HAL
open science

Étude d'un procédé de traitement innovant des fibres de chanvre sous condition de fluide supercritique et propriétés induites

Camille François, Laurent Plasseraud, Sylvie Pourchet, Gilles Boni, Vincent Placet, Stéphane Fontaine, Johnny Beaugrand, Dominique Champion

To cite this version:

Camille François, Laurent Plasseraud, Sylvie Pourchet, Gilles Boni, Vincent Placet, et al.. Étude d'un procédé de traitement innovant des fibres de chanvre sous condition de fluide supercritique et propriétés induites. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621579

HAL Id: hal-01621579

https://hal.science/hal-01621579v1

Submitted on 23 Oct 2017

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

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

Étude d'un procédé de traitement innovant des fibres de chanvre sous conditions de fluide supercritique et propriétés induites

Study of an innovative treatment process on hemp fibres under supercritical fluid conditions and resulting properties

Camille François[1,2,3], Laurent Plasseraud[2], Sylvie Pourchet[2], Gilles Boni[2], Vincent Placet[3], Stéphane Fontaine[1], Johnny Beaugrand[4], Dominique Champion[5]

1 : Univ. Bourgogne Franche-Comté
DRIVE EA1859
Rue Melle Bourgeois, F-58000 Nevers
camille.francois@u-bourgogne.fr
stephane.fontaine@u-bourgogne.fr

2 : Univ. Bourgogne Franche-Comté
ICMUB UMR6302, CNRS
Av A. Savary, F-21000 Dijon
laurent.plasseraud@u-bourgogne.fr
sylvie.pourchet@u-bourgogne.fr
Gilles.boni@u-bourgogne.fr

3 : Univ. Bourgogne Franche-Comté
FEMTO-ST Institute, CNRS-UFC-ENSMM-UTBM
Rue de l'Epitaphe, F-25000 Besançon
vincent.placet@univ-fcomte.fr

4 : Univ. Reims Champagne-Ardenne
INRA UMR 614 FARE
Esplanade Roland Garros, F-51100 Reims
johnny.beaugrand@reims.inra.fr

5 : Univ. Bourgogne Franche-Comté
UMR PAM
Esplanade Erasme, F-21000 Dijon
dominique.champion@u-bourgogne.fr

Résumé

Le développement de composites renforcés par des fibres de chanvre pour des applications structurales et extérieures nécessite l'amélioration de la durabilité des matériaux. Le pouvoir hygroscopique des fibres leur confère une sensibilité à l'humidité, responsable de plusieurs phénomènes de dégradation au sein même du composite. Ces travaux présentent un procédé de traitement des fibres au CO_2 supercritique visant à diminuer leur pouvoir hygroscopique et plus généralement à modifier leurs propriétés physico-chimiques. L'influence de ce procédé sur les propriétés mécaniques, thermiques, hygroscopiques et biochimiques des fibres est évaluée dans cette étude. Les résultats montrent une perte des propriétés mécaniques et une diminution de la sensibilité à l'humidité. Cette étude préliminaire est actuellement approfondie afin de mieux comprendre l'impact de ce traitement innovant sur les propriétés des fibres. Des essais à l'échelle du composite permettront notamment d'appréhender l'effet du traitement au niveau de l'interface fibre/matrice.

Abstract

The development of hemp fibers reinforced bio-composites used for structural and outdoors applications requires the improvement of their durability. The hygroscopicity of the fibers gives them a sensitivity to moisture responsible for several degradation phenomena within the composite itself. This work presents a process for treating fibers with supercritical CO_2 in order to reduce their hygroscopic capacity and more generally to modify their physicochemical properties. This study evaluates the influence of this process on the mechanical, thermal, hygroscopic properties and biochemical features of fibers. The results show a loss of mechanical properties and a better resistance to moisture. This preliminary study should be completed in order to better understand the impact of this innovative treatment on fibers properties. Composite-scale experiments will provide an understanding of the effect of treatment on interfacial adhesion.

Mots Clés : Fibres de chanvre, composite, CO_2 supercritique, propriétés physico-chimiques, durabilité
Keywords : Hemp fibres, composite, supercritical CO_2, physicochemical properties, sustainability

1. Introduction

Dans le but de réduire la contribution des produits pétrosourcés, l'intérêt pour la valorisation des fibres végétales ne cesse de croître depuis le début du 21ème siècle. C'est particulièrement le cas des fibres issues du chanvre (*Cannabis sativa L.*). Leur utilisation est envisagée dans de nombreux domaines, notamment pour l'élaboration de matériaux composites dédiés à des applications dans les transports ou encore les loisirs. À ce jour, les composites renforcés par des fibres de chanvre sont essentiellement employés pour des applications non structurales et intérieures. Dans le domaine de l'automobile, par exemple, pour réduire la masse du véhicule et les émissions de CO_2 liées à son exploitation, et pour réduire l'impact environnemental, des pièces composites à base de chanvre sont utilisées pour la garniture des coffres, les tablettes arrières ou encore les planches de bord. Pour accéder à une utilisation massive, pour des applications extérieures et soumises à d'importantes sollicitations, plusieurs verrous scientifiques nécessitent d'être levés : un des principaux freins à ce développement est la durabilité des fibres qui sont des matériaux biodégradables et dont la dégradation va directement affecter les propriétés du composite. En effet, la sensibilité des fibres à l'humidité et leur capacité à absorber de l'eau, même au sein d'une matrice polymère, engendre des dégradations irréversibles au niveau de la fibre mais également au niveau de l'interface fibre/matrice. Par ailleurs, les fibres peuvent, dans ces conditions, subir des dégradations enzymatiques, des phénomènes de plastification et aussi des cycles de gonflement-rétractation qui peuvent provoquer des décohésions à l'interface fibre/matrice. Dans le but d'améliorer la durabilité du composite final, plusieurs types de traitements ont déjà été mis en œuvre afin de modifier les propriétés des fibres végétales. Ainsi, des traitements physiques, chimiques ou encore enzymatiques ont été proposés. Des traitements au plasma ont notamment permis de diminuer la perméabilité à l'eau des fibres dans un composite à base de polyester insaturé et d'améliorer la cohésion à l'interface fibre/matrice [1, 2]. L'équipe de recherche de K. L. Pickering a démontré l'intérêt d'utiliser des traitements de chélation mais aussi des traitements enzymatiques (moisissures ligninolytiques) sur les fibres végétales pour améliorer les propriétés physico-chimiques des fibres et la durabilité du composite [3, 4].
L'objectif de cette étude consiste à évaluer l'influence et l'impact d'un traitement innovant, sous condition de fluide supercritique, sur les propriétés des fibres de chanvre. Dans le domaine industriel le procédé de traitement au CO_2 supercritique est bien connu et largement développé. Dans sa phase supercritique, le CO_2 possède l'avantage d'être un solvant « vert », totalement neutre et non toxique. Combinant une viscosité proche de celle des gaz, une densité proche de celle des liquides et une diffusivité élevée, il permet notamment de nettoyer, d'extraire, ou encore d'encapsuler des principes actifs. Le CO_2 supercritique est par exemple utilisé pour extraire la caféine du café ou encore pour éliminer les trichloroanisoles, des molécules organiques responsables du goût de bouchon dans les vins. À notre connaissance, par contre, ce procédé est très peu utilisé par la communauté scientifique œuvrant pour le développement des matériaux bio-sourcés. En effet, l'unique référence concernant cette application fut décrite par M. C. Gutiérrez [5]. Ces travaux présentaient le traitement de fibres de Curauá (*Ananas lucidus*) broyées en présence d'un flux de CO_2 supercritique, et ont montré l'extraction partielle de la lignine et la fibrillation des fibres. Récemment, une équipe de recherche chinoise a également déposé un brevet sur un traitement des fibres de chanvre associant CO_2 supercritique et traitement conventionnel chimique [6]. De tels résultats montrent le potentiel de ce procédé de traitement des fibres végétales en vue d'application bio-composites hautes performances. S'appuyant sur des analyses thermogravimétriques (TGA), de sorption dynamique de vapeur (DVS), de mécanique dynamique (DMA) et de biochimie (identification et quantification des glucides), l'étude décrite ci-dessous rend compte de l'impact d'un traitement de fibres de chanvre sous des conditions de CO_2 supercritique à 129°C et sous 145 bar de pression.

2. Matériels et méthodes

2.1 Matériel

Les fibres de chanvre utilisées pour réaliser cette étude ont été fournies par La Chanvrière de l'Aube en France. Les tiges ont été cultivées dans la région Champagne-Ardenne dans un rayon de 100 km autour de Bar-sur-Aube (Coordonnées GPS : 48.232184, 4.707022). La récolte s'est faite en septembre 2013 puis, les tiges ont été stockées sans phase de rouissage au préalable. Un procédé de défibrage mécanisé a permis l'obtention des fibres de chanvre.

2.2 Méthode : Traitement au CO_2 supercritique

Le procédé de traitement au CO_2 supercritique des fibres de chanvre a été réalisé au sein de l'ICMUB de Dijon à l'aide d'un dispositif en mode batch constitué d'un réacteur en acier inoxydable muni d'un manomètre, d'une sonde pour mesurer la température interne ainsi que d'un collier chauffant. La température est enregistrée tout au long de la mesure. Le réacteur, d'une capacité totale de 100 cm^3 dispose d'un système de fermeture composé de 6 vis et d'un joint en téflon assurant son étanchéité (Fig. 1). La pression maximale autorisée est de 250 bar. Les fibres sont placées dans le réacteur puis pressurisées sous pression de CO_2 pendant 17h. Le procédé ne nécessite aucun autre solvant ou réactif. Lorsque la durée du procédé de traitement est atteinte, la dépressurisation est réalisée de façon brutale à la température de consigne. Les fibres sont ensuite stockées pour pouvoir être caractérisées ultérieurement.

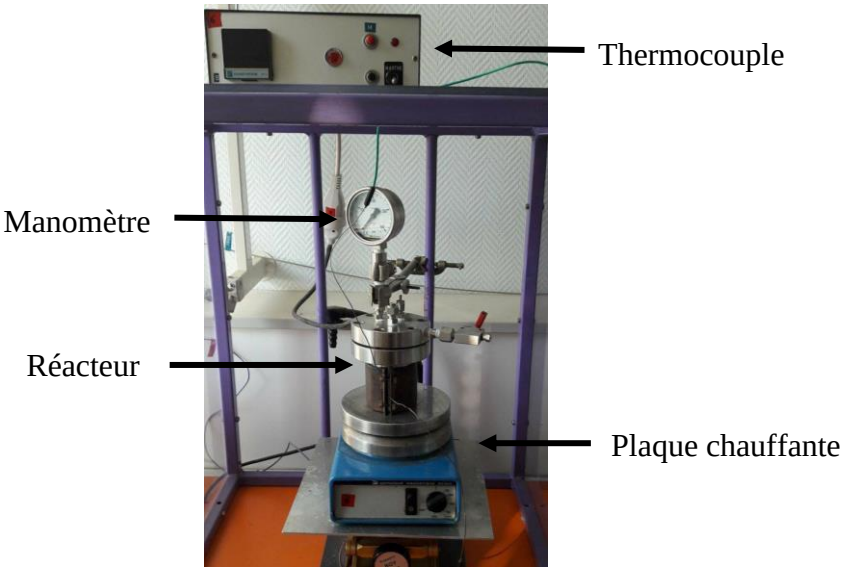


Fig. 1. Dispositif de traitement au CO_2 supercritique.

2.3 Techniques de caractérisation

2.3.1 Analyse thermogravimétrique (TGA)

Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées au moyen d'un analyseur TGA Q600 de TA Instruments. Les échantillons (5-10mg) de fibres de chanvre sont placés dans un creuset en aluminium puis chauffés avec une vitesse de chauffe linéaire de 20°C/min jusqu'à 800°C. Les essais ont été réalisés sous atmosphère oxydante avec un flux d'air de 100mL.min^{-1}.

2.3.2 Dynamic vapor sortion (DVS)

La teneur maximale en eau des fibres de chanvre ainsi que les isothermes de sorption de vapeur d'eau ont été mesurées grâce à la technique Dynamic Vapor Sorption (DVS-2000, Surface Measurement Systems, London, UK). L'équipement utilisé pour cette étude mesure l'absorption et la perte de vapeur d'eau à l'aide d'une microbalance Cahn de grande sensibilité détectant des variations de masses de ±

0,001 mg. La balance est placée dans une enceinte à température contrôlée et une régulation précise de l'humidité relative (RH) est assurée. La pression partielle de vapeur d'eau autour de l'échantillon est générée par un mélange de deux flux de gaz, un flux de gaz sec et un flux de gaz saturé en humidité. Les proportions en gaz sec et en gaz humide changent en fonction de l'humidité imposée en utilisant des régulateurs électroniques de débit massique. Ce mélange circule à l'intérieur de l'ensemble du dispositif, de part et d'autre des coupelles "référence" et "échantillon". Le dispositif est piloté automatiquement par un logiciel qui contrôle les flux de gaz, l'acquisition des données et les programmations des expériences d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau. Le traitement des données s'effectue sous tableur et permet d'établir de nombreuses représentations. Les échantillons, pesant chacun 7mg ± 1mg, ont été exposés à un flux d'azote dont l'humidité relative variait entre 0% et 90% par palier de 10%. Le premier palier d'humidité à 0% RH garantit un conditionnement similaire des lots de fibres analysés (4h à 40°C puis 8h à 20°C). Pour les autres paliers d'humidité, chaque étape a pris 8 heures à 20°C, excepté pour 90% RH qui a duré 10 heures. Ces temps ont été choisis de manière à garantir l'obtention de l'équilibre hygroscopique. La désorption a également été mesurée au niveau de différents paliers par décréments de 15%, d'une valeur de 90% RH à 0% RH. Le profil cinétique du changement de RH est présenté dans la figure 2. L'exploitation des données se fera sous la forme d'isotherme de sorption d'eau.

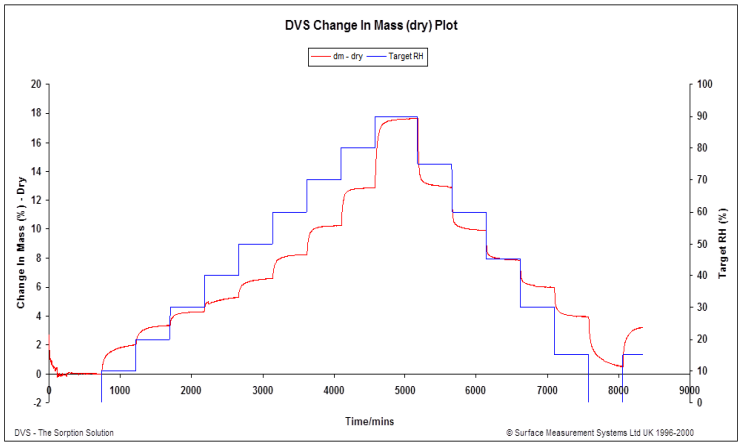


Fig. 2. Profil cinétique de la teneur en eau des fibres et de l'humidité relative de consigne.

2.3.3 Caractérisation mécanique des fibres en traction

Les propriétés mécaniques des fibres en traction ont été étudiées à l'aide d'une machine d'essais électrodynamique (Bose Electroforce 3230, Département Mécanique Appliquée, Femto ST, Besançon). Ce dispositif a été utilisé pour mettre en tension les fibres jusqu'à rupture avec une vitesse de sollicitation de 5µm.s^{-1}. Les essais de traction ont été effectués à une température contrôlée de 20°C ± 1°C et une humidité relative de 53% ± 11%. La force appliquée est mesurée à l'aide d'un capteur de charge dont l'étendue de mesure est 20 N et la résolution environ 1 mN. Le déplacement a été mesuré à l'aide d'un capteur LVDT avec une résolution de l'ordre de 0,1 µm. Pour chaque lot, 40 fibres ont été testées avec une longueur de jauge de 10mm. La fibre montée sur le cadre en papier est pincée par des mors eux même fixés dans les mors de la machine d'essai. Le cadre papier est découpé (Figures 3 et 4) avant le lancement de l'essai [7]. Les données de l'essai sont exportées sous un format texte puis exploitées au moyen d'un tableur.

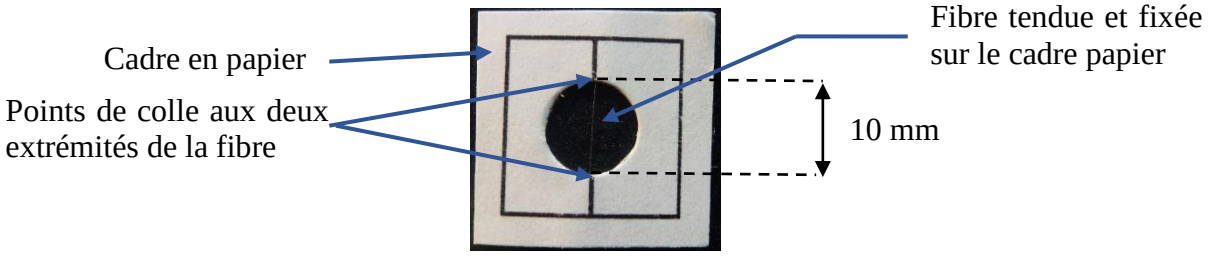


Fig. 3. Fibre montée sur un cadre en papier.

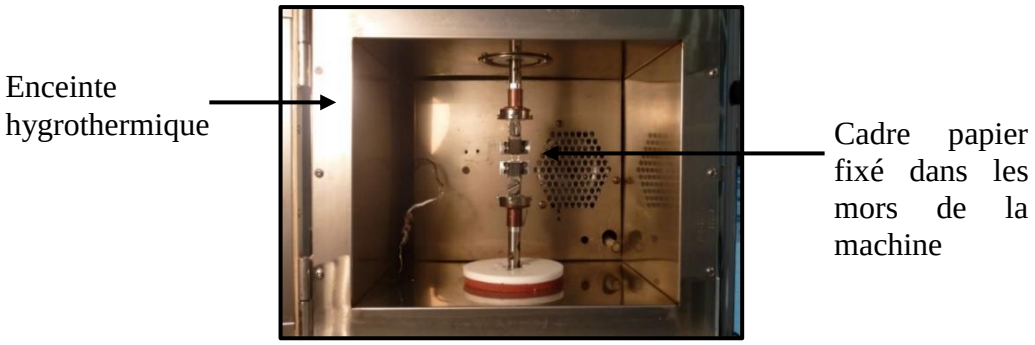


Fig. 4. DMA avec montage des fibres pour essais de traction.

Les propriétés mécaniques en traction déterminées sont le module apparent tangent, la contrainte à rupture et la déformation à rupture. La fibre de chanvre possède une section utile non-uniforme et irrégulière le long de la fibre. Malgré la complexité de sa morphologie, dans ce travail, la fibre est considérée parfaitement cylindrique et pleine. La section est alors mesurée à partir d'un diamètre moyen résultant de 10 mesures de largeur réparties à intervalle régulier le long de la fibre. La contrainte σ (MPa) en traction est mesurée à partir de la section initiale et de la force mesurée au cours de l'essai.

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{4\ x\ F}{\pi\ x\ \phi^2} \qquad \text{(Eq. 1)}$$

Avec :
F : Force (N)
S : Surface utile (mm^2)
ϕ : diamètre moyen (mm)

La déformation ε (en %) est mesurée à partir du déplacement de la traverse de la machine d'essai (d en mm) et de la longueur initiale de la fibre (l_0 en mm).

$$\varepsilon = \frac{d}{l_0}\ x\ 100 \qquad \text{(Eq. 2)}$$

Pour mesurer la rigidité de la fibre, nous proposons la méthode du module apparent tangent. Il s'agit de déterminer la tangente en chaque point de la courbe contrainte-déformation. Comme le comportement en traction est généralement non-linéaire, nous proposons ici de mesurer le module tangent au niveau de la partie initiale de la courbe contrainte-déformation. Pour chaque niveau de déformation, la tangente est calculée à partir d'une vingtaine de points expérimentaux répartis de part et d'autre de la déformation fixée.
Les résultats obtenus pour chaque lot de fibres sont traités à l'aide d'outils statistiques, et en particulier à l'aide du logiciel EasyFit®. Le logiciel permet de déterminer la loi de probabilité qui

s'ajuste au mieux aux résultats expérimentaux obtenus pour chaque lot des fibres testées. Chaque loi de probabilité est validée en utilisant le test d'Anderson-Darling. C'est un test classique d'adéquation à la partie centrale de la distribution. Les lois de probabilité généralement identifiées pour représenter la distribution des propriétés mécaniques des lots testés sont les lois Gamma, Weibull, Normale, Lognormale et Wakeby.

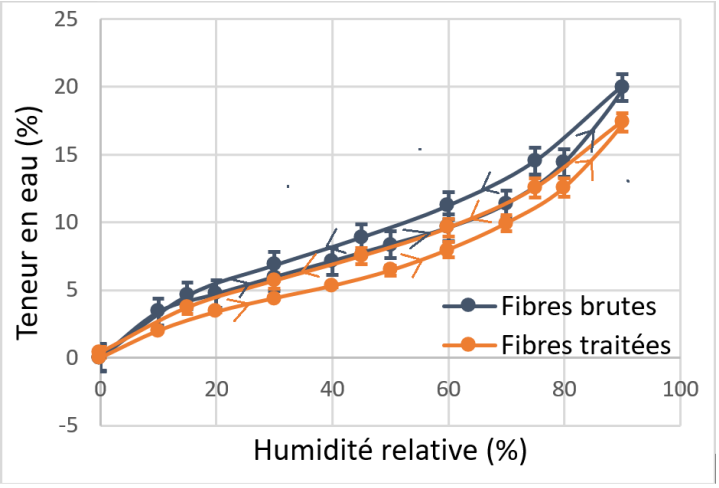
2.3.4 Analyse biochimique

L'identification et la quantification des glucides contenus dans les fibres de chanvre ont été effectuées au laboratoire FARE à Reims par Chromatographie Haute Performance à Echange d'Anions (HPAEC) couplée à un système de détection par ampérométrie pulsée (ICS-5000 + DC, DIONEX). Les hydrates de carbone neutres et acides ont été dosés à partir d'env. 3 mg d'échantillons préalablement cryo-broyés, soumis à une hydrolyse dans de l'acide H_2SO_4 12 M, puis filtrés et injectés dans une colonne échangeuse d'anions CarboPac PA-1 (4 x 250 mm, Dionex). La composition des monosaccharides a été quantifiée en utilisant du 2-désoxy-D-ribose comme étalon interne avec des solutions standards de glucides neutres (L (-) - Fucose, L-arabinose, D-glucose, D-xylose, D-galactose et D (+) - mannose) et des acides uroniques (D (+) - acide galacturonique et acide D (+) - glucuronique). La teneur en glucides, qui est la somme des monosaccharides, est exprimée en pourcentage de la masse de matière sèche. La très faible quantité de fibres analysée engendre une incertitude importante sur les mesures. L'analyse de la composition biochimique devra donc être corroborée par des essais complémentaires.

3. Résultats et discussion

3.1 Influence du traitement sur les propriétés hygrothermiques et biochimiques des fibres

Les isothermes de sorption de vapeur d'eau des fibres brutes et traitées au CO_2 supercritique (129°C – 145bar) sont représentées sur la figure 5. Les courbes d'adsorption et de désorption présentent une allure sigmoïde comme cela a déjà été observé dans la littérature [8]. Ce comportement résulte de la combinaison de différents mécanismes de sorption. La première zone (0-15% RH) correspond à l'adsorption d'une monocouche moléculaire. La seconde zone (15-70% RH) se rapporte à l'adsorption de multicouches moléculaires et le troisième domaine (70-100% RH) est généralement attribué à la condensation capillaire. Les résultats montrent une diminution du pouvoir hygroscopique des fibres de chanvre traitées au CO_2 supercritique par rapport aux fibres brutes. Le tableau de la figure 5 indique une perte significative du pouvoir hygroscopique des fibres après traitement, avec en particulier une diminution de la teneur en eau d'équilibre à 50% RH d'environ 21%. Cette baisse significative est supérieure à celle mesurée sur des fibres de lin ayant subi des traitements sous autoclave [9]. Pour obtenir le point de saturation des fibres à 100% RH, le modèle d'Hailwood Horrobin a été utilisé pour décrire la tendance observée expérimentalement [10]. Une fois identifiée grâce à un algorithme de minimisation, le modèle a été utilisé pour prédire la teneur en d'équilibre pour une humidité relative de 100%. Sur la base de ces simulations, une légère diminution de 0.8% est également observée à 100% RH entre les fibres traitées et non-traitées. Ce résultat doit être considéré avec prudence compte tenu des incertitudes quant à la capacité des modèles de sorption à prédire le comportement à 100% RH.



	50% RH	100% RH
Teneur en eau des fibres brutes (%)	8.14	27.07
Teneur en eau des fibres traitées (%)	6.44	26.86
Variation (%)	- 21	- 0.77

Fig. 5. Isotherme de sorption de vapeur d'eau des fibres brutes et traitées au CO_2 supercritique et teneur en eau à 50% et 100% d'humidité relative.

Cette baisse du pouvoir hygroscopique traduit, en toute vraisemblance, une modification de la composition ou de l'organisation biochimique de la paroi des fibres. Les polysaccharides tels que les hémicelluloses et pectines contenues dans la paroi des fibres possèdent de nombreux groupes hydroxyles qui confèrent à la fibre son caractère hydrophile. Une extraction des hémicelluloses et pectines lors du traitement des fibres au CO_2 supercritique pourrait expliquer ces résultats.

Pour confirmer cette hypothèse, une analyse de la composition biochimique des fibres est nécessaire. La détermination de la teneur en polysaccharides dans chacun des lots de fibres montre une diminution du pourcentage total de polysaccharides par rapport à la masse de la matière sèche après traitement. La faible quantité de matière végétale testée apporte une grande incertitude sur les mesures. Des analyses biochimiques complémentaires sont en cours sur des lots plus importants de fibres afin de comprendre pleinement l'impact de ce procédé innovant sur la biochimie des fibres de chanvre.

3.2 Influence du traitement sur les propriétés thermiques et mécaniques des fibres

Les propriétés thermiques des fibres de chanvre brutes et traitées au CO_2 supercritique ont été déterminées par TGA. La figure 6 montre les thermogrammes superposés des fibres brutes et des fibres traitées (129°C – 145bar). On remarque 3 pics de dégradations déjà détaillés dans la littérature. Le premier pic autour de 60°C correspond à l'évaporation de l'eau, puis les hémicelluloses, celluloses et pectines se dégradent entre 200°C et 400°C (2ème pic). Le troisième pic (autour de 450°C) est caractéristique de la dégradation des lignines et des produits formés lors de la dégradation des constituants du second pic [11]. Pour parvenir à améliorer les performances d'un composite à base de chanvre, il est important de maintenir la résistance thermique des fibres, pour éviter ou limiter leur dégradation lors du procédé d'élaboration du matériau. La température de mise en œuvre du composite devra être inférieure à 200°C, la température caractéristique du début de la dégradation des fibres brutes. Les résultats obtenus montrent que le traitement au CO_2 supercritique n'induit pas de variations significatives au niveau de la cinétique de dégradation thermique des fibres de chanvre.

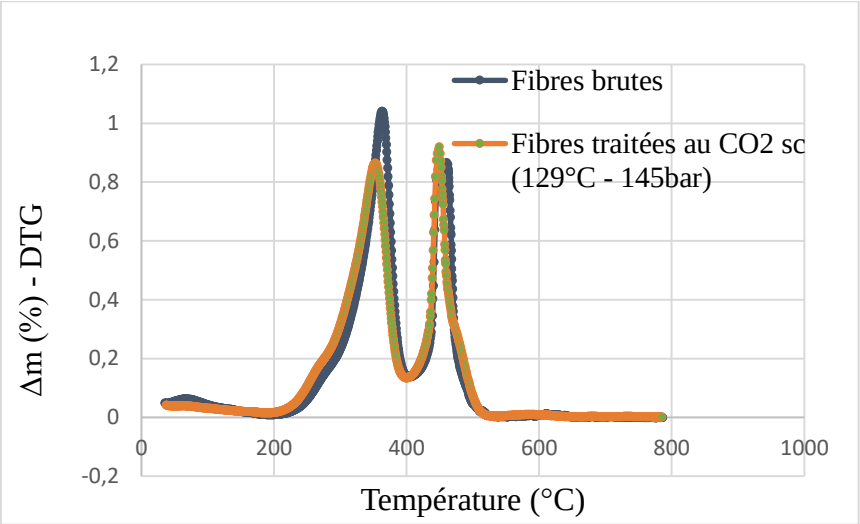


Fig. 6. Thermogramme des fibres brutes et des fibres traitées au CO_2 supercritique.

	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)	Module apparent tangent (GPa)	Diamètre des fibres (µm)	Température (°C)	Humidité relative (%)
Fibres brutes	374 ± 215	2,51 ± 1,20	19,2 ± 12,9	20,87 ± 4,58	22 ± 1	53 ± 11
Fibres traitées	273 ± 200	1,57 ± 1,00	12,5 ± 8,99	19,87 ± 4,96	23,5 ± 1	Correction à 53

Tab. 1. Propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre brutes et traitées.

Les propriétés mécaniques des fibres ont été évaluées par des essais de traction pour une humidité relative de 53% et un diamètre moyen des fibres de 23 µm. Le module d'Young apparent tangent moyen vaut environ 19 GPa, la contrainte à rupture 374 MPa et la déformation à rupture 2.5% pour les fibres brutes. Les valeurs moyennes et leurs écarts-types sont représentés dans le tableau 1. On note une baisse de la contrainte et de la déformation à rupture ainsi que du module apparent tangent pour les fibres traitées au CO_2 supercritique.
La représentation des fonctions de répartition des différentes propriétés des fibres permet d'évaluer plus finement l'effet du traitement (Fig. 7). Les données expérimentales sont correctement représentées par des lois de distribution du type Wakeby et Lognormale.

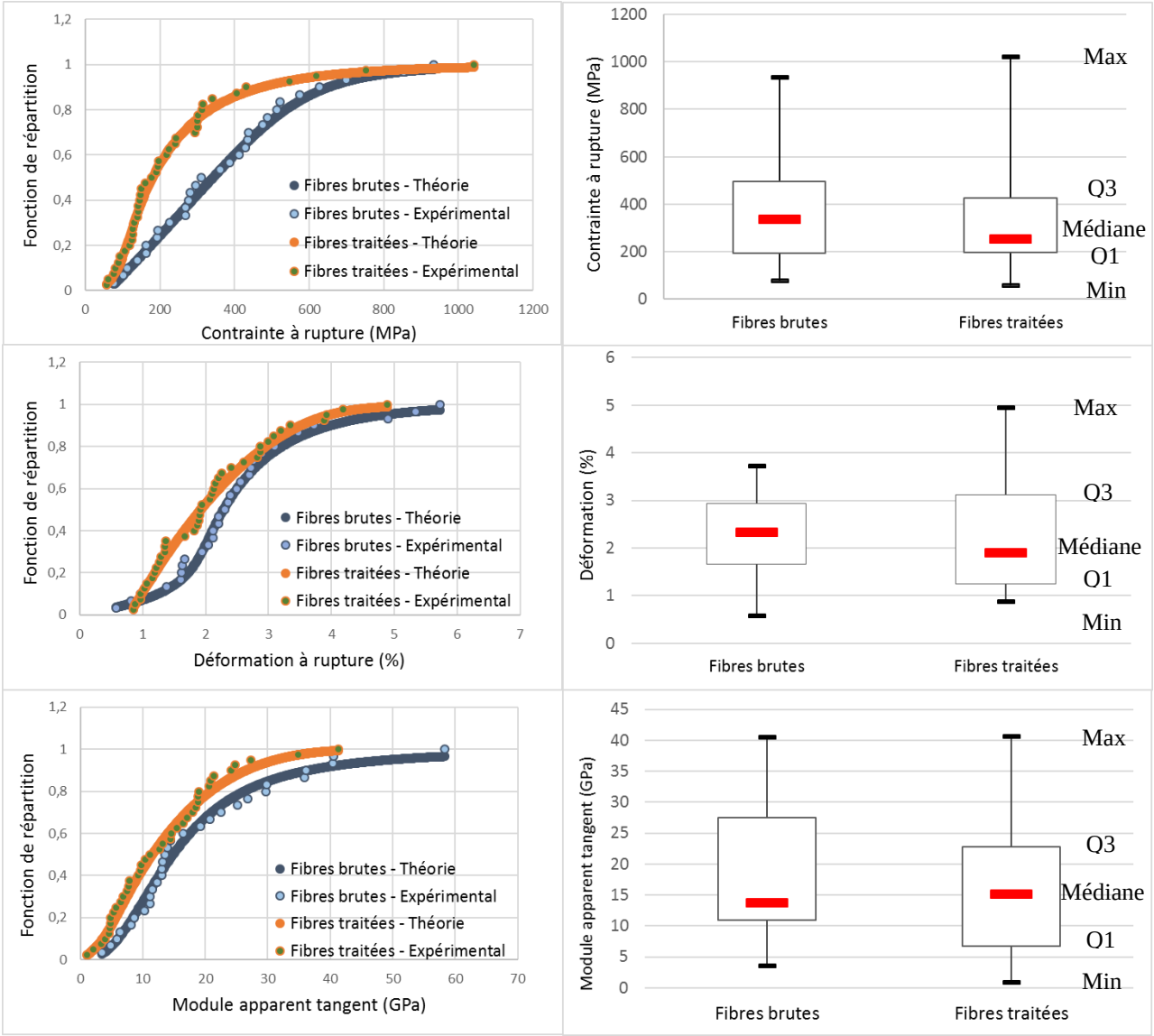


Fig. 7. Représentation statistique des propriétés mécaniques en traction des fibres.

Le procédé de traitement des fibres au CO_2 supercritique engendre une diminution des propriétés mécaniques de 27% pour la contrainte à rupture, de 37% pour la déformation à rupture et de 35% pour le module apparent tangent. Cette perte des propriétés mécaniques peut s'expliquer par une dégradation des hémicelluloses et pectines qui jouent certainement un rôle dans l'architecture de la paroi cellulaire. Cette variation ne compromet cependant pas l'utilisation des fibres traitées pour l'élaboration de bio-composites. Les performances d'un matériau composite dépendent des propriétés de ses constituants mais également des propriétés de l'interface fibre/matrice. La dégradation des hémicelluloses et pectines peut conduire à une amélioration du niveau d'individualisation des fibres et donc à une augmentation des surfaces d'adhésion fibres/matrice.

4. Conclusions

Cette étude vise à explorer l'influence d'un procédé de traitement innovant sous condition de fluide supercritique sur les propriétés des fibres de chanvre. L'objectif de ce procédé est d'apporter des modifications physico-chimiques au niveau de la fibre afin d'améliorer la durabilité des bio-composites élaborés. Les résultats montrent un effet du procédé de traitement sur les propriétés mécaniques qui se traduit par une baisse significative mais pas rédhibitoire de la contrainte et de la déformation à rupture et du module d'Young. Par contre, le traitement n'a pas d'effet sur la résistance thermique des fibres et une diminution du pouvoir hygroscopique des fibres après traitement est

également observée. L'analyse de la composition biochimique indique une dégradation des monosaccharides pouvant expliquer à la fois la diminution du pouvoir hygroscopique et des propriétés mécaniques. L'enjeu de cette étude est d'évaluer les performances de bio-composites renforcés par des fibres de chanvre traitées au CO_2 supercritique.
Des essais complémentaires sont donc nécessaires pour évaluer l'influence du procédé sur le niveau d'individualisation des fibres et sur les propriétés de l'interface fibre/matrice. L'impact du traitement des fibres de chanvre au CO_2 supercritique doit être approfondi afin de connaître pleinement les mécanismes mis en jeu lors de son application.

Remerciements
Les auteurs remercient le Conseil Régional de Bourgogne pour le financement de la thèse de Camille François dans le cadre du programme « *Jeune Chercheur Entrepreneur (JCE) 2015* ».

Références

[1] T. SCALICI, V. FIORE, A. VALENZA, « Effect of plasma treatment on the properties of Arundo Donax L. leaf fibres and its bio-based epoxy composites: A preliminary study ». Comp. Part B, Vol. 94, pp. 167-175, 2016.

[2] S. MARAIS, F. GOUANVÉ, A. BONNESOEUR, J. GRENET, F. PONCIN-EPAILLARD, C. MORVAN, M. MÉTAYER, « Unsaturated polyester composites reinforced with flax fibers: effect of cold plasma and autoclave treatments on mechanical and permeation properties ». Comp. Part A, Vol. 36, pp. 975-986, 2005.

[3] Y. LI, K.L. PICKERING, « Hemp fibre reinforced composites using chelator and enzyme treatments ». Comp. Sc. Tech., Vol. 68, pp. 3293-3298, 2008.

[4] Y. LI, K.L. PICKERING, R.L. FARRELL, « Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments ». Ind. Crops and Products, Vol. 29, pp. 420-426, 2009.

[5] M. C. GUTIÉRREZ, P. de T. V. e ROSA, M.-A. DE PAOLI, M. I. FELISBERTI, « Biocompósitos de Acetato de Celulose e Fibras Curtas de Curauá Tratadas com CO2 Supercrítico ». Associacao Brasileira de Polimeros, Vol. 22, 2012.

[6] L. GAO « Degumming method of hemp fiber ». Patent, CN 100564619 C, 2016.

[7] V. PLACET, O. CISSE, M. L. BOUBAKAR, « Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with *in situ* microscopic observations ». Comp. Part A, Vol. 56, pp. 319-327, 2014.

[8] C. A. S. HILL, A. NORTON, G. NEWMAN, « The water vapor sorption behavior of natural fibers ». J. of Applied Polym., Vol. 112, pp. 1524-1537, 2009.

[9] S. ALIX, L. COLASSE, C. MORVAN, L. LEBRUN, S. MARAIS, « Pressure impact of autoclave treatment on water sorption and pectin composition of flax cellulosic-fibres ». Carbohydrate Polymers, Vol. 102, pp. 21-29, 2014.

[10] A. J. HAILWOOD, S. HORROBIN, « Absorption of water by polymers: analysis in terms of a simple model ». Trans. Faraday Soc., Vol. 42B, pp. 84, 1946.

[11] N. MARTIN, N. MOURET, P. DAVIES, C. BALEY, « Influence of the degree of retting of flax fibers on the tensile properties of single fibers and short fiber/polypropylene composites ». Ind. Crops and Products, Vol. 49, pp. 755-767, 2013.