (°C)
- Pression d'injection (bar)

- Temps d'injection (s)
- Pression de maintien (bar)
- Temps de maintien (s)

Le moule présent dans l'injecteur permet de produire un spécimen de traction de type V conforme à la norme ASTM D638-22 à la fois, tel que présenté à la Figure 2.7 ci-dessous. Une fois le polymère injecté, le moule peut être retiré de l'appareil et séparé en deux, permettant l'extraction du spécimen.



Figure 2.7 : Moule des éprouvettes de traction de type V

2.6.1.2 Machine de traction

L'appareil de traction utilisé pour tester les spécimens de traction est un *MTS Alliance RF/200*, possédant une capacité maximale de 200 kN et une vitesse ajustable (entre 0.01 et 500 mm/min). Lors des tests, l'appareil est muni de pinces autoserrantes visant à minimiser les risques glissement et d'une cellule de force de 500 N permettant de maximiser la résolution de l'acquisition des données en tension.

2.6.1.3 Montage DIC

La technique de corrélation d'image numérique (DIC de l'anglais *Digital Image Correlation*) est employée pour suivre l'évolution de la déformation des spécimens lors des tests de traction. Cette technique basée sur l'analyse numérique d'une série d'image s'effectue en trois phases, soient la préparation des échantillons, la capture d'image et l'analyse numérique des images.

La préparation des échantillons consiste en l'application d'un motif de mouchetage sur les échantillons en appliquant une peinture blanche sur l'ensemble de la zone de déformation du spécimen de traction, suivi de l'application de petites gouttes aléatoires de peinture noire couvrant 50% de la superficie, tel que présenté à la Figure 2.8.

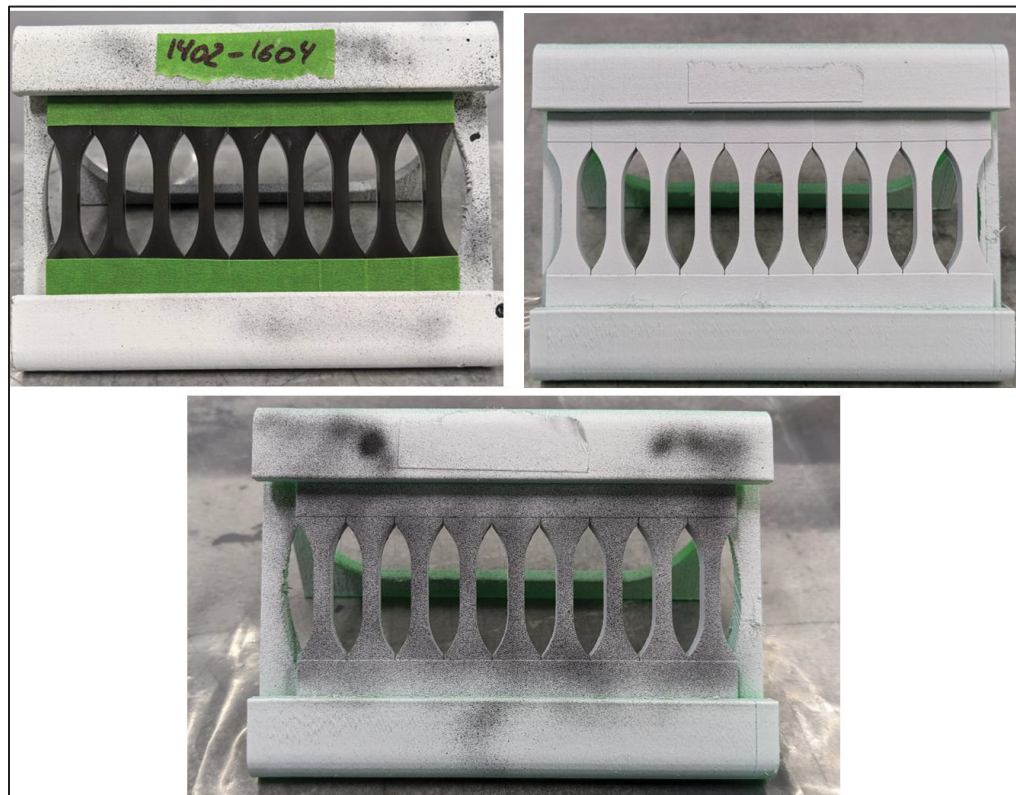


Figure 2.8 : Préparation des spécimens de traction pour la DIC

La prise d'image est effectuée à l'aide d'une caméra haute fréquence *FLIR Grasshopper 3-5ISM5M* opérant à une fréquence de capture de 10 Hz. La Figure 2.9 présente un exemple du montage et d'un échantillon réalisé lors de l'utilisation du DIC.

L'analyse de la série d'images est effectuée avec l'aide d'un logiciel open source nommé *Digital Image Correlation Engine* (DICE). Durant le traitement d'images, une taille de sous-ensemble de 21 pixels et une taille de pas de 7 pixels sont utilisées. Ces dimensions ont été déterminées à la suite de plusieurs tests, et ont présentées le meilleur compromis entre rapidité de traitement et précision des résultats obtenus. À la suite de l'analyse numérique, le logiciel permet d'obtenir l'allongement de l'échantillon pour chaque sous-ensemble de l'échantillon. Cet allongement, accompagné de la longueur initiale, peut être utilisé pour obtenir la déformation de l'échantillon durant l'essai de traction.

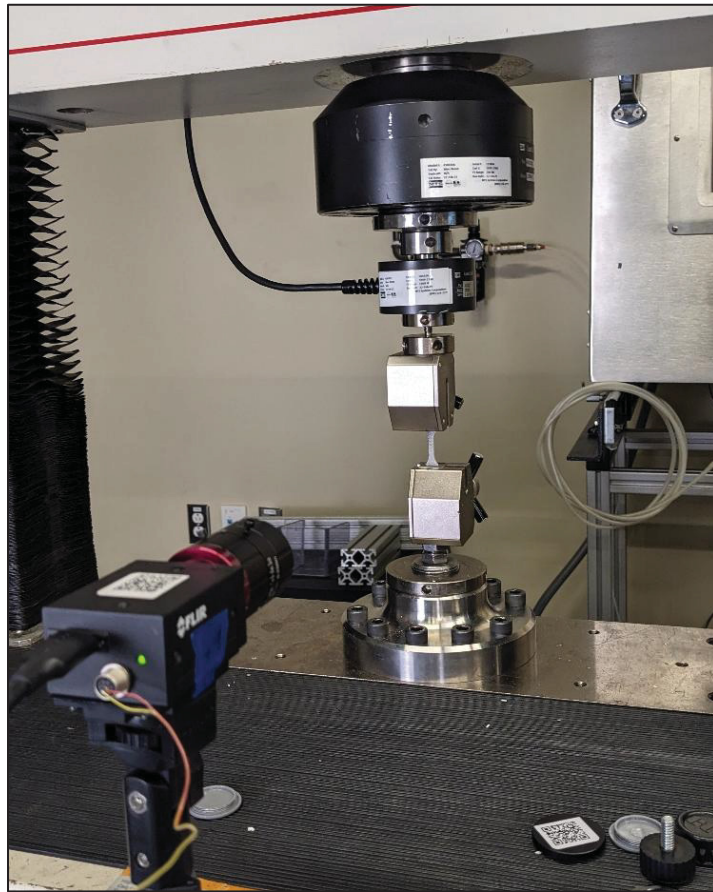


Figure 2.9 Montage DIC utilisé lors des tests de traction

2.6.2 Phase d'exploration des paramètres d'injection

Un plan expérimental de type *Definitive Screening Design* (DSD) est utilisé pour identifier les paramètres d'injection ayant le plus d'influence sur la résistance mécanique des échantillons, tout en minimisant le nombre de tests requis. Lors de ce test, seul le PPGF-Coalia est testé, en raison de sa représentativité intermédiaire entre le PP pur et le PPGF-ÉTS.

Le plan d'expérience DSD nécessite l'établissement de trois niveaux pour chaque paramètre d'injection, qui ont été déterminés à l'aide de la revue de littérature et du manuel d'utilisation de l'appareil. Les paramètres et leurs plages de tests sont les suivants :

- Température de fusion : 200 – 260 °C
- Température du moule : 30 – 80 °C
- Pression d'injection : 150 – 350 bar
- Temps d'injection : 2 – 10 s
- Pression de maintien : 100 – 300 bar
- Temps de maintien : 4 – 30 s

Un total de 13 combinaisons de paramètres est nécessaire, répétées 3 fois chaque, pour un total de 39 essais. Afin de minimiser le biais systématique pouvant découler des conditions de test, les essais sont réalisés dans un ordre défini aléatoirement, tel que présenté dans le plan d'expérience situé à l'annexe III, dans le tableau-A III-1.

Le logiciel Minitab est ensuite utilisé pour analyser les données et construire un modèle mathématique permettant de découvrir les paramètres principaux.

2.6.2.1 Fabrication et essais

Les 39 échantillons sont fabriqués à l'aide du *MiniJet Pro* de *Haake* à coup de trois spécimens possédant les mêmes paramètres d'injection. Ils sont ensuite inspectés visuellement, les excès de plastique sont retirés, et les échantillons sont identifiés selon l'ordre de leur essai de traction subséquent.

Les tests mécaniques sont réalisés à une vitesse de déplacement de 10 mm/min, conformément à la norme ASTM D638-22 nécessitant une rupture de l'échantillon entre 30 secondes et 5 minutes après le début des tests.

Lors de cette première phase de tests, seule la résistance mécanique est évaluée, ne nécessitant pas l'utilisation du montage de DIC.

2.6.3 Phase d'optimisation des paramètres d'injection

Les résultats exploratoires ont montré que la température de fusion et la température du moule sont les paramètres les plus importants. Un plan factoriel complet (*Full Factorial Design*) est élaboré pour étudier l'effet combiné de ces deux paramètres sur les propriétés mécaniques en traction des trois matériaux. Lors de cette phase de test, les trois matériaux subiront les essais mécaniques.

Afin de découvrir les effets des deux températures sur le matériau, quatre niveaux sont utilisés pour chaque variable alors que les autres paramètres sont fixés, menant à un total de 16 combinaisons de paramètres. À nouveau, trois échantillons sont utilisés pour chaque combinaison, menant à un total de 48 essais par matériau. Les paramètres et leurs niveaux sont les suivants :

- Température de fusion : 200 °C, 220 °C, 240 °C et 260 °C
- Température du moule : 30 °C, 47 °C, 64 °C et 81 °C
- Pression d'injection : 350 bar
- Temps d'injection : 5 s
- Pression de maintien : 200 bar
- Temps de maintien : 15 s

L'ordre des essais est randomisé de façon à limiter tout biais systématique, tel que présenté dans le tableau-A III-2 de l'annexe III contenant le plan d'expérimentation utilisé.

2.6.3.1 Fabrication et test des spécimens

Les 48 spécimens de traction sont injectés à l'aide du *MiniJet Pro* en variant les paramètres du procédé de fabrication tel que dans le plan d'expérimentation. Les éprouvettes sont inspectées pour assurer l'absence de défauts visibles. Les flashes de moulage sont ensuite retirés, et les échantillons sont identifiés selon l'ordre de leur essai de traction subséquent.

Les tests mécaniques du PPGF – Coalia et du PPGF – ÉTS sont réalisés à une vitesse de déplacement de 10 mm/min alors que les essais du PP pur sont effectués à une vitesse de 100 mm/min. Ces vitesses assurent la rupture des échantillons dans un délai de 30 secondes à 5 minutes après le début du test, conformément à la norme ASTM D638-22.

Lors de ces essais, la technique de DIC est utilisée. Pour ce faire, les échantillons sont d'abord préparés, le montage de DIC est installé en face de la machine de traction, et la capture de photo est lancée au même moment que l'essai mécanique est lancé.

2.6.3.2 Analyse des images DIC

Les images capturées lors des essais de traction sont traitées à l'aide du logiciel DICE. Le traitement de données permet d'obtenir la déformation de l'échantillon tout au long de l'essai de traction, permettant de tracer une courbe opposant celle-ci à la contrainte dans l'échantillon pour obtenir la courbe de contrainte-déformation. Cette courbe peut ensuite être utilisée pour estimer le module d'élasticité en traction, en utilisant la pente linéaire se trouvant entre $\varepsilon = 0,1\%$ et $\varepsilon = 1\%$.

CHAPITRE 3

TRANSFORMATION DES RETAILLES DE TEXTILES DE FIBRES DE VERRE

3.1 Caractérisation des déchets de la production de pale d'éoliennes

En début de projet, une caractérisation des rebuts produits à l'usine LM Wind Power de Gaspé a été effectuée afin de déterminer la quantité de pertes générées lors de la production des pales éoliennes. Cette caractérisation visait plus particulièrement à mettre l'accent sur la quantité de retailles de textiles de verre produit, représentant l'intérêt principal de cette recherche.

3.1.1 Résultats de la collecte de rebuts de production

La caractérisation des matières résiduelles issues de la production d'une pale a été effectuée sur une période de 30 jours, permettant de collecter et de trier un total de 5144,5 kg de matières. Un audit de 22 étapes distinctes a été réalisé. Les étapes non observées, marquées par des cases vides dans le tableau ci-dessous, n'ont pas pu être caractérisées en raison de contraintes de temps ou d'horaire. Finalement, la colonne *Glass-Cutting* représente tout ce qui a trait aux coupes préparatoires des textiles avant leur placement dans les moules.

Tableau 3.1 : Étapes de fabrication des pales éoliennes ayant été auditées

Section et sous-section de la pale	Coque				WEB LE	WEB TE	3ième WEB	C-Stiff	Flange	SparCap		LECO	Closing 1ère séquence	Closing 2ième séquence	Coupe des extrudés de carbone
	UpWind		DownWind							UpWind	DownWind				
	Avant Core	Après Core	Avant Core	Après Core											
Moulage				X	X		X	X			X	X	X	X	X
Infusion			X		X	X	X	X		X	X				
Debugging			X		X	X	X		X	X	X				
Post-Moulage					X				X						

En ce qui concerne le *Glass-Cutting*, la caractérisation s'est déroulée sur une longue période afin d'assurer un suivi complet de chaque coupe de textiles de verre. Cette étape générait de grandes quantités de pertes de textiles en très bon état.

Les fiches de caractérisation individuelles ont été complétées pour chaque étape évaluée, et ont ensuite été regroupées afin d'obtenir une fiche sommaire présentant la quantité totale de matières résiduelles produite, tel que présenté dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Matières collectées lors de la caractérisation des rebuts

Type	Catégorie	Masse de matière relevée (kg)
Textiles de fibres de verre	Uniaxial	928,5
	Biaxial	299
	Triaxial	2,5
	Tissé	18
	Biaxial avec Mat	85,5
	CSM	5,5
Textiles de fibres de carbone	Biaxial	2,5
	Pultrudé	34
Textiles hybrides	Tissé	10,5
Matériaux à haut potentiel de revalorisation	Réutilisable	24
	Recyclable	451
Matériaux à faible potentiel de revalorisation	Matériaux contaminés	3281
Masse totale caractérisée :		5142

Il est important de noter que ce tableau ne représente pas la quantité totale de matière produite lors de la fabrication d'une pale complète, mais bien la quantité ayant pu être traitée lors des 22 collectes. La masse totale de rebuts prévue est couverte dans la section 3.1.3.

3.1.2 Hypothèses simplificatrices

Certaines étapes n'ont pas pu être caractérisées en raison de contraintes liées à la durée de l'étude. Pour pallier ce manque, des hypothèses simplificatrices ont été formulées en collaboration avec des membres du département d'ingénierie de LM Wind Power. Les hypothèses ayant pu être établies sont présentées dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Hypothèses simplificatrices de la caractérisation des déchets

Coques UpWind et DownWind	Équivalence	Dimensions et compositions similaires, stratifiés et procédés d'infusion identiques.
Stratifié UpWind et DownWind	Symétrie	Empilement équivalent avant et après le <i>core</i> en mousse.
WEBs principaux (Leading Edge et Trailing Edge)	Équivalence	Dimensions et stratifiés similaires, impact négligeable du passage de câbles.
Spar Caps UpWind et DownWind	Équivalence	Différences mineures de taille, impact négligeable sur la production de résidus.

Ces hypothèses permettent, par exemple, de doubler les résultats pour un composant unique comme un WEB principal afin d'estimer les déchets générés pour deux éléments. Elles serviront donc à estimer la masse totale envoyée à l'enfouissement lors de la production d'une pale complète de 107 m.

3.1.3 Estimation de la génération totale des rebuts de production

Les hypothèses simplificatrices ont permis d'estimer la génération totale des matières résiduelles pour une pale complète de 107 m. L'estimation finale de la masse prévue pour une seule pale est donc présentée dans le tableau suivant (Tableau 3.4), où deux colonnes présentent respectivement les résultats des matières relevée et les prévisions pour la pale complète.

Tableau 3.4 : Génération des rebuts de production prévue pour une pale entière

Type	Masse de rebuts relevée (kg)	Masse de rebuts prévue par pale (kg)
Fibres de Verre vierges	1341,5	2896,5
Fibres de Carbone vierges	36,5	39
Textiles Hybrides vierges	10,5	21
Matériaux Réutilisables/Recyclables	443,5	663,5
Matériaux contaminés	3312,5	5190,5
Masse totale envoyée à l'enfouissement	5144,5	8810,5

La masse de matières résiduelles projetée pour la fabrication d'une pale représente donc environ 8,8 tonnes métriques, soit 17% de perte par rapport à une pale de 107 m ayant une masse d'environ 52 tonnes. Cette estimation ne considère pas les opérations de post-moulage effectuées, qui génèrent des poussières difficilement quantifiables.

Parmi les quantités présentées dans le tableau, il est possible de distinguer les deux types de rebuts les plus influents en termes massiques, soient les matériaux contaminés et les fibres de verre vierges. La figure ci-dessous présente d'ailleurs la répartition des volumes de déchet produit en fonction de son type.

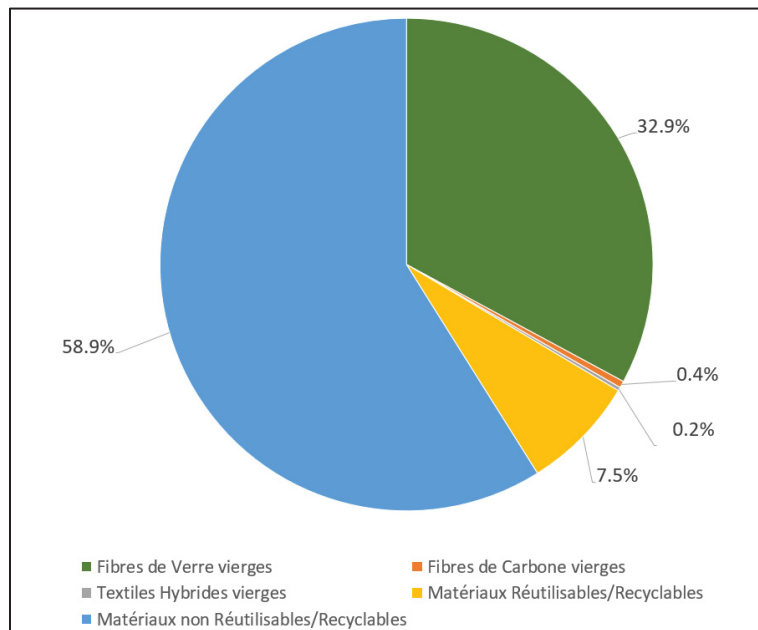


Figure 3.1 : Répartition des différents matériaux dans les rebuts de production

Presque 60% des matières produites lors de la fabrication des pales peut être considérée comme non réutilisable ou non recyclable. Cela représente une masse de 5,2 tonnes métriques par pale, et contribue le plus au tonnage total, en plus d'être la matière possédant le pire impact environnemental de la production de pales.

Les fibres de verre vierges représentent environ le tiers des matières générées lors de la fabrication des pales éoliennes de 107 m. Malgré une recyclabilité limitée actuellement, ce type de matériau possède un potentiel de revalorisation très élevé, et constitue l'intérêt principal de la caractérisation des déchets effectuée.

Les matériaux réutilisables ou recyclables représentent 7.5% des matières générées, et pourraient être redirigés vers des centres de transformation.

Les textiles hybrides vierges ainsi que les fibres de carbone représentent un total de 0,6% des matières générées. Ces matières ne constituent pas une très grande proportion des matières résiduelles, mais sont généralement les matériaux les plus dispendieux des pales.

3.2 Variabilité des échantillons de textiles de fibres de verre

Un registre des textiles a été établi en caractérisant les différents textiles de fibres de verre récupérés parmi les rebuts générés par LM Wind Power. En analysant la composition du registre des textiles il est possible de voir une grande variabilité dans les dimensions des chutes produites lors de la fabrication des pales éoliennes.

Les retailles sont principalement produites lors de l'ajustement manuel des textiles dans les moules, où les ouvriers découpent certaines sections de rouleaux pour les aligner sur les plans de travail. Ce processus manuel entraîne souvent des morceaux de tailles et de géométries irrégulières. Par ailleurs, des textiles peuvent être endommagés lors de leur manipulation, ajoutant à l'imprévisibilité des dimensions des chutes.

L'analyse de 223 morceaux de textiles, représentant une masse totale de 150 kg, a permis de mettre en évidence l'ampleur de cette variabilité. La Figure 3.2 présente la distribution des textiles selon leur longueur de chaîne et leur longueur de trame.

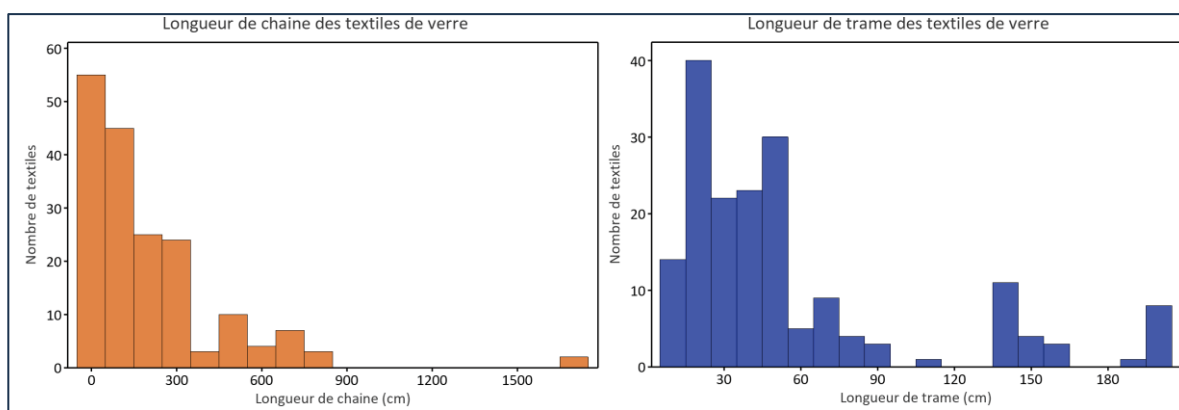


Figure 3.2 : Distribution des longueurs de chaîne et de trame des retailles de verre

Alors que le plus grand morceau possède une superficie de $9,5 \text{ m}^2$, certains morceaux possèdent des superficies inférieures à $0,1 \text{ m}^2$. Il serait donc très difficile de traiter tous les morceaux de manière similaire sans les uniformiser par une réduction de taille.

3.3 Réduction de taille des textiles

La caractérisation des rebuts a permis de révéler une grande variabilité dans les dimensions des textiles de verre rejetés par l'industrie de fabrication des pales d'éolienne. En effet, tant lors de la caractérisation effectuée en usine que dans les échantillons inclus dans le registre des textiles, des morceaux de grandes dimensions côtoyaient des lanières ou de petites découpes, comme illustré à la Figure 3.2.

Afin de pouvoir traiter ces rebuts de façon constante et sans nécessiter de triage initial, il est nécessaire de réduire leur taille de manière à obtenir un produit de dimensions plus uniforme. Un tel produit permettrait d'optimiser le procédé de recyclage en favorisant la revalorisation de tous les textiles, quels que soient leur type ou leur taille.

Pour ce faire, les textiles de fibres de verre ont été passés dans un déchiqueteur industriel. Les six tests présentés dans la démarche expérimentale ont été effectués conformément au protocole décrit. Les résultats obtenus sont présentés et discutés dans les sections suivantes.

3.3.1 Tests de déchiquetage des textiles de fibres de verre vierges

Les quatre premiers tests de déchiquetage ont visé à déterminer l'influence de l'alignement des mèches de fibres de verre des textiles ainsi que l'influence de la taille des trous du tamis sur le produit collecté à la suite du déchiquetage.

À première vue, les tests semblent tous avoir mené à un résultat similaire, soit une agglomération des fibres déchiquetées formant des boules de fibres discontinues, possédant des orientations aléatoires ainsi que des dimensions variables.

Une technique de mesure par résolution d'image est utilisée pour déterminer la taille des agglomérats obtenus suite à chaque déchiquetage, tel que décrit à la section 2.3.1.3 de la démarche expérimentale.

Les diamètres moyens des agglomérats pour les trois premiers tests sont d'abord regroupés par type de textile, et présentés dans le tableau ci-dessous, accompagné de l'écart type ayant été obtenu. Pour chaque test, la quantité de mesures de diamètres effectuées est indiqué par la valeur n .

Tableau 3.5 : Diamètres moyens des agglomérats obtenus avec le tamis de 20 mm

	UNI ($n = 147$)	BIA ($n = 217$)	UNI & BIA ($n = 151$)
Diamètre moyen obtenu (mm)	$11,19 \pm 4,69$	$11,81 \pm 4,53$	$10,75 \pm 4,03$

Le type de textile déchiqueté ne semble pas avoir d'impact notable sur la taille moyenne des agglomérats de fibres de verre, puisque les écarts-types de ces mesures sont assez larges, alors que leurs valeurs nominales sont très rapprochées. Les résultats obtenus lors de ces trois tests peuvent donc être regroupés afin d'avoir un plus grand échantillon de mesure.

Les résultats du quatrième test sont analysés et mesurés, afin de comparer ceux-ci aux résultats obtenus à l'aide du tamis de 20 mm. Les diamètres obtenus avec cette méthode de mesure sont présentés dans le Tableau 3.6, accompagné du nombre d'agglomérats mesurés, noté n .

Tableau 3.6 : Diamètres moyens des agglomérats obtenus pour chaque tamis

	Tamis de 20 mm ($n = 515$)	Tamis de 15 mm ($n = 2723$)
Diamètre moyen obtenu (mm)	$11,32 \pm 4,45$	$4,45 \pm 2,17$

Ce déchiquetage a encore une fois mené à une agglomération des fibres de verre en petites boules de dimensions variables. L'utilisation d'un tamis possédant de plus petits trous semble avoir mené à une réduction substantielle de la taille des agglomérats. Cependant, la taille moyenne des diamètres n'est pas suffisante pour déterminer l'allure générale des boules de fibres. Pour cela, il est important de regarder la distribution de la taille des agglomérats, laquelle est présentée à la figure ci-dessous.

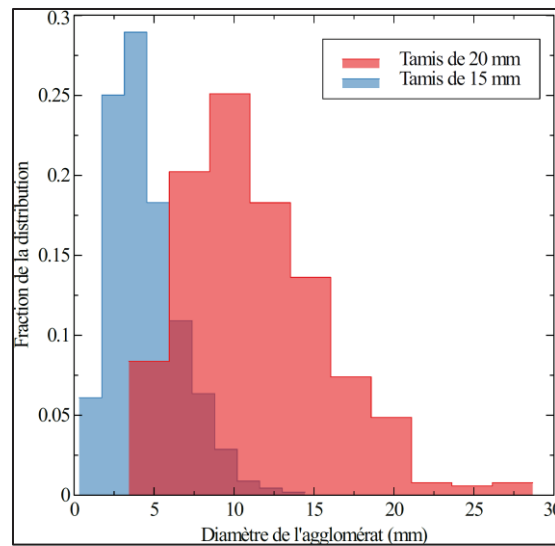


Figure 3.3 : Distribution des diamètres des agglomérats selon le tamis utilisé

Le tamis possédant des trous de 15 mm semble mener à des agglomérats de diamètre plus constants que le tamis de 20 mm. La distribution est plus serrée, ce qui démontre une meilleure régularité dans les tailles. La dispersion des diamètres des agglomérats est plus large pour le tamis de 20 mm. En effet, quelques boules de fibres ont des tailles très petites, alors que d'autres ont encore une taille pouvant aller jusqu'à plus de 25 mm.

La taille des agglomérats est directement liée à la longueur des fibres qui s'y trouvent. Il est donc important de considérer que malgré la faible variabilité des dimensions, les petits agglomérats mèneraient à des renforts possédant des performances mécaniques plus faibles.

Un autre facteur important à considérer est le temps nécessaire pour déchiqueter les textiles de verre, afin de maximiser la vitesse de traitement des textiles de verre. La durée totale des essais de déchiquetage a été calculée lors des tests afin d'offrir un estimé du débit massique pouvant être déchiqueté en fonction des paramètres de test choisis.

Lors des tests effectués sur la grille à grands trous, le temps écoulé entre la mise en marche de la machine et le vidage complet des lames de coupe a été établi à environ 10 minutes. Les essais ont été effectués avec des masses de fibres allant de 7,30 kg à 8,50 kg, ce qui donnerais un débit massique aux alentours de 47 kg/h.

En ce qui concerne les tests effectués à l'aide du tamis de 15 mm, le temps écoulé était beaucoup plus long, soit d'environ 20 minutes, avec une masse de fibres de 7,5 kg. Le débit

de déchiquetage estimé avec ces données serait d'environ 22,5 kg/h, soit environ la moitié du débit de déchiquetage atteignable lors de l'utilisation de tamis de 20 mm.

En considérant un débit de déchiquetage de 47 kg/h ainsi qu'une masse de rebuts de fibres de verre estimée à 2896,5 kg (Tableau 3.4), il serait possible de déchiqueter l'entièreté des fibres générées pour une pale en environ deux jours et demi. Cette durée correspond environ au temps de production d'une pale éolienne de 107m, cependant, elle ne tient pas compte du déchargement et de l'entretien inévitable du déchiqueteur. Ainsi, l'utilisation de deux déchiqueteurs simultanément permettrait de traiter la fibre de verre suffisamment rapidement pour éviter que celle-ci ne s'accumule, et assurerait un recyclage de l'entièreté des chutes de textiles produites.

3.3.1.1 Problème d'agglomération des fibres de verre

Un phénomène récurrent a été observé lors des tests : l'agglomération des fibres en boules compactes. Ce phénomène pourrait résulter de multiples facteurs :

- Frottement mécanique dans le déchiqueteur.
- Élasticité des fils thermoplastiques.
- Charges statiques dues aux forces de cisaillement.

Pour tente d'éliminer certains de ces facteurs, deux séries d'essais supplémentaires sont effectués. Premièrement, un test sur des textiles pyrolysés, pour évaluer l'impact des fils thermoplastiques. Ensuite, un test sans tamis, pour tenter de réduire les frottements entre les textiles et la grille métallique.

3.3.2 Test de déchiquetage des textiles de verre pyrolysés

Les fils de liaison ajoutés aux fibres individuelles pour les lier entre eux et donner une tenue au textile, pourrait être une cause de l'agglomération. Ces fils, composés de thermoplastiques possédant une grande déformation à la rupture, ont été complètement dégradés à l'aide d'une pyrolyse. Un essai de déchiquetage a ensuite été effectué sur ces textiles, selon la procédure présentée à la section 2.3.1.2.

Une fois la pyrolyse complétée, les textiles ont été refroidis graduellement en laissant le four se refroidir durant la nuit. Ensuite, ceux-ci ont été sortis du four de pyrolyse et inspecté afin de s'assurer que les fils thermoplastiques avaient bien été dégradés. La Figure 3.4 présente le résultat de la pyrolyse des textiles, une fois que ceux-ci aient été refroidis et dépliés sur une table.

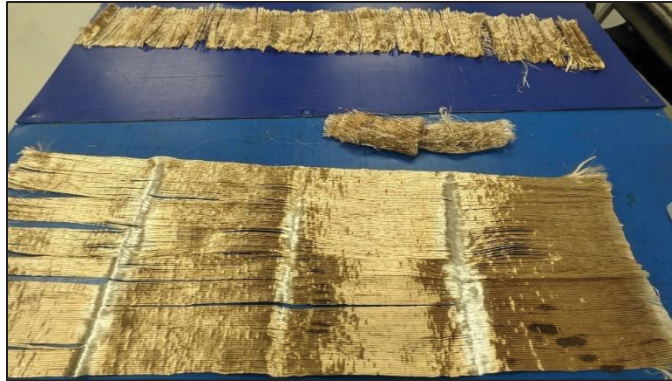


Figure 3.4 : Textiles de fibres de verre pyrolysés

Les fils de liaison semblent avoir été complètement retirés, alors que les textiles ont semblé brunir durant le processus de pyrolyse, indiquant potentiellement une dégradation de l'agent d'ensimage ou une dégradation incomplète des fils de tissage. Cependant, l'objectif principal de la pyrolyse a été atteint, soit de libérer les fibres de verre les unes des autres. Les textiles ont ensuite été passés au déchiqueteur, et le résultat obtenu est présenté dans la figure ci-dessous, accompagné des agglomérats obtenus lors d'un déchiquetage précédent.



Figure 3.5 : Comparaison des agglomérats de fibres pyrolysés (gauche) et non pyrolysés (droite)

Il est donc conclu que la présence des fils thermoplastiques ne semble pas avoir d'impact significatif sur l'agglomération des fibres lors du déchiquetage.

3.3.3 Test de déchiquetage des textiles de verre sans tamis de recirculation

Une autre hypothèse ayant été émise pour expliquer l'agglomération des fibres est le frottement présent entre les différentes composantes du déchiquetage. Il peut s'agir ici de la rotation des arbres de coupe, du frottement entre les textiles de verre et les différentes pièces métalliques du déchiqueteur, ou même du cisaillement entre les différents morceaux de textiles. Cependant, la majorité de ces effets sont nécessaires pour assurer le déchiquetage des textiles. En effet, il ne serait pas possible de séparer les mèches de fibres sans frottement et sans cisaillement puisque ce sont ces mêmes phénomènes qui causent le déchiquetage. Cependant, une composante pouvant être retirée facilement est le tamis fixé sous l'appareil. Pour tester cette hypothèse, un essai de déchiquetage a été effectué sur six morceaux ayant une masse totale de 2,80 kg, dont le résultat est présenté à la figure ci-dessous.



Figure 3.6 : Résultat du déchiquetage des textiles de verre sans tamis

Le retrait du tamis a permis de limiter les frottements, réduisant ainsi l'agglomération des fibres. Toutefois, l'absence de tamis a conduit à une production de morceaux de tailles très irrégulières, rendant cette option non viable pour un procédé de recyclage industriel.

3.3.4 Conclusion du déchiquetage des textiles de fibres de verre

La réduction de taille primaire est une étape très importante pour la revalorisation des textiles de fibres de verre provenant du secteur éolien. En effet, cette étape permet de passer des textiles possédant des tailles très variables à un produit possédant une taille beaucoup plus régulière. Durant cette partie du projet, il a pu être démontré que :

- Le tamis de 20 mm maximise le débit de déchiquetage tout en produisant des agglomérats aux dimensions acceptables pour la suite des procédés.
- Le tri initial des textiles n'est pas nécessaire, le mélange de types de textiles n'affectant pas les résultats.

Ainsi, le déchiquetage primaire utilisé pour la suite du projet sera le déchiquetage de textiles de tous types à l'aide de la grille possédant des trous de 20 mm, permettant de maximiser le débit de production et d'éviter le triage initial des textiles de verre.

3.4 Désagglomération des fibres de verre

La section précédente a pu démontrer l'avantage d'utiliser un déchiqueteur industriel pour réduire la taille des rebuts de textiles de fibres de verre vers un produit plus uniforme. En effet, la grande variabilité des dimensions des textiles rend l'effort de revalorisation beaucoup plus difficile.

Cependant, les agglomérats générés lors du déchiquetage primaire ne constituent pas un produit final directement réutilisable. Ces agglomérats se caractérisent par un enchevêtrement complexe de fibres de tailles variées, une densité très faible et une séparation difficile. Par conséquent, ils doivent être considérés comme un produit intermédiaire, nécessitant un traitement supplémentaire pour devenir aptes à la réutilisation.

3.4.1 Séparation non-destructive des agglomérats

L'agglomération des fibres lors du déchiquetage primaire rend indispensable une étape de séparation subséquente. Comme discuté dans la revue de littérature, la longueur des fibres constitue un paramètre clé pour améliorer les propriétés mécaniques des composites

renforcés. Une méthode de séparation minimisant la réduction supplémentaire de longueur des fibres serait donc préférable. Plusieurs techniques de séparation non destructives ont été explorées, notamment la séparation manuelle, la séparation mécanique à l'aide d'une tamiseuse, et la séparation par mouvement fluide. Les méthodologies associées à ces essais sont décrites en détail dans les sections 2.3.2.1 à 2.3.2.3.

3.4.1.1 Séparation à la main

La séparation des agglomérats à la main est la première solution envisagée pour séparer les agglomérats de fibres de verre. En effet, cette méthode très simple permet de séparer une boule de fibres entremêlée en retirant individuellement les fibres les unes des autres.

Les résultats obtenus sont très encourageants : les fibres de verre peuvent être séparées sans altération visible, et leur longueur après déchiquetage primaire est préservée. La figure ci-dessous présente d'ailleurs un agglomérat avant et après sa séparation en fibres individuelles.

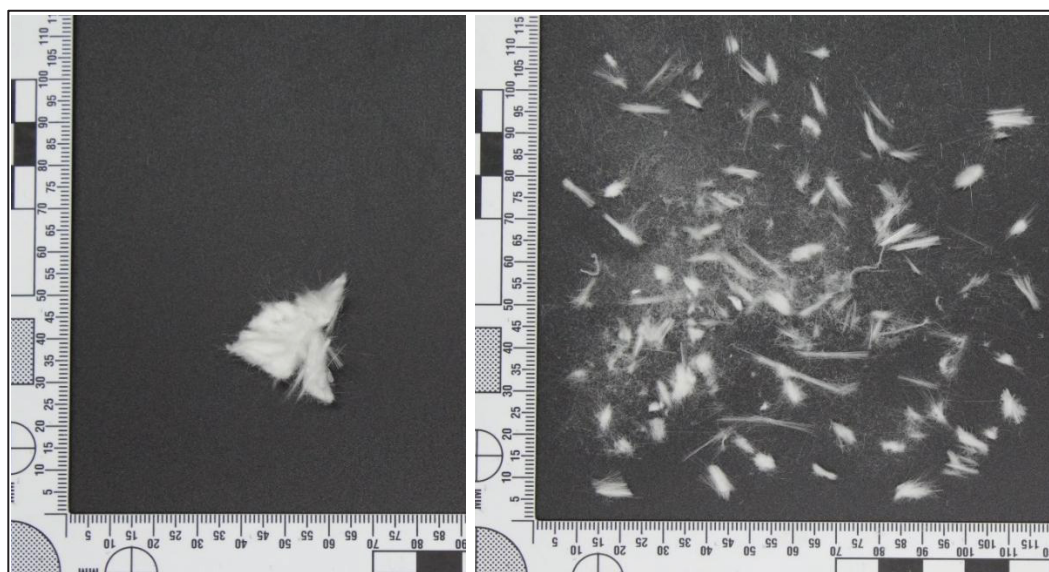


Figure 3.7 : Séparation à la main d'un agglomérat

Bien que cette méthode permette de contrer l'effet d'agglomération obtenu avec le déchiquetage, elle n'est pas applicable à l'échelle de revalorisation désirée. En effet, cette méthode requiert une grande minutie et nécessite beaucoup de temps, qui est une ressource non disponible selon le contexte. En effet, une méthode pouvant être appliquée à grande échelle et limitant les manipulations à la main est nécessaire.

3.4.1.2 Séparation avec une tamiseuse

L'utilisation d'une tamiseuse a été envisagée comme alternative mécanique pour désagréger les agglomérats de fibres. Cette machine exploite des vibrations appliquées à une série de tamis de tailles décroissantes disposés verticalement.

Les résultats obtenus à la suite de l'utilisation d'une tamiseuse ne sont pas aussi prometteurs qu'initialement espéré. En effet, l'appareil n'a pas pu séparer la majorité des agglomérats de fibres de verre. Ceux-ci sont restés dans le tamis supérieur et ont vu leur allure générale rester inchangée.

Cependant, une partie des fibres semble avoir passé au travers de la tamiseuse jusque sur les tamis inférieurs. En effet, il semblerait que certaines fibres très courtes aient été délogées des agglomérats à l'aide des vibrations fournies par l'appareil. La figure ci-dessous présente d'ailleurs ces fibres très courtes qui se sont accumulées dans les rebords du tamis inférieur de la machine, celui possédant les plus petits trous.



Figure 3.8 : Accumulation de fibres courtes sur le tamis inférieur de la tamiseuse

Cette méthode de séparation n'a donc pas pu permettre de bien traiter le phénomène d'agglomération des textiles de verre déchiquetés. En effet, il semblerait que les impacts survenus entre les boules de fibres n'aient pas été assez forts pour permettre de séparer correctement les fibres.

3.4.1.3 Séparation par mouvement de fluide

La séparation par mouvement de fluide a été testée comme troisième approche non destructive. Cette méthode consiste à immerger les agglomérats dans un liquide, suivie d'une agitation pour induire leur désagrégation graduelle, avant un séchage final. La figure ci-dessous présente le résultat obtenu.



Figure 3.9 : Aplatissement des agglomérats de fibres de verre

Après traitement, les agglomérats ont subi une transformation notable, adoptant une forme aplatie et plus étendue par rapport à leur configuration initiale. Ce changement de morphologie résulte de l'alignement des fibres sur un plan sous l'effet du mouvement du fluide. Cependant, les dimensions des fibres restent imprévisibles, car elles dépendent de divers facteurs difficilement contrôlables lors de l'agitation.

3.4.2 Désagglomération par réduction de taille supplémentaire

Les résultats précédents ont permis de démontrer qu'il serait très difficile de séparer efficacement les agglomérats de fibres de verre. Ainsi, il est donc nécessaire de se tourner vers un procédé de transformation plus drastique, employant une réduction de taille supplémentaire. Les deux méthodes présentées dans cette section de résultats sont le broyage des agglomérats ainsi que le déchiquetage secondaire des agglomérats.

3.4.2.1 Broyage des agglomérats de fibre de verre

Le broyage des fibres de verre a été effectué conformément à la section 2.3.3.1 de la démarche expérimentale. La figure ci-dessous présente d'ailleurs une comparaison de la chambre du broyeur avant et après les 60 minutes de broyage imposées aux agglomérats. Tel que mentionné dans la procédure, les agglomérats de fibres de verre ont été traités à coup de quelques kilogrammes à la fois afin d'éviter un surremplissage et afin de maximiser les impacts entre les fibres et les boulets d'acier.



Figure 3.10 : Chambre du broyeur avant (gauche) et après (droite) le broyage

À première vue, il est possible de voir que les agglomérats initiaux semblent s'être complètement séparés lors de la seconde réduction de taille. En effet, les fibres de verre semblent être réduites en poudre de verre, présente sur les boulets, les parois et même le fond de la chambre du broyeur.

La Figure 3.11 présente un échantillon de la poudre de verre obtenue suite au broyage des agglomérats de fibres de verre. Cet échantillon est posé sur un fond blanc afin de démontrer l'impact du broyeur à boulet sur la couleur de la fibre de verre.

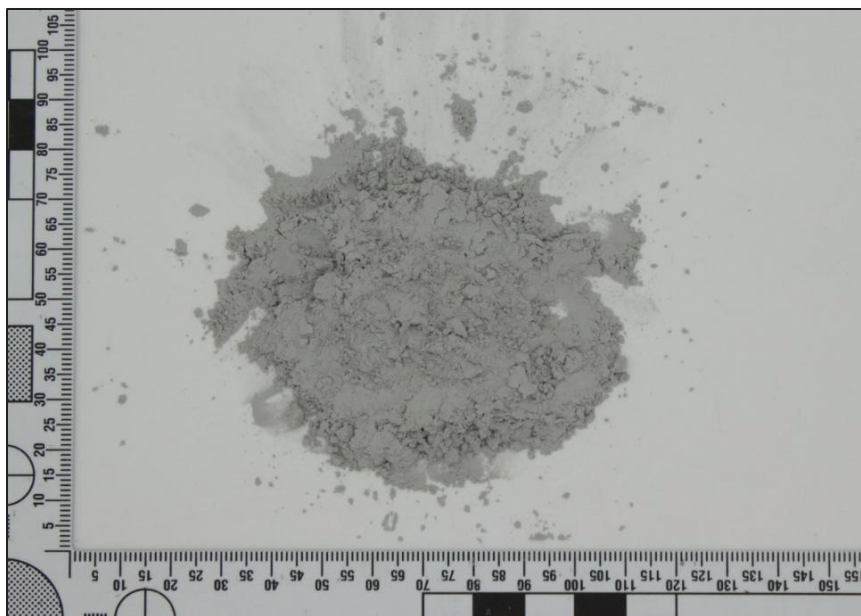


Figure 3.11 : Poudre de verre obtenue après le broyage des agglomérats

La figure précédente montre une poudre de verre grisâtre, qui illustre clairement que le processus de broyage a non seulement permis de séparer les fibres, mais a également entraîné un changement de couleur du produit. Ce changement de couleur est probablement dû à une contamination par l'acier du broyeur, ce dernier étant un matériau métallique susceptible de se détériorer par abrasion. Néanmoins, cette réduction de taille a permis d'éliminer toute possibilité d'agglomération, bien que la capacité de renforcement du verre ait été réduite en raison de la perte significative de longueur des fibres.

Il serait intéressant de voir s'il serait possible de minimiser cette abrasion, cependant, les tests effectués par un partenaire industriel sont coûteux, et l'objectif de désagglomération recherché a été atteint avec succès. En effet, le broyage des agglomérats a su régler le problème d'agglomération afin d'obtenir une poudre de verre facilement manipulable, sans présenter de signes d'agglomération.

3.4.2.2 Déchiquetage des agglomérats de fibres de verre

La Figure 3.12 présente le réceptacle du déchiqueteur à couteau une fois le test de déchiquetage terminé. En effet, pour cet essai, des échantillons de fibres agglomérées provenant du déchiqueteur industriel sont utilisés.



Figure 3.12 : Résultat du déchiquetage
secondaire des agglomérats de fibres de
verre

Dans cette photo, il est possible de voir qu'il ne semble pas y avoir de fibres de verre agglomérées. En effet, les fibres courtes semblent être tombées délicatement les unes sur les autres lors du déchiquetage.

À l'aide du microscope, il est possible d'observer une certaine longueur de fibres, tel que montré à la Figure 3.13 en contraste à la poudre de verre obtenue lors du broyage des fibres.

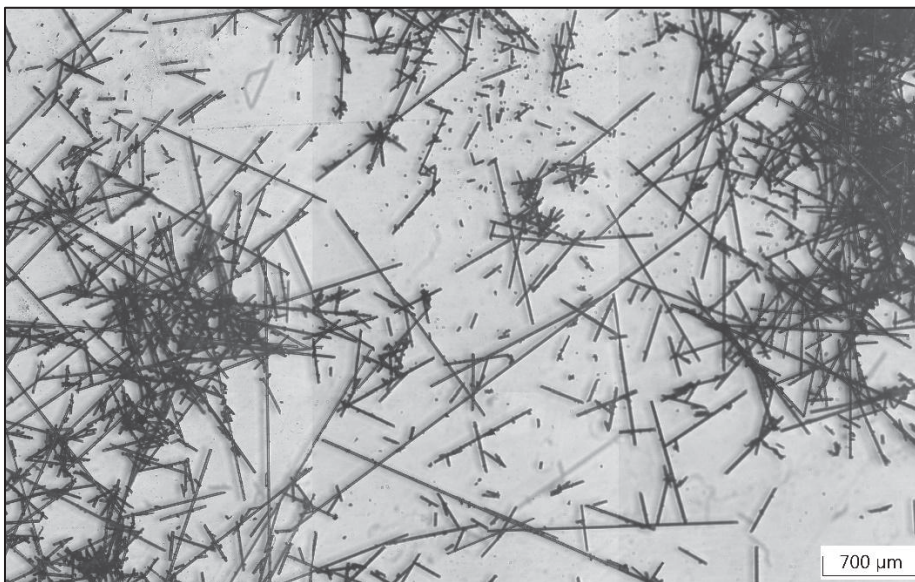


Figure 3.13 : Microscopie d'un échantillon de fibres de verre déchiquetées

En comparant la longueur des fibres présentes sur l'image de microscopie à son échelle, il est possible de voir que de nombreuses longues fibres sont toujours présentes. Grâce à la superposition de nombreuses fibres, il est très difficile d'estimer la longueur moyenne des fibres de verre, cependant, il est possible d'affirmer que plusieurs fibres possèdent toujours des longueurs au-dessus d'un millimètre, ce qui constitue une très grande différence par rapport aux fibres broyées.

Les fibres courtes obtenues après un déchiquetage secondaire devraient pouvoir conserver leur capacité de renforcement, mais une manipulation délicate est nécessaire pour éviter la formation d'agglomérats supplémentaires. Cette agglomération a pu être aperçue lors d'une manipulation sévère des fibres courtes, et doit être limitée pour permettre le renforcement de granules thermoplastiques.

3.4.3 Conclusion sur la réduction de taille secondaire

Le déchiquetage primaire des rebuts de textiles de verre n'a pas permis d'obtenir un produit directement réutilisable en raison de la variabilité des dimensions, de l'alignement et de la forme des fibres obtenues. Plusieurs méthodes de désagglomération non destructive ont été testées, mais aucune d'entre elles n'a permis de séparer efficacement les agglomérats. Par conséquent, des méthodes de réduction de taille supplémentaires ont été employées. Le broyage des agglomérats a permis d'obtenir une poudre fine, mais au prix de la perte de la longueur des fibres, ce qui limite leur capacité de renforcement. Le déchiquetage secondaire a permis d'obtenir des fibres courtes, qui, bien que plus difficiles à manipuler, conservent une certaine capacité de renforcement.

Afin de déterminer l'impact de ces deux procédés de désagglomération sur la capacité de revalorisation des rebuts de textiles de verre, les deux méthodes sont utilisées lors du renforcement de polymère présenté à la section suivante. Ainsi, les effets de la réduction de taille des fibres de verre pourront être étudiés.

CHAPITRE 4

RENFORCEMENT DE GRANULES DE POLYMÈRE À L'AIDE DES FIBRES DE VERRE TRANSFORMÉES

4.1 Fabrication des granules thermoplastiques renforcés

Le chapitre précédent a décrit les étapes de transformation des rebuts de textiles de fibres de verre pour obtenir un matériau de dimensions plus régulières, propice au renforcement de granules polymériques. Ce chapitre présente les résultats liés à l'intégration des fibres transformées dans une matrice polymérique pour produire un matériau composite.

La fabrication des granules a été réalisée en parallèle en utilisant des fibres de verre sous forme de poudre ou de fibres courtes, chacune intégrée à du polypropylène (PP) avec un taux de renforcement massique de 20 %. Les étapes de production et la nomenclature des matériaux sont détaillées dans la section 2.4 de la méthodologie.

Dans ce chapitre, les résultats obtenus incluent la fabrication de granules renforcés, leur caractérisation thermique et physique, ainsi que leur caractérisation mécanique en traction. Pour ce faire, des spécimens de traction ont été réalisés à l'aide de différents paramètres d'injection pour évaluer leur impact sur les propriétés mécaniques des plastiques renforcés.

4.1.1 Fabrication des granules renforcés de poudre de verre

Les premiers granulés renforcés de verre ayant été réalisés sont les granules de polypropylène renforcés de poudre de verre (PPGF – Coalia), produits à l'aide d'un extrudeur double vis. Les granules de polypropylène sont d'abord amenés à leur température de fusion avant d'être renforcés par la poudre de verre à un taux massique de 20%. La procédure complète est décrite à la section 2.4.3 de la méthodologie.

Un échantillon des granules obtenus est présenté à la figure ci-dessous. Ils se distinguent par une teinte foncée, pouvant être attribuée à la couleur initiale de la poudre de verre, résultant du broyage des fibres. En effet, le mélange d'une matrice transparente à des fibres de verre devrait, en théorie, donner des granules de couleur blanche.



Figure 4.1 : Granules de PPGF - Coalia

Dans la figure ci-dessus, les granules présentent une géométrie homogène, leur diamètre étant déterminé par les orifices de la filière de l'extrudeur, leur conférant un diamètre et une longueur répétable.

4.1.2 Fabrication des granules renforcés de fibres de verre courtes

Les granules de polypropylène renforcé réalisés à partir des fibres de verre courtes (PPGF – ÉTS) ont été obtenus via un mélangeur à double vis, suivi d'un déchiquetage permettant de réduire la taille des morceaux en granules.

L'utilisation d'un déchiqueteur plutôt qu'une filière pour produire les granules mène à une grande irrégularité géométrique. En effet, la dimension des granules est fortement influencée par la taille des trous du tamis de 5mm, cependant, des morceaux possédant une forme allongée peuvent passer au travers du tamis, résultant en une variabilité de taille difficile à contrôler.

Les granules obtenus à la suite de ces deux étapes sont présentés à la Figure 4.2.



Figure 4.2: Granules de PPGF - ÉTS

Comme illustré à la figure précédente, le PPGF – ÉTS possède deux caractéristiques principales, soient la couleur jaunâtre et la géométrie très irrégulière.

Contrairement à la teinte blanche attendue d'un mélange de fibres et de PP transparent, les granules sont de couleur jaunâtre. Cette coloration pourrait indiquer une dégradation de la matrice polymère ou une contamination du mélangeur. Bien que l'équipement soit nettoyé entre les utilisations, l'apparition de résidus brunâtres après chauffage est restée courante au travers la production de lots de granules. La dégradation de la matrice est d'ailleurs investiguée à la section 4.2.1.1.

Au niveau de la géométrie des granules, le résultat obtenu était prévu. En effet, le passage du plastique déchiqueté au travers du tamis a mené à une grande disparité dans la forme et la taille des granules.

4.2 Caractérisation des granules thermoplastiques

La caractérisation des granules de polypropylène et de polypropylène renforcé consiste en l'évaluation de certaines propriétés importantes du matériau à la fois pour son utilisation en

injection plastique que pour ses propriétés mécaniques ultérieures. Les propriétés thermiques qui ont été évaluées dans le cadre de ce projet sont la température de dégradation, la température de fusion, la température de cristallisation et l'indice de coulabilité. En ce qui concerne les propriétés physiques des granules, le taux de fibres, la masse volumique et la longueur moyenne des fibres de renforcement sont évaluées.

4.2.1 Propriétés thermiques

4.2.1.1 Température de dégradation

La température de dégradation des granules de polypropylène (PP) et de polypropylène renforcé (PPGF) a été déterminée par analyse thermogravimétrique (TGA) en atmosphères d'air et d'azote. Ces tests ont permis d'étudier l'influence du renforcement sur la stabilité thermique des matériaux.

Les courbes obtenues montrent que tous les échantillons maintiennent leur masse à basse température jusqu'à l'amorce de la dégradation thermique, suivie d'une perte accélérée de masse et d'un plateau final indiquant la stabilité résiduelle. Les résultats sont présentés à la Figure 4.3, qui compare les courbes de dégradation des matériaux sous atmosphères d'azote et d'air.

À l'aide du logiciel *Universal Analysis* de *TA Instruments*, les températures de début de dégradation ont pu être extraites en mesurant le point d'inflexion des courbes. Les valeurs moyennes obtenues pour chaque matériau sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4.1 : Températures de dégradation des granules dans l'azote et dans l'air

Matériau	T _{dazote} moyenne (°C)	T _{dair} moyenne (°C)
Polypropylène pur	453,6	308,9
PPGF - Coalia	454,8	337,6
PPGF - ÉTS	433,1	315,6

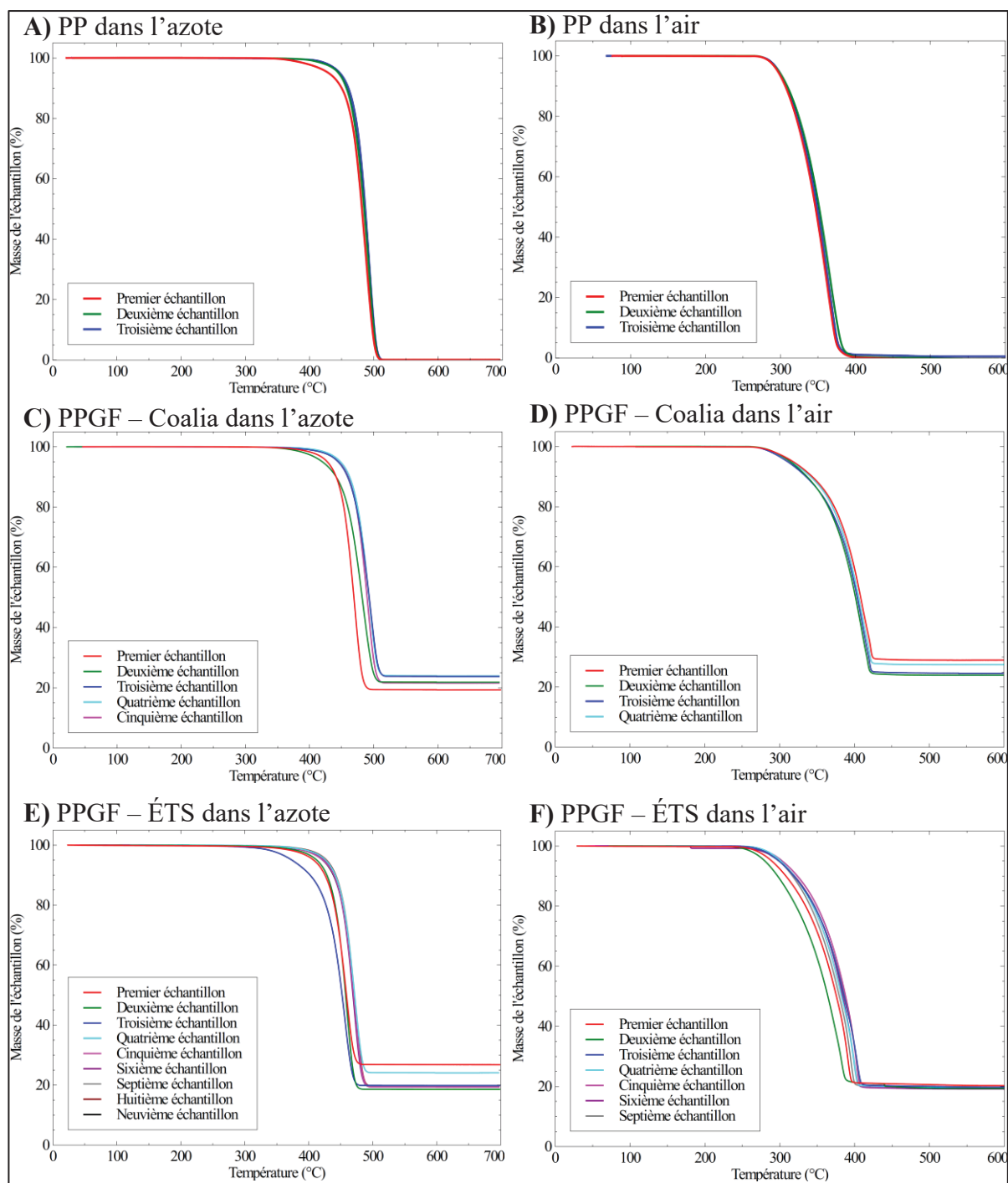


Figure 4.3 : Dégradation du PP dans l'azote (A) et dans l'air (B), du PPGF – Coalia dans l'azote (C) et dans l'air (D) et du PPGF – ÉTS dans l'azote (E) et dans l'air (F)

Il est possible de remarquer dans la figure précédente que les courbes de dégradation des échantillons semblent concorder entre eux lors de chaque test. Dans le cas où leurs courbes

sont moins rapprochées, plus de tests ont été effectués afin de déterminer le comportement général des matériaux et minimiser les impacts d'un échantillon moins représentatif.

Les résultats confirment que la dégradation est plus rapide et commence à des températures plus faibles en présence d'oxygène. En effet, dans cette atmosphère, la matrice débute une oxydation à plus faible température, ce qui mène à une dégradation précoce du polymère.

Cependant, le PPGF - ÉTS présente une dégradation en atmosphère inerte à des températures plus basses que les autres matériaux. Cet effet pourrait être dû au procédé de fabrication utilisé, qui pourrait impliquer un début de dégradation thermique ou mécanique du matériau.

Ces valeurs peuvent servir de limite à ne pas dépasser lors des tests de DSC ainsi que lors de l'injection des matériaux, afin d'éviter la plage de dégradation du polymère qui pourrait compromettre ses propriétés mécaniques.

4.2.1.2 Température de fusion et de cristallisation

Les températures de changement de phase ont été obtenues à l'aide d'analyses par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). En effet, à l'aide de l'analyse graphique des courbes offerte par le logiciel *TRIOS*, il est possible de calculer les températures des débuts de changements de phase.

Chaque matériau a présenté un pic de fusion lors du chauffage et un pic de cristallisation lors du refroidissement. Aucune transition vitreuse notable n'a été observée, en accord avec la littérature pour les polypropylènes cristallins.

Le tableau ci-dessous (Tableau 4.2) présente les températures de fusion (T_m), les températures de cristallisation (T_c) ainsi que les taux cristallins moyens obtenus pour les trois matériaux à l'aide de trois échantillons.

Tableau 4.2 : Températures de fusion et de cristallisation des granules

Matériau	T_m moyenne (°C)	T_c moyenne (°C)	Taux de cristallisation moyen (%)
Polypropylène Pur	154,20	119,55	44,9
PPGF – Coalia	153,99	119,83	46,5
PPGF – ÉTS	154,24	120,19	47,7

Il est possible de voir rapidement que les températures de fusion et de cristallisation semblent concorder à la fois entre chaque échantillon du même matériau et entre les trois différents polymères, indiquant que l'insertion des fibres de verre broyées et déchiquetées ne semble pas affecter les températures de changement de phase de la matrice.

Les courbes de DSC ont été superposées dans des graphiques présentés à la figure ci-dessous (Figure 4.4).

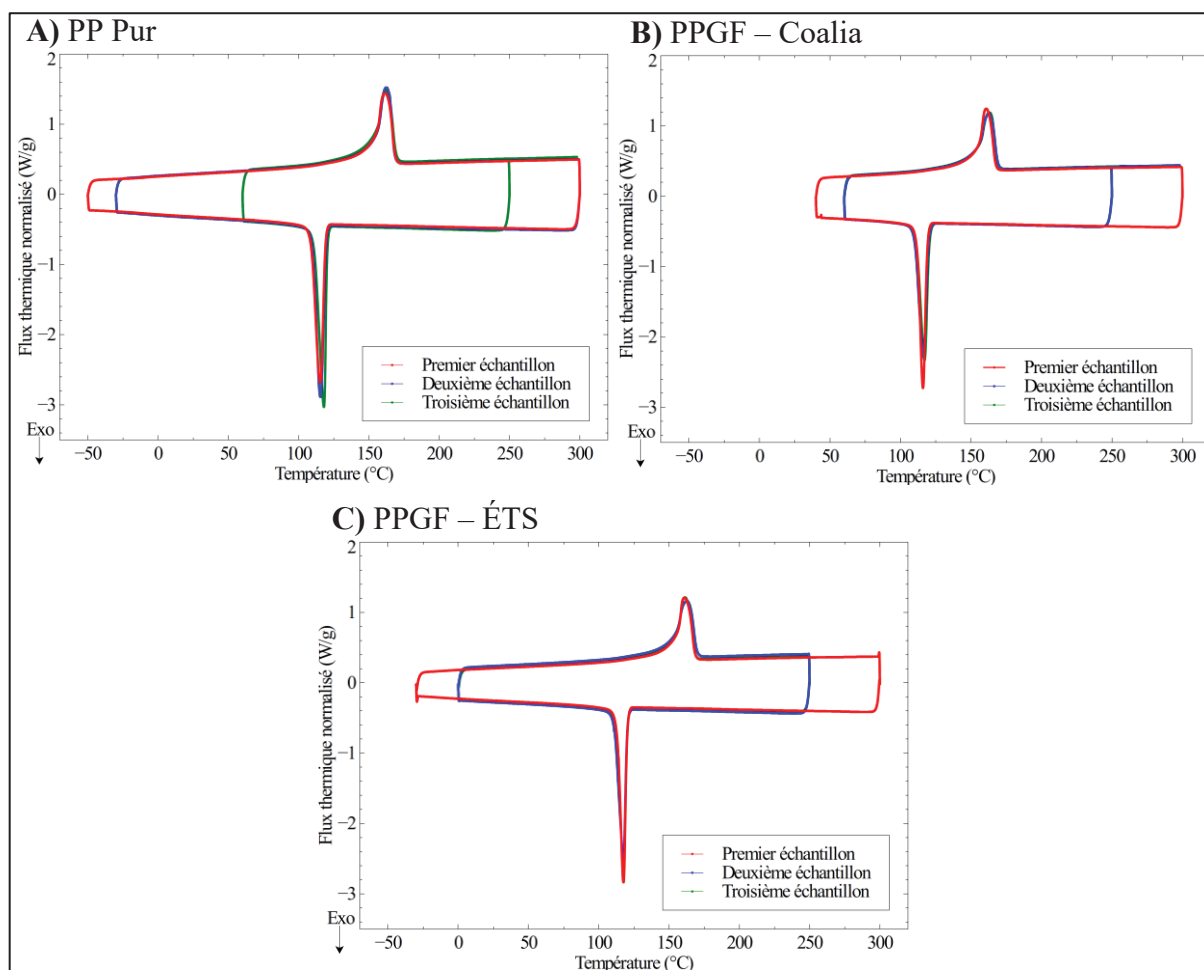


Figure 4.4 : Courbes de DSC du PP pur (A), du PPGF - Coalia (B) et du PPGF - ÉTS (C)

Dans les graphiques ci-dessus, il est possible de voir que les courbes de DSC sont très similaires pour un même matériau. À l'exception des températures extrêmes qui diminuent au fil de chaque essai, tel que prévu dans la méthodologie, les courbes semblent se superposer. Seulement trois échantillons peuvent donc être utilisés pour affirmer les propriétés thermiques présentées au Tableau 4.2.

La Figure 4.5 présente une superposition de courbes DSC provenant des trois matériaux différents, afin d'évaluer si ceux-ci possèdent des différences significatives au niveau de leur comportement thermique.

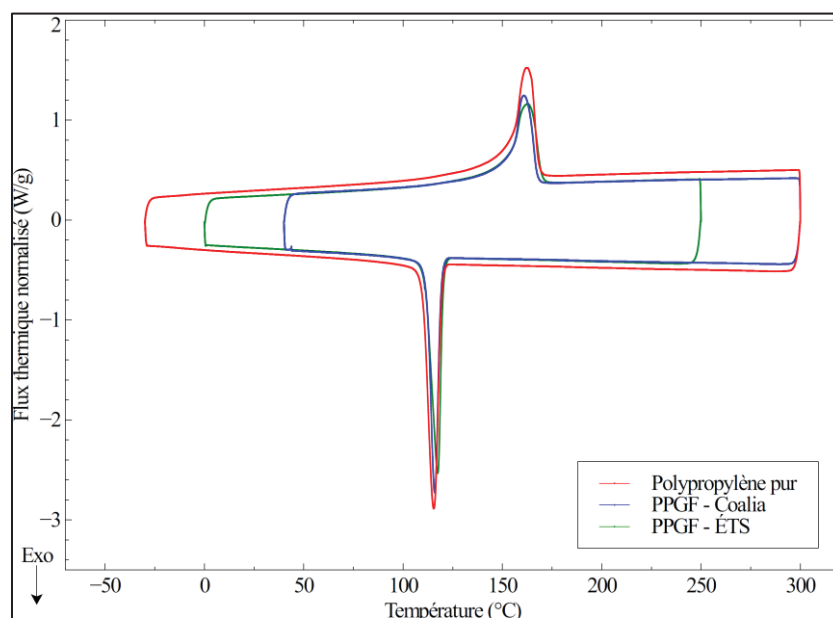


Figure 4.5 : Superposition des courbes de DSC des trois matériaux

L'amplitude des pics de fusion et de cristallisation diffère entre les trois matériaux, alors que la quantité d'énergie normalisée nécessaire pour changer de phase est supérieure pour le PP pur. La diminution de l'énergie nécessaire pour les granules renforcés est directement liée à la présence des fibres de renforcement, qui ne subissent aucuns changements de phase à ces températures. Pour mesurer le taux de cristallinité de ces échantillons, il est donc nécessaire de rapporter l'enthalpie de cristallisation sur la masse de polymère exclusivement, en retirant le pourcentage massique de fibres. Pour ce faire, les taux massiques moyens présentés à la section 4.2.2.1 sont utilisés afin d'assurer la meilleure précision possible. Les résultats de ces calculs sont présentés dans la dernière colonne du tableau 4.2 précédent.

4.2.1.3 MFI

L'indice de coulabilité des matériaux a été obtenu à l'aide des tests de MFI afin de déterminer l'influence de l'ajout de la fibre de verre sur la coulabilité des différents granules.

Les valeurs de MFI moyennes qui ont pu être obtenues sont présentées dans le Tableau 4.3, accompagnées du nombre de mesures ayant été prises.

Tableau 4.3 : Valeurs de MFI des trois types de granules

	PP Pur (n = 32)	PPGF – Coalia (n = 34)	PPGF – ÉTS (n = 73)
MFI (g/10min)	13.83	12.30	20.34

Le PPGF - Coalia montre une diminution attendue de l'indice de fluidité, attribuée à la présence de fibres solides limitant le mouvement des chaînes polymériques. Cependant, une augmentation inattendue est observée pour le PPGF - ÉTS. En effet, une plus grande longueur de fibres de verre devrait mener à une diminution plus prononcée du MFI.

Une hypothèse pouvant expliquer cette augmentation est la dégradation thermique et physique possible du matériau lors de son procédé de fabrication. En effet, le chauffage est effectué dans l'air, et le matériau obtenu est ensuite concassé dans un broyeur, ce qui pourrait mener à une réduction de la longueur des chaînes polymériques du matériau, tel qu'observable par une augmentation du MFI.

Des tests supplémentaires ont été effectués sur les autres types de granules en leur imposant les mêmes conditions de fabrication que le PPGF – ÉTS, tel qu'illustré à la Figure 4.6. Ces analyses ont démontré que l'augmentation est à nouveau visible, indiquant que l'augmentation du MFI est directement liée à la méthode de production des granules.

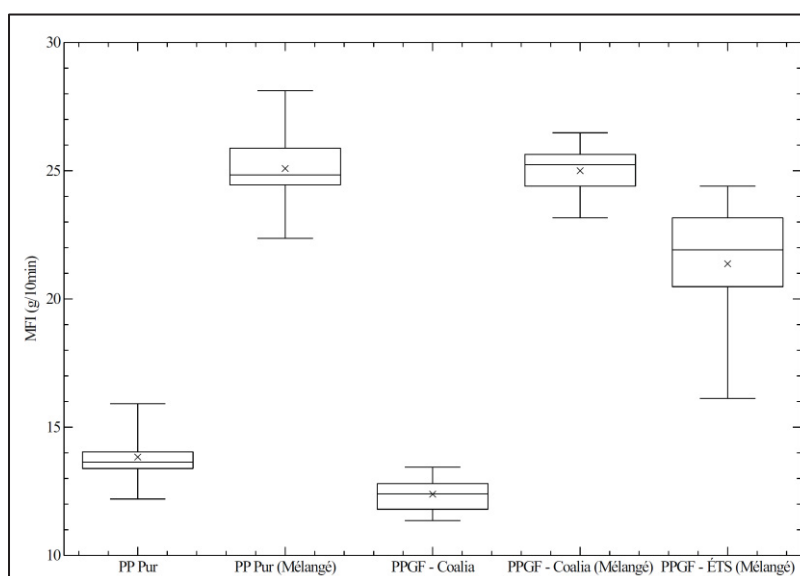


Figure 4.6 : Valeurs de MFI des granules originales et mélangés

Bien que cette augmentation du MFI soit généralement considérée comme favorable pour l'injection plastique, il serait pertinent d'investiguer son impact sur d'autres propriétés du matériau, qui pourraient être impactées négativement par l'indice de coulabilité supérieur.

4.2.2 Propriétés physiques

4.2.2.1 Taux de renfort

Le taux de fibres massique présent dans les granules a été obtenu à l'aide des mêmes analyses thermogravimétriques que pour déterminer la température de dégradation. En effet, en se dégradant complètement, le polymère laisse seulement le matériau de renforcement derrière lui. Dans le cadre des granules de PPGF – Coalia et de PPGF – ÉTS, cette matière restante consiste seulement en les fibres de verre qui y ont été ajoutées. Les tests effectués sous atmosphère inerte ou en présence d'air ont été utilisés, ce qui a permis d'élargir l'échantillon analysé.

La figure ci-dessous présente les différents taux de fibres obtenus lors des 9 essais de TGA effectués sur les granules de PPGF – Coalia. Il est possible de voir que certaines courbes sont décalées par rapport aux autres, une différence attribuable aux deux différents types de tests.

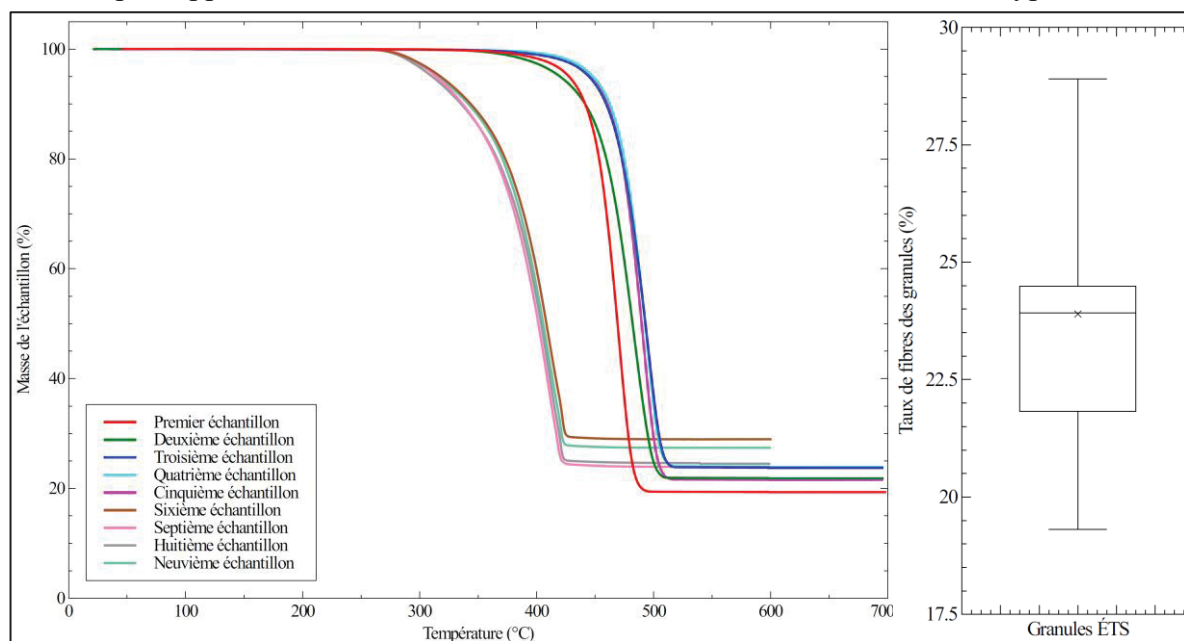


Figure 4.7 : Évaluation du taux de renfort massique du PPGF – Coalia

Le taux de fibres massique moyen relevé se situe à 23,90 %, ce qui représente une valeur un peu supérieure à celle attendue lors du mélange du polypropylène et de la poudre de fibres de verre. Il est également possible de remarquer que les valeurs de taux de fibres semblent très dispersées dans un intervalle de 19,3% à 28,9%, ce qui suggère que la méthode de mélange ne semble pas donner des résultats très homogènes entre les granules. Cependant, la petite taille de l'échantillon pourrait beaucoup influencer les valeurs obtenues lors de ces tests.

En ce qui concerne les granules de PPGF- ÉTS, une figure comparable est présentée ci-dessous (Figure 4.8). Cette fois-ci, un échantillon de 16 granules a été évalué au total, provenant de 6 différentes productions de granules. Il est important de noter que, tel que mentionné précédemment, les granules de PPGF- ÉTS sont préparés par petites productions, et que la dispersion des fibres entre chaque production pourrait être variable.

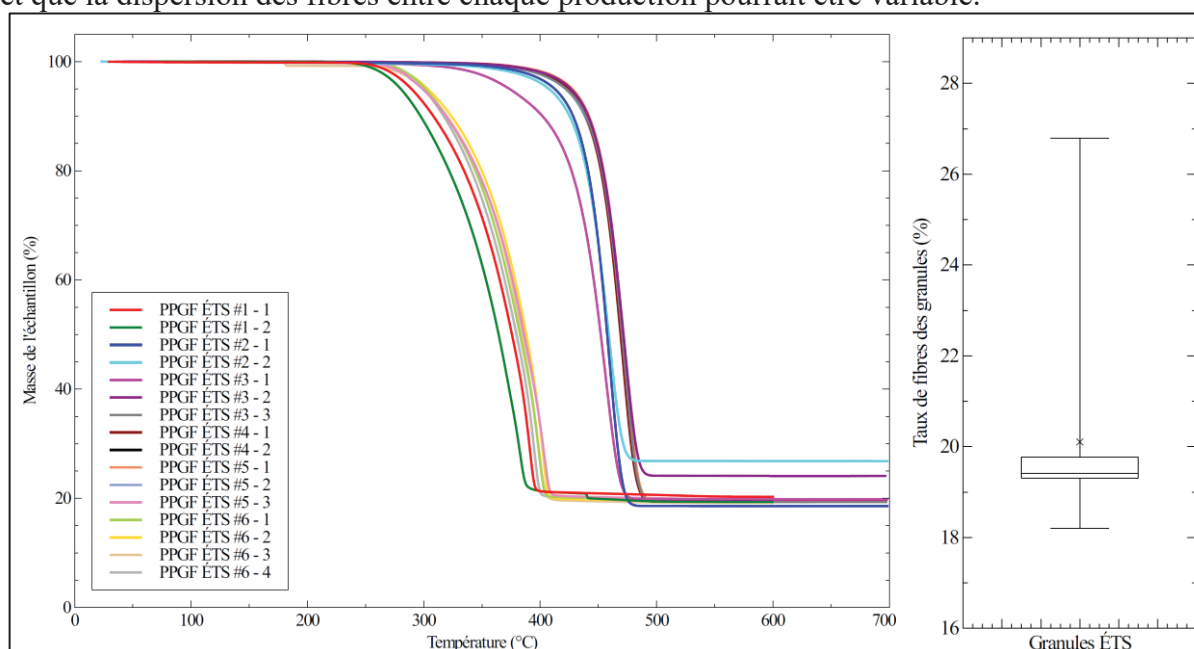


Figure 4.8 : Évaluation du taux de renfort massique du PPGF – ÉTS

En premier lieu, il est possible de voir que le numéro de production des granules ne semble pas avoir un impact notable sur le taux de fibre mesuré à la fin du test de TGA. La moyenne du taux de fibres massique obtenu est de 20,1%, ce qui est très proche du résultat escompté. Contrairement aux granules de PPGF - Coalia, les boîtes du diagramme à moustache sont très petites, ce qui indique que les valeurs sont en général très rapprochées, à l'exception de

quelques valeurs seulement. De plus, l'ensemble des valeurs se situent dans l'intervalle de 18,2% à 26,7%.

4.2.2.2 Masse volumique

La masse volumique des trois types de polymères a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz, permettant des mesures précises du volume. Les échantillons de traction non utilisés ont été coupés pour correspondre à la chambre de mesure de 10 cm³.

La figure ci-dessous présente les masses volumiques des trois matériaux, soient le polypropylène pur, le PPGF – Coalia et le PPGF – ÉTS.

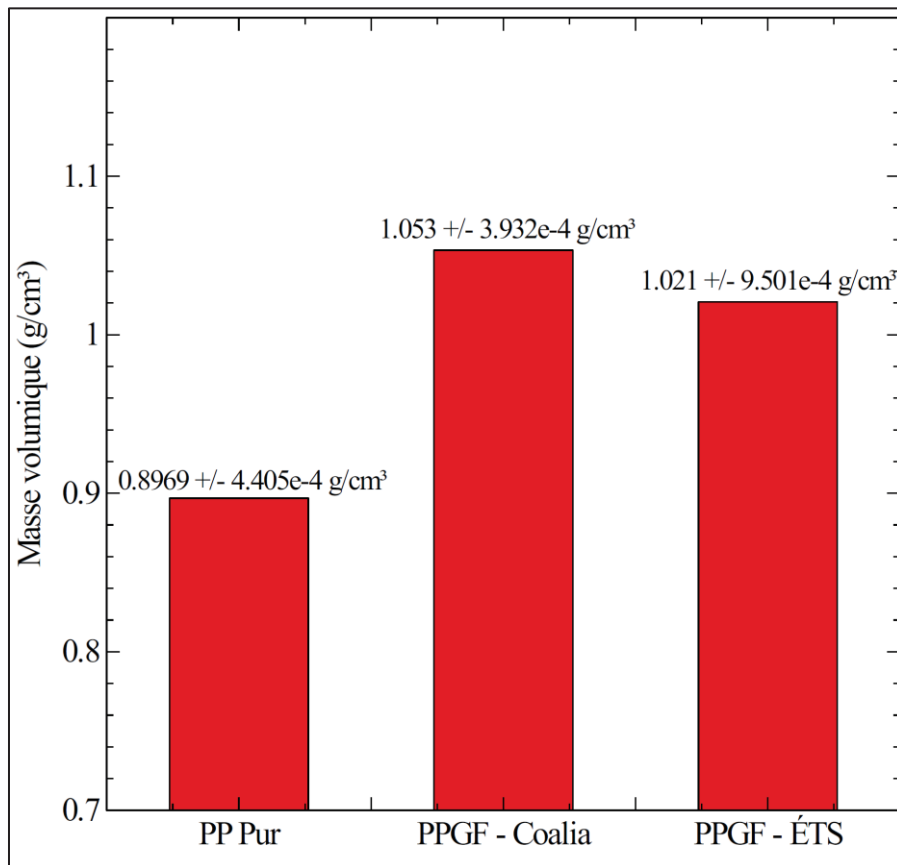


Figure 4.9 : Masses volumiques des trois types de granules

La figure précédente montre que la masse volumique du polypropylène pur est de 0,90 g/cm³, conformément aux données de la fiche technique de l'annexe II. L'ajout de fibres de verre augmente cette valeur de 17 % pour le PPGF – Coalia et de 14 % pour le PPGF – ÉTS.

Afin de déterminer si ces valeurs sont idéales, il est possible de calculer la masse volumique théorique attendue pour les granules renforcés de fibres de verre. Pour ce faire, les agglomérats de fibres de verre déchiquetée sont testées dans le pycnomètre à gaz. La masse volumique obtenue pour la fibre de verre vierge est de $2,554 \pm 0,0018 \text{ g/cm}^3$.

Avec cette valeur, il est possible de calculer la masse volumique théorique des granules de polypropylène renforcées de fibres de verre vierges en utilisant l'équation 2.1 pour déterminer la valeur attendue. Le développement est le suivant :

$$\rho_c = \frac{1}{\left(\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{w_m}{\rho_m}\right)} \quad (4.1)$$

Où

- $w_f = 0,2$ (Fraction massique de fibres)
- $w_m = 0,8$ (Fraction massique de la matrice)
- $\rho_f = 2,554 \text{ g/cm}^3$ (Masse volumique mesurée des fibres de verre sèches)
- $\rho_m = 0,8969 \text{ g/cm}^3$ (Masse volumique mesurée du polypropylène)

La masse volumique espérée pour les deux types de granules de polypropylène renforcé est donc de $1,031 \text{ g/cm}^3$.

Les masses volumiques mesurées pour les matériaux renforcés sont donc comparables à la valeur théorique estimée avec des légères variations pouvant être attribuée à des porosités ou des impuretés.

4.2.2.3 Longueur des fibres

L'étude de la longueur de fibres de renforcement présentes dans les granules de polymère renforcés a été effectuée par microtomographie à rayons X et par traitement d'image afin de déterminer la sévérité de la réduction de taille appliqué aux textiles de verre initiaux.

Tel que mentionné à la section 2.5.6, trois échantillons de PPGF – Coalia et trois échantillons de PPGF – ÉTS ont été analysés. L'algorithme *Open Fiber Segmentation* a été utilisé pour séparer le groupement de fibres en une multitude de fibres individuelles, et leurs longueurs ont été calculés.

PPGF – Coalia

La distribution des longueurs de fibres de verre présentes dans les trois granules de PPGF – Coalia sont présentées dans la figure ci-dessous. Lors du calcul des longueurs de fibres individuelles par *Dragonfly*, plus de 65000 fibres ont été évaluées pour chaque échantillon, et leurs longueurs ont ensuite été divisées en 100 cases pour constituer l'histogramme.

Il est possible de remarquer que pour chacun des échantillons, la distribution semble se concentrer autour d'une valeur d'environ 50 microns, ce qui représente des longueurs de fibres très courtes. Considérant que les textiles déchiquetés aient été passées dans un broyeur à boulet, ce résultat n'est pas surprenant.

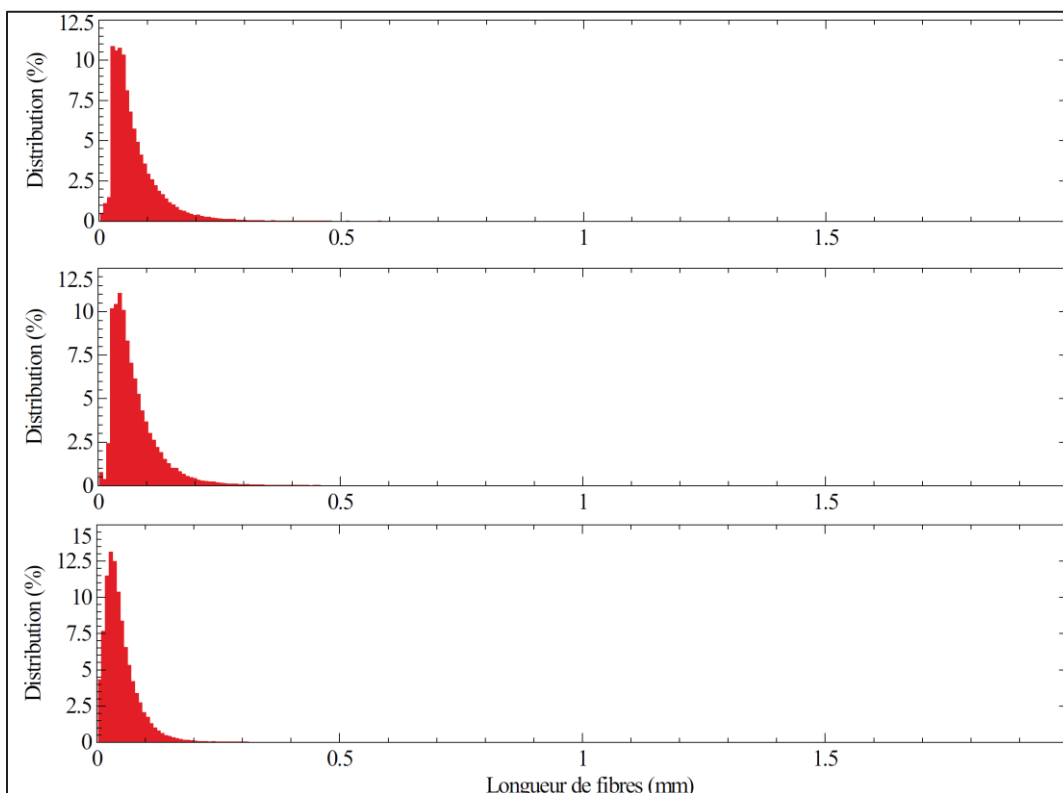


Figure 4.10 : Histogrammes des longueurs de fibres détectées dans le PPGF - Coalia

PPGF – ÉTS

Les longueurs de fibres de verre ayant pu être relevées parmi les granules de PPGF – ÉTS sont présentés dans l'histogramme ci-dessous (Figure 4.11). À nouveau, les longueurs mesurées ont été divisées en 100 cases, et sont présentés avec la même échelle de longueur en abscisse.

Pour ces granules, entre 10000 et 20000 fibres ont été mesurées, ce qui est largement inférieur à la quantité évaluée dans les granules de PPGF – Coalia. Les tailles de fibres présentes dans les granules de PPGF – ÉTS sont de manière générale beaucoup plus longues (environ 120 microns) que celles présentes dans les granules renforcés de verre broyé, ce qui pourrait expliquer la différence entre les quantités de fibre décelées dans le polypropylène renforcé de verre broyé et de verre déchiqueté.

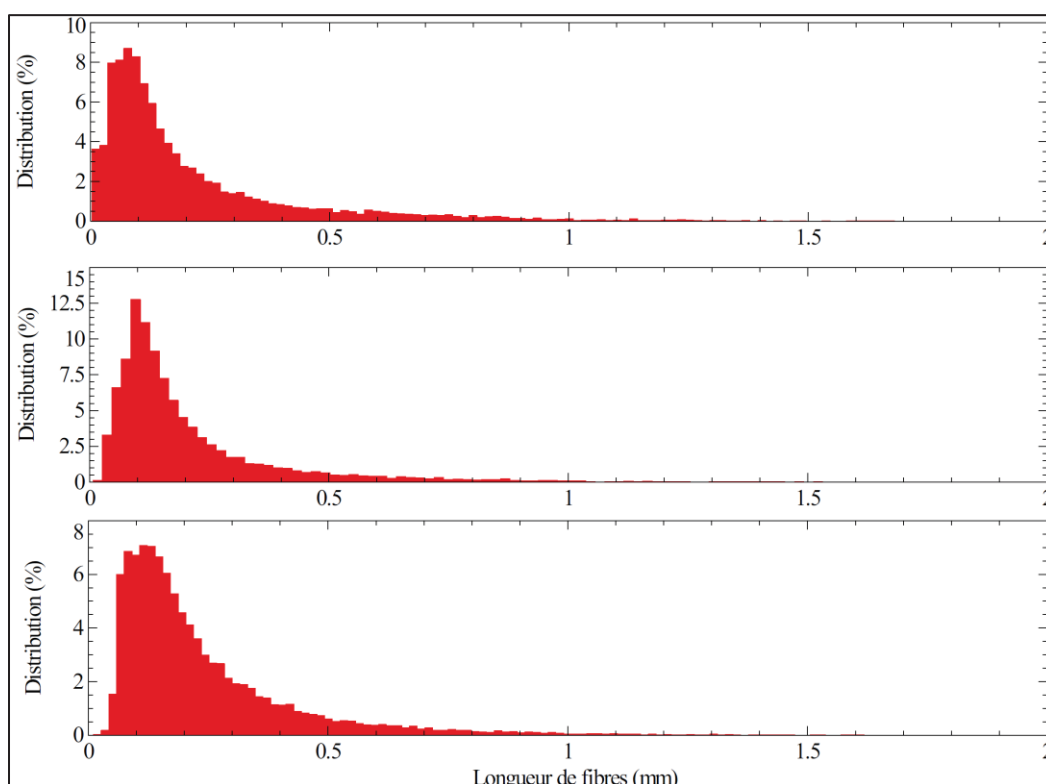


Figure 4.11 : Histogrammes des longueurs de fibres détectées dans le PPGF – ÉTS

Analyse des longueurs de fibres de renforcement

Le Tableau 4.4 présenté ci-dessous contient les longueurs moyennes de fibres de verre ainsi que la longueur maximale d'une fibre mesurée dans chacun des échantillons.

Tableau 4.4 : Longueurs moyennes et maximales des fibres de renforcement

Type d'échantillon	PPGF – Coalia			PPGF - ÉTS		
Numéro d'échantillon	1	2	3	1	2	3
Longueur moyenne (mm)	0,073	0,075	0,050	0,207	0,204	0,236
Longueur maximale (mm)	0,737	0,776	0,758	1,680	1,978	1,624

Il est possible de voir que pour le PPGF – ÉTS, certaines fibres très longues devraient contribuer à l'amélioration des propriétés mécaniques de la matrice, avec environ 10% des fibres relevés ayant une longueur supérieure à 0,5 mm. Au contraire, les fibres du PPGF – Coalia sont, sauf quelques exceptions, très courtes. Cette différence de longueur des fibres de renforcement contribue à la différence des propriétés mécaniques en traction qui est discuté à la section 4.3.

4.3 Propriétés mécaniques des matériaux renforcés

L'exploration des paramètres d'injection constitue la première étape des tests mécaniques réalisés. Les résultats obtenus montrent que seules les températures d'injection et du moule exercent une influence significative sur la résistance mécanique du PPGF – Coalia. La seconde phase de tests vise à identifier la combinaison optimale de températures pour maximiser la résistance à la traction et le module d'élasticité des trois matériaux étudiés. Les spécimens de traction ont d'abord été fabriqués en suivant la méthode à la section 2.6.2, et ont ensuite été testés selon les plans expérimentaux présentés dans l'annexe III.

4.3.1 Exploration des paramètres d'injection

Les tests mécaniques de cette phase initiale ont produit des résistances en traction comprises entre 26,6 MPa et 30,6 MPa pour le PPGF – Coalia. L'objectif principal étant d'étudier l'interaction entre les paramètres d'injection et la résistance à la traction, une analyse statistique du DSD a été utilisée à l'aide du logiciel Minitab. Une régression linéaire multiple a permis d'estimer les coefficients de chaque paramètre, suivie de tests statistiques pour évaluer la significativité du modèle. Le modèle obtenu a ensuite été utilisé pour identifier les paramètres d'injection statistiquement significatifs pour la limite à la traction. Les coefficients calculés sont présentés dans le tableau ci-dessous, où les p-values indiquent la significativité des paramètres.

Tableau 4.5 : Coefficients codés du DSD

Coefficient codé (MPa)	Coefficient	P-Value
Constante	28,7341	0,000
Température d'injection	-0,700	0,000
Température du Moule	0,660	0,000
Pression d'injection	0,098	0,335
Durée d'injection	0,009	0,927
Pression de maintien	-0,180	0,083
Temps de maintien	0,149	0,148

Avec un seuil de significativité fixé à 0,05, seuls deux paramètres sont statistiquement significatifs : la température d'injection et la température du moule. La température d'injection a un effet négatif, tandis que la température du moule a un effet positif sur la résistance à la traction. Les autres paramètres n'ont pas d'effet statistiquement significatif.

Le diagramme de Pareto présenté ci-dessous démontre l'effet de chaque paramètre sur la limite en traction du PPGF – Coalia en ordre d'importance, incluant le seuil standardisé permettant de rejeter la significativité des paramètres d'injection.

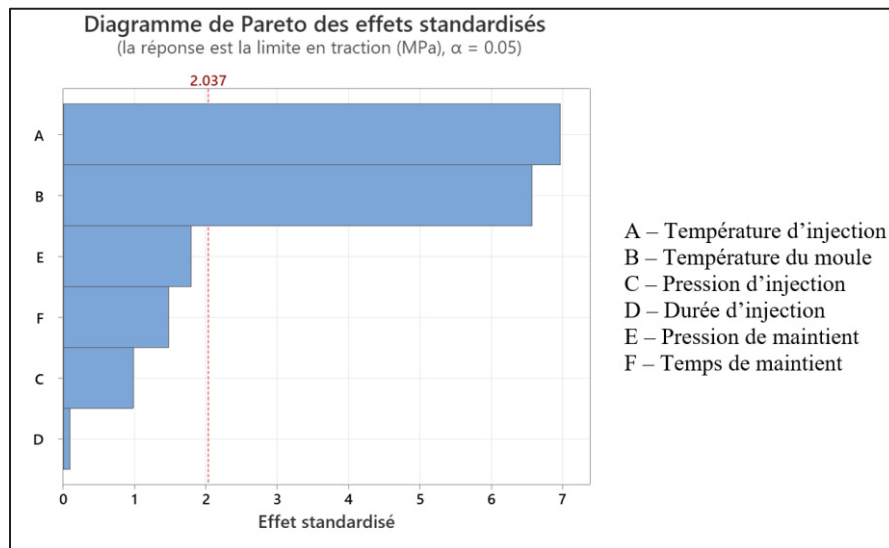


Figure 4.12 : Importance décroissante des paramètres d'injection

La température d'injection et la température du moule sont donc les deux seuls paramètres qui seront étudiés lors de l'optimisation des paramètres d'injection des trois matériaux.

4.3.2 Optimisation des paramètres d'injection

Cette phase de tests se concentre sur l'évaluation des effets des températures d'injection et du moule sur les propriétés mécaniques des matériaux, alors que les autres paramètres d'injection restent constants.

4.3.2.1 Polypropylène Pur

La résistance en traction ainsi que le module d'élasticité obtenu pour chaque ensemble de paramètres d'injection est présenté à la Figure 4.13. Les barres d'erreurs représentent la distance entre la moyenne des trois échantillons et la valeur la plus éloignée.

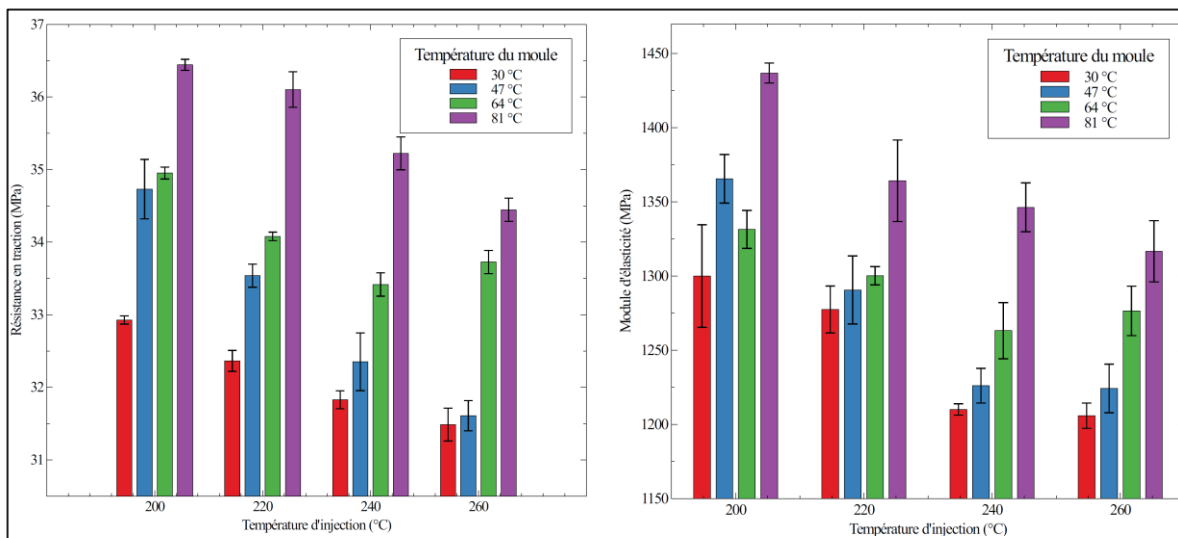


Figure 4.13 : Résistance en traction et module d'élasticité du PP pur

L'ensemble des valeurs de résistance en traction obtenues se trouvent entre 31 MPa et 36,5 MPa, alors que celles du module d'élasticité se situent entre 1190 MPa et 1445 MPa.

Avec le polypropylène pur, il est possible de constater une augmentation de la résistance mécanique et du module d'élasticité lorsque la température du moule augmente. Au contraire, une augmentation de la température d'injection semble mener à une diminution de ces deux propriétés mécaniques.

Ces propriétés mécaniques semblent donc être dépendantes de la différence de température entre le polymère en fusion et le moule lors de l'injection, qui impactent directement la cristallisation du PP. Ainsi, minimiser cette différence de température favoriserait une

germination plus graduelle des cristaux de polymère, menant à de meilleures propriétés mécaniques.

4.3.2.2 PPGF – Coalia

La résistance en traction mesurée et le module d'élasticité calculé pour chaque paramètre d'injection sont présentés à la Figure 4.14. Les barres d'erreurs représentent la distance entre la moyenne des trois échantillons et la valeur la plus extrême.

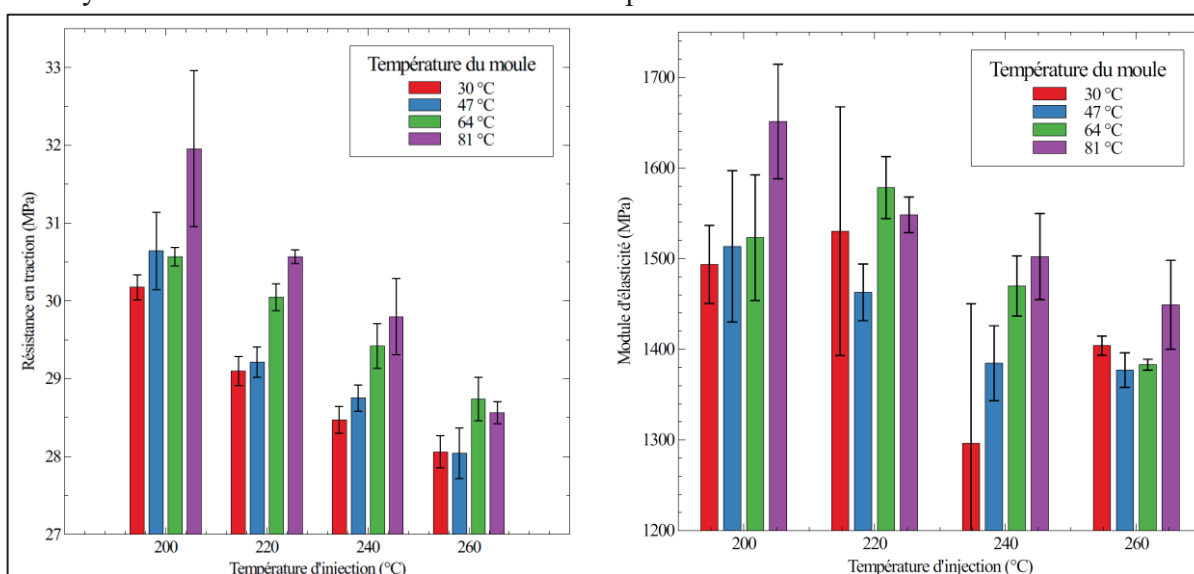


Figure 4.14 : Résistance à la traction et module d'élasticité du PPGF – Coalia

Les résistances en traction obtenues pour les échantillons de PPGF – Coalia se trouvent entre 27,7 MPa et 34,0 MPa, alors que celles du module d'élasticité se situent entre 1030 MPa et 1773 MPa. Pour ce matériau, il est possible de voir une plus grande dispersion dans les valeurs obtenues pour un même ensemble de paramètres d'injection, qui peut être constatée par les barres d'erreurs parfois très large dans le diagramme à bandes.

Cependant, une tendance très similaire au PP pur peut être constaté quant à l'interaction entre les paramètres d'injection et les propriétés mécaniques étudiées.

Il est donc plausible de déduire que la présence de poudre de verre dans le polymère n'affecte pas la nature du lien entre la cristallinité de la matrice et les performances mécaniques. Cependant, elle contribue à une augmentation de la variabilité du module d'élasticité.

4.3.2.3 PPGF – ÉTS

La résistance en traction et le module d'élasticité ayant été obtenue pour chaque combinaison de paramètres d'injection sont présentés dans la Figure 4.15 ci-dessous. Les barres d'erreurs représentent la différence entre la moyenne des trois valeurs obtenues et leur plus grand écart.

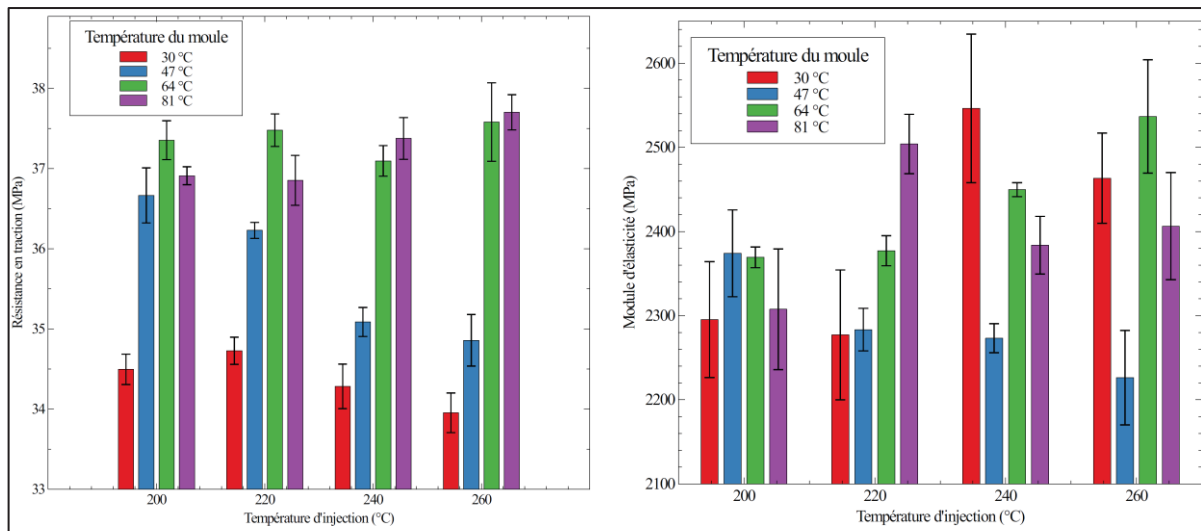


Figure 4.15 : Résistance à la traction et module d'élasticité du PPGF – ÉTS

Pour le PPGF – ÉTS, les valeurs de résistance mécanique en traction se situent entre 33,6 MPa et 38,4 MPa, alors que les valeurs de module d'élasticité se trouvent entre 2126 MPa et 2667 MPa. À nouveau, une grande variabilité est présente pour les modules d'élasticité d'un même ensemble de paramètres.

La résistance mécanique semble s'améliorer lorsque la température du moule est augmentée, cependant, cette relation est beaucoup moins claire que pour les deux matériaux précédents. En ce qui concerne le module d'élasticité, aucune relation claire ne peut être établie entre les températures et les propriétés mécaniques étudiées.

La présence des fibres courtes recyclées pourrait donc avoir un effet limitant sur la cristallisation du polymère lors du maintien de la pièce dans le moule à injection. Le comportement de ce matériau est donc très peu prévisible avec les paramètres étudiés, ce qui mène à une grande variabilité des performances mécaniques visibles pour un même ensemble de paramètres.

4.3.2.4 Paramètres d'injection optimaux et performances mécaniques

Le tableau ci-dessous résume les résistances mécaniques et les modules d'élasticité optimales obtenues. Dans le cas du PP et du PPGF – Coalia, minimiser la différence entre la température d'injection et celle du moule optimise les performances. Dans le cas du PPGF – ÉTS, les performances imprévisibles du matériau ont menées à deux ensembles de paramètres d'injection, optimisés selon la résistance et la rigidité. La différence entre les performances des matériaux renforcés et du PP initial est également notée entre parenthèses.

Tableau 4.6 : Performances mécaniques optimales des matériaux composites

	Polypropylène	PPGF – Coalia	PPGF – ÉTS	
Optimisation pour :	Résistance & Rigidité	Résistance & Rigidité	Résistance	Rigidité
Résistance en traction (MPa)	36,4	31,9 (-12,3%)	37,7 (+3,5%)	34,3 (-5,7%)
Module d'élasticité (MPa)	1437	1651 (+14,9%)	2406 (+67,4%)	2546 (+77,2%)
Température d'injection (°C)	200	200	260	240
Température du moule (°C)	81	81	81	30

En comparant les performances mécaniques du PPGF – Coalia au matériau initial, il est possible de remarquer que l'ajout de poudre de verre mène à une diminution de la résistance mécanique en échange d'une augmentation du module d'élasticité. L'ajout du verre renforce le matériau puisque le verre possède une grande rigidité et limite le déplacement des chaînes polymériques, cependant, il peut limiter la formation des cristaux lors de la cristallisation et mener à une plus faible résistance en traction. De plus, l'interface entre les particules et la matrice peut contribuer à la propagation des fissures perpendiculaires à la traction menant à la rupture des échantillons.

Les fibres de verre courtes du PPGF – ÉTS permettent d'améliorer significativement la rigidité du matériau, mais ont un effet moindre sur la résistance mécanique. Les fibres plus

longues du PPGF – ÉTS agissent comme un meilleur renfort que la poudre de verre, malgré la forte proportion de fibres toujours très courtes présentées à la section précédente. À nouveau, la présence des fibres dans le matériau pourrait contribuer à la propagation des fissures dans le polymère lors de la traction, limitant ainsi l'amplitude de l'amélioration des propriétés mécaniques.

CONCLUSION

La gestion des déchets provenant du domaine des matériaux composite reste un sujet très complexe, en particulier dû à la grande variété des matériaux disponibles et aux difficultés liées à la séparation des renforcements de leur matrice polymérique. La revalorisation de tous ces matériaux est donc d'une grande importance afin de diminuer l'impact environnemental liés à leur utilisation dans de nombreux domaines.

L'objectif de ce projet était d'évaluer le potentiel de réutilisation des chutes de textiles de fibres de verre dérivées de la production des pales éoliennes. Pour ce faire, les textiles ont d'abord été transformés jusqu'à obtenir des fibres courtes individuelles, qui ont ensuite été ajoutées comme renforcement à des granules polymériques pour l'injection plastique.

La première partie du projet s'est consacrée à la réduction de taille des chutes de production de verre, afin de passer d'un produit possédant des géométries imprévisibles et fortement variable à des fibres courtes plus homogènes. Cette réduction de taille s'est d'abord effectuée à l'aide d'un déchiqueteur industriel, permettant de passer des textiles complets à des agglomérats de fibres de verre. Une deuxième réduction de taille a été effectuée, suivant deux méthodes parallèles à titre comparatif, soient un déchiquetage supplémentaire qui a permis d'obtenir des fibres courtes individuelles et un broyage qui a permis d'obtenir une fine poudre de fibres de verre.

La seconde partie du projet s'est penchée sur l'insertion de ces deux produits dans des granules de polypropylène à titre de renforcement à un taux massique de 20%. Pour ce faire, des granules de PPGF – Coalia ont été réalisés avec le renforcement de poudre de fibres de verre, suivies des granules de PPGF – ÉTS comprenant le renforcement de fibres courtes déchiquetées. Les granules ont ensuite été caractérisés thermiquement et physiquement afin d'évaluer l'impact de l'ajout des fibres sur les propriétés thermiques de la matrice et d'évaluer l'impact des méthodes de réduction de taille parallèles sur la longueur de fibres finales. Des tests mécaniques ont été effectués sur des éprouvettes de traction injectées, permettant d'observer l'importance de certains paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques des trois matériaux. L'ajout de poudre de verre au polypropylène a permis d'améliorer sa rigidité, mais a mené à une réduction significative de sa résistance en traction.

En revanche, l'ajout des fibres courtes au polypropylène a permis d'augmenter significativement le module d'élasticité du matériau, tout en améliorant légèrement sa résistance en traction.

La réalisation de ce projet a donc permis de démontrer qu'il est possible de détourner les textiles de verre issus de la production de pale éoliennes de l'enfouissement en les réintégrant dans leur cycle de vie. En effet, malgré le faible coût monétaire du matériau neuf, l'enfouissement des retailles de textiles représente une perte matérielle significative, qui pourrait facilement être évitée à l'aide de projets de valorisation comme celui-ci. L'insertion des fibres de verre transformées dans un polymère pour l'injection est une solution prometteuse, particulièrement par sa capacité à écouler de grandes quantités de chutes de verre. Le polypropylène utilisé dans le cadre de ce projet est un des nombreux plastiques utilisés industriellement qui pourrait bénéficier d'un renforcement revalorisé.

Présentement, les nombreuses étapes nécessaires à la valorisation des rebuts dans des plastiques d'injection rendent l'option difficilement réalisable au niveau économique. Cependant, l'alternative actuelle est l'enfouissement, dont les coûts augmentent rapidement année après année. De plus, de nombreux pays resserrent actuellement leurs lois quant à l'enfouissement de matériaux composites, ce qui pousse les industries à chercher une solution de valorisation. Un projet comme celui-ci pourrait donc offrir une opportunité de valorisation des rebuts à bas coûts, tout en visant un marché mondial toujours grandissant.

Entre les deux types de granules développés durant ce projet, les granules de PPGF – ÉTS représentent une solution plus performante que les granules de PPGF – Coalia, principalement dû à leurs meilleures performances mécaniques. En effet, avec des procédés de fabrication similaire en termes de coûts et de temps, il serait plus intéressant d'investir dans un procédé permettant d'améliorer à la fois la rigidité et la résistance mécanique d'un polymère, plutôt que dans un procédé où les fibres recyclées agissent plutôt comme une charge.

Quelques pistes d'amélioration pourraient être explorées afin d'améliorer encore plus l'impact des fibres de verre recyclées. En premier lieu, il serait important d'investiguer la dégradation de la matrice polymérique marquée par l'augmentation de la coulabilité des granules lors du procédé de fabrication des granules de PPGF – ÉTS. Malgré que cette

augmentation représente un effet positif pour l'injectabilité du plastique, sa provenance et sa sévérité reste méconnue, ce qui pourrait engendrer des effets néfastes sur le matériau lors de son utilisation. Ensuite, il serait intéressant d'envisager l'utilisation de fibres de plus grandes tailles en diminuant la sévérité de la réduction de taille, qui permettrait de maximiser les propriétés mécaniques. Finalement, l'utilisation d'agents compatibilisant pourraient potentiellement améliorer l'interface entre les fibres de verre et la matrice thermoplastique. Présentement, l'agent d'ensimage toujours présent sur les fibres est optimisé pour son adhérence aux résines thermodurcissables, ce qui pourrait limiter l'interaction entre les fibres vierges et le polypropylène

L'approfondissement de ces travaux pourrait donc permettre d'obtenir un plastique d'injection à faible coût possédant de bonnes propriétés mécaniques, et possédant un renforcement composé de fibres de verre détournées de l'enfouissement. Cette solution prioriserait donc un développement durable permettant de minimiser les pertes de matières générées lors de la production des pales éoliennes, et donc contribuer à l'aspect environnemental de cette énergie verte.

ANNEXE I

PROCÉDURE DE CARACTÉRISATION DES DÉCHETS

La procédure à suivre pour effectuer la caractérisation se déroule en trois phases principales. La première représente la phase de préparation à la collecte, suivie de la collecte elle-même, et finalement du tri des matières. Elle se déroule comme suit :

1. Établir la zone de travail à l'aide du ruban rouge et de la mise en place des affiches d'interdiction d'accès.
2. Préparer la balance de plancher en s'assurant que l'écran soit stable et bien connecté à la source de tension.
3. Tarer la balance lorsque rien n'est présent dessus, afin d'obtenir le zéro.
4. Estimer la quantité de déchets qui seront produits à l'aide des instructions de travail et des chefs d'équipe. Se référer au superviseur si nécessaire.
5. Évaluer la quantité des différents types de conteneurs (benne en plastique, bacs en bois ou benne métalliques) qui seront nécessaires lors de l'opération de collecte.
6. Vider les conteneurs nécessaires et les placer à des endroits facilement accessibles pour les travailleurs sur le plancher.
7. Aviser les opérateurs de la cueillette, et les sensibiliser à ne pas ajouter de matières provenant d'autres opérations.
8. Vider régulièrement les conteneurs lors de l'opération afin d'éviter un refoulement des poubelles. Cette opération peut être effectuée à l'aide de chariots élévateurs pour les grosses opérations, ou à la main en transportant les poubelles sur roues pour les plus petites opérations.
9. Commencer le tri des différentes matières lorsque l'opération évaluée est terminée.
10. Séparer les matières résiduelles selon la fiche présentée à la section 2.2.3.
11. Mesurer les dimensions des grands morceaux de textiles de fibres de verre.
12. Prendre des photos des gros morceaux.
13. Peser individuellement chaque type de matière à l'aide des conteneurs, ou directement sur la balance en fonction de la quantité de matière présente.

14. Prendre des photos des matières sur la balance, ainsi qu'une photo de l'écran affichant la masse.
15. Vider les contenants pesés dans les bennes métalliques ou dans les bennes extérieures une fois la caractérisation terminée.
16. Peser et noter la masse des contenants à vide. Il est possible d'identifier chaque contenant pour indiquer leur poids et éviter de devoir les peser à nouveau.

Ces étapes sont effectuées pour chaque collecte de déchets. Tel que mentionné précédemment, les étapes représentent la fabrication de diverses composantes d'une seule pale d'éolienne, pour un total de 33 collectes différentes. Les résultats obtenus à la suite de l'audit des déchets pourront être compilés afin de déterminer les pertes matérielles. Ensuite, les quantités de fibres de verre générées seront évaluées en plus grands détails permettant de conclure sur l'importance de revaloriser ces textiles d'apparence neuve

ANNEXE II

FICHE TECHNIQUE DU POLYPROPYLENE PRO-FAX 6323

Technical Data Sheet

Pro-fax 6323



Polypropylene, Homopolymer

Product Description

Pro-fax 6323 general purpose polypropylene homopolymer is available in pellet form. This resin is typically used in injection molding applications.

ASTM and ISO-based versions of the technical data sheet are available for *Pro-fax* 6323.

Regulatory Status

For regulatory compliance information, see *Pro-fax* 6323 [Product Stewardship Bulletin \(PSB\)](#) and [Safety Data Sheet \(SDS\)](#).

Status	Commercial: Active
Availability	North America
Application	Automotive Parts; Caps & Closures; Containers; Food Packaging Film; Sports, Leisure & Toys
Market	Automotive; Consumer Products; Flexible Packaging; Rigid Packaging
Processing Method	Cast Film; Injection Molding
Attribute	Good Heat Aging Resistance

Typical Properties	Nominal Value	English Units	Nominal Value	SI Units	Test Method
Physical					
Melt Flow Rate, (230 °C/2.16 kg)	12	g/10 min	12	g/10 min	ASTM D1238
Density, (23 °C)	0.90	g/cm ³	0.90	g/cm ³	ASTM D792
Mechanical					
Flexural Modulus					
(0.05 in/min, 1% Secant, Procedure A)	210000	psi			ASTM D790
(1.3 mm/min, 1% Secant, Procedure A)			1450	MPa	ASTM D790
Tensile Strength at Yield					
(2 in/min)	4900	psi			ASTM D638
(50 mm/min)			34	MPa	ASTM D638
Tensile Elongation at Yield	11	%	11	%	ASTM D638
Impact					
Notched Izod Impact Strength					
(73 °F, Method A)	0.6	ft-lb/in			ASTM D256
(23 °C, Method A)			32	J/m	ASTM D256
Thermal					
Deflection Temperature Under Load					
(66 psi, Unannealed)	200	°F			ASTM D648
(0.45 MPa, Unannealed)			93	°C	ASTM D648

ANNEXE III

PLANS D'EXPÉRIMENTATION DES TEST MÉCANIQUES

Tableau-A III-1 : Plan d'expérimentation de la première phase des tests mécanique de pièces injectées

Ordre	Température de fusion (°C)	Température du moule (°C)	Pression d'injection (bar)	Durée d'injection (s)	Pression de maintien (bar)	Durée de maintien (s)
1	200	30	350	10	100	17
2	260	80	150	2	300	17
3	200	30	250	2	300	30
4	260	55	350	2	100	30
5	230	55	250	6	200	17
6	260	30	350	6	300	4
7	200	80	150	6	100	30
8	200	30	350	10	100	17
9	200	30	250	2	300	30
10	260	55	350	2	100	30
11	260	30	150	10	200	30
12	230	30	150	2	100	4
13	200	80	150	6	100	30
14	260	80	150	2	300	17
15	200	30	250	2	300	30
16	260	80	250	10	100	4
17	260	55	350	2	100	30
18	200	80	350	2	200	4
19	230	80	350	10	300	30
20	230	80	350	10	300	30
21	200	80	350	2	200	4
22	260	80	250	10	100	4
23	230	55	250	6	200	17
24	230	30	150	2	100	4
25	260	30	350	6	300	4
26	260	30	350	6	300	4
27	200	80	150	6	100	30
28	230	80	350	10	300	30
29	200	55	150	10	300	4
30	260	80	250	10	100	4
31	230	55	250	6	200	17

Ordre	Température de fusion (°C)	Température du moule (°C)	Pression d'injection (bar)	Durée d'injection (s)	Pression de maintien (bar)	Durée de maintien (s)
32	200	80	350	2	200	4
33	230	30	150	2	100	4
34	200	30	350	10	100	17
35	260	30	150	10	200	30
36	260	80	150	2	300	17
37	200	55	150	10	300	4
38	260	30	150	10	200	30
39	200	55	150	10	300	4

Tableau-A III-2 : Plan de test de la deuxième phase de tests mécaniques des pièces injectées

Ordre	Température de fusion (°C)	Température du moule (°C)	Pression d'injection (bar)	Durée d'injection (s)	Pression de maintien (bar)	Durée de maintien (s)
1	47	220	350	5	200	15
2	47	220	350	5	200	15
3	47	260	350	5	200	15
4	81	220	350	5	200	15
5	47	200	350	5	200	15
6	47	240	350	5	200	15
7	47	220	350	5	200	15
8	81	240	350	5	200	15
9	30	240	350	5	200	15
10	81	240	350	5	200	15
11	47	260	350	5	200	15
12	30	260	350	5	200	15
13	64	200	350	5	200	15
14	81	220	350	5	200	15
15	30	260	350	5	200	15
16	64	220	350	5	200	15
17	64	240	350	5	200	15
18	81	260	350	5	200	15
19	64	260	350	5	200	15
20	64	220	350	5	200	15
21	81	200	350	5	200	15
22	30	200	350	5	200	15
23	81	200	350	5	200	15
24	81	260	350	5	200	15
25	64	200	350	5	200	15

Ordre	Température de fusion (°C)	Température du moule (°C)	Pression d'injection (bar)	Durée d'injection (bar)	Pression de maintient (bar)	Durée de maintient (s)
26	47	200	350	5	200	15
27	47	200	350	5	200	15
28	30	260	350	5	200	15
29	64	240	350	5	200	15
30	30	240	350	5	200	15
31	81	200	350	5	200	15
32	64	260	350	5	200	15
33	64	200	350	5	200	15
34	30	220	350	5	200	15
35	30	200	350	5	200	15
36	47	240	350	5	200	15
37	64	220	350	5	200	15
38	81	260	350	5	200	15
39	81	240	350	5	200	15
40	47	260	350	5	200	15
41	47	240	350	5	200	15
42	64	240	350	5	200	15
43	30	220	350	5	200	15
44	30	200	350	5	200	15
45	30	240	350	5	200	15
46	81	220	350	5	200	15
47	30	220	350	5	200	15
48	64	260	350	5	200	15

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Åkesson, D., Krishnamoorthi, R., Foltynowicz, Z., Christéen, J., Kalantar, A., & Skrifvars, M. (2013). Glass Fibres Recovered by Microwave Pyrolysis as a Reinforcement for Polypropylene. *Polymers and Polymer Composites*, 21(6), 333-340. <https://doi.org/10.1177/096739111302100601>
- Andersen, P. D., Bonou, A., Beauson, J., & Brøndsted, P. (2014). Recycling of wind turbines. Dans H. Hvidtfeldt Larsen & L. Sønderberg Petersen (Éds), *DTU International Energy Report 2014* (pp. 91-97). (S.l.): Technical University of Denmark.
- Aravindan, P., Becagli, F., Longana, M. L., Blok, L. G., Pozegic, T. R., Huntley, S. J., ... Hamerton, I. (2020). Remanufacturing of Woven Carbon Fibre Fabric Production Waste into High Performance Aligned Discontinuous Fibre Composites. *Journal of Composites Science*, 4(2), 68. <https://doi.org/10.3390/jcs4020068>
- Arif, Z. U., Khalid, M. Y., Ahmed, W., Arshad, H., & Ullah, S. (2022). Recycling of the glass/carbon fibre reinforced polymer composites: A step towards the circular economy. *Polymer-Plastics Technology and Materials*, 61(7), 761-788. <https://doi.org/10.1080/25740881.2021.2015781>
- Asmatulu, E., Twomey, J., & Overcash, M. (2014). Recycling of fiber-reinforced composites and direct structural composite recycling concept. *Journal of Composite Materials*, 48(5), 593-608. <https://doi.org/10.1177/0021998313476325>
- Beuguel, Q., Boyer, S. A. E., Settapani, D., Monge, G., Haudin, J.-M., Vergnes, B., & Peuvrel-Disdier, E. (2018). Crystallization behavior of polypropylene/graphene nanoplatelets composites. *Polymer Crystallization*, 1(3). <https://doi.org/10.1002/pcr2.10024>
- Cooperman, A., Eberle, A., & Lantz, E. (2021). Wind turbine blade material in the United States: Quantities, costs, and end-of-life options. *Resources, Conservation and Recycling*, 168, 105439. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105439>
- Cunliffe, A. M., & Williams, P. T. (2003). Characterisation of products from the recycling of glass fibre reinforced polyester waste by pyrolysis☆. *Fuel*, 82(18), 2223-2230. [https://doi.org/10.1016/S0016-2361\(03\)00129-7](https://doi.org/10.1016/S0016-2361(03)00129-7)
- Czepiel, M., Bańkosz, M., & Sobczak-Kupiec, A. (2023). Advanced Injection Molding Methods: Review. *Materials*, 16(17), 5802. <https://doi.org/10.3390/ma16175802>

- Dang, W., Kubouchi, M., Yamamoto, S., Sembokuya, H., & Tsuda, K. (2002). An approach to chemical recycling of epoxy resin cured with amine using nitric acid. *Polymer*, 43(10), 2953-2958. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00100-3](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00100-3)
- Dollischek, L. B., Frohn-Sörensen, P., Kurz, F., & Engel, B. (2024). Injection molding of post-industrial recycled glass fiber reinforced polyphenylene sulfide (PPS GF40): industrial feasibility and material analysis. *Journal of Cleaner Production*, 471, 143416. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2024.143416>
- Eltwati, A. S., Enieb, M., Al-Saffar, Z. H., & Mohamed, A. (2022). Effect of glass fibers and waste engine oil on the properties of RAP asphalt concretes. *International Journal of Pavement Engineering*, 23(14), 5227-5238. <https://doi.org/10.1080/10298436.2021.2001815>
- Faidallah, R. F., Hanon, M. M., Salman, N. D., Ibrahim, Y., Babu, M. N., Gaaz, T. S., ... Oldal, I. (2024). Development of Fiber-Reinforced Polymer Composites for Additive Manufacturing and Multi-Material Structures in Sustainable Applications. *Processes*, 12(10), 2217. <https://doi.org/10.3390/pr12102217>
- Fortune Business Insight. (2023). Injection Molded Plastics Market Size | Global Report [2032]. *Fortune Business Insight*. Repéré à <https://www.fortunebusinessinsights.com/injection-molded-plastics-market-101970>
- Fraisse, A., Beauson, J., Brøndsted, P., & Madsen, B. (2016). Thermal recycling and re-manufacturing of glass fibre thermosetting composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 139(1), 012020. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/139/1/012020>
- Fu, H., Xu, H., Liu, Y., Yang, Z., Kormakov, S., Wu, D., & Sun, J. (2020). Overview of Injection Molding Technology for Processing Polymers and Their Composites. *ES Materials & Manufacturing, Volume 8 (June 2020)*(20), 3-23.
- García, D., Vegas, I., & Cacho, I. (2014). Mechanical recycling of GFRP waste as short-fiber reinforcements in microconcrete. *Construction and Building Materials*, 64, 293-300. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.02.068>
- Gonçalves, R. M., Martinho, A., & Oliveira, J. P. (2022). Recycling of Reinforced Glass Fibers Waste: Current Status. *Materials*, 15(4), 1596. <https://doi.org/10.3390/ma15041596>
- Grand View Research. (2023). Plastic Market Size, Share, Trends & Growth Report, 2030. *Grand View Research*. Repéré à <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/global-plastics-market>

- Hao, S., Kuah, A. T. H., Rudd, C. D., Wong, K. H., Lai, N. Y. G., Mao, J., & Liu, X. (2020). A circular economy approach to green energy: Wind turbine, waste, and material recovery. *Science of The Total Environment*, 702, 135054. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135054>
- Heng, H., Meng, F., & McKechnie, J. (2021). Wind turbine blade wastes and the environmental impacts in Canada. *Waste Management*, 133, 59-70. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2021.07.032>
- Howarth, J., Mareddy, S. S. R., & Mativenga, P. T. (2014). Energy intensity and environmental analysis of mechanical recycling of carbon fibre composite. *Journal of Cleaner Production*, 81, 46-50. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.06.023>
- Jensen, J. P., & Skelton, K. (2018). Wind turbine blade recycling: Experiences, challenges and possibilities in a circular economy. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 97, 165-176. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.08.041>
- Joshi, S., Drzal, L., Mohanty, A., & Arora, S. (2004). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Compos A. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 371-376. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2003.09.016>
- Karuppannan Gopalraj, S., & Kärki, T. (2020). A review on the recycling of waste carbon fibre/glass fibre-reinforced composites: fibre recovery, properties and life-cycle analysis. *SN Applied Sciences*, 2(3), 433. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-2195-4>
- Keith, M. J., Oliveux, G., & Leeke, G. A. (2016). Optimisation of solvolysis for recycling carbon fibre reinforced composites. Repéré à <http://www.eccm17.org/>
- Khalil, Y. F. (2018). Comparative environmental and human health evaluations of thermolysis and solvolysis recycling technologies of carbon fiber reinforced polymer waste. *Waste Management*, 76, 767-778. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.03.026>
- Liu, P., & Barlow, C. (2015). An update for wind turbine blade waste inventory. *EWEA (European Wind Energy Association)*.
- Liu, P., & Barlow, C. Y. (2017). Wind turbine blade waste in 2050. *Waste Management*, 62, 229-240. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.02.007>
- Liu, P., Meng, F., & Barlow, C. Y. (2019). Wind turbine blade end-of-life options: An eco-audit comparison. *Journal of Cleaner Production*, 212, 1268-1281. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.12.043>

- Liu, P., Meng, F., & Barlow, C. Y. (2022). Wind turbine blade end-of-life options: An economic comparison. *Resources, Conservation and Recycling*, 180, 106202. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2022.106202>
- Longana, M. L., Yu, H., Lee, J., Pozegic, T. R., Huntley, S., Rendall, T., ... Hamerton, I. (2019). Quasi-Isotropic and Pseudo-Ductile Highly Aligned Discontinuous Fibre Composites Manufactured with the HiPerDiF (High Performance Discontinuous Fibre) Technology. *Materials*, 12(11), 1794. <https://doi.org/10.3390/ma12111794>
- Majewski, P., Florin, N., Jit, J., & Stewart, R. A. (2022). End-of-life policy considerations for wind turbine blades. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 164, 112538. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2022.112538>
- Mallick, P. K. (2007). *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design, Third Edition*. (S.l.) : CRC Press. (Google-Books-ID: eGLLBQAAQBAJ).
- Martinez-Marquez, D., Florin, N., Hall, W., Majewski, P., Wang, H., & Stewart, R. A. (2022). State-of-the-art review of product stewardship strategies for large composite wind turbine blades. *Resources, Conservation & Recycling Advances*, 15, 200109. <https://doi.org/10.1016/j.rcradv.2022.200109>
- Mattsson, C., André, A., Juntikka, M., Tränkle, T., & Sott, R. (2020). Chemical recycling of End-of-Life wind turbine blades by solvolysis/HTL (Vol. 942). Communication présentée au 41st Riso International Symposium on Materials Science: Materials and Design for Next Generation Wind Turbine Blades, 7 September 2020 through 10 September 2020, IOP Publishing Ltd. Repéré à <https://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:ri:diva-50972>
- Meng, F., McKechnie, J., Turner, T. A., & Pickering, S. J. (2017). Energy and environmental assessment and reuse of fluidised bed recycled carbon fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 100, 206-214. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.05.008>
- Mishnaevsky, L. (2021). Sustainable End-of-Life Management of Wind Turbine Blades: Overview of Current and Coming Solutions. *Materials*, 14(5), 1124. <https://doi.org/10.3390/ma14051124>
- Nakagawa, K. S. M. (2014). CFRP recycling technology using depolymerization under ordinary pressure. *No. 56 I March 2014*, 6.
- Ngo, T.-D.). (2020). Introduction to Composite Materials. (S.l.) : (s.n.). <https://doi.org/10.5772/intechopen.91285>

- Oliveux, G., Bailleul, J.-L., & Salle, E. L. G. L. (2012). Chemical recycling of glass fibre reinforced composites using subcritical water. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(11), 1809-1818. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.06.008>
- Oliveux, G., Dandy, L. O., & Leeke, G. A. (2015). Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. *Progress in Materials Science*, 72, 61-99. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.004>
- Onwudili, J. A., Miskolczi, N., Nagy, T., & Lipóczi, G. (2016). Recovery of glass fibre and carbon fibres from reinforced thermosets by batch pyrolysis and investigation of fibre re-using as reinforcement in LDPE matrix. *Composites Part B: Engineering*, 91, 154-161. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.01.055>
- Palmer, J., Savage, L., Ghita, O. R., & Evans, K. E. (2010). Sheet moulding compound (SMC) from carbon fibre recyclate. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(9), 1232-1237. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.05.005>
- Pegoretti, A. (2021). Towards sustainable structural composites: A review on the recycling of continuous-fiber-reinforced thermoplastics. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 4(2), 105-115. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2021.03.001>
- Pender, K., & Yang, L. (2019). Investigation of catalyzed thermal recycling for glass fiber-reinforced epoxy using fluidized bed process. *Polymer Composites*, 40(9), 3510-3519. <https://doi.org/10.1002/pc.25213>
- Pickering, S. J., Kelly, R. M., Kennerley, J. R., Rudd, C. D., & Fenwick, N. J. (2000). A fluidised-bed process for the recovery of glass fibres from scrap thermoset composites. *Composites Science and Technology*, 60(4), 509-523. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00154-2](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00154-2)
- Pickering, S. J., Turner, T. A., Meng, F., Morris, C. N., Heil, J. P., Wong, K. H., & Melendi, S. (2015). Developments in the fluidised bed process for fibre recovery from thermoset composites: 2nd Annual Composites and Advanced Materials Expo, CAMX 2015 (pp. 2384-2394). Repéré à <http://www.scopus.com/inward/record.url?scp=84983207761&partnerID=8YFLogxK>
- Pu, Z., Yang, S., & Wang, Q. (2024). Recycling of waste wind turbine blades for high-performance polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 141(23), e55474. <https://doi.org/10.1002/app.55474>
- Putra, P. H. M., Rozali, S., Patah, M. F. A., & Idris, A. (2022). A review of microwave pyrolysis as a sustainable plastic waste management technique. *Journal of Environmental Management*, 303, 114240. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.114240>

- Rahimizadeh, A., Kalman, J., Fayazbakhsh, K., & Lessard, L. (2019). Recycling of fiberglass wind turbine blades into reinforced filaments for use in Additive Manufacturing. *Composites Part B: Engineering*, 175, 107101. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107101>
- Ramirez-Tejeda, K., Turcotte, D. A., & Pike, S. (2017). Unsustainable Wind Turbine Blade Disposal Practices in the United States. *New solutions: a journal of environmental and occupational health policy*: NS, 26(4), 581-598. <https://doi.org/10.1177/1048291116676098>
- Rani, M., Choudhary, P., Krishnan, V., & Zafar, S. (2021). A review on recycling and reuse methods for carbon fiber/glass fiber composites waste from wind turbine blades. *Composites Part B: Engineering*, 215, 108768. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108768>
- Rimmel, O., May, D., Goergen, C., Poeppel, A., & Mitschang, P. (2018). Development and validation of recycled carbon fiber-based binder tapes for automated tape laying processes. *Journal of Composite Materials*, 53, 002199831882042. <https://doi.org/10.1177/0021998318820422>
- Rybicka, J., Tiwari, A., Alvarez Del Campo, P., & Howarth, J. (2015). Capturing composites manufacturing waste flows through process mapping. *Journal of Cleaner Production*, 91, 251-261. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.12.033>
- Sakellariou, N. (2018). Current and potential decommissioning scenarios for end-of-life composite wind blades. *Energy Systems*, 9(4), 981-1023. <https://doi.org/10.1007/s12667-017-0245-9>
- Sokoli, H. U., Simonsen, M. E., & Søgård, E. G. (2017). Investigation of degradation products produced by recycling the solvent during chemical degradation of fiber-reinforced composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 36(17), 1286-1296. <https://doi.org/10.1177/0731684417707060>
- Sommer, V., Stockschröder, J., & Walther, G. (2020). Estimation of glass and carbon fiber reinforced plastic waste from end-of-life rotor blades of wind power plants within the European Union. *Waste Management*, 115, 83-94. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2020.06.043>
- Song, Y. S., Youn, J. R., & Gutowski, T. G. (2009). Life cycle energy analysis of fiber-reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(8), 1257-1265. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.05.020>
- Straits Research. (2022). Global Plastic Injection Molding Market Size, Suppliers, Report to 2032. *Straits Research*. Repéré à <https://straitsresearch.com/report/plastic-injection-molding-market>

- Tittarelli, F., & Shah, S. P. (2013). Effect of low dosages of waste GRP dust on fresh and hardened properties of mortars: Part 1. *Construction and Building Materials*, 47, 1532-1538. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.043>
- Turner, T. A., Warrior, N. A., & Pickering, S. J. (2010). Development of high value moulding compounds from recycled carbon fibres. *Plastics, Rubber and Composites*, 39(3-5), 151-156. <https://doi.org/10.1179/174328910X12647080902295>
- Wang, Y., Cui, X., Yang, Q., Deng, T., Wang, Y., Yang, Y., ... Hou, X. (2015). Chemical recycling of unsaturated polyester resin and its composites via selective cleavage of the ester bond. *Green Chemistry*, 17(9), 4527-4532. <https://doi.org/10.1039/C5GC01048A>
- Witten, D. E., & Mathes, V. (2020). The Market for Glass Fibre Reinforced Plastics (GRP) in 2020.
- Wu, M.-S., Centea, T., & Nutt, S. R. (2018). Compression molding of reused in-process waste – effects of material and process factors. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*. Repéré à https://www.researchgate.net/publication/322532528_Compression_molding_of_reused_in-process_waste_-_effects_of_material_and_process_factors
- Yang, P., Zhou, Q., Li, X.-Y., Yang, K.-K., & Wang, Y.-Z. (2014). Chemical recycling of fiber-reinforced epoxy resin using a polyethylene glycol/NaOH system. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(22), 2106-2114. <https://doi.org/10.1177/0731684414555745>
- Yousef, S., & Kalpokaitė-Dičkuvienė, R. (2024). Sustainable mortar reinforced with recycled glass fiber derived from pyrolysis of wind turbine blade waste. *Journal of Materials Research and Technology*, 31, 879-887. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.06.134>
- Yu, H., Potter, K. D., & Wisnom, M. R. (2014). A novel manufacturing method for aligned discontinuous fibre composites (High Performance-Discontinuous Fibre method). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 65, 175-185. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.06.005>
- Yuyan, L., Linghui, M., Yudong, H., & Lixun, L. (2006). Method of Recovering the Fibrous Fraction of Glass/Epoxy Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 25(14), 1525-1533. <https://doi.org/10.1177/0731684406066748>
- Zhang, H., Zheng, N., Xing, T., Zhang, G., Cao, D., Bai, Y., ... Peng, S. (2024). Study on the characteristics of glass fiber-reinforced polymers from recycled wind turbine blades as reinforcement in particleboard. *Polymer Composites*, 45(12), 10865-10879. <https://doi.org/10.1002/pc.28514>

- Zhang, J., Lin, G., Vaidya, U., & Wang, H. (2023). Past, present and future prospective of global carbon fibre composite developments and applications. *Composites Part B: Engineering*, 250, 110463. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.110463>
- Zhong, W., Li, F., Zhang, Z., Song, L., & Li, Z. (2001). Short fiber reinforced composites for fused deposition modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 301(2), 125-130. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01810-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01810-4)