



**“Informe de caracterización físico-química de los materiales compuestos reforzados
con fibras celulósicas”**

POCTEFA 2014/2020 (EFA253/16), 2018-2020

Entregable 5.3.1

Octubre de 2019



1. Antecedentes y contextualización

La acción 5 del proyecto Bioplast tiene por objetivo la obtención de plásticos biobasados para su aplicación en el ámbito agroalimentario. Estos también denominados bioplásticos, específicamente en este proyecto, se contextualizan en el sector de los materiales compuestos reforzados con fibras celulósicas.

La fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras está dirigida a la adquisición de materiales con propiedades mejoradas comparadas a las de la matriz polimérica.

Otra de las razones por las que se diseñan este tipo de materiales viene condicionada por el precio de producción de la matriz polimérica, y en la situación sociocultural actual cobra mayor relevancia.

En el mercado podemos encontrar materiales poliméricos de base poliolefínica, como el polipropileno (PP) o el polietileno (PE) con un precio productivo próximo a los 1500€ por tonelada. La situación actual de emisión de gases de efecto invernadero, así como el almacenamiento de plásticos en los mares y océanos esta abocando a nuestra sociedad a introducir un cambio de paradigma drástico en la concepción de nuevos materiales, obligado a la búsqueda de alternativas más plausibles desde el punto de vista ambiental y de sostenibilidad. Así la introducción en el mercado de matrices poliméricas procedentes de recursos naturales y que incluso tengan capacidad biodegradativa está centrando gran parte de los esfuerzos en investigación. Como hándicap de esta vertiente nos encontramos el mayor precio de producción de estos materiales, por ejemplo 2000€/ton para el caso del poliláctico (PLA) o incluso de más de 10000€ por tonelada en el caso del PHB.

La incorporación de fibras celulósicas a estos materiales puede ser enfocada como un mecanismo para mejorar el material haciéndolo útil en aplicaciones de mayores solicitaciones técnicas o incluso, si el refuerzo es mucho más económico de la matriz, como una solución para disminuir el precio de producción del material, mateniendo aproximadamente las características del material polimérico.

En el entregable 5.2.1 se fabricaron nuevos bioplásticos a partir del uso de PHB (Biomer P209) reforzado con fibras celulósicas provenientes del cultivo de la cebada (particularmente de la paja de la cebada). Así mismo, la producción, modificación físico-química y caracterización de las fibras fue reportada en el entregable 5.1.1.

2. Objetivo.

Transformación en pieza de caracterización y caracterización físico-químicamente de los materiales compuestos basados en PHB Biomer P209 reforzados con fibras celulósicas obtenidas a partir de la paja de cebada y tratadas según diferentes metodologías físico-químicas.

Estas caracterizaciones serán: mecánicas (estudios bajo esfuerzos a tracción, flexión e impacto), térmicas (DSC, TGA), dimensional (capacidad de absorción de agua y estudio de la densidad) y morfológicas (microscopía electrónica de barrido).

3. Metodología.

Materiales fabricados

La nomenclatura seguida para denominar los materiales fabricados es la mostrada en la tabla 1:

Acrónimo	Tipo de refuerzo	Observaciones
PHB	Ninguno	Formulación control
PHB-OMBF	Paja de cebada triturada	Rango de refuerzo: 10-30%
PHB+DFBF	Paja desfibrada	Rango de refuerzo: 10-30%
PHB+DBF	Paja deslignificada (cocción)	Rango de refuerzo: 10-30%
PHB+BBF	Paja blanqueada (oxidada)	Rango de refuerzo: 10-30%

Tabla 1. Nomenclatura utilizada para la designación de los materiales fabricados en este proyecto.

Transformación del composite en pieza de caracterización

La metodología utilizada para la obtención de pieza de caracterización ha sido la inyección-moldeo, utilizando una máquina de inyección de plásticos Allrounder-220 ARBURG (Eschweiler, Alemania).

En la tabla 2 se recogen las condiciones de transformación de los materiales.

Parámetro	Valor
Tª 1ª zona (°C)	160
Tª 2ª zona (°C)	165
Tª 3ª zona (°C)	165
Tª boquilla (°C)	158
Presión inyección (bar)	300-400
Carga (cm ³)	27-27,5
Velocidad post inyección (cm ³ /s)	10
1ª presión post inyección (bar)	190
2ª Presión post inyección (bar)	210
3ª inyección post inyección (bar)	190

Tabla 2. Condiciones de transformación de los materiales compuestos reforzados con fibras procedentes de la paja de cebada.

Las muestras se inyectan en un régimen semiautomático.

Acondicionamiento de muestras

Previamente a la caracterización de los materiales compuestos las muestras se estabilizaron siguiendo el estándar ASTM D618, a 23°C y 50% de humedad relativa (RH). Este proceso se llevó a cabo en una cámara climática fabricada por Dycomental (Sant Boi de Llobregat, España), la cual cuenta con una capacidad de 1 m³ y permite trabajar en un rango de temperaturas entre 30 y 150°C.

Caracterización mecánica: ensayo a tracción

Se han inyectado y ensayado muestras de materiales de acuerdo con la norma ISO 527. Se ha fijado una carga inicial de 0N, una distancia inicial entre mordazas de 115mm así como una velocidad de desplazamiento de la mordeza móvil de 2 mm/min. Los ensayos se han llevado a cabo a temperatura ambiente. Se han ensayado un mínimo de 10 muestras con la finalidad de aceptar un mínimo de 5. Las propiedades estudiadas han sido: Módulo de Young (utilizando extensómetro), resistencia máxima y deformación a resistencia máxima.

Caracterización mecánica: ensayo a flexión

Se han inyectado y ensayado muestras de materiales de acuerdo con la norma ISO 178. La temperatura de ensayo ha sido temperatura ambiente. Se ha determinado la resistencia máxima a flexión así como el módulo elástico a flexión.

Caracterización mecánica: ensayo a impacte

Se han inyectado y ensayado muestras de materiales de acuerdo con las normas ISO 179 (ensayo Charpy, con probetas con y sin entalla). La energía entregada por el impactómetro al material se ha determinado con un equipo Resil 5,5, fabricado por Ceast (Pianezza, Italia).

Determinación de la densidad de los materiales

La densidad de los materiales se ha estudiado vía experimental utilizando la metodología del picnómetro aplicando la siguiente ecuación.

Estudio morfológico de la fractura

La superficie de fractura de las probetas de los materiales ensayados a tracción fueron caracterizadas mediante observación a través de un microscopio electrónico de barrido (Zeiss DSM 960). Las muestras se metalizaron mediante la deposición de una capa nanométrica de oro en su superficie.

Estudio térmico mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En un equipo Q2000 (TA Instruments, New Castle, USA) las muestras de los materiales compuestos se sometieron a una rampa de calentamiento de 10°C/min, iniciada a 30°C y finalizada a 180°C, manteniendo una atmósfera inerte mediante la inyección de un caudal de 40 mL/min de nitrógeno seco. Se realizaron dos barridos en estas condiciones con el fin de eliminar la historia térmica del material.

Estudio de la estabilidad térmica mediante análisis termogravimétrico (TGA)

En una termobalanza SDTA 851 (Mettler Toledo) se sometió a cada material fabricado en este proyecto a una rampa de temperaturas (10°C/min) iniciada a temperatura ambiente y finalizada a 700°C en atmósfera inerte (40 mL/min) de nitrógeno seco. Se registra la pérdida de peso conforme se incrementaba la temperatura, así como la derivada de esta función respecto de la temperatura.

Absorción de humedad

Muestras de cada material se han sometido a un estudio de hidratación por inmersión en agua destilada, estabilizada a 23°C. Las muestras se han extraído y pesado a diferentes tiempos de exposición al medio hidratante y posteriormente se han sometido al medio acuoso para un nuevo periodo de hidratación. El estudio ha permitido determinar el grado de hidratación de las muestras según la siguiente ecuación:

$$\%H = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100$$

siendo m_t y m_0 el peso de la muestra a tiempo t y a tiempo 0, respectivamente.

4. Resultados i discusión.

El estudio de la densidad de los materiales revela un incremento de la densidad conforme se incrementa el contenido de fibra de cebada en el material. Este resultado es coherente con la diferencia de densidades que tiene el PHB (1200 kg/m³) y se muestra en la figura 1.

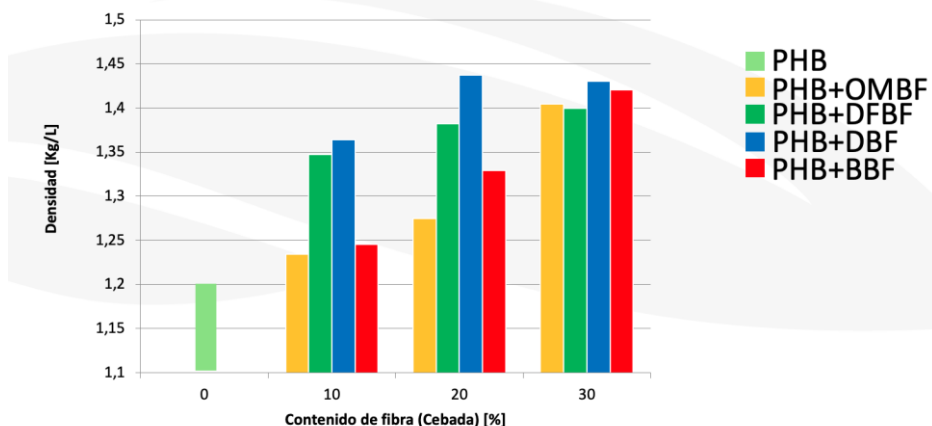


Figura 1. Resultados del estudio de la densidad.

El estudio mecánico bajo esfuerzos a tracción revela la limitada capacidad de refuerzos de las fibras celulósicas. En la figura 2 se muestran los resultados de resistencia máxima a tracción (UTS), módulo de Young y deformación a rotura (%). La incorporación de crecientes porcentajes de fibra celulósica, ya sea la fibra original (OMBF) o aquellas en las que se ha ejecutado algún proceso físico (desfibrado, DFBF) o químico (DBF/BBF) no aporta ningún tipo de mejora de la resistencia mecánica. De hecho en diferentes casos, como es la fibra original OMBF hay una pérdida substancial de resistencia conforme se incrementa el porcentaje de fibra en el material compuesto. Tal y como se describirá en el estudio microscópico la medida de partícula así como la heterogeneidad de ésta condiciona una buena transferencia de esfuerzos desde la matriz.

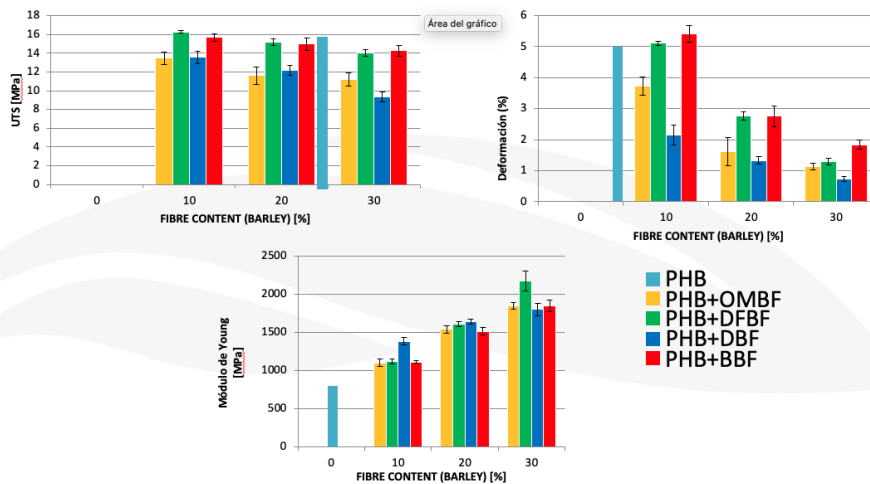


Figura 2. Resultados del estudio mecánico bajo esfuerzos a tracción.

En el punto opuesto destaca la fibra a la que únicamente se ha aplicado un proceso de físico de individualización de las fibras (DFBF), la cual permite mantener en buena medida las propiedades de la matriz.

El resultado de incremento de la rigidez del material conforme se incrementa el contenido en fibra celulósica está ampliamente reportado en la bibliografía[1][2]. En es caso los materiales reforzados con fibra de paja de cebada incrementan de forma lineal el módulo de Young, desde el valor del PHB, inferior a 1GPa, hasta valores superiores a los 2 GPa para la formulación reforzada con un 30% de fibra DFBF, la cual es la que presenta mejor rendimiento

mecánico a elevados porcentajes de refuerzo.

El estudio mecánico bajo esfuerzos a tracción finalizada con el estudio de la capacidad de deformación del material, la cual disminuye conforme se incrementa el porcentaje de fibra, hecho que está también ampliamente reportado en la literatura[3]. La incorporación de un refuerzo más rígido que la propia matriz polimérica provoca una limitación de movimiento de las cadenas poliméricas de la matriz, hecho que dificulta su deformabilidad. En este sentido el material que presenta menor pérdida de esta propiedad es el resultante de incorporar las fibras blanqueadas (oxidadas).

También se realizó el correspondiente estudio mecánico bajo esfuerzos a flexión. Este modo mecánico es una combinación entre un esfuerzo a compresión y otro a tracción y el resultado se muestra en la figura 3. La evolución de las propiedades es similar a la obtenida bajo esfuerzos a tracción, aunque comportamiento de los materiales reforzados mejora ligeramente. Teniendo en cuenta la inversión realizada en la preparación de las fibras DFBF, la cual únicamente es la energía del molino Sprout-Waldron, y las propiedades obtenidas nos conduce a pensar que nuevamente ésta es la formulación con mayor aplicabilidad.

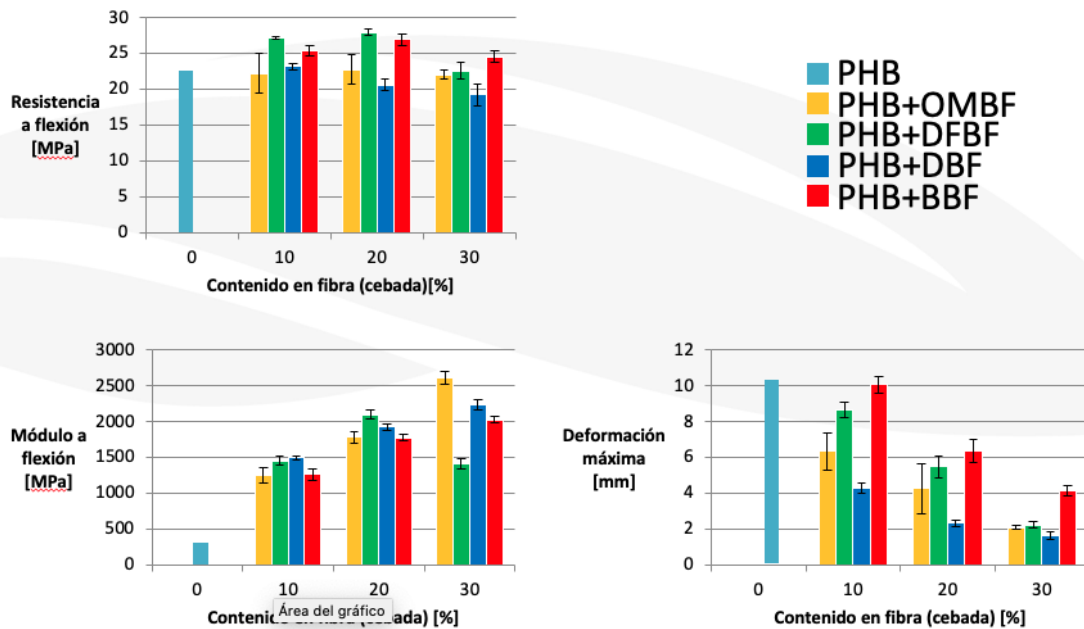


Figura 3. Resultados del estudio mecánico bajo esfuerzos a flexión.

Los resultados correspondientes al estudio bajo esfuerzos a impacto (Charpy) se resume en la tabla 3. Se puede observar que el valor correspondiente a la energía asociada al impacto sin entalla (I_{un}) es muy superior al obtenido cuando la muestra ya tiene practicada una entalla, a través de la cual progresa la fractura[4]. Por lo tanto cabe destacar que en el impacto la mayor cantidad de energía absorbida por el material se utilizada para generar el defecto que da como resultado el inicio de la fractura. Por otro lado también se observa que el material reforzado con las fibras originales molidas, es decir OMBF, presenta una energía de impacto sin entalla significativamente inferior a la de los materiales formulados con las fibras a las cuales se han aplicado las modificaciones físico-químicas. Este hecho está de acuerdo con los observado en el estudio a tracción y flexión y se relaciona con la gran dispersidad de tamaños de partícula, tal y como se corroborará con el estudio microscópico. Los formulaciones reforzadas con las fibras modificadas, para iguales valores de cantidad de refuerzo, los resultados no muestran diferencias significativas atendiendo a los valores de la dispersión de resultados representados mediante la desviación estándar. Es por ello que nuevamente la formulación reforzada con DFBF se considera como la más adecuada, evitando así posteriores modificaciones que no incrementan estadísticamente las propiedades, pero sí el precio de producción.

		$I_{un} (KJ \cdot m^{-2})$	$I_n (KJ \cdot m^{-2})$
	PHB		12,0±1,6
OMBF	PHB+10	18,8±3,8	3,9±1,3
	PHB+20	8,2±2,3	3,5±0,4
	PHB+30	6,8±1,3	3,8±0,3
DFBF	PHB +10	30,0±5,7	5,2±0,3
	PHB +20	15,7±1,9	4,6±0,4
	PHB +30	6,1±0,8	2,7±0,3
DBF	PHB+10	16,4±1,1	3,5±0,4
	PHB+20	12,1±1,8	3,7±0,1
	PHB+30	5,1±0,3	2,5±0,5
BBF	PHB +10	33,9±4,2	6,4±0,3
	PHB +20	18,1±2,9	4,9±0,1
	PHB +30	10,9±1,7	4,5±0,2

Tabla 3. Resultados del estudio mecánico bajo esfuerzos a impacto.

El estudio térmico, efectuado utilizando la técnica de la calorimetría diferencia de barrido (DSC) se muestra en la figura 4. Se puede observar que la matriz polimérica de las formulaciones reforzadas con las fibras de paja de cebada modificadas conserva la capacidad de cristalización. De hecho aparecen nuevas bandas de absorción energética (procesos de fusión del polímero) a temperaturas ligeramente más bajas de la de la matriz pura, fenómeno que se relaciona con procesos de nucleación[5] de la matriz en presencia de las fibras, y que son mucho más significativos cuanto mayor es el contenido de fibras en el material compuesto. Adicionalmente también se observa un ligero desplazamiento de las bandas de absorción (fusión del polímero) hacia temperaturas inferiores, relacionándose el resultado con la formación de cristales más defectuosos atribuido a la presencia de las fibras, las cuales deforman la celda unidad de cristalización del PHB.

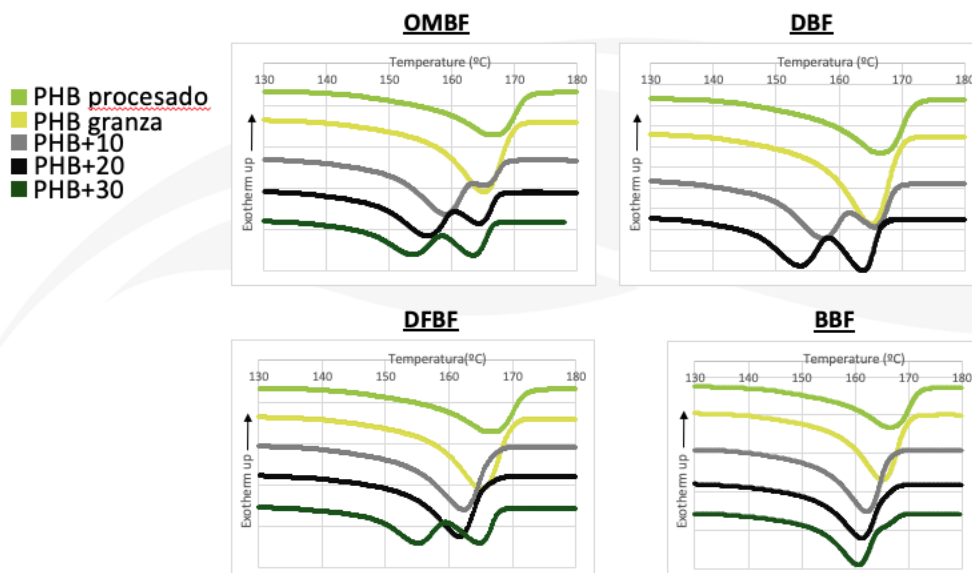


Figura 4. Resultados del estudio térmico mediante calorimetría diferencia de barrido (DSC).

El estudio de estabilidad térmica, realizado en una termobalanza analítica (TGA) se muestra en la figura 5, donde se puede observar que la presencia de las fibras celulósicas reduce la resistencia térmica del material. Esta disminución de la temperatura a la cual la pérdida de peso es máxima, es decir en el punto de inflexión de la función de pérdida de peso respecto la temperatura, se encuentra entorno a los 50°C. Dada la aplicación que se pretende para estos materiales esta temperatura de degradación está sumamente lejos de la temperatura

de uso (temperatura ambiente) con lo cual el refuerzo del PHB no presenta ninguna limitación a su uso, no observándose ninguna pérdida de peso en este intervalo de temperaturas.

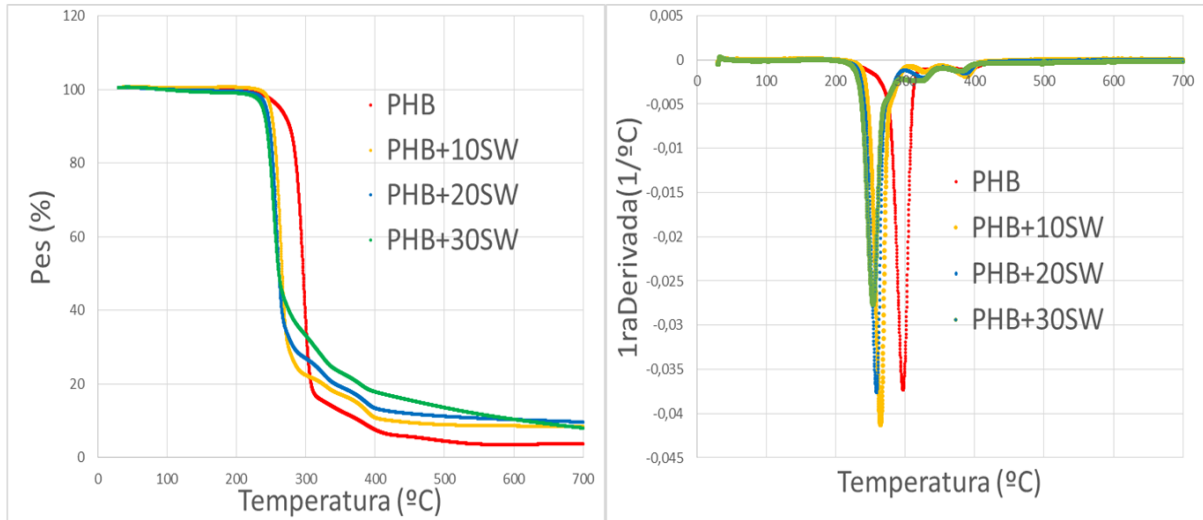


Figura 5. Resultados del estudio de la resistencia térmica de los materiales compuestos (TGA)

El estudio morfológico de la superficie de fractura obtenida después de ensayar los materiales bajo esfuerzos a tracción confirma las hipótesis planteadas, aceptándose que los procesos de modificación, fundamentalmente los químicos, generan mayor interacción entre las fibras celulósicas, dando lugar a la formación de agregados fibrosos, de medida heterogénea. Estos factores condicionan la dispersabilidad de las fibras en el seno de la matriz polimérica y consecuentemente una peor distribución de los esfuerzos a lo largo del material. En las siguientes figuras se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido que muestran este fenómeno.

OMBF

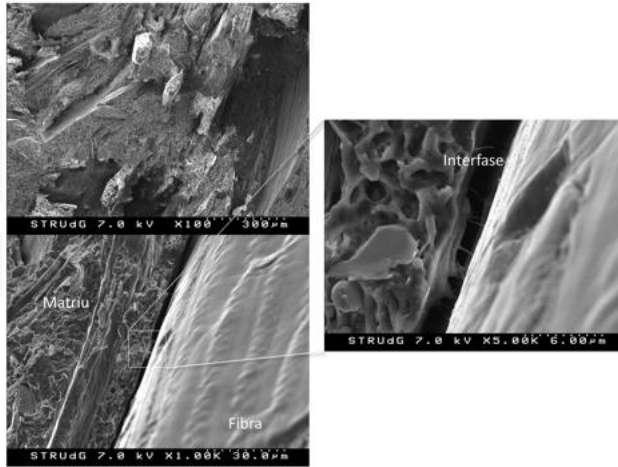


Figura 6. Imágenes SEM de la superficie de fractura de la formulación PHB+30 OMBF.

En el caso particular de los materiales reforzados con las fibras originales trituradas, es decir OMBF, incluso también se observa la formación de interfases fibra matriz, espacios vacíos de material, que nuevamente condicionan baja respuesta mecánica del material. Esta interfase es la respuesta a la baja compatibilidad de las fibras debido a la presencia de lignina en su estructura.

os materiales reforzados con fibras desfibradas, DFBF, presentan una mejor compatibilización atribuida al proceso de individualización y consecuentemente de dispersión de las fibras en la matriz. La figura 7 muestra un material en el cual es bastante difícil poder observar grandes interfases entre la fibra y el material de refuerzo, hecho que provoca el increment de respuesta mecánica del material, tal y como se ha mencionado anteriormente.

DFBF

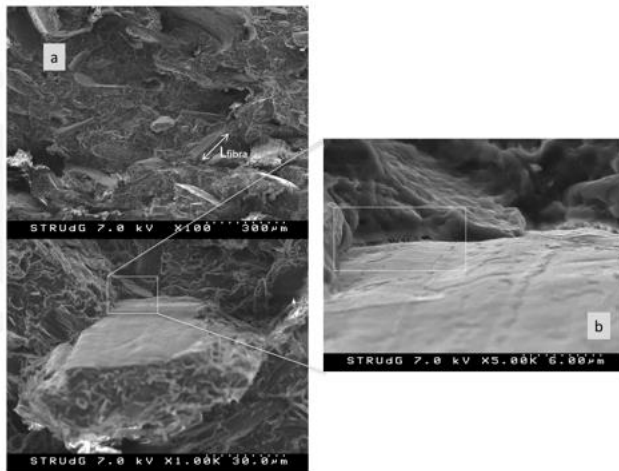


Figura 7. Imágenes SEM de la superficie de fractura de la formulación PHB+30 DFBF.

En los materiales reforzados con DBF y BBF se puede observar un agente de refuerzo en el cual la medida de partícula es inferior, pero formando agregados que finalmente también dificultan la distribución de esfuerzos a lo largo de la matriz (figura 8 y figura 9).

DBF

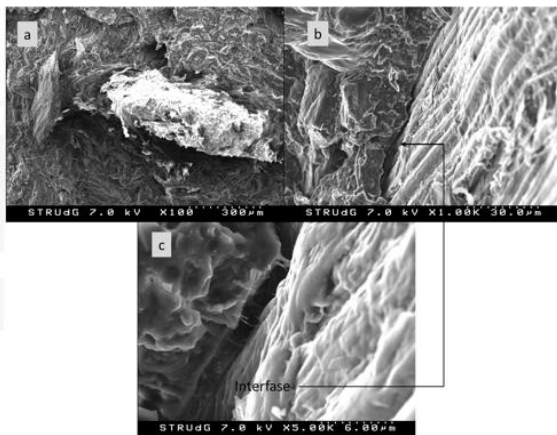


Figura 8. Imágenes SEM de la superficie de fractura de la formulación PHB+30 DBF.

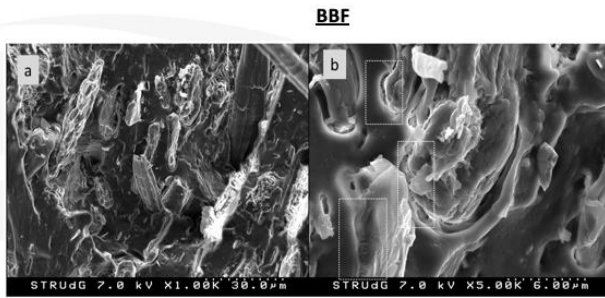


Figura 9. Imágenes SEM de la superficie de fractura de la formulación PHB+30 BBF.

El estudio de caracterización de los materiales finaliza con la determinación de la capacidad de absorción y retención de agua. La figura 10 muestra el resultado del perfil de hidratación de los materiales, así como del valor máximo de agua absorbida para todas las formulaciones desarrolladas en este trabajo.

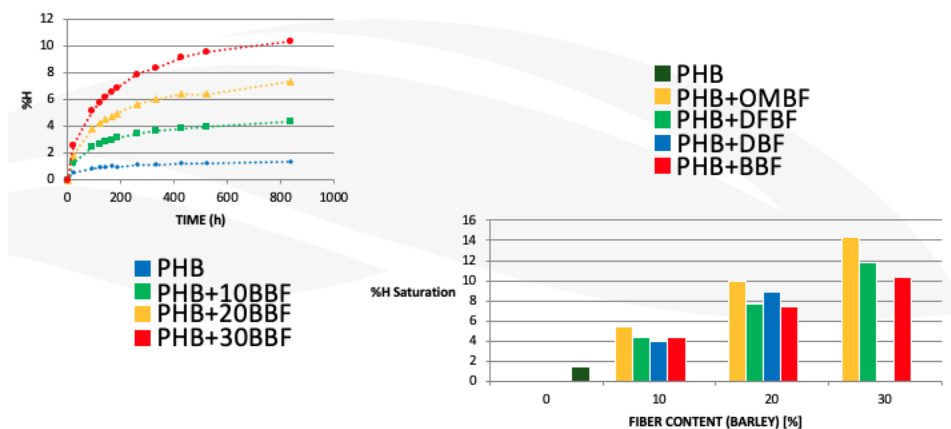


Figura 10. Resultados del estudio de absorción de agua.

A medida que se incrementa el contenido de fibra en la matriz polimérica también se incrementa el contenido de agua retenida. Este hecho se debe a la propia naturaleza hidrofílica de estas fibras contrapuesta a la naturaleza hidrofóbica de la matriz polimérica. Esta moderada capacidad de absorción de agua condiciona una mayor susceptibilidad del material al medio, hecho que puede colaborar en la biodegradación futura del material.

5. Conclusiones

- Los materiales presentan una buena transformabilidad atendiendo a las bajas dispersiones de resultados que presentan las propiedades mecánicas, hecho que se relaciona con una buena compactación evitando dejar espacios vacíos en las probetas de ensayo.
- La incorporación de fibras celulósicas procedentes del cultivo de la cebada (paja de cebada) no provoca una mejora de las propiedades mecánicas tales como resistencias mecánicas, hecho que obliga a considerarlas como un agente de carga más que de refuerzo. Por otro lado sí que hay un incremento en la rigidez del material visualizado en los crecientes valores de módulo de Young y módulo elástico a flexión. Tal y como cabía esperar, este incremento en la rigidez condiciona una drástica caída de la capacidad de deformación del material.
- El estudio de impacto pone de manifiesto el buen comportamiento del material si no tiene defectos iniciales, necesitándose cantidades energéticas superiores para dañar físicamente el material. Una vez el defecto es presente en el material la energía necesaria para fragmentarlo por impacto cae de forma drástica.
- El PHB en el material compuesto no pierde su capacidad de cristalización, aunque los cristales obtenidos se prevén más pequeños con temperaturas de fusión inferiores. El estudio de la resistencia térmica pone de manifiesto la bajada de resistencia térmica de los materiales compuestos, atribuida a la presencia de las fibras celulósicas, cuya temperatura de degradación es inferior a la de la matriz polimérica.
- La capacidad de absorción de agua se incrementa con el contenido en fibra celulósica. Dada la susceptibilidad hidrolítica que presenta el PHB se considera que este factor es positivo para un material que se prevé biodegradable una vez ha finalizado su vida útil.
- Finalmente, atendiendo a criterios técnicos, soportados con los resultados expuestos en este documento, a criterios económicos y la aplicación para la que se han diseñado estos materiales se considera que las fibras que han sufrido el proceso de desfibrado DFBF son las más adecuadas para los materiales desarrollados en este trabajo cuya finalidad es su uso en aplicaciones agrícolas.

6. Referencias

- [1] Delgado-Aguilar M, Julián F, Tarrés Q, Méndez JA, Mutjé P, Espinach FX. Bio composite from bleached pine fibers reinforced polylactic acid as a replacement of glass fiber reinforced polypropylene, macro and micro-mechanics of the Young's modulus. *Compos Part B Eng* 2017;125. doi:10.1016/j.compositesb.2017.05.058.
- [2] Mutjé P, Vallejos ME, Gironès J, Vilaseca F, López a., López JP, et al. Effect of maleated polypropylene as coupling agent for polypropylene composites reinforced with hemp strands. *J Appl Polym Sci* 2006;102:833–40. doi:10.1002/app.24315.
- [3] Oliver-Ortega H, Granda LA, Espinach FX, Mendez JA, Julian F, Mutjé P. Tensile properties and micromechanical analysis of stone groundwood from softwood reinforced bio-based polyamide11 composites. *Compos Sci Technol* 2016;132:123–30. doi:10.1016/j.compscitech.2016.07.004.
- [4] Méndez J, Ardanuy M, Tarrés Q, Mutjé P, Espinach F, Oliver-Ortega H. Impact Strength and Water Uptake Behaviors of Fully Bio-Based PA11-SGW Composites. *Polymers (Basel)* 2018;10:717. doi:10.3390/polym10070717.
- [5] Granda LA, Méndez JA, Espinach FX, Puig J, Delgado-Aguilar M, Mutjé P. Polypropylene reinforced with semi-chemical fibres of *Leucaena collinsii*: Thermal properties. *Compos Part B Eng* 2016;94:75–81. doi:10.1016/j.compositesb.2016.03.017.

APORTACIÓN CATAR-CRITT

Rapport sur la caractérisation physico-chimique des matériaux composites renforcés de fibres cellulosiques.

Responsable : UdG-LEPAMAP

Autre participant : CATAR CRITT Agroressources

Dans le cadre du projet **BIOPLAST**, des éprouvettes normalisées ont été injectées par le CATAR CRITT Agroressources à partir des granulés issus du compoundage bi-vis (cf. livrable n° 31). Ces injections ont été réalisées à l'aide d'une presse à injecter de type FANUC (Japon) S-2000 i 100A. Les conditions de température à l'injection étaient les suivantes :

- Zone d'alimentation : 20 °C.
- Zones 1 à 3 le long de la vis de plastification : 180-160-150 °C.
- Buse : 140 °C.
- Moule : 30 °C.

À partir de ces éprouvettes normalisées, différents tests ont ensuite été effectués :

- Densité des pièces injectées (**Figure 33.1**).
- Tenue mécanique en traction selon la norme ISO 527-4:1997 (**Figure 33.2**).
- Tenue mécanique en flexion selon la norme ISO 178:2010 (**Figure 33.3**).
- Tenue à l'eau après 24 h d'immersion selon la norme ISO 16983:2003 (**Figure 33.4**).
- Comportement mécanique après vieillissement accéléré (**Tableau 33.1 & Tableau 33.2**).

Les résultats de ces différents tests sont donnés ci-dessous :

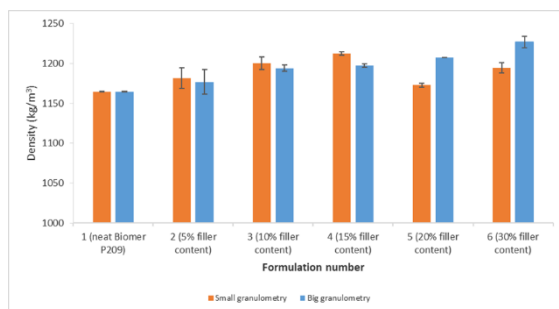


Figure 33.1 :
Densité des pièces injectées.

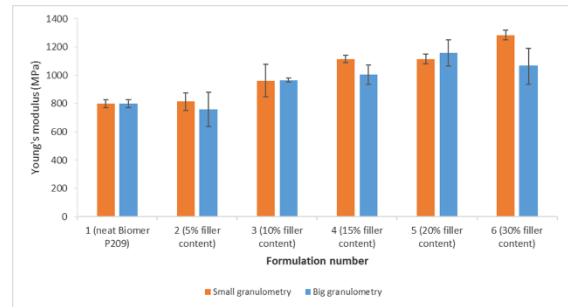
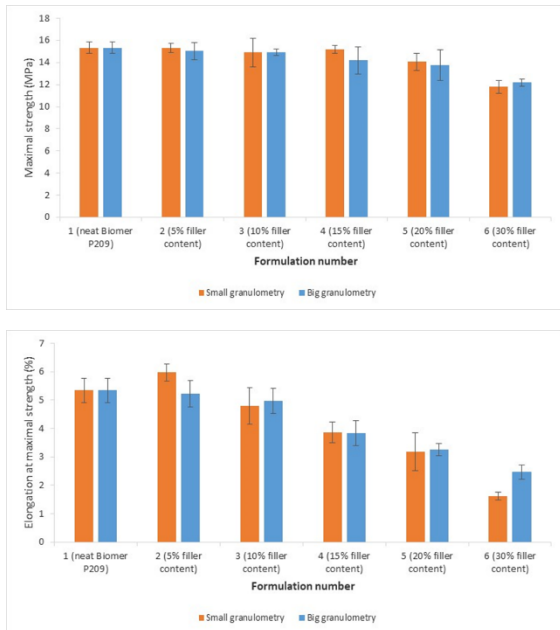


Figure 33.2 :

Tenue mécanique en traction (de gauche à droite et de haut en bas : contrainte maximale, module d'Young & élongation à la contrainte maximale).

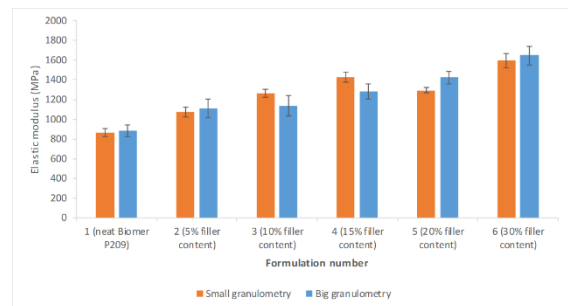
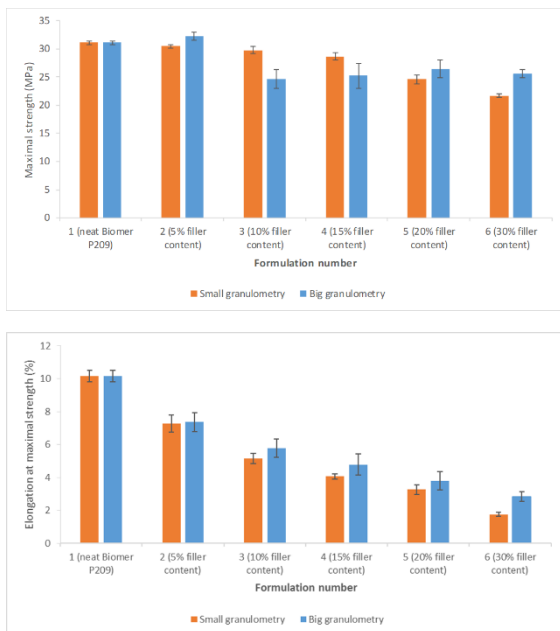


Figure 33.3 :

Tenue mécanique en flexion (de gauche à droite et de haut en bas : contrainte maximale, module élastique & élongation à la contrainte maximale).



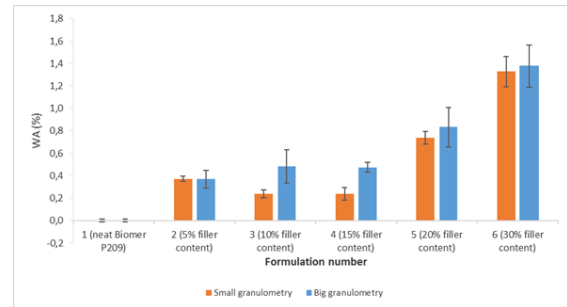
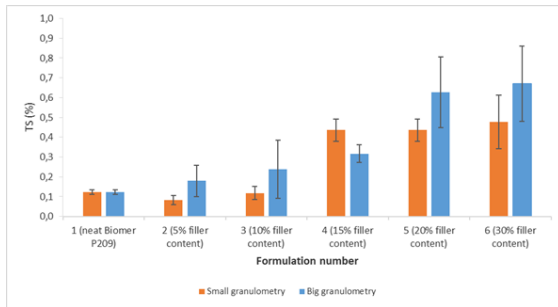


Figure 33.4 :

Tenue à l'eau après 24 h d'immersion (de gauche à droite : TS, gonflement en épaisseur ; WA, masse d'eau absorbée).

Concernant les essais de vieillissement accéléré, ils ont été réalisés selon la norme ISO 9142:2003. Le vieillissement climatique a été appliqué de façon cyclique ; il impliquait les gammes de variation suivantes (un cycle toutes les 24 h ; 4 semaines pour la durée totale de vieillissement).

- Humidité (de 50% à 90% HR).
- Froid (jusqu'à -20 °C).
- Chaleur (jusqu'à 70 °C).

Le vieillissement a été mené sur deux biocomposites différents :

- Celui chargé à 5% de paille d'orge broyée (petite granulométrie, PG) : formulation n° 2.
- Celui chargé à 30% de paille d'orge broyée (grosse granulométrie, GG) : formulation n° 6'.

Le **Tableau 33.1** mentionne les propriétés mécaniques en traction avant et après vieillissement. Le **Tableau 33.2** mentionne quant à lui les propriétés mécaniques en flexion avant et après vieillissement

Tableau 33.1 :

Évolution des propriétés mécaniques en traction avant et après vieillissement accéléré.

	Maximal strength (MPa)		Young's modulus (MPa)		Elongation at maximal strength (%)	
	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>
5% - SG	15.3±0.4	12.1±0.9	813±64	1201±63	6.0±0.3	2.2±0.3
30% - BG	12.2±0.3	8.5±1.3	1065±127	1450±202	2.5±0.3	1.1±0.2

Tableau 33.2 :

Évolution des propriétés mécaniques en flexion avant et après vieillissement accéléré.

	Maximal strength (MPa)		Elastic modulus (MPa)		Elongation at maximal strength (%)	
	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>	<i>BEFORE</i>	<i>AFTER</i>
5% - SG	30.5±0.3	13.3±0.3	1074±46	683±32	7.3±0.5	4.2±0.4
30% - BG	25.6±0.7	9.7±1.6	1645±94	791±102	2.8±0.3	2.1±0.3

L'Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG) des différentes formulations composites a également été effectuée. Les résultats obtenus sur les formulations contenant la petite granulométrie (PG) de paille d'orge broyée sont donnés en **Figure 33.5**. D'ailleurs, aucune différence de comportement n'a été observée entre les deux granulométries.

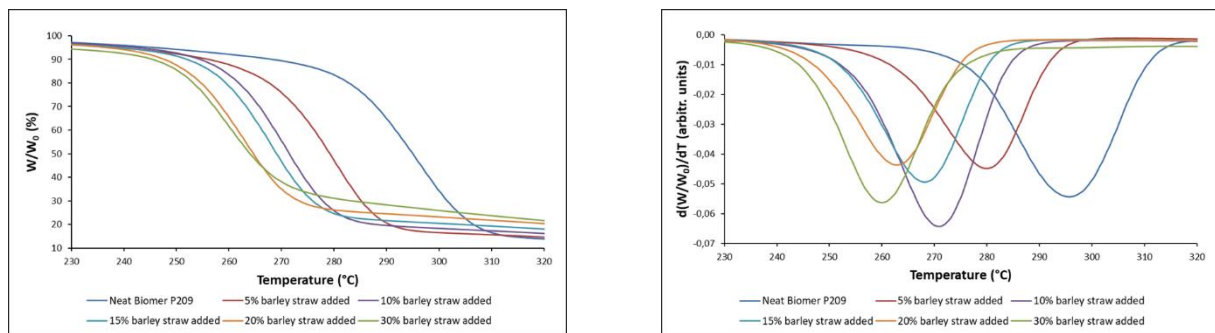


Figure 33.5 :

Courbes ATG (à gauche) & DTG (à droite) obtenues pour les formulations contenant la petite granulométrie (PG) de paille d'orge broyée.