

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES DES COPEAUX DE BOIS POUR LA  
PRODUCTION DES GRANULES ÉNERGÉTIQUES

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

SAFA AROUS

OCTOBRE 2019



# BIBLIOTHÈQUE

Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue  
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

## **Mise en garde**

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue a obtenu l'autorisation de l'auteur de ce document afin de diffuser, dans un but non lucratif, une copie de son œuvre dans Depositum, site d'archives numériques, gratuit et accessible à tous.

L'auteur conserve néanmoins ses droits de propriété intellectuelle, dont son droit d'auteur, sur cette œuvre. Il est donc interdit de reproduire ou de publier en totalité ou en partie ce document sans l'autorisation de l'auteur.

## **Warning**

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for non-profit purposes in order to put it in the open archives Depositum, which is free and accessible to all.

The author retains ownership of the copyright on this document. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

## AVANT PROPOS

Ce travail a commencé dans le cadre d'un stage de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur en génie électromécanique à l'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax (ENIS, Tunisie) et s'est poursuivi dans le cadre de la maîtrise en ingénierie à l'Université de Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT).

### **Publications:**

- Mémoire de fin d'études d'ingénierie: Safa Arous, Chedly Bradai, Ahmed Koubaa. Valorisation de copeaux de bois par torréfaction, ENIS, Tunisie, septembre 2017.

### **Communications orales et affiches présentées dans les congrès:**

- Safa Arous, Besma Bouslimi, Hassine Bouafif, Ahmed Koubaa. Valorisation de copeaux de bois torréfiés pour la production de granules énergétiques, CRIBIQ, Drummondville, Québec, Canada, octobre 2018.
- Safa Arous, Besma Bouslimi, Hassine Bouafif, Ahmed Koubaa. Valorisation de copeaux de bois torréfiés pour la production de bioénergie: Développement et caractérisation des granules énergétiques, 11<sup>ème</sup> ACTIVITÉ BIOMASSE, La Sarre, Québec, Canada, mai 2019.
- Safa Arous, Besma Bouslimi, Hassine Bouafif, Ahmed Koubaa. Étude de valorisation énergétique des copeaux de bois torréfiés, ACFAS, Outaouais, Québec, Canada, mai 2019.

## REMERCIEMENTS

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui je voudrais témoigner toute ma gratitude.

J'aimerais tout d'abord adresser toute ma reconnaissance à mon directeur de recherche Ahmed Koubaa pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter ma réflexion. Je tiens à remercier spécialement mon codirecteur de recherche Hassine Bouafif de m'avoir offert l'opportunité de joindre son équipe du Centre de Recherche des Résidus Industriels (CTRI) où j'ai réalisé une grande partie de mes travaux de recherche. Aussi, je suis énormément reconnaissante et redevable à Besma Bouslimi, agente de recherche à l'Université de Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), pour tous ses conseils, son soutien et ses suggestions pertinentes tout au long de la réalisation des essais expérimentaux, de l'analyse statistique et de la rédaction des différents chapitres de ce mémoire.

Je souhaite remercier particulièrement Gilles Villeneuve et Michel Sigouin pour leur contribution à la réussite de la torréfaction de mes copeaux de bois. Merci également à Mamadou Dia, à Anne-Marie Marleau-Claveau et à Félicia Porqueres pour leurs aides et leurs supports au sein du laboratoire. Je suis indéniablement fière d'avoir travaillé avec vous. Un grand merci à tous les membres de l'UQAT pour l'ambiance géniale régnant au sein de l'université!

Mes sincères remerciements vont finalement à mes parents ainsi que mon cher conjoint pour m'avoir porté et supporté pendant tous ces moments de rédaction. Vous êtes toujours près de moi. Ma reconnaissance va aussi envers chacun de mes collègues qui ont contribué, de près ou de loin à la réalisation et à la réussite de mon projet.

À tous, un énorme merci, chargé d'affection et d'amitié!

## TABLE DES MATIÈRES

AVANT PROPOS.....	ii
LISTE DES FIGURES.....	viii
LISTE DES TABLEAUX.....	xii
RÉSUMÉ .....	xiv
ABSTRACT .....	xv
LISTE DES ACRONYMES .....	xvi
CHAPITRE I: INTRODUCTION GÉNÉRALE .....	1
CHAPITRE II : REVUE DE LITTÉRATURE .....	4
2.1 Les conifères: épinette noire, pin gris et sapin baumier .....	4
2.1.1 Généralité .....	4
2.1.2 Caractéristiques anatomiques du bois .....	5
2.1.3 Composition élémentaire et chimique .....	9
2.1.4 Caractéristiques physiques du bois de conifères .....	14
2.2 Alternatives de valorisation des copeaux de bois .....	17
2.2.1 Traitements thermiques des copeaux de bois .....	18
2.2.2 Granulation.....	28
2.2.3 Effet du traitement thermique sur les granules énergétiques.....	34
2.2.4 Normes de caractérisation des granules énergétiques .....	35
2.3 Étude sur le marché des granules de bois traités .....	37
CHAPITRE III : MATÉRIEL ET MÉTHODES .....	43

3.1	Objectifs et hypothèses .....	43
3.2	Méthodologie.....	44
3.3	Matériel.....	45
3.3.1	Préparation des fibres de bois traitées .....	45
3.3.2	Préparation de la lignine pyrolytique .....	46
3.3.3	Procédé de granulation de copeaux de bois traités.....	47
3.4	Méthodes de caractérisation des fibres de bois.....	48
3.4.1	Distribution granulométrique .....	48
3.4.2	Caractérisation thermique: analyse thermogravimétrique.....	49
3.4.3	Analyse élémentaire .....	51
3.4.4	Mesure des teneurs en extractibles, cellulose, hémicellulose et lignine .....	53
3.4.5	Mesure des teneurs en humidité et de cendres .....	57
3.4.6	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	58
3.5	Méthodes de caractérisation de la lignine pyrolytique .....	59
3.6	Méthodes de caractérisation des propriétés des granules énergétiques .....	59
3.6.1	Caractérisation thermique et chimique des granules .....	59
3.6.2	Mesure de la masse volumique réelle.....	59
3.6.3	Calcul du pouvoir calorifique.....	60
3.6.4	Mesure des teneurs en humidité et de cendres .....	61
3.6.5	Test de durabilité .....	62
3.7	Analyses statistiques.....	63
CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....		64
4.1	Caractérisation des fibres de bois .....	64
4.1.1	Propriétés morphologiques: distribution granulométrique.....	64

4.1.2	Propriétés thermiques: analyse thermogravimétrique .....	67
4.1.3	Analyse élémentaire et composition chimique.....	73
4.1.4	Chimie de surface.....	80
4.2	Caractérisation de la lignine pyrolytique et des fibres brutes.....	88
4.2.1	Analyse de variance.....	88
4.2.2	Analyse élémentaire et pouvoir calorifique.....	89
4.2.3	Chimie de surface.....	90
4.3	Caractéristiques des granules énergétiques à base de fibres traitées .....	94
4.3.1	Effet de l'ajout de la lignine pyrolytique sur la dégradation thermique des granules.....	94
4.3.2	Effet de l'ajout de la lignine pyrolytique (LP) sur la chimie de surface des granules.....	97
4.3.3	Propriétés physiques, calorifiques et durabilité des granules.....	100
	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	109
	RÉFÉRENCES.....	111
	ANNEXE A .....	129

## LISTE DES FIGURES

Figure 2.1: Anatomie macroscopique du bois selon les trois coupes (transversale, radiale et tangentielle).....	5
Figure 2.2: Structure moléculaire de la cellulose.....	11
Figure 2.3: Structures chimiques des principaux monosaccharides d'hémicellulose.	12
Figure 2.4: Structure des manomères de la lignine: alcools p-coumarylique (I), coniférylique (II) et sinapylique (III).....	14
Figure 2.5: Effet d'un traitement thermique sur la structure de la composition chimique du bois.....	18
Figure 2.6: Les différents procédés de traitements thermiques de la biomasse en fonction de leurs produits générés .....	19
Figure 2.7: Diagramme de rendements en masse de torréfaction du pin, du bouleau et de la bagasse de canne à sucre .....	22
Figure 2.8: Effet de la température de torréfaction et du temps de traitement sur le changement de la couleur des fibres de saule .....	25
Figure 2.9: Schéma simplifié d'équipement de torréfaction CarbonFX de la société Airex-Énergie.....	27
Figure 2.10: Schéma explicatif des deux mécanismes de granulation: a) Matrice forme anneau et b) Matrice forme plaque-plate .....	29
Figure 2.11: Développement de la technologie de torréfaction à travers le monde....	38
Figure 2.12: Diagrammes de coûts associés à la granulation de la biomasse: Tor = Torréfaction, Pel = Granulation, TOP = Combinaison de la torréfaction et la	

granulation, les chiffres indiquent la capacité nominale du système (en kt/an) .....	40
Figure 2.13: Schéma de la chaîne d'approvisionnement de la production et de la distribution des granules de bois torréfiés .....	41
Figure 3.1: Protocole adopté pour le traitement thermique et la granulation de copeaux de bois .....	44
Figure 3.2: Unité pilote de CarbonFX d'Airex- Énergie .....	46
Figure 3.3: Machine de granulation de type KAHL (photo à gauche) avec les différentes géométries de filières (photo à droite) .....	48
Figure 3.4: Mécanisme de tamisage des fibres de bois (Ro-Tap RX29) .....	49
Figure 3.5: Appareil d'analyse thermogravimétrique (TA instrument, modèle Q50)...50	
Figure 3.6: Courbe d'analyse approximative de teneur en humidité, des matières volatiles, de carbone fixe et des cendres .....	51
Figure 3.7: Appareil d'analyse élémentaire PerkinElmer, 2400 Série II, CHNS/O ... 52	
Figure 3.8: Dispositif d'extraction des substances extractibles à l'eau chaude et à l'éthanol .....	53
Figure 3.9: Dispositif d'extraction de la lignine KLASON à l'aide d'un autoclave de type presto/cocotte-minute (VWR Canada).....	54
Figure 3.10: Appareil de HPLC équipée d'une colonne Aminex HPX-87P .....	56
Figure 3.11: Appareil de mesure de la teneur en humidité et du taux de cendres .....	57
Figure 3.12: Appareil d'analyse par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Shimadzu IR Tracer-100, kyoto, Japon).....	58
Figure 3.13: Pycnomètre à hélium, modèle AccuPyc 1330 .....	60
Figure 3.14: Calorimètre isopéribolique (mécanisme à droite:creuset+ fil) modèle 6400 de Parr Instrument.....	61
Figure 3.15: Durabilimètre à quatre caissons.....	62

Figure 4.1: Effet du traitement thermique sur la dégradation de couleur des fibres de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier .....	65
Figure 4.2: Distribution granulométrique des fibres brutes et traitées à trois températures (315, 400 et 454°C) de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier .....	67
Figure 4.3: Courbes des analyses thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 400 de l'épinette noire, du pin gris, et du sapin baumier .....	70
Figure 4.4: Courbes des analyses des dérivées thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 400°C de l'épinette noire, du pin gris, et du sapin baumier .....	71
Figure 4.5: Courbes des analyses thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris .....	71
Figure 4.6: Courbes des analyses des dérivées thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris .....	72
Figure 4.7: Profil de la température T50 et de la perte de masse R50 en fonction de l'essence (épinette noire, pin gris et sapin baumier) et de la température de traitement (315, 400, 454°C) .....	72
Figure 4.8: Diagramme de Van Krevelen pour les fibres brutes et traitées de l'épinette noire et du sapin baumier .....	76
Figure 4.9: Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées du pin gris .....	83
Figure 4.10: Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées de l'épinette noire .....	84
Figure 4.11: Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées du sapin baumier .....	85
Figure 4.12: Spectres d'absorption de la lignine pyrolytique et des granules à base de fibres brutes.....	93

Figure 4.13: Courbes de dégradation thermique (TGA et DTG) des granules en fonction de l'essence et la température de traitement thermique.....	96
Figure 4.14: Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres de l'épinette noire pour différentes températures de traitement .....	98
Figure 4.15: Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres du pin gris pour différentes températures de traitement.....	99
Figure 4.16: Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres du sapin baumier pour différentes températures de traitement .....	99
Figure 4.17: Caractéristiques des granules énergétiques en fonction de l'essence et de la température de traitement.....	101
Figure 4.18: Variation des valeurs PCS des granules en fonction de l'essence et de la température de traitement .....	104
Figure 4.19: Durabilité des granules énergétiques en fonction de l'essence et la température de traitement .....	107
Figure A.1: Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C de l'épinette noire .....	129
Figure A.2: Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris .....	130
Figure A.3: Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du sapin baumier .....	130

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1: Caractéristiques microscopiques de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier.....	7
Tableau 2.2: Structure anatomique de bois de l'épinette, du pin gris et du sapin baumier illustrée dans les trois plans de coupe: transversal, radial et tangentiel.....	8
Tableau 2.3: Composition chimique et analyse élémentaire de bois de l'épinette, du pin et du sapin .....	9
Tableau 2.4: Variation de la masse volumique du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier.....	15
Tableau 2.5: Teneur en humidité du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier .....	15
Tableau 2.6: Pouvoir calorifique (MJ/kg) de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier .....	17
Tableau 2.7: Les modèles cinétiques de détermination de la perte de masse au cours de traitement thermique .....	23
Tableau 2.8: Comparaison entre les propriétés du bois brut et torréfié .....	25
Tableau 2.9: Critères de qualité des granules torréfiés selon la norme adaptée EN ISO 17225-8 .....	36
Tableau 3.1: Paramètres de la chromatographie .....	55
Tableau 4.1: Analyse approximative des propriétés physiques et des fibres des essences étudiées en fonction de la température de traitement thermique .....	77

Tableau 4.2.a: Analyse élémentaire et estimation du pouvoir calorifique des fibres de bois .....	78
Tableau 4.2.b: Composition chimique des fibres de bois issues de trois essences .....	79
Tableau 4.3: Bandes d'absorption des spectres FTIR et leurs assignements .....	86
Tableau 4.4: Évolution de l'intensité des pics d'adsorption des spectres FTIR en fonction de la température de traitement des essences étudiées .....	87
Tableau 4.5: Résultats de l'analyse de variance (valeur de F et leur signification) de chaque source de variation des propriétés chimiques et élémentaires de fibres de bois .....	88
Tableau 4.6: Composition élémentaire et pouvoir calorifique de la lignine pyrolytique (LP) et des fibres brutes des essences étudiées: pin gris (PG), épinette noire (EPN) et sapin baumier (SB) .....	89
Tableau 4.7: Bandes d'absorption caractéristiques du spectre FTIR de la lignine pyrolytique et leurs assignements .....	92
Tableau 4.8: Résultats de l'analyse de variance (valeur de F et leur signification) de chaque source de variation des propriétés physiques et calorifiques des granules énergétiques .....	100
Tableau 4.9: Propriétés physiques des granules produits à partir des fibres brutes et traitées du pin gris (PG), du sapin baumier (SB) et de l'épinette noire (EPN) .....	101

## RÉSUMÉ

Le traitement thermochimique présente une voie prometteuse de valorisation de surplus de copeaux de bois. Dans ce contexte, ce projet vise à évaluer le potentiel des copeaux traités thermiquement dans la production des granules énergétiques. Les effets de la température de traitement thermique (315, 400 et 454°C) et du type d'essences (pin gris, épinette noire et sapin baumier) sur les propriétés des granules ont été étudiés. Une caractérisation physico-chimique des fibres brutes et traitées a été réalisée, à savoir la dégradation thermique, la chimie de surface, l'analyse élémentaire et la composition chimique. La granulation a été faite en utilisant 20% de la teneur en humidité et 15% de la lignine pyrolytique comme agent liant. Les granules ont été caractérisés en termes de densité, de pouvoir calorifique supérieur (PCS) et de durabilité. Les résultats ont montré que le traitement thermique à une température supérieure à 315°C engendre la disparition des groupements hydroxyles (OH), la diminution des teneurs en oxygène et hydrogène et l'augmentation du taux de carbone. Quelle que soit la température de traitement thermique, les granules à base de fibres du pin gris ont présenté la meilleure durabilité, d'une valeur supérieure à 91%. Indépendamment de l'essence, le PCS des granules à base de fibres traitées est nettement supérieur (27,6-31,1 MJ/kg) à celui des granules à base des fibres brutes (18-19 MJ/kg). Ainsi, l'utilisation des granules à base de copeaux de bois traités permettra de valoriser le surplus de copeaux, de créer un combustible de haut pouvoir calorifique et d'assurer la diversité des approvisionnements énergétiques à faible empreinte environnementale.

**Mots clés:** Traitement thermochimique, copeaux de bois, lignine pyrolytique, granules énergétiques, durabilité, pouvoir calorifique

## ABSTRACT

Thermochemical treatment is a promising way to valorize surplus wood chips. In this context, this project aims to evaluate the potential of heat treated chips in the production of energy pellets. The effects of heat treatment temperature (315, 400 and 454°C) and species type (jack pine, black spruce and balsam fir) on pellets properties were studied. A physicochemical characterization of raw and treated fibres was carried out, namely thermal degradation, surface chemistry, elemental analysis and chemical composition. The granulation was done using 20% moisture content and 15% pyrolytic lignin as a binder. The pellets were characterized in terms of density, high heat value (HHV) and durability. The results showed that heat treatment temperature higher than 315°C leads to the disappearance of hydroxyl (OH) groups, a decrease in oxygen and hydrogen contents and an increase in carbon content. Regardless of the torrefaction temperature, jack pine granules had the best durability, with a value of more than 91%. Independently of the type of wood, the HHV of treated granules is significantly higher (27,6-31,1 MJ/kg) than that of raw granules (18-19 MJ/kg). Thus, the use of pellets based on treated wood chips will make it possible to enhance the value of surplus wood chips, create a fuel with a high calorific value and ensure the diversity of energy supplies with a low environmental footprint.

**Keywords:** Thermochemical treatment, wood chips, pyrolytic lignin, pellets, durability, heat value

## LISTE DES ACRONYMES

ASTM American society for testing and materials

DHP Diamètre à hauteur de poitrine

DTG Derivative thermogravimetric

EPN Épinette noire

EN Norme européenne

FTIR Fourier transform infra-red spectroscopy

ISO International organization for standardization

HPLC High performance liquid chromatography

LP Lignine pyrolytique

PCI Pouvoir calorifique inférieur

PCS Pouvoir calorifique supérieur

PDI Pellet durability index

PG Pin gris

SEPM Sapin, épinette, pin et malèze

SB Sapin baumier

TAPPI Technical Association of the Pulp and Paper Industry

TGA Thermogravimetric analysis

tma tonne métrique anhydre

t/h tonne par heure

€/GJ Euro par gigajoule

kt/an Kilo tonne par an

M€ Million d'euros

MJ/kg Mégajoule par kilogramme

MJ/Nm<sup>3</sup> Mégajoule par mètres cubes normaux

M\$ CAN Million de dollars canadiens

%m/m sec Pourcentage de masse par rapport à la masse sèche du solide initial

## CHAPITRE I: INTRODUCTION GÉNÉRALE

La pâte, le papier et le bois se réunissent tous dans l'industrie forestière québécoise pour construire une locomotive puissante de l'économie régionale. Cependant, au cours des dernières années, la substitution des produits papetiers (papier journal, surclandré, fini machine, etc.) par les moyens de communications numériques contribue à une baisse continue de la productibilité des industries de pâtes et papiers. D'après les prévisions de la compilation du ministère des Forêts, de la Faune et des Parcs, la consommation nord-américaine de papier journal s'est réduite de plus que 70% entre les années 2000 et 2019 (Gouvernement du Québec, 2016).

Par ailleurs, les bois de Sapin, d'Épinette, de Pin et de Mélèze (SEPM) constituent la base de l'approvisionnement des scieries qui alimentent les usines de pâtes et papiers du Québec. En 2014, les bois SEPM ont représenté 72% de la matière ligneuse consommée par les usines de pâtes et papiers, essentiellement sous forme de copeaux (Gouvernement du Québec, 2016). Par conséquent, la chute du marché de papier provoque un surplus des copeaux chez les usines de sciages et de transformation de bois. À titre indicatif, la consommation des copeaux dans l'industrie des pâtes et papiers a été réduite de 6293,2 à 4825,2 tonnes métriques anhydres (tma) entre les années 2007 et 2017, voire une augmentation de surplus de copeaux de 23% (Salmon, 2017). La valorisation de ces résidus est devenue actuellement une nécessité afin d'assurer une gestion équitable des ressources naturelles. Pour ce faire, les développements technologiques s'orientent vers l'exploitation de sous-produits de bois par la création d'une nouvelle gamme de produits. Notamment, les billes de petits diamètres peuvent être dirigés vers la fabrication de panneaux à lamelles orientées (panneaux OSB), les copeaux vers la fabrication de panneaux de particules et de fibres,

de panneaux d'isolation et de composites bois-polymères. Comme la biomasse est une des plus grandes ressources énergétiques du monde, la production de la bioénergie peut être une autre alternative de valorisation de copeaux de bois, particulièrement, les copeaux de bois SEPM. En effet, dans les secteurs de la cogénération et des produits énergétiques, la consommation de bois SEPM a atteint 63,2%, en contrepartie, l'utilisation de bois provenant d'autres essences a été limitée à 36,8% en 2014 (Gouvernement du Québec, 2016).

En réalité, les résidus de bois présentent un défi pour les producteurs d'énergie en raison de leurs mauvaises propriétés de manipulation ainsi que leurs problèmes de combustion. Pour ce faire, il existe différentes technologies pour améliorer leurs propriétés physiques. En effet, les traitements thermochimiques tels que la torréfaction et la pyrolyse améliorent le pouvoir énergétique et l'hydrophobicité du matériel. En outre, les traitements mécaniques tels que la granulation et le briquetage favorisent la densification et l'homogénéité du produit. La combinaison de deux traitements conduirait à la création d'un combustible de haute valeur énergétique, ayant ainsi de meilleures propriétés de manutention et du stockage, qui pourrait être utilisé dans les centrales thermiques, électriques et/ou pour l'usage domestique.

Dans le marché de systèmes de chauffage, les granules de bois présentent une véritable énergie à la fois propre et renouvelable dont elles construisent leur propre poids. En 2012, les valeurs d'exportations canadiennes atteignent 1 369 000 tonnes de granules pour une valeur de 208 millions de dollars (Ressources naturelles du Canada, 2017). D'après l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture, les statistiques des produits forestiers ont montré que le Canada est classé second mondial sur le marché de production et d'exportation des granules énergétiques en 2015 (FAO, 2016). Ce classement encourage la naissance d'une nouvelle génération des granules à base de bois traités thermiquement.

Cette étude s'intéresse au potentiel des fibres de bois traitées thermiquement comme étant une source de production de bioénergie. Elle permet de valoriser le surplus des copeaux de bois issu de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier dans la production de biocombustible à faible empreinte environnementale.

De façon plus spécifique, le projet vise également à étudier les effets de trois températures de traitement thermique (pyrolyse rapide: 315, 400 et 454°C) sur les caractéristiques physico-chimiques des fibres de copeaux de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier et par conséquent d'évaluer l'effet du traitement thermique sur les propriétés des granules énergétiques.

## CHAPITRE II : REVUE DE LITTÉRATURE

### 2.1 Les conifères: épinette noire, pin gris et sapin baumier

#### 2.1.1 Généralité

Les conifères forment une grande famille d'arbres résineux répartis un peu partout à travers le monde. La plupart des conifères sont surtout concentrés dans l'hémisphère nord jusqu'au cercle arctique. Environ 30 espèces parmi plus que 600 espèces de conifères sont situées au Canada. Dans les forêts boréales, l'épinette noire (*Picea mariana*), le pin gris (*Pinus banksiana*) et le sapin baumier (*Abies balsamea*) représentent les fameuses essences de conifères canadiennes à feuillage persistant.

L'épinette noire est une essence résineuse, à croissance lente, de petite à moyenne taille, atteignant habituellement 15 m de hauteur et 15 à 25 cm de diamètre à hauteur de poitrine (DHP) à maturité. Répandu partout au Canada, cet arbre est dominant dans les peuplements plus âgés; il vit en moyenne 200 ans, mais il peut atteindre jusqu'à 280 ans. L'épinette noire tolère modérément l'ombre et occupe sensiblement le même territoire que l'épinette blanche, le pin gris et le sapin baumier (Zhang et Koubaa, 2009).

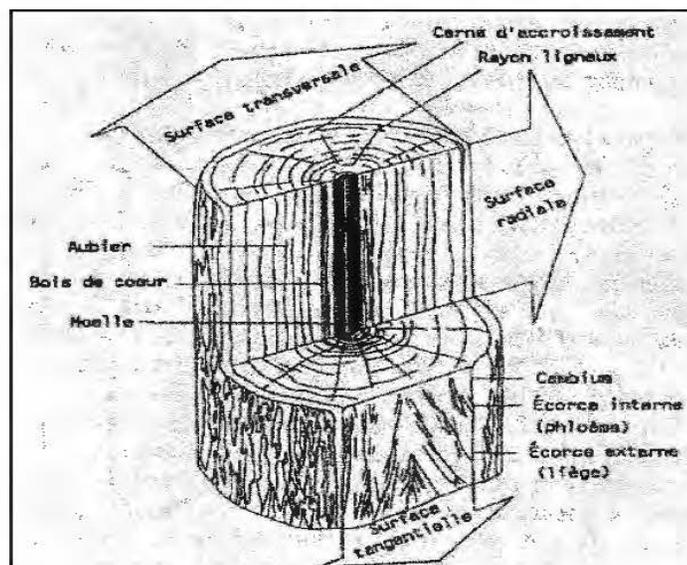
Le pin gris est un résineux indigène disponible au Québec en abondance. L'arbre se caractérise par une taille moyenne et peut atteindre 20 m de hauteur et 30 cm de diamètre après maturation. Le pin gris peut vivre jusqu'à 150 ans. Contrairement à l'épinette noire et le sapin baumier, le pin gris pousse également avec d'autres essences telles que le pin rouge, le bouleau à papier et le peuplier faux-tremble (Zhang et Koubaa, 2009).

Finalement, le sapin baumier est un arbre résineux de moyenne altitude qui peut atteindre 25 m de hauteur et 70 cm de diamètre (DHP) et peut vivre jusqu'à 150 ans. Cette essence d'ombre pousse sur tous types de sols, mais elle a besoin de plus d'humidité dans le sol et de l'air pour croître (Zhang et Koubaa, 2009).

## 2.1.2 Caractéristiques anatomiques du bois

### 2.1.2.1 Anatomie macroscopique

Au cours d'une année, un cycle de croissance du bois est achevé par l'apparition d'un nouveau cerne d'accroissement. Cette croissance annuelle est assurée par le cambium, une couche fine située sous l'écorce, pendant les deux saisons: printemps et été. Ainsi, le bois du printemps appelé aussi bois initial, et le bois d'été ou encore bois final sont formés, respectivement. Les cellules vivantes constituent le bois d'aubier et les anciennes cellules meurent et forment le bois de cœur (bois du duramen). La Figure 2.1 illustre les caractéristiques macroscopiques d'un tronc du bois selon les trois coupes: transversale, radiale et tangentielle (Smook et Kocurek, 1982).



**Figure 2.1:** Anatomie macroscopique du bois selon les trois coupes (transversale, radiale et tangentielle) (Smook et Kocurek, 1982)

Le bois des trois espèces étudiées dans ce travail (épinette noire, pin gris et sapin baumier) a une couleur plutôt blanchâtre à jaune (Zhang et Koubaa, 2009). En effet, la teinte du bois de l'épinette noire est claire, allant du blanc à brun jaunâtre pâle. Le bois de cœur du pin gris va d'orange claire au marron clair, par contre il est indistinct chez l'épinette noire et le sapin baumier. L'aubier du pin gris est presque blanc avec une trace de jaune. Le bois initial du sapin baumier a une couleur qui varie entre le blanchâtre, le blanc crème et le brun pâle, alors que le bois final a souvent une teinte lavande. La transition de couleur entre le bois initial et le bois final est brutale chez le pin gris alors qu'elle est progressive chez l'épinette noire et le sapin baumier. Ainsi, le pin gris possède une proportion importante de bois d'été par rapport à l'épinette noire ou au sapin baumier. Le bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier ne possède aucun goût spécifique. Toutefois, le bois du pin gris et du sapin baumier peut dégager une saveur distincte. Le bois de l'épinette noire et du sapin baumier est léger, sauf qu'il est tendre chez l'épinette noire et il est mou et peu résistant chez le sapin baumier. Les canaux résinifères normaux sont absents chez le sapin baumier et présents chez les deux autres espèces, mais de façons différentes. Chez le pin gris, ils sont nombreux et confinés, formant des bandes brunâtres discrètes le long du fil (Zhang et Koubaa, 2009).

#### 2.1.2.2 Anatomie microscopique

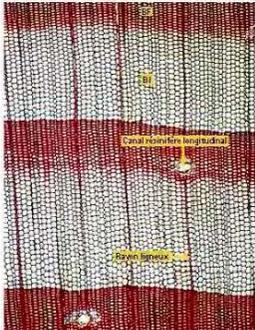
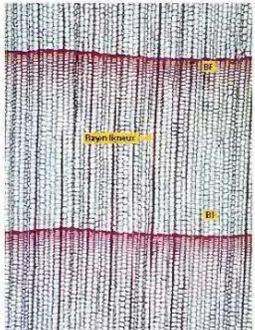
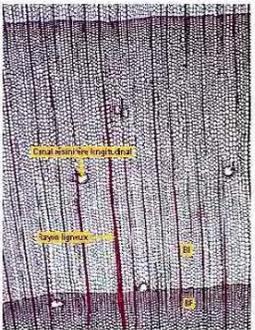
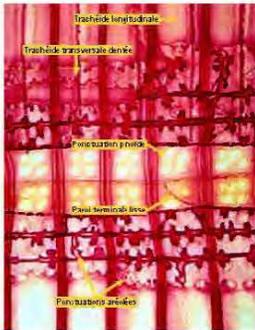
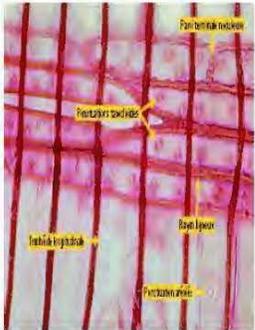
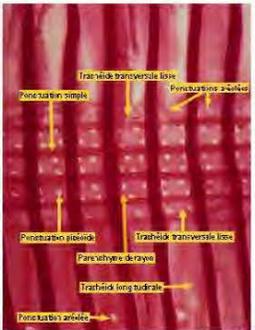
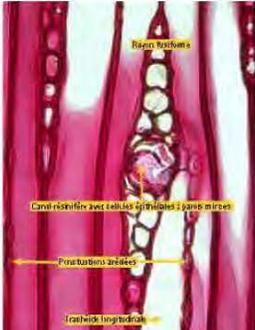
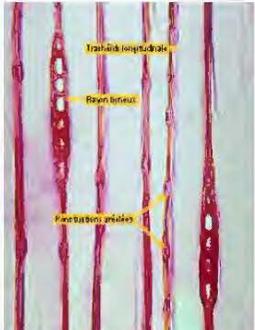
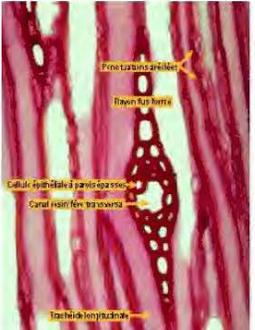
Le bois des conifères est homogène et qualifié d'homoxylé. En effet, les trachéides longitudinales assurent à la fois la conduction de la sève brute et le soutien mécanique au tronc. Les trachéides sont arrangées en files radiales. Le Tableau 2.1 et le Tableau 2.2 présentent respectivement, les différentes caractéristiques microscopiques ainsi que les photomicrographies de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier (Cloutier, 2010; Zhang et Koubaa, 2009). Le diamètre moyen des trachéides de l'épinette noire est plus petit que celui du pin gris et du sapin baumier. L'épaisseur de la paroi cellulaire varie largement selon la saison de formation, celle du bois initial est

fine (1-5,5  $\mu\text{m}$ ), alors que celle du bois final est deux à trois fois plus épaisse (3-9,7  $\mu\text{m}$ ) (Zhang et Koubaa, 2009). Les canaux résinifères existent chez certains conifères. Ils peuvent être orientés axialement et radialement. Chez les pins, les canaux résinifères sont nombreux et plus visibles. Le pin gris possède des canaux plus petits que ceux de la plupart des autres pins. Cependant, les canaux résinifères de l'épinette sont rares, petits et difficiles à les percevoir. Le bois du sapin se caractérise par l'absence des canaux résinifères, par contre, ces canaux peuvent apparaître sous forme des canaux traumatiques, en cas d'attaque d'insectes afin de protéger le bois (Trouy, 2015).

**Tableau 2.1:** Caractéristiques microscopiques de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier (Zhang et Koubaa, 2009)

Essences		Épinette noire	Pin gris	Sapin baumier
Trachéides	Longueur (mm)	3,0 à 4,5	1,5 à 5,7	1,9 à 5,6
	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	25 à 30	28 à 40	30 à 40
Épaisseur moyenne de la paroi cellulaire	Bois initial ( $\mu\text{m}$ )	1	5,5	-
	Bois final ( $\mu\text{m}$ )	3 à 4	9,7	-
Poids linéique moyen ( $\mu\text{g/m}$ )		123	180	120 à 180
Ponctuations de champ de croisement		picéoïdes	pinoïdes	taxodioides
Présence des canaux résinifères		oui	oui	non
Diamètre des canaux longitudinaux ( $\mu\text{m}$ )		135	100	-
Diamètre des canaux transversaux ( $\mu\text{m}$ )		30	45	-

**Tableau 2.2:** Structure anatomique de bois de l'épinette, du pin gris et du sapin baumier illustrée dans les trois plans de coupe: transversal, radial et tangentiel (Cloutier, 2010)

Plan de coupe et grossissement	Essences		
	Pin gris	Sapin baumier	Épinette
<b>Transversal (RT), 40x</b>			
<b>Radial (LR), 400x</b>			
<b>Tangentiel (LT), 400x</b>			

### 2.1.3 Composition élémentaire et chimique

Du point de vue élémentaire, le carbone (51,6%), l'oxygène (41,5%) et l'hydrogène (6,3%) présentent les principaux composants du bois assurant la formation des polymères, dont la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et les substances extractibles forment un réseau rigide et complexe de la paroi cellulaire (Vassilev et al., 2010). Le bois contient aussi des quantités très faibles de cendres (<1).

La composition chimique de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier est illustrée dans le Tableau 2.3. Le sapin baumier admet une teneur en lignine plus élevée que celle de l'épinette noire ou du pin gris. Cependant, le bois du pin gris se caractérise par un taux d'extractibles élevé (Zhang et Koubaa, 2009).

**Tableau 2.3:** Composition chimique et analyse élémentaire de bois de l'épinette, du pin et du sapin (Peng et al., 2013)

	Épinette noire	Pin gris	Sapin baumier
<b>Composition chimique (%)</b>			
<b>Cellulose</b>	42,4	36,7	37,1
<b>Hémicellulose</b>	20,0	26,3	25,0
<b>Lignine</b>	35,1	33,6	35,0
<b>Extractibles</b>	2,4	3,0	2,8
<b>Analyse élémentaire (%)</b>			
<b>Carbone</b>	51,2	51,2	50,0
<b>Hydrogène</b>	6,0	6,0	6,1
<b>Oxygène</b>	42,6	42,2	43,6
<b>Azote</b>	0,1	0,1	0,2
<b>Matière volatile</b>	80,5	82,8	82,9
<b>Carbone fixe</b>	19,4	16,8	17,0
<b>Taux de cendres</b>	0,1	0,4	0,1

### ❖ *La cellulose*

La cellulose, homopolymère linéaire, présente le constituant principal du bois (Figure 2.2). C'est un polysaccharide structural composé par des unités de glucoses (98% d'unités de D-glucopyranose) liées entre elles par des liaisons glucosidiques (Brown et Wang, 2017). La cellobiose présente son unité de base (Trouy, 2015). Elle se produit par la polymérisation des anhydrides de glucose formés lors de la photosynthèse. Les molécules de cellulose se caractérisent par un taux de cristallinité assez important (environ 60 à 70%) (Fengel et Wegener, 1983). Par ailleurs, la cellulose admet des liaisons hydrophobes permettant d'augmenter son insolubilité dans l'eau et de rendre le bois plus résistant aux attaques chimiques. Grâce aux liaisons covalentes et hydrogènes, les chaînes de cellulose sont organisées sous forme de microfibrilles qui constituent l'armature de la paroi cellulaire et lui offrent une très grande résistance (Rowell, 2005).

La dégradation thermique de la cellulose se déroule en moyenne entre 240 et 350°C (Mohan et al., 2006). Elle débute à environ 250-280°C (Chen et al., 2011b) et s'étend jusqu'à 305-375°C (Prins et al., 2006; Shafizadeh, 1985). Dans un procédé de pyrolyse à basse température (<300°C), la dégradation de la cellulose passe par une étape de dissociation et de déshydratation des chaînes, ce qui entraîne la séparation des unités glucosidiques, la diminution du degré de polymérisation et la formation des carboxyles et des carbonyles (Dorez et al., 2014). La pyrolyse de la cellulose conduit principalement à la formation de la lévoglucosane et produit un liquide à partir duquel les produits volatils sont formés (Brown et Wang, 2017).

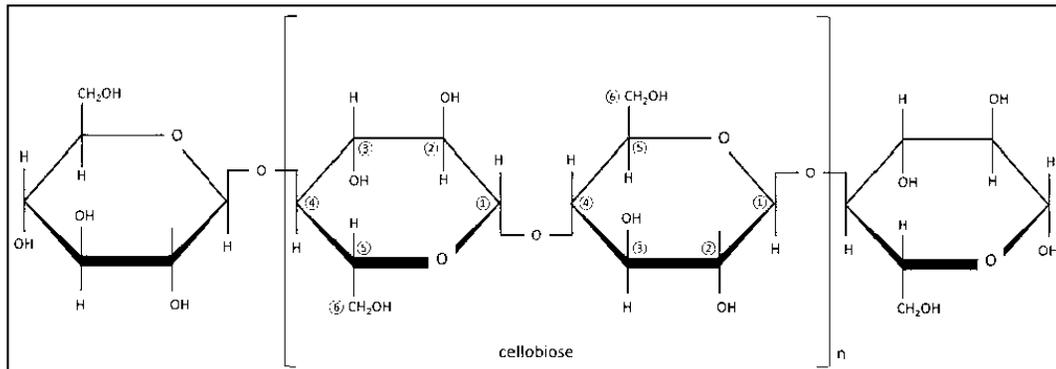
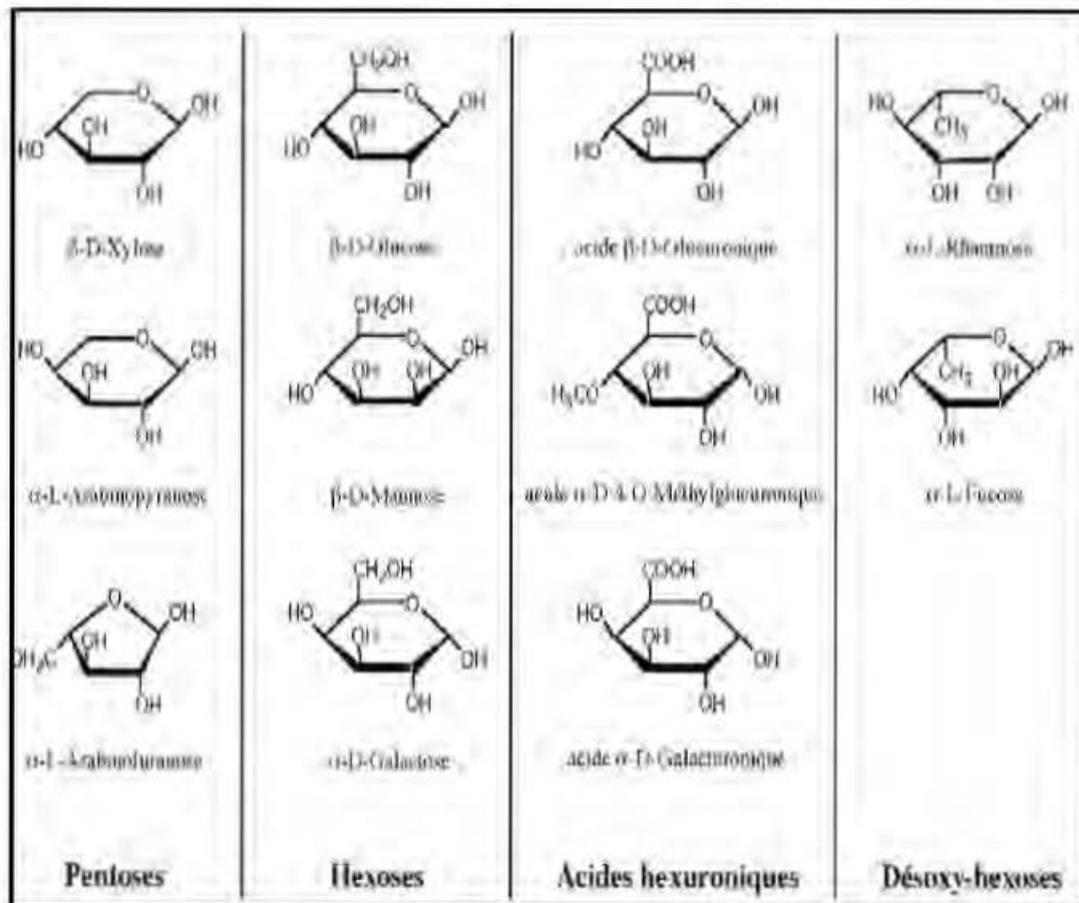


Figure 2.2: Structure moléculaire de la cellulose (Trouy, 2015)

### ❖ *L'hémicellulose*

L'hémicellulose se différencie de la cellulose par sa structure amorphe admettant un faible poids moléculaire et des chaînes ramifiées beaucoup plus courtes. Il s'agit d'un hétéropolysaccharide qui se compose essentiellement de glucoses et d'autres polysaccharides (Yang et al., 2007). Les sucres d'hémicellulose peuvent être classés en 4 groupes: les pentoses, les hexoses, les acides hexuroniques et les désoxy-héxoses (Figure 2.3). Les fameuses familles d'hémicellulose sont: les pentoses qui contiennent les sucres C5 (xylanes et arabinanes) et les hexoses qui sont définis par les sucres C<sub>6</sub> (glucanes, galactanes et mananes) (Navi et Heger, 2005). Ainsi, l'hémicellulose forme une véritable matrice autour des microfibrilles de cellulose. Elle lie la cellulose avec les lignines et forment un complexe lignine-glucide par des liaisons éthers (Fan et al., 2012).

Étant donné que l'hémicellulose se caractérise par l'instabilité thermique (Bilbao et al., 1989), leur dégradation commence à basse température (180-200°C) (Mohan et al., 2006) et se continue jusqu'à 225-325°C (Prins et al., 2006; Shafizadeh, 1985). Au cours d'une réaction de pyrolyse rapide, les xylanes, les mananes et les galactanes subissent une dégradation rapide à partir des basses températures (Dorez et al., 2014). Cette décomposition peut engendrer la diminution du nombre des groupements hydroxyyles qui est à l'origine de la réduction de l'hygroscopicité du matériau (Bilbao et al., 1989).

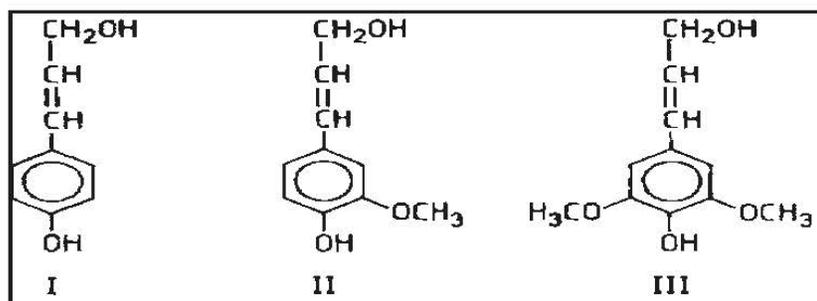


**Figure 2.3:** Structures chimiques des principaux monosaccharides d'hémicellulose (Navi et Heger, 2005)

### ❖ *La lignine*

La lignine est un polymère phénolique, amorphe et tridimensionnel. Elle se diffère de la cellulose et de l'hémicellulose par sa nature chimique qui est constituée principalement par trois types de monomères: alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique, avec différentes liaisons éthers et des liaisons Carbone-Carbone condensées (Fengel et Wegener, 1983) (Figure 2.4). Il existe plusieurs groupements chimiques tels que l'hydroxyle (phénolique ou alcoolique), le méthoxyle, le carbonyle et le carboxyle construisant la lignine (Gosselink et al., 2004). Cette substance organique est souvent appelée l'agent de cimentation; elle est de structure irrégulière

issue de réseaux de polymères réticulés hautement condensés, capable d'assurer la rigidité de la paroi cellulaire et de former une couche protectrice de la cellulose contre les attaques fongiques (Brown et Wang, 2017; Mohan et al., 2006). Elle se caractérise aussi par un pouvoir calorifique très élevé vu qu'elle se compose en grande partie de carbone, d'oxygène et d'hydrogène qui sont principalement les éléments responsables de la chaleur (Föhr et al., 2017). Selon le type d'espèce, la teneur en lignine est plus élevée chez les résineux (27 à 30%) que chez les feuillus (20 à 25%) (Föhr et al., 2017). La lignine représente le composé le plus stable thermiquement. En effet, il est difficile d'isoler la lignine sans modifier ses propriétés chimiques (Brown et Wang, 2017). Bien qu'elle commence à se dégrader aux alentours de 150°C, la cinétique de sa décomposition prend plus du temps comparativement à celle de la cellulose ou d'hémicellulose. En effet, le processus de dégradation de la lignine se ralentit tout en augmentant la température de torréfaction (Chen et Kuo, 2011). D'autres études définissent sa plage de décomposition entre 250 et 500°C (Mohan et al., 2006; Prins et al., 2006; Shafizadeh, 1985). Lors de la pyrolyse, Brown et Wang (2017) ont montré que la lignine est décomposée en des monomères phénoliques volatils et des oligomères phénoliques non volatils via la destruction des liaisons d'hydrogènes et d'éthers ainsi que des liaisons fortes de carbone-carbone. Ainsi, la dégradation thermique de la lignine est suivie de multiples réactions complexes. Brown et Wang (2017) ont constaté aussi que les composants phénoliques générés sont extrêmement réactifs; ils se condensent et se déshydratent souvent en gaz carbonique avant de se volatiliser. Ceci peut provoquer l'encrassement des condensateurs de l'unité de pyrolyse.



**Figure 2.4:** Structure des manomères de la lignine: alcools p-coumarylique (I), coniférylique (II) et sinapylique (III) (Fengel et Wegener, 1983)

#### ❖ *Les substances extractibles*

Comme leur nom l'indique, les substances extractibles forment un groupe de composés chimiques dans le bois qui peuvent être extraits avec de l'eau ou des solvants. Bien qu'ils participent avec une faible proportion (0-5% de biomasse lignocellulosique), elles sont responsables de la protection de l'arbre contre les maladies et les insectes à l'aide des composants organiques phénoliques «polyphénols» (Meullemiestre, 2014). Chez certaines essences, les substances extractibles offrent une couleur et une odeur spécifique du bois tel que le cas du thuya occidental (*Thuja occidentalis* L.).

### 2.1.4 Caractéristiques physiques du bois de conifères

#### 2.1.4.1 Masse volumique

La masse volumique du bois est souvent très variable entre les essences et au sein d'une même essence. Particulièrement, les pourcentages du bois initial et du bois final affectent considérablement la masse globale de bois (Zhang et Koubaa, 2009). Cependant, la plage de variation commune de la masse volumique de base de bois peut être comprise entre 330 et 600 kg/m<sup>3</sup>, notant que les feuillus ont généralement une masse volumique supérieure à celle des résineux (Barnett et Jeronimidis, 2009). Le Tableau 2.4 présente une comparaison entre les masses volumiques du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à l'état vert, sec à l'air et anhydre.

La masse volumique du sapin baumier est légèrement plus faible à celle d'épinette noire et du pin gris (Jessome, 2000). Par contre, le pin gris et l'épinette noire ont des masses volumiques proches. En général, la masse volumique du pin gris est plus élevée que celle du pin blanc et du pin rouge (Zhang et Koubaa, 2009).

**Tableau 2.4:** Variation de la masse volumique du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier (Jessome, 2000)

	<b>Masse volumique (kg/m<sup>3</sup>)</b>		
	<b>État vert</b>	<b>État sec à l'air</b>	<b>État anhydre</b>
<b>Épinette noire</b>	406	428	445
<b>Pin gris</b>	421	444	451
<b>Sapin baumier</b>	335	350	367

#### 2.1.4.2 Teneur en humidité

La teneur en humidité du bois est sensiblement affectée par différents facteurs tels que la saison, la station et l'âge de l'arbre. Pour la plupart des résineux, la teneur en humidité de l'aubier est plus élevée que celle du duramen (Zhang et Koubaa, 2009). Le Tableau 2.5 illustre les différentes teneurs en humidité de l'aubier et du duramen chez l'épinette noire, le pin gris et le sapin baumier.

**Tableau 2.5:** Teneur en humidité du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier (Zhang et Koubaa, 2009)

	<b>Teneur en humidité (%)</b>		<b>Référence</b>
	<b>Aubier</b>	<b>Duramen</b>	
<b>Épinette noire</b>	113	52	(Nielson, 1985)
<b>Pin gris</b>	124	33	(Mullins, 1981)
<b>Sapin baumier</b>	173	88	(Cech, 1980)

#### 2.1.4.3 Perméabilité

La perméabilité du bois joue un rôle important au cours des traitements de préservation, de la mise en pâte et du séchage. Elle permet de mesurer la capacité du bois à laisser transporter un fluide à travers ses parois cellulaires (Zhang et Koubaa, 2009). La perméabilité du bois varie de l'aubier au duramen selon le type d'essence. En effet, le duramen de l'épinette noire est extrêmement imperméable, tandis que son aubier est moyennement imperméable. Le pin gris admet un aubier perméable, mais ce n'est pas le cas pour son duramen. Le sapin baumier possède un duramen extrêmement perméable, alors que son aubier est modérément imperméable (Zhang et Koubaa, 2009).

#### 2.1.4.4 Propriétés énergétiques

Les valeurs calorifiques des conifères présentent principalement des propriétés thermiques intéressantes pour déterminer les relations énergétiques de bois. En effet, le pouvoir calorifique est utilisé pour mesurer la quantité de chaleur dégagée lors de la combustion complète d'un matériau. La plage de variation des pouvoirs calorifiques peut aller de 15,58 à 23,72 MJ/kg pour les bois de feuillus et de 18,60 à 28,44 MJ/kg pour les bois de résineux (Harker et al., 1982). En outre, Singh et Kosteky (1986) ont montré que le pouvoir calorifique varie beaucoup en fonction de l'espèce, mais il dépend également de différents composants (tige, écorce, etc.) de l'arbre (Tableau 2.6). Les pouvoirs calorifiques de la tige et de l'écorce de l'épinette noire sont, respectivement de 18,78 MJ/kg et 19,48 MJ/kg (Singh et Kosteky, 1986). Le pin gris présente le pouvoir calorifique le plus élevé, par conséquent, il possède une meilleure qualité de combustible. Tandis que l'épinette noire et le sapin baumier ont pratiquement les mêmes valeurs calorifiques (Tableau 2.6).

**Tableau 2.6:** Pouvoir calorifique (MJ/kg) de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier (Singh et Kostecky, 1986)

<b>Essence</b>	<b>Épinette noire</b>	<b>Pin gris</b>	<b>Sapin baumier</b>
<b>Tige</b>	18,78	19,44	18,74
<b>Écorce</b>	19,49	21,30	18,53
<b>Souche</b>	19,20	19,95	19,67
<b>Sommet</b>	21,56	21,22	21,43
<b>Branches</b>	20,68	21,37	20,57
<b>feuilles</b>	20,87	21,43	21,50
<b>Moyenne</b>	<b>20,10</b>	<b>20,79</b>	<b>20,07</b>

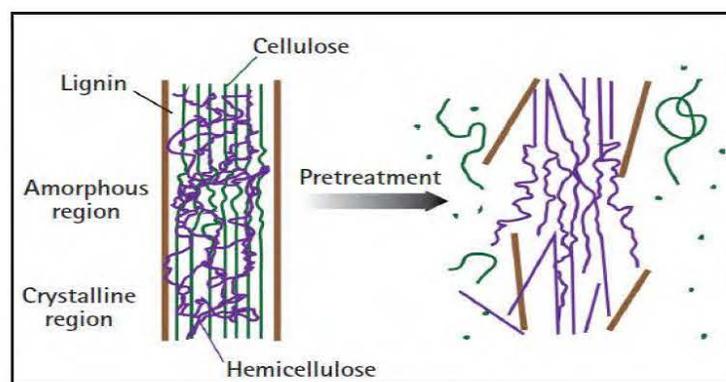
## 2.2 Alternatives de valorisation des copeaux de bois

Les sous-produits de la filière de bois générés simultanément ou à divers stades peuvent exister sous plusieurs formes: copeaux, sciures, farines ou des chutes diverses. Les copeaux de bois sont des restes d'usinage ayant des formes et des dimensions variables dépendamment du type d'opération, de machine de découpe et de l'essence de bois usinée (PACER, 1995). Parmi les différentes classes de copeaux, les résidus d'usines de sciage présentent une excellente forme de biomasse qui peut être exploitée dans le but de produire de la chaleur et de l'électricité. Au cours des dernières années, le coût des combustibles fossiles a subi une augmentation importante. De ce fait, les centrales énergétiques sont attirées de plus en plus par la classe des copeaux combustibles qui favorise une faible production de cendres. À partir de la première transformation, les copeaux de bois subissent une réduction de teneur en humidité, ce qui augmente leur valeur énergétique par rapport aux résidus de coupe forestière (PACER, 1995; WSP, 2014). La multiplicité des domaines spécifiques de voies de valorisation des sous-produits de bois a mené à la création d'une nouvelle gamme de produits tels que: la fabrication des composites bois-plastiques, des lamelles aboutées et des panneaux à

lamelles orientées. Particulièrement, les sciures sont demandées pour charger les composites et fabriquer des panneaux d'isolation (Sales, 2003). L'évolution des voies de production d'énergie conduit au développement technologique du processus de transformation des copeaux de bois en bioénergie; soit par des traitements thermiques comme la pyrolyse et la gazéification, soit par des traitements mécaniques tels que la granulation.

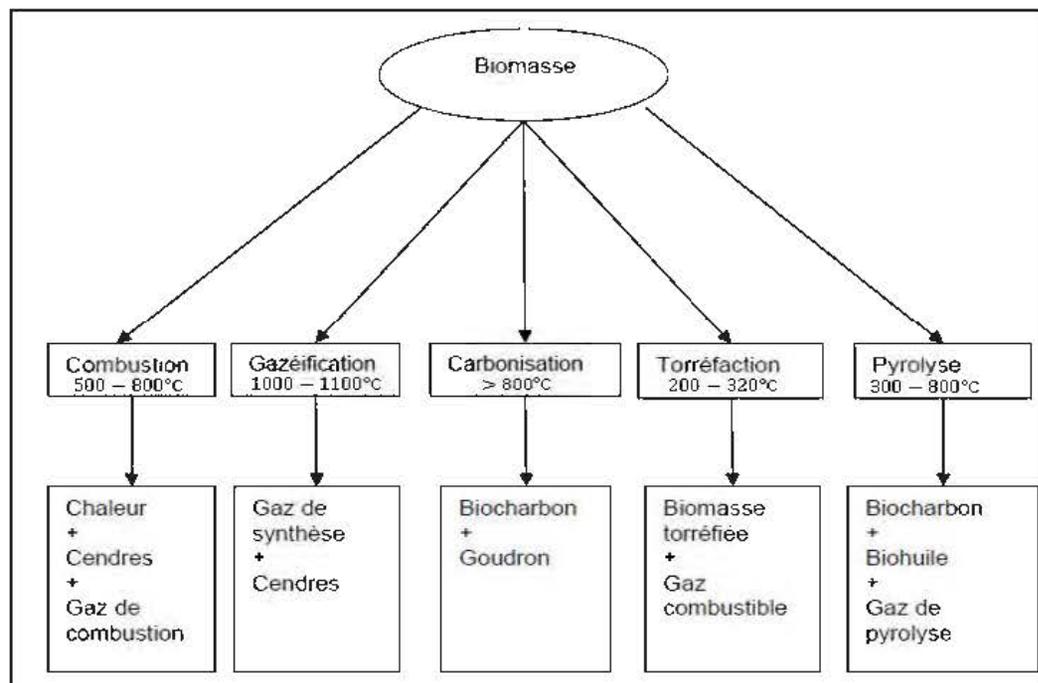
### 2.2.1 Traitements thermiques des copeaux de bois

Dans le monde énergétique, les traitements thermiques des copeaux de bois consistent principalement à modifier sous l'effet de la chaleur les propriétés physiques et chimiques du bois dans le but de réduire sa teneur en humidité et d'améliorer son pouvoir calorifique (Rodrigues et Rousset, 2015). En effet, les modifications chimiques dues au traitement thermique entraînent la dégradation d'hémicellulose, la modification de la structure cristalline de cellulose et la réticulation des lignines (Chen et al., 2011b). La Figure 2.5 illustre les changements structuraux apportés dans les régions amorphes et cristallines du bois après un traitement thermique. Ces changements confèrent au bois des nouvelles propriétés. Le bois devient plus hydrophobe, ayant une meilleure stabilité dimensionnelle, mais ses propriétés mécaniques diminuent considérablement (Mouras et al., 2002).



**Figure 2.5:** Effet d'un traitement thermique sur la structure de la composition chimique du bois (Shankar Tumuluru et al., 2011)

La Figure 2.6 présente les différents procédés de conversion thermique de bois, y compris la torréfaction, la pyrolyse, la carbonisation, la gazéification et la combustion ainsi que les sous-produits générés à partir de chaque procédé (Solomatnikova et al., 2011). Un des principaux paramètres qui réagissent sur le rendement de différents produits de conversion thermique est la valeur de la température appliquée. Dans le cas d'un traitement à haute température (plus que 800°C), les gaz représentent plus de 60% de la totalité des produits générés au cours du procédé thermique (WSP, 2014).



**Figure 2.6:** Les différents procédés de traitements thermiques de la biomasse en fonction de leurs produits générés (Solomatnikova et al., 2011)

La gazéification est un traitement thermique à haute température qui permet de produire directement des gaz combustibles qui peuvent être utilisés pour l'alimentation des turbines à gaz. Il existe trois types de gazéification: à l'air, à l'oxygène et à la vapeur (Solomatnikova et al., 2011). La gazéification à l'air fournit des combustibles gazeux dont le pouvoir calorifique compris entre 4 et 8 MJ/Nm<sup>3</sup>, tandis que la gazéification à la vapeur permet de produire des combustibles gazeux dont le pouvoir calorifique peut

atteindre  $15 \text{ MJ/Nm}^3$  (Solomatnikova et al., 2011). En présence d'air, la combustion se diffère de la gazéification par l'oxydation complète du matériau et le type de réaction (exothermique) (Solomatnikova et al., 2011). La carbonisation présente une combustion lente du matériau sous une atmosphère contrôlée (peu d'air) (Solomatnikova et al., 2011). D'une façon générale, les traitements thermiques au-dessus de  $500^\circ\text{C}$  tels que la combustion, la carbonisation et la gazéification transforment le bois à une matière première énergétique par excellence (Avat, 1993).

La pyrolyse ménagée ou la torréfaction est un traitement thermochimique qui se déroule à basse température dans une atmosphère inerte (Avat, 1993). Il existe plus que de 60 technologies de torréfaction et/ou de pyrolyse à travers le monde. Elles se diffèrent par le type de procédés et le rendement en produit (WSP, 2014). Le choix entre ces technologies dépend essentiellement des besoins énergétiques, de la disponibilité et de la qualité du bois. Ainsi, les procédés de prétraitement thermique offrent de nouveaux défis pour l'industrie des granules (Stelte et al., 2012). Malgré l'existence de divers procédés de traitements thermiques, ils parviennent tous à un accord du contrôle des trois principaux paramètres: la vitesse de chauffage, le temps et la température du traitement (Bourgois et Guyonnet, 1988). Notant que le comportement des différents composants du bois varie selon le choix de ces paramètres.

### 2.2.1.1 Torréfaction

#### 2.2.1.1.1 *Description*

Par définition, la torréfaction est un traitement thermique doux qui s'effectue généralement entre  $200$  et  $320^\circ\text{C}$ , en absence d'oxygène, à pression atmosphérique, pendant un temps de séjour bien défini (Lê Thành, 2015; Rudolfsson et al., 2017). L'élimination du gaz d'oxygène a pour but d'éviter la combustion spontanée. Ce traitement conduit à la production d'un biocombustible solide ayant de meilleures

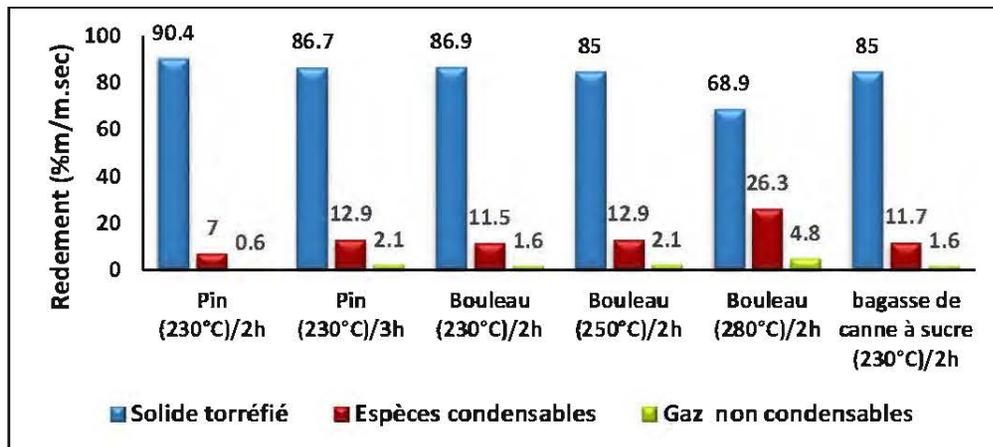
capacités de manutention, de broyage et de combustion (Prins et al., 2006). La torréfaction présente une étape intermédiaire entre le séchage et la pyrolyse, cependant certains la considèrent comme une forme de pyrolyse dans la plage de températures comprise entre 200 et 280°C (Browne, 1958). Comme tout procédé, la torréfaction s'effectue selon des phases dépendamment du mode de transfert thermique ainsi que les types de réacteurs utilisés (Colin, 2014). Bien que la torréfaction soit au stade d'initialisation, les réacteurs adoptés à cette technologie sont multiples tels que : le convoyeur à bande, le lit mobile, le lit fluidisé, le cyclone, le four tournant et le four à vis ou vibrant (Colin, 2014). Cependant, ces réacteurs sont aptes à plusieurs problèmes techniques qui ralentissent leur commercialisation (Wilén et al., 2013).

Les recherches sur le bois torréfié font l'objet de nombreuses publications (Mobini et al., 2014; Poudel et al., 2018; Prins et al., 2006; Repellin et al., 2010a; Tsalidis et al., 2018). Le développement de la recherche conduit à la détermination de paramètres affectant la torréfaction, la modélisation du procédé et la caractérisation du bois torréfié.

#### 2.2.1.1.2 *Facteurs influençant le processus de torréfaction*

Multiplés sont les paramètres susceptibles d'influencer le procédé de dégradation thermique au cours de la torréfaction. Les études ont montré que la nature d'espèces (Stamm, 1956), le temps de séjour et la température (Pach et al., 2002) sont les principaux éléments affectant le déroulement du processus ainsi que les caractéristiques des produits finals. En tenant compte de la variation de la température et de la durée du traitement thermique, Pach et al. (2002) ont montré que le rendement en masse de la torréfaction varie en fonction de la nature de la biomasse utilisée (Figure 2.7). Pour les mêmes conditions du traitement, ils ont noté que la bagasse de canne à sucre se dégrade en premier lieu, suivie de la dégradation de bois du bouleau, puis du pin, ce qui mène à conclure que la dégradation thermique des feuillus est plus importante et rapide que celle des résineux (Stamm, 1956). Pach et al. (2002) ont

montré aussi que les échantillons de bois de bouleau et de pin contiennent plus de produits solides que des espèces condensables et des gaz (Figure 2.7). Pour une durée de traitement fixe (2h), l'évolution de la température de 230 à 280°C provoque la diminution de rendement de solides torréfiés. Une augmentation de la durée du chauffage avec une température constante provoque également la réduction de pourcentages de la biomasse torréfiée ainsi que l'augmentation de taux des substances volatiles (Figure 2.7). Pour une température assez élevée et une longue durée de traitement, Bourgois et Guyonnet (1988) ont constaté une augmentation de la teneur en carbone, mais une baisse de la teneur en oxygène.



**Figure 2.7:** Diagramme de rendements en masse de torréfaction du pin, du bouleau et de la bagasse de canne à sucre (Pach et al., 2002)

La variation de la pression, du taux d'humidité, de la nature de l'atmosphère ainsi que des dimensions de l'échantillon peuvent entraîner des changements au cours de la torréfaction (Bohnke, 1993). En effet, la vitesse de décomposition et la perte de masse sont affectées par la géométrie et le taux d'humidité initial de l'échantillon.

### 2.2.1.1.3 Modélisation du procédé de la torréfaction

Les études sur la torréfaction du bois se focalisent généralement sur le choix des essences et des effets des paramètres du procédé de torréfaction. Cependant, il est

important de déterminer le rendement de la machine de torréfaction afin de prédire le comportement global du bois. Divers modèles cinétiques ont été développés pour déterminer la perte de masse au cours de la pyrolyse. Récemment, ces modèles sont adaptés pour le cas de la torréfaction (Colin, 2014). La complexité de développement d'un modèle est fortement liée au nombre de réactions qui peut être pris en considération. C'est pour cela, la plupart des modèles développés utilisent un nombre limité de réactions du premier ordre. Le Tableau 2.7 présente les modèles cinétiques les plus courants.

**Tableau 2.7:** Les modèles cinétiques de détermination de la perte de masse au cours de traitement thermique (Chew et Doshi, 2011; Colin, 2014; Repellin et al., 2010b)

Modèle	Schéma de la réaction
Modèle à une étape	$A \xrightarrow{K_B} B + V$
Modèle à une étape de deux réactions parallèles	$A \begin{cases} \xrightarrow{K_1} V \\ \xrightarrow{K_2} B \end{cases}$
Modèle à trois réactions parallèles	$A \begin{cases} \xrightarrow{K_1} V_{\text{condensables}} \\ \xrightarrow{K_2} V_{\text{incondensables}} \\ \xrightarrow{K_3} B \end{cases}$
Modèle à deux étapes de deux réactions parallèles	$A \begin{cases} \xrightarrow{K_{V1}} V_1 \\ \xrightarrow{K_B} B \end{cases} \quad B \begin{cases} \xrightarrow{K_{V2}} V_2 \\ \xrightarrow{K_C} C \end{cases}$
Modèle à deux étapes de trois réactions parallèles	$A \begin{cases} \xrightarrow{K_{V1}} V_1 \\ \xrightarrow{K_B} B \end{cases} \quad B \begin{cases} \xrightarrow{K_{V2}} V_2 \\ \xrightarrow{K_C} C \end{cases} \quad C \begin{cases} \xrightarrow{K_{V3}} V_3 \\ \xrightarrow{K_C} D \end{cases}$

A: Biomasse brute; B, C, et D: solides torréfiés; V: composants volatiles; K: constantes cinétiques qui suivent la loi d'Arrhenius.

Le modèle à une seule étape décrit la perte de masse au cours du procédé de torréfaction sans quantifier la proportion de solides torréfiés. Ceci rend l'utilisation de ce modèle limitée, car il n'est pas capable de déterminer l'évolution de rendement en solide vis-à-vis la température de torréfaction (Repellin et al., 2010b). Par contre, le modèle à une étape de deux réactions parallèles ne permet pas de décrire convenablement la perte de masse du solide (Colin, 2014). Cependant, le modèle à trois réactions parallèles permet de prédire correctement l'évolution de la répartition des sous-produits de torréfaction (solide, liquide et gaz) dans une plage de température comprise entre 230 et 260°C (Chew et Doshi, 2011). Au-delà de 260°C, le modèle perd son efficacité (Chew et Doshi, 2011). Dans le cas du modèle à deux étapes de deux réactions, les courbes de perte de masse ont été correctement identifiées lors de la torréfaction. L'ajout d'une troisième réaction à ce modèle a permis d'améliorer légèrement les résultats (Colin, 2014).

#### 2.2.1.1.4 *Caractéristiques des sous-produits de torréfaction*

##### ❖ Bois torréfié

Le bois torréfié représente le sous-produit principal récupéré de la torréfaction, avec un rendement compris entre 50 et 90 % par rapport à la masse sèche du solide initial (%m/m sec) (Lê Thành, 2015). Il subit diverses modifications: le bois torréfié change de couleur et devient plus hydrophobe et plus résistant aux attaques fongiques et bactériennes (Hakkou et al., 2005; Pach et al., 2002). Bridgeman et al. (2010) ont montré que plus le degré de la torréfaction est intense, plus que le bois devient sombre (Figure 2.8). Ceci peut être dû à la dégradation de pigments clairs et de la lignine (Lê Thành, 2015). Ainsi, les modifications thermochimiques relèvent des caractéristiques intéressantes au bois torréfié telles que l'augmentation de son pouvoir calorifique et la diminution de l'énergie nécessaire au broyage (Phanphanich et Mani, 2011; Shankar Tumuluru et al., 2011).



**Figure 2.8:** Effet de la température de torréfaction et du temps de traitement sur le changement de la couleur des fibres de saule (Bridgeman et al., 2010)

Le Tableau 2.8 présente une comparaison entre les propriétés du bois brut et torréfié. La torréfaction rend le bois plus riche en carbone, mais les teneurs en hydrogène et oxygène deviennent plus faibles par rapport au bois brut (Pach et al., 2002; Rudolfsson et al., 2017; Shankar Tumuluru et al., 2011). Cette modification de la composition élémentaire de bois favorise l'augmentation du pouvoir calorifique du bois torréfié. De la même manière, plus la température de torréfaction est élevée, plus la valeur énergétique du bois torréfié est importante.

**Tableau 2.8:** Comparaison entre les propriétés du bois brut et torréfié

Propriétés	Bois brut	Bois torréfié
Humidité (%) (Bourgeois et Guyonnet, 1988)	10	3
Puissance nécessaire au broyage (en kWh/t) (Repellin et al., 2010a)	750	Inférieure à 100
Propriétés énergétiques (Van der Stelt et al., 2011)		
Teneur en Carbone (%)	47,2	55,8
Teneur en Hydrogène (%)	6,1	5,6
Teneur en Oxygène (%)	45,1	36,1
Pouvoir calorifique (en MJ/kg)	17,6	21,0

### ❖ Espèces volatiles

En plus du bois torréfié, la torréfaction engendre aussi la formation des espèces volatiles condensables (entre 10 et 35% m/m sec) et des espèces volatiles incondensables (entre 1 et 15% m/m sec) (Lê Thành, 2015; Shankar Tumuluru et al., 2011). Les espèces condensables sont des composés organiques qui se condensent après leur refroidissement. Elles sont majoritairement composées d'eau et d'espèces organiques oxygénées (acides, furanes, composés carbonylés et phénoliques, etc.) (Manouchehrinejad et Mani, 2018). Les composés phénoliques de la phase liquide (biohuile) sont à la fois des monomères et des oligomères. La fraction insoluble dans l'eau, qui représente environ 25% en poids du liquide, est constituée principalement par les oligomères phénoliques qui sont appelés aussi «lignine pyrolytique» (Wertz et al., 2015). Les espèces incondensables sont des gaz produits au cours d'un traitement thermique qui sont souvent composés de CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> et C<sub>x</sub>H<sub>y</sub> (Lê Thành, 2015; Manouchehrinejad et Mani, 2018; Shankar Tumuluru et al., 2011). L'élévation de la température de traitement favorise l'augmentation des teneurs des gaz incondensables, à l'exception de la teneur en CO<sub>2</sub> qui diminue (Pach et al., 2002). Les études sur les espèces volatiles restent peu nombreuses jusqu'à présent à cause des difficultés rencontrées lors de la mesure et la quantification de ses composés.

#### 2.2.1.1.5 *L'unité de pyrolyse rapide CarbonFX*

Airex-Énergie, entreprise développante des systèmes de torréfaction/ pyrolyse rapide, a breveté et commercialisé la technique CarbonFX en 2010. La Figure 2.9 représente un schéma simplifié d'équipement de torréfaction/ pyrolyse rapide CarbonFX. Le procédé se base sur un réacteur à effet cyclonique afin de convertir la biomasse végétale en «biomasse torréfiée/ biocharbon»: un combustible à la fois propre et renouvelable qui peut remplacer le charbon habituel. En effet, les résidus provenant de la production de bois (copeaux, sciure, écorce) sont préséchés à l'aide des séchoirs puis transférés dans la chambre de traitement afin de conditionner l'humidité des fibres de bois.

Ensuite, la pyrolyse est effectuée sous l'effet des hautes températures du réacteur à effet cyclonique (allant de 315°C jusqu'à 455°C) dans un temps de passage très court (WSP, 2014).



**Figure 2.9:** Schéma simplifié d'équipement de torréfaction CarbonFX de la société Airex-Énergie

Le CarbonFX est une technologie prometteuse qui permet d'avoir une production à grande échelle en installant des réacteurs multiples en parallèle. La particularité de ce procédé se manifeste dans la durée de traitement de la biomasse où la matière ne reste que 3 secondes dans le réacteur. Il permet aussi d'économiser de l'énergie en récupérant les composés volatils et en les brûlant dans une chambre de combustion pour donner de la chaleur au cours du processus de torréfaction (Kleinschmidt, 2011). En effet, le CarbonFX a besoin uniquement d'une source d'énergie externe pour démarrer la première phase (WSP, 2014). En contrôlant la température et la durée de traitement, la production peut contribuer à l'homogénéité des caractéristiques du produit fini. Les propriétés du produit solide sont alors améliorées: un pouvoir

calorifique élevé compris entre 20 et 30 MJ/kg avec une teneur en humidité inférieure à 7% (WSP, 2014).

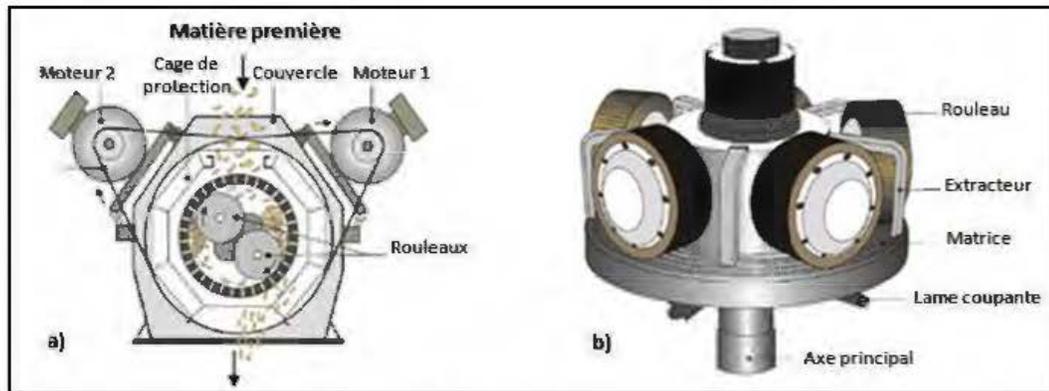
## 2.2.2 Granulation

Il est vrai que la bûche reste le combustible le plus vendu, mais les granules de bois progressent et bâtissent leur propre poids dans le marché. La granulation, densification ou encore pelletisation est l'une des technologies prometteuses utilisées pour compacter la biomasse. Elle résout le problème de la faible densité de la biomasse et assure une structure homogène du produit final (Stelte et al., 2012). Sur le plan économique, le poêle à granules du bois offre une autonomie et de hautes performances favorisant une longue durée de vie avec le moins de coûts de chauffage.

### 2.2.2.1 Processus de granulation

La production des granules passe par trois étapes principales: Prétraitement, granulation et après traitement (Stelte et al., 2012). Le prétraitement est une étape de préparation qui consiste à sécher, broyer et conditionner la biomasse. Au cours du procédé de densification, les granules se forment, puis, ils passent par un système de refroidissement pour qu'ils se tiennent et durcissent. Finalement, ils seront tamisés afin d'éliminer les petites particules. La granulation s'effectue généralement dans un moulin qui est formé principalement d'une filière, des canaux de presse cylindrique et des rouleaux. La matrice peut être sous forme d'anneau ou de plaque plate (Figure 2.10). La force exercée par le mouvement des rouleaux et/ou la matrice engendre l'écoulement de la matière dans le canal de la presse. Le contact acier-biomasse engendre la création d'une force de friction qui provoque une forte contre-pression et le dégagement de la chaleur (Alakangas et Paju, 2002). Selon les caractéristiques du moteur, la force de pression est définie dans une certaine plage qu'il ne faut pas la dépasser. Si c'est le cas, les rouleaux ne seront plus capables de fournir la pression nécessaire pour pousser la matière à travers les canaux. Dans le cas où la pression est

très élevée, il y a un risque d'incendie en raison de la chaleur générée par le frottement (Stelte et al., 2012).



**Figure 2.10:** Schéma explicatif des deux mécanismes de granulation: a) Matrice forme anneau et b) Matrice forme plaque-plate (Alakangas et Paju, 2002)

#### 2.2.2.2 Mécanismes des liaisons des particules lors de la granulation

Au cours du procédé de granulation, il existe des interactions entre les particules de bois affectant la qualité des granules (Kaliyan et Morey, 2009b). Ces interactions peuvent être manifestées sous forme de liaisons fibre-fibre qui sont influencées par de nombreux paramètres de densification tels que la température et la géométrie de filière (Cheng et al., 2018; Tumuluru et al., 2011). Les forces de liaison entre les particules de bois peuvent agir via deux mécanismes de liaison (Cheng et al., 2018; Kaliyan et Morey, 2009b). Initialement, la formation de ponts solides qui se manifeste par des réactions chimiques lors de la solidification du matériau (Cheng et al., 2018; Kaliyan et Morey, 2009b; Rudolfsson et al., 2017). Ensuite, sous l'effet de la pression, les forces d'attraction entre les particules solides favorisent la migration des particules afin d'assurer une surface de contact plus rigide (Kaliyan et Morey, 2009b; Tumuluru et al., 2011). De plus, les forces adhésives entre les liants de haute viscosité et la surface des particules permettent de former de fortes liaisons chimiques similaires aux ponts solides (Cheng et al., 2018). Un autre mécanisme de liaison est lié aux forces

intermoléculaires (liaisons hydrogènes, électrostatiques ou magnétiques de Van der Waals) qui sont dues à l'attraction entre les particules (Rudolfsson et al., 2017; Tumuluru et al., 2011). Les liaisons hydrogènes sont les plus importantes de toutes les interactions intermoléculaires (Steiner, 2002). Ils ont de larges régions de transition qui se confondent de manière continue avec les liaisons covalentes et les interactions de Van der Waals. La distance entre les particules joue un rôle important dans l'activation de ce type de forces (Samuelsson et al., 2012). En effet, les fortes liaisons hydrogènes se produisent quand la distance entre les particules est courte. Ils peuvent être considérés comme des liaisons covalentes dans la plupart de leurs propriétés. Cependant, les liaisons hydrogènes deviennent plus faibles quand la distance entre les particules augmente. Ils sont plus difficiles de les distinguer des interactions de Van der Waals (Steiner, 2002). Finalement, la diminution de volume du matériau entraîne la réduction du nombre de cavités, la déformation des particules ainsi qu'un blocage mécanique des liaisons (Tumuluru et al., 2011).

### 2.2.2.3 Paramètres de granulation

Les études antérieures ont permis d'identifier les paramètres de granulation (Alakangas, 2010; Nielsen et al., 2009; Serrano et al., 2011; Stelte et al., 2011b; Stelte et al., 2012). Ils peuvent être soit reliés à la machine (température, géométrie de filière), soit liés au conditionnement de la matière première (teneur en humidité, taille de particule).

#### ❖ Température

Au cours du procédé de granulation, il y a un dégagement de chaleur en raison des forces de friction dans le canal de la presse. Stelte et al. (2011b) ont noté une amélioration des propriétés mécaniques des granules ainsi qu'une diminution de la friction en travaillant avec des températures de granulation assez importantes. En outre, l'augmentation de la température peut être une solution pour réduire la consommation

énergétique de la machine (Nielsen et al., 2009). Après la granulation, l'étape de refroidissement est nécessaire pour la solidification des particules et le durcissement des granules.

#### ❖ Géométrie de filière

La géométrie de filière joue un rôle important dans la compaction de la matière. Les canaux de la filière se caractérisent par le diamètre qui est habituellement supérieur à 6 mm pour la granulation de biomasse (Alakangas, 2010). Il existe une relation entre le diamètre (D) et la longueur (L) du canal de la presse qui est représentée par le rapport ou le taux de compaction (D/L). Ainsi, la pression accumulée dans le canal est sensiblement affectée par ce ratio (Holm et al., 2006). Il faut assurer que la longueur de compression soit suffisante pour avoir une meilleure cohésion entre les particules (Stelte et al., 2011b). Čolović et al. (2010) ont étudié l'effet de la longueur du canal de la presse sur la qualité des granules. Ils ont montré que l'augmentation de la longueur du canal a entraîné une amélioration des propriétés mécaniques. Ainsi, la longueur optimale dépend généralement de la matière première choisie, de sa teneur en humidité et des conditions de traitements. Par exemple, pour produire des granules à base de bois, le rapport de compression devrait être à l'entour de 6, tandis qu'il peut aller jusqu'à 11 et 12 dans le cas de la production des granules à partir de la paille de blé (Stelte et al., 2012).

#### ❖ Teneur en humidité

La teneur en humidité est sensiblement variable selon le mode et le milieu de conservation de la biomasse. Ceci fait l'intérêt de plusieurs recherches d'étudier l'effet de cette variation sur les propriétés des granules (Arshadi et al., 2008; Stelte et al., 2011b). En effet, les caractéristiques de liaisons entre les fibres de bois torréfiés peuvent être améliorées en injectant une quantité d'eau avant de passer à l'étape de granulation (Koppejan et al., 2012). Stelte et al. (2011b) ont analysé l'impact des

différents pourcentages d'humidité sur la qualité des granules. Ils ont constaté qu'une teneur en humidité entre 5 et 15% assure une bonne stabilité des granules alors que la teneur optimale de densification de l'épinette était de 10%. Ce pourcentage peut être légèrement plus élevé (entre 10 et 20%) dans certains cas (Serrano et al., 2011). Cependant, l'augmentation de la teneur en humidité au-dessus de l'optimum a une influence négative sur les propriétés mécaniques des granules ainsi que sur le processus lui-même (Nguyen, 2016).

#### ❖ Taille de particule

L'effet de la taille des particules sur les propriétés des granules a été examiné dans diverses études (Kaliyan et Morey, 2009a; Mani et al., 2006; Serrano et al., 2011; Stelte et al., 2011b). Au cours du processus de granulation, les particules utilisées ont généralement un diamètre inférieur à 5 mm (Stelte et al., 2012). Stelte et al. (2011b) ont montré qu'une taille de particule décroissante soulève la surface du contact entre les particules et la paroi du canal, favorisant l'augmentation de la pression de granulation et la densité des granules. Cependant, des études similaires ont prouvé que la réduction de la taille des particules n'affecte pas généralement la densité des briquettes et des granules (Kaliyan et Morey, 2009a; Mani et al., 2006). Mani et al. (2006) ont noté qu'une faible taille de particule n'entraîne pas une grande amélioration de la densité des granules dans le cas de la paille de blé. Par ailleurs, Serrano et al. (2011) ont observé une faible densité des granules en utilisant de petites particules. Cette opposition des résultats par rapport aux autres études est liée, d'une part, au type de la biomasse à granuler, et d'autre part, au mécanisme de granulation utilisé, à savoir l'échelle des travaux adaptés: industriel ou laboratoire (Stelte et al., 2012). En termes de qualité, un pourcentage de particules fines (diamètre inférieur à 0.5 mm) dépassant le 20% dans le mélange influence négativement la qualité des granules produits (Stelte et al., 2012).

### ❖ Additifs et liants

Au cours du procédé de granulation, un additif organique ou inorganique, forme de poudre ou liquide, intervient dans le mélange pour faire une forte liaison entre les particules. Ainsi, le choix de liant dépend principalement du coût et du respect de l'environnement. En tenant compte des conditions d'activation de liant (température et humidité), un pourcentage d'additif semble être une bonne solution pour améliorer la qualité des granules produits particulièrement à partir de bois torréfiés (Abedi et Dalai, 2017; García et al., 2018; Hu et al., 2015).

Le bois contient également son propre liant naturel, appelé lignine. Elle agit comme un adhésif entre les particules de bois. Sous l'effet de la température de traitement, une partie de la lignine (sous la forme d'intermédiaire de lignine liquide) migre de la paroi cellulaire vers les surfaces des fibres et joue le rôle d'un super liant (Föhr et al., 2017; Pelaez-Samaniego et al., 2014; Wood, 1987). Cependant, la lignine contenant dans le bois n'est pas toujours suffisante pour assurer la durabilité et garantir la haute qualité des granules énergétiques (Föhr et al., 2017). En présence de chaleur et d'humidité, l'amidon et la protéine agissent aussi comme liants qui peuvent améliorer la qualité des granules. Wood (1987) a montré que l'amidon gélatinisé a une capacité de liaison plus forte que l'amidon brut, ceci améliore la durabilité des granules. La diversité des liants a conduit à l'utilisation de la glycérine brute, la bentonite, le lignosulfonate, l'amidon, la lignine, le glycérol, la paraffine, les bioplastiques et les résidus de résineux afin d'obtenir des granules de qualité (Abedi et Dalai, 2017; García et al., 2018; Hu et al., 2015; Hu et al., 2016; Kong et al., 2013; Lu et al., 2014; Peng et al., 2015).

Chez les industries, le coût présente un facteur important dans la production d'énergie à partir de biomasse. La fabrication des granules à base de bois torréfiés nécessitera plus d'optimisation des paramètres de granulation lorsque les températures de torréfaction/ pyrolyse sont plus élevées dont les pressions élevées sont exercées. D'où,

la recherche d'une bonne formulation (fibres torréfiées + additives) avec des conditions optimales de granulation reste un défi afin de produire des granules de haute qualité.

### 2.2.3 Effet du traitement thermique sur les granules énergétiques

Un traitement thermique modifie principalement les propriétés chimiques du bois, ce qui affecte par la suite les propriétés du bois (taille des particules, friabilité et hydrophobicité) et des granules énergétiques (densité, pouvoir calorifique et durabilité). Sous l'effet de la température, l'hémicellulose se dégrade en grande partie, ceci facilite le broyage de bois avant de passer à l'étape de granulation (Manouchehrinejad et al., 2018). En effet, la mesure de l'indice de broyabilité après une torréfaction à 250°C a été réduite de 90 et 83% pour les copeaux de bois et les granules, respectivement (Manouchehrinejad et al., 2018). En outre, Rudolfsson et al. (2017) ont constaté que l'augmentation de la température de torréfaction réduit considérablement l'énergie nécessaire de broyage des granules torréfiés. Par contre, ils ont montré que des degrés très élevés de torréfaction (291-315°C) affectent négativement les propriétés des granules lors de la densification. En effet, le taux de fines généré est beaucoup plus élevé et les granules deviennent plus fragiles. Le bois torréfié nécessite alors plus de puissance lors du processus de granulation. Autre que la consommation élevée d'énergie, Shang et al. (2014) ont prouvé que la granulation du bois torréfié a souffert d'une génération de chaleur dans le canal de la presse provoquant l'auto-inflammation des granules.

Les propriétés des granules torréfiés sont fortement affectées par la température et le temps de torréfaction, mais aussi elles sont influencées par les conditions de granulation. Une augmentation de la teneur en humidité et/ou de la longueur du canal de la presse lors de granulation améliore la durabilité et la densité apparente des granules (Rudolfsson et al., 2017). D'un autre côté, le bois torréfié devient plus hydrophobe, et par conséquent, les problèmes liés à l'humidification sont évités et la

qualité des granules s'améliore lors du transport et du stockage (Manouchehrinejad et Mani, 2018).

Bien que les granules de bois torréfiés soient courts et que leur durabilité soit affectée négativement, la granulation de bois torréfiés à des températures au-dessous de 300°C peut se faire sans utiliser des additifs (Stelte et al., 2011a). Un des plus grands avantages de l'utilisation de bois torréfiés dans la fabrication des granules énergétiques est son pouvoir énergétique (Shang et al., 2014). En effet, la volatilisation des matières organiques au cours de la torréfaction permet d'augmenter la densité énergétique du bois torréfié, d'environ 23 MJ/kg, contre 19,3 MJ/kg pour les granules conventionnels de pins (Lipinsky et al., 2002). Dans une étude faite par Föhr et al. (2017), l'utilisation de l'eau de condensation issue du processus de torréfaction semble être une solution économique pour éviter l'ajout de liant dans le processus de granulation. Par conséquent, les granules de bois torréfiés produits offrent un contenu énergétique de 20 à 40% plus élevé que celui des granules de bois non torréfiés. Il existe sur le marché des granules de bois torréfiés possédant une bonne durabilité, ce qui signifie que la qualité des granules peut être améliorée en optimisant les conditions de torréfaction/pyrolyse et les paramètres de granulation (Shang et al., 2014).

#### 2.2.4 Normes de caractérisation des granules énergétiques

Il existe différentes normes européennes et internationales pour la caractérisation des granules énergétiques non traités tels que la norme européenne EN 14 961-2, la norme ASTM (American Society for Testing and Materials) et les normes internationales ISO. Par contre, il est nécessaire d'avoir une norme plus adaptée à la biomasse traitée afin de normaliser l'utilisation des granules de bois torréfiés. Les traitements thermiques du bois comprennent la torréfaction, l'explosion à la vapeur et la carbonisation. Selon les études d'Alakangas (2014), les granules de bois torréfiés peuvent être admissibles aux critères de qualité de la norme adaptée EN ISO 17225-8 relative aux « Combustibles à

base de biomasse traités thermiquement et densifiés » (Föhr et al., 2017). Le Tableau 2.9 illustre les critères de qualité des granules torréfiés selon la norme adaptée.

**Tableau 2.9:** Critères de qualité des granules torréfiés selon la norme adaptée EN ISO 17225-8 (Föhr et al., 2017)

Caractéristiques physiques des granules	Classe 1	Classe 2	Classe 3
Diamètre, D (mm)	D06, $6 \pm 1$	D06, $6 \pm 1$	D06, $6 \pm 1$
	D08, $8 \pm 1$	D08, $8 \pm 1$	D08, $8 \pm 1$
Longueur, L (mm)	$3,15 < L < 40$	$3,15 < L < 40$	$3,15 < L < 40$
Humidité, H (% base sèche)	$H08 \leq 8$	$H08 \leq 8$	$H08 \leq 8$
Cendres, C (%)	$C2,0 \leq 2$	$C5,0 \leq 5$	$C7,0 \leq 7$
Durabilité mécanique, DU (%)	$DU97,5 \geq 97,5$	$DU96,5 \geq 96,5$	$DU95 \geq 95$
Taux de fines, F (%)	$F1,0 \leq 1$	$F2,0 \leq 2$	$F2,0 \leq 2$
Additifs (%)	$\leq 10$ , selon le type et le coût d'additif	Selon le type et le coût d'additif	Selon le type et le coût d'additif
Pouvoir calorifique nette, PC (MJ/kg)	PC19, $PC \geq 19$	PC19, $PC \geq 19$	PC18, $PC \geq 18$
Densité en vrac, DV ( $\text{kg/m}^3$ )	$DV650 \geq 650$	$DV650 \geq 650$	$DV650 \geq 650$

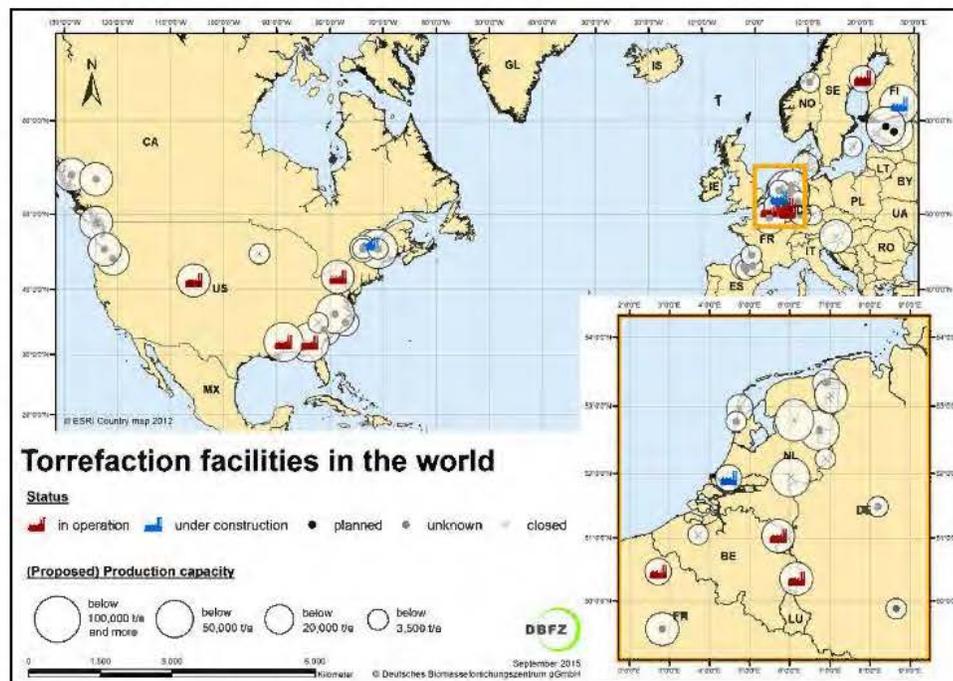
Les granules sont divisés en trois différentes classes de qualité. La classe 1 contient les granules torréfiés de haute qualité où la durabilité dépasse le 97%. Les propriétés mécaniques des granules de bois torréfiés, notamment la durabilité, peuvent être proches à celle des granules de bois non traités, dépendamment des conditions de torréfaction et de l'essence de bois (Föhr et al., 2017). La granulation de bois torréfiés pour la production des granules de haute qualité nécessite un savoir-faire particulier dans le domaine de densification sous haute pression. Cependant, la performance du processus de granulation dépend fortement de type de bois et de l'essence ainsi que des paramètres de torréfaction/ pyrolyse.

### 2.3 Étude sur le marché des granules de bois traités

Le développement et la mise en œuvre de la technologie de torréfaction font actuellement l'objet de différents projets de recherche et de démonstration (Nunes et al., 2014; Thrän et al., 2016), principalement dans l'Union européenne et en Amérique du Nord (Figure 2.11). Plusieurs études sur la torréfaction de bois ont été documentées dans la littérature, toutefois, peu d'études ont été publiées pour évaluer la faisabilité techno-économique de la torréfaction (Ciolkosz et Wallace, 2011).

L'objectif de cette section est de présenter une synthèse sur le potentiel économique du processus de torréfaction/granulation ainsi que d'évaluer l'avenir des granules de bois torréfiés dans le secteur de bioénergie. Pour ce faire, l'évaluation économique est basée principalement sur des estimations du taux et des coûts de la production totale des granules. Le taux de production est calculé à l'aide de la combinaison des estimations pondérées en fonction de la capacité et du prix des principaux postes de l'installation (Uslu et al., 2008). Une analyse économique réalisée par Van der Stelt et al. (2011) a montré que pour un taux de production du procédé de torréfaction de 75 kt/an, une estimation des coûts associés est comprise entre 6,1 et 7,3 millions d'euros (M€). De plus, le coût de la production des granules de bois torréfiés, produits à partir des copeaux de résineux à 25% d'humidité, est estimé à 34 €/tonne (1,9 €/GJ). Étant donné

que les données sur les coûts des installations de torréfaction varient d'une manière significative (Nunes et al., 2014; Uslu et al., 2008), il est difficile de prédire un prix fixe pour les granules de bois torréfiés sur le marché. Ainsi, Van der Stelt et al. (2011) ont démontré que la teneur en humidité des copeaux de bois influence énormément l'apport d'énergie du processus de torréfaction.

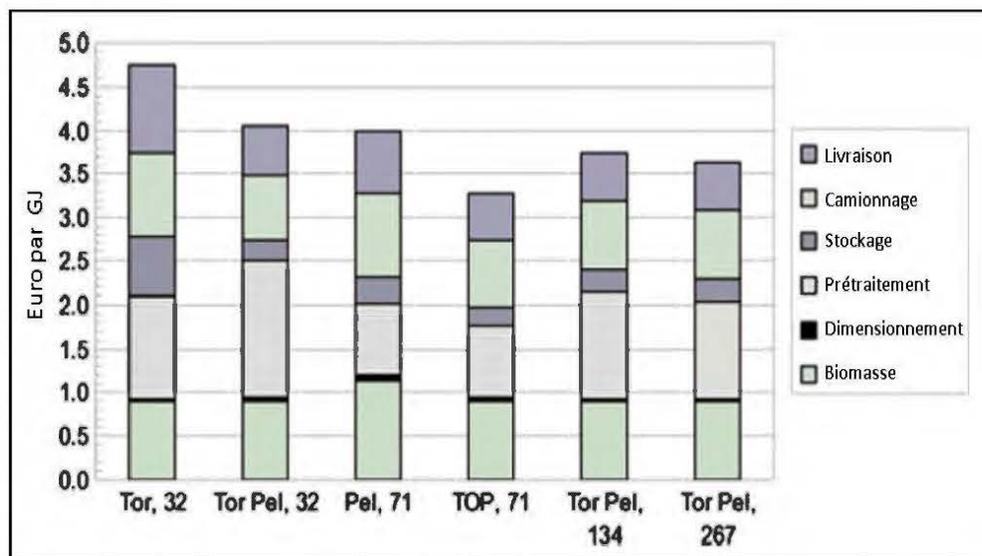


**Figure 2.11:** Développement de la technologie de torréfaction à travers le monde (Thrän et al., 2016)

Sur le plan économique, l'étape de la torréfaction représente une opération supplémentaire dans la chaîne de production des granules. Les coûts d'investissement et d'exploitation associés à cette étape sont toutefois compensés par des économies réalisées ailleurs (densité énergétique, transport et stockage) (Nunes et al., 2014). En effet, Ciolkosz et Wallace (2011) ont étudié l'impact du processus de torréfaction sur toutes les étapes de la chaîne de production (Figure 2.12). Ils ont démontré que l'intégration de la torréfaction à la granulation réduit considérablement les coûts par rapport au processus de granulation seule, avec des économies allant de 4% jusqu'à

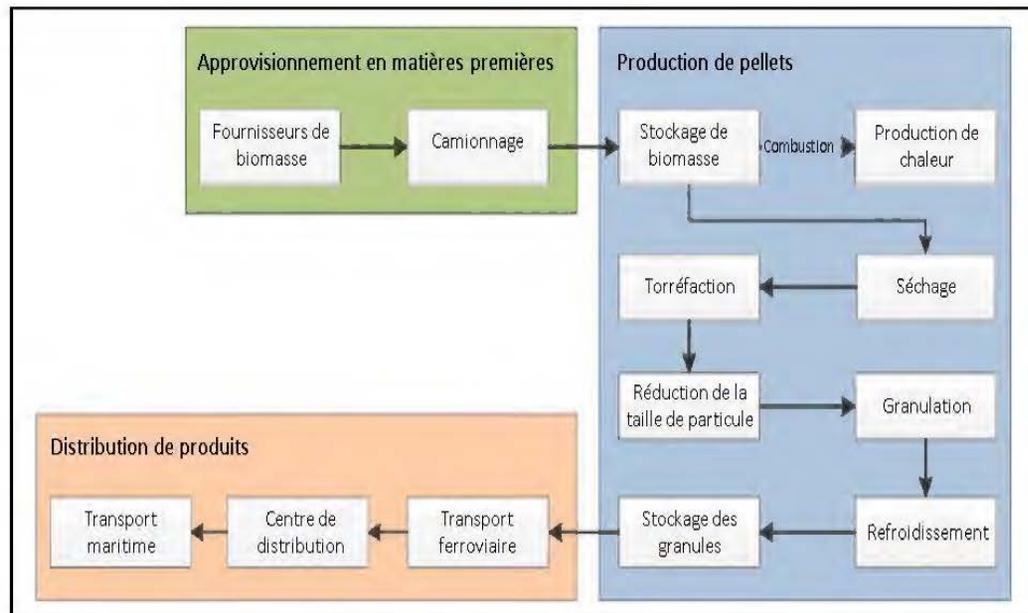
16% (Ciolkosz et Wallace, 2011). Par conséquent, elle rend le processus plus rentable. Ainsi, la densité énergétique attractive des granules de bois torréfiés permet de réduire les coûts par joule de carburant transporté (Nunes et al., 2014). Thrän et al. (2016) ont remarqué que les propriétés énergétiques des granules de bois torréfiés peuvent être similaires à celles du charbon. Ceci offre probablement l'occasion de réaliser plus d'économie. Par ailleurs, la torréfaction présente une option prometteuse pour la réduction des coûts logistiques, particulièrement les coûts liés au transport à longue distance (Van der Stelt et al., 2011). Pour une capacité nominale du système égale à 71 kt/an, le coût de livraison des granules produits par le procédé de granulation seule atteint 0,7 €/GJ, en contrepartie, la combinaison de la torréfaction et de la granulation permet de réduire le coût de livraison des granules à 0,5 €/GJ (Figure 2.12).

Bien que l'ajout d'un liant améliore les propriétés des granules de bois torréfiés, il y aurait un coût de matière supplémentaire ainsi qu'une unité de traitement à prendre en considération. Par exemple, Stevens et Gardner (2010) ont constaté que l'ajout de 2% de la lignine Kraft améliore la valeur énergétique des granules, par contre, il engendre une augmentation de 40% du prix final des granules (jusqu'à 48-58 dollars par tonne). Cependant, l'ajout de 2 à 12% de la lignine extraite d'huile de pyrolyse provoque uniquement un coût supplémentaire allant de 2 à 12 dollars par tonne, voire un gain de plus que 5% de coût des granules (Stevens et Gardner, 2010). De ce fait, la valorisation de sous-produits générés par la torréfaction telle que l'huile de pyrolyse pourrait apporter une valeur supplémentaire aux granules de bois torréfiés. Ceci permet une meilleure exploitation du procédé de torréfaction et favorise la mise en place d'économie plus durable et circulaire (Thrän et al., 2016).



**Figure 2.12:** Diagrammes de coûts associés à la granulation de la biomasse: Tor = Torréfaction, Pel = Granulation, TOP = Combinaison de la torréfaction et la granulation, les chiffres indiquent la capacité nominale du système (en kt/an) (Ciolkosz et Wallace, 2011)

La viabilité économique de la production et de la consommation des granules à base de bois torréfiés a été abordée dans différentes études. En effet, Mobini et al. (2014) ont appliqué des recherches sur une chaîne d'approvisionnement existante en Colombie-Britannique, au Canada, afin d'évaluer les coûts des granules de bois torréfiés et réguliers. Les modèles de simulation ont intégré plusieurs paramètres tels que la disponibilité des matières premières et les performances et les défaillances des équipements. La Figure 2.13 illustre les étapes d'une chaîne d'approvisionnement typique des granules de bois (Mobini et al., 2014). Elle contient principalement trois étapes: l'approvisionnement en matières premières, la production des granules et la distribution du produit final. Le développement du module de production des granules a pris en considération les facteurs produits du sous-module de torréfaction tels que la teneur en humidité et la valeur calorifique des fibres de bois (Mobini et al., 2014).



**Figure 2.13:** Schéma de la chaîne d'approvisionnement de la production et de la distribution des granules de bois torréfiés (Mobini et al., 2014)

Par ailleurs, Mobini et al. (2014) ont montré que la capacité nominale de l'usine varie en fonction du pouvoir calorifique des fibres de bois. En effet, une capacité nominale égale à 20 tonnes/heure (t/h) de granules réguliers, équivaut à 15,7 t/h de granules torréfiés, qui ont un pouvoir calorifique de 18 et de 21,2 MJ/kg, respectivement. Ainsi, Mobini et al. (2014) ont estimé le coût d'investissement total en capital d'une usine de production des granules réguliers à 20,03 millions de dollars canadiens (M\$ CAN) pour une capacité nominale de 20 t/h. En contrepartie, les coûts d'équipement et d'investissement totaux en capital du processus de torréfaction ont été estimés à 19,56 M\$ CAN pour une capacité nominale de 15,7 t/h (Mobini et al., 2014).

L'évaluation de la performance du processus d'intégration de la torréfaction dans la chaîne logistique de production et de distribution des granules a montré que le coût estimé des granules torréfiés dépend fortement du marché ciblé (Mobini et al., 2014). En effet, les résultats de Mobini et al. (2014) indiquent que le coût de livraison des granules torréfiés au port de North Vancouver a subi une augmentation de 36% par

rapport au coût des granules réguliers. En termes énergétiques, le coût de livraison des granules torréfiés est plus élevé d'environ 17% (Mobini et al., 2014). Cependant, les coûts d'expédition des granules torréfiés, de North Vancouver vers le nord-ouest de l'Europe, ont été réduits de 20% par rapport aux prix des granules réguliers (Mobini et al., 2014). Ceci est expliqué par l'augmentation du pouvoir énergétique des granules torréfiés qui se traduit par la réduction des coûts relatifs au transport. Par exemple, le coût de transport ferroviaire des granules torréfiés a été similaire à celui des granules réguliers après 840 km du port de North Vancouver. En additionnant le transport maritime vers l'Europe, le coût des granules torréfiés est devenu moins cher d'environ 9% (Mobini et al., 2014).

Les aspects économiques de la production des granules de bois torréfiés encouragent potentiellement l'investissement dans la recherche de l'optimisation du processus de granulation de bois torréfiés. En effet, l'intégration de la technologie de torréfaction est en pleine croissance dans le marché mondial de bioénergie. Il est à noter que l'Union européenne vise à atteindre un taux d'intégration de la consommation des combustibles renouvelables allant de 20 à 27%, respectivement, pour les années 2020 et 2030 (Thrän et al., 2016). Ces objectifs ambitieux permettent de soutenir le développement et la commercialisation à grande échelle de la technologie de torréfaction pour déterminer à quelle mesure la torréfaction peut apporter des avantages dans la chaîne d'approvisionnement en bioénergie.

## CHAPITRE III : MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 3.1 Objectifs et hypothèses

L'objectif principal de ce projet est de valoriser les copeaux de bois traités de trois conifères (épinette noire, pin gris et sapin baumier), pour produire des granules de haute valeur énergétique. À cet effet, les objectifs spécifiques suivants ont été fixés:

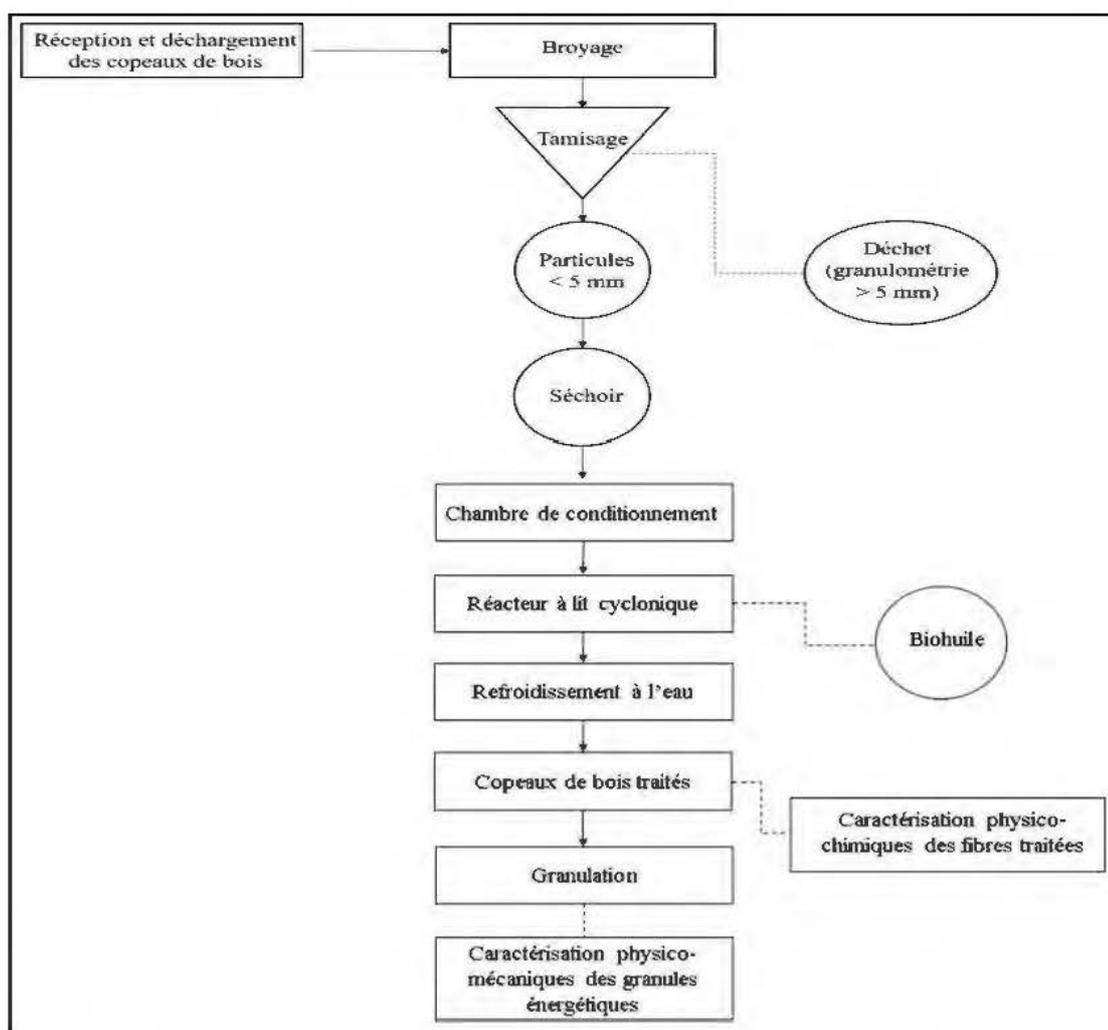
- Étudier les effets de la variation de l'essence et de la température de traitement thermique sur les caractéristiques physico-chimiques des fibres de bois traités;
- Optimiser les paramètres du procédé de granulation des fibres traitées;
- Étudier les effets de l'essence et de la température de traitement thermique sur les propriétés physico-mécaniques des granules.

Les hypothèses sur lesquelles cette étude se base sont:

- Le traitement thermique permettrait d'améliorer le potentiel énergétique des copeaux de bois par rapport aux copeaux non traités permettant ainsi de justifier son intérêt économique dans le procédé de fabrication des granules énergétiques;
- La température de traitement pourrait affecter l'hydrophobicité des fibres de bois, et par conséquent l'ajout d'un liant demeure nécessaire afin d'assurer une bonne adhésion des fibres lors du procédé de granulation;
- Une température de traitement élevée pourrait améliorer le pouvoir calorifique des granules, en contrepartie, elle dégrade l'hémicellulose et la cellulose contenant dans le bois, ce qui pourrait affaiblir leurs propriétés mécaniques, notamment, la durabilité.

### 3.2 Méthodologie

Dans cette étude, trois espèces de résineux ont été sélectionnées: l'épinette noire, le sapin baumier et le pin gris. Le choix de ces essences se repose principalement sur leur abondance dans la province de Québec. Les copeaux de bois sont fournis par la scierie Matériaux Blanchet Inc installée à Amos au nord-ouest du Québec. La Figure 3.1 présente l'organigramme du processus de traitement thermique et de granulation des copeaux de bois.



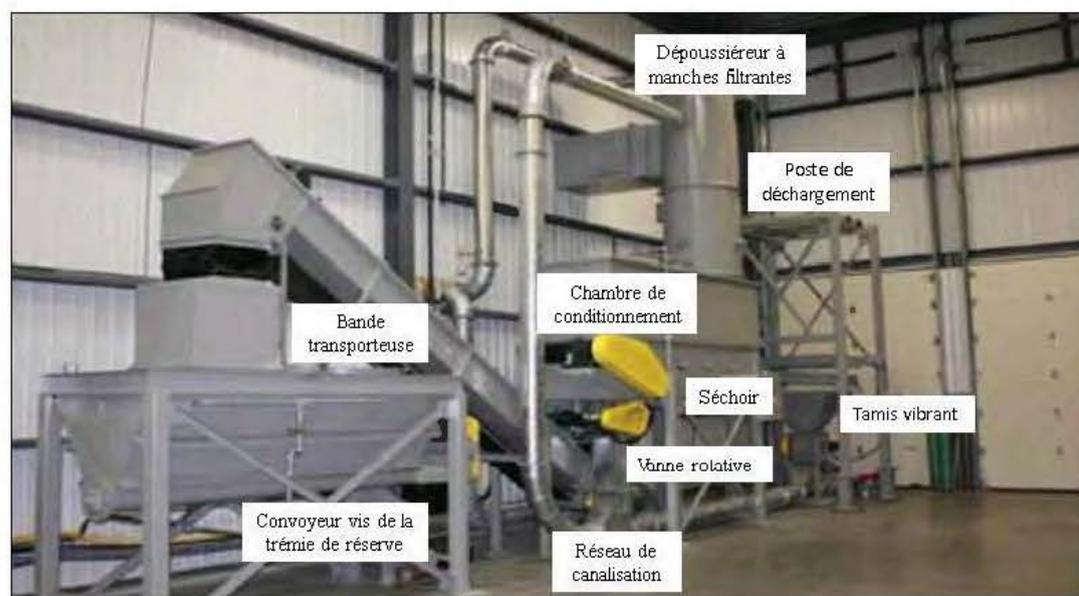
**Figure 3.1:** Protocole adopté pour le traitement thermique et la granulation de copeaux de bois

### 3.3 Matériel

#### 3.3.1 Préparation des fibres de bois traitées

Au sein du Centre Technologique des Résidus Industriels (CTRI), les copeaux de bois sont livrés dans des sacs en vrac, dont le poids varie selon la teneur en humidité des fibres (entre 83 et 211 kg par sac). L'unité pilote de pyrolyse rapide CarbonFX du partenaire industriel Airex-Énergie (Bécancour, Québec) installée au CTRI (Figure 3.2) est utilisée pour faire le traitement thermochimique des copeaux de bois à différentes températures (315°C, 400°C et 454°C). Selon la cadence de production, un sac à la fois passe initialement par un procédé de broyage (grille de 12 mm) avant de passer au poste de déchargement pour le traitement. Au début du processus, le débit de déchargement est contrôlé par un opérateur. Les particules de bois tombent sur le tamis vibrant de la trémie d'alimentation. Par la suite, les copeaux de bois, de taille inférieure à 5 mm, continuent leur chemin à travers une vanne rotative vers le séchoir. Les copeaux hors normes sont ainsi recueillis dans un baril et entreposés à l'extérieur. Ainsi, les copeaux réussissant à passer dans la trémie sont aspirés dans un réseau de canalisation, alimenté en air chaud (50 à 95°C), vers le dépoussiéreur puis vers le séchoir. Dépendamment de la teneur en humidité des copeaux de bois (entre 30 et 60%), plusieurs passages dans le circuit (convoyeur-dépoussiéreur-séchoir) étaient nécessaires pour conditionner l'humidité à 25-35% avant de poursuivre leur chemin vers la chambre de conditionnement du réacteur. À travers un convoyeur à bande, les particules de bois entrent dans la chambre de conditionnement à double paroi et commencent à se chauffer sans contact avec la source de chaleur dans un milieu pauvre en oxygène. La chambre de conditionnement est équipée par deux convoyeurs horizontaux à vis sans fin et deux vis malaxant pour traiter la biomasse. Entretemps, les gaz de synthèse sont envoyés vers deux réacteurs à lit cyclonique. En favorisant les échanges massiques et thermiques entre les gaz et la matière solide, la torréfaction de copeaux de bois s'effectue en quelques secondes. La chaleur générée par la

consommation des gaz de traitement assure l'autosuffisance énergétique du procédé. La recirculation des gaz vers le condensateur permet la récupération des produits condensables comme l'huile pyrolytique. La dernière étape consiste au refroidissement de copeaux traités, tout au long du convoyeur, à travers les buses d'atomisation contenant de l'eau aspergée sous pression.



**Figure 3.2:** Unité pilote de CarbonFX d'Airex- Énergie (WSP, 2014)

### 3.3.2 Préparation de la lignine pyrolytique

La lignine pyrolytique (LP) a été extraite à partir d'huile de pyrolyse, produite par la société Abri-Tech, ©Inc (Namur, Québec-Canada). Particulièrement, cette huile de pyrolyse a été générée suite à une pyrolyse rapide du bois de Tilleul de l'Amérique (*Tilia Americana* L.) à une température d'environ 450°C. La plupart des procédés d'extraction de la lignine pyrolytique utilisent l'eau comme solvant pour séparer les composants organiques d'huile de pyrolyse (Mao et al., 2017; Zhang et Wu, 2019). Pour ce faire, un rapport massique de 3/1 de l'eau distillée et de l'huile de pyrolyse a été bien mélangé. Après 8 h de décantation, le mélange a été subdivisé en deux phases (Mao et al., 2017; Zhang et Wu, 2019). Par la suite, la phase aqueuse contenant les

composants organiques solubles dans l'eau a été éliminée afin de pouvoir récupérer le reste qu'on l'appelle «lignine pyrolytique». Ainsi, la teneur en humidité de la lignine pyrolytique a été déterminée pour la tenir en compte lors de procédé de granulation.

### 3.3.3 Procédé de granulation de copeaux de bois traités

La granulation a été faite par la granuleuse KAHL (Amandus Kahl, Reinbek) installée au CTRI (Figure 3.3). Avant de débiter un essai, chaque classe des fibres traitées a été conditionnée en termes de teneur en humidité, du liant et de lubrifiant. Des essais préliminaires ont été effectués pour déterminer les meilleures conditions de granulation (teneurs en humidité, géométrie de filière) ainsi que la bonne formulation (teneur en fibres traitées et nature de liant). Pour ce faire, trois teneurs en humidité (15, 20 et 25 %, base humide) et quatre géométries de filière (ratio: 1/3, 1/4, 1/5 et 1/6) ont été utilisées. Les liants qui ont été testés sont: l'amidon, la lignosulphonate et la lignine pyrolytique, avec des pourcentages variables (5, 10 et 15%).

Les résultats préliminaires ont montré que, quel que soit le liant utilisé, un taux d'humidité de 15% était insuffisant pour maintenir les fibres traitées (génération des fines à la sortie de la granuleuse). En effet, l'activation du mécanisme des liaisons hydrogènes est inachevée lorsque les particules ne sont pas rapprochées suffisamment (Samuelsson et al., 2012). Ainsi, le contact entre les sites disponibles pour les liaisons hydrogènes demeure nécessaire pour assurer une bonne résistance des granules (Nielsen et al., 2009). Tandis qu'un taux d'humidité de 25% produisait des granules très humides. Nielsen et al., (2009) ont montré qu'un excès de l'eau absorbée par les sites des liaisons hydrogènes peut attaquer les sites des liaisons particule-particule, ce qui entraîne la diminution de la durabilité des granules. À 20% d'humidité, seules les géométries de filières de ratios 1/4 et 1/5 avec un pourcentage de lignine pyrolytique égale à 15% ont permis d'obtenir des granules ayant une structure cohérente. Ceci implique l'existence d'un équilibre de liaisons hydrogènes formées, permettant d'améliorer davantage la durabilité.

Dans cette étude, le choix final pour la fabrication des granules énergétiques était fixé sur l'utilisation des fibres traitées humidifiées à 20%, avec l'ajout de 15% de la lignine pyrolytique, comme liant organique, ainsi qu'une géométrie de filière de ratio 1/5 pour assurer la bonne compaction de matière.



**Figure 3.3:** Machine de granulation de type KAHL (photo à gauche) avec les différentes géométries de filières (photo à droite)

### 3.4 Méthodes de caractérisation des fibres de bois

#### 3.4.1 Distribution granulométrique

L'analyse de la distribution granulométrique permet d'examiner l'effet de la torréfaction sur la taille des fibres de bois. Pour ce faire, une tamiseuse de type Ro-Tap RX29, W.S Tyler, ayant un mouvement mécanique régulier a été utilisée (Figure 3.4). Ainsi, une série des tamis a été sélectionnée; les tamis d'ouvertures (en mm): 4; 3,35; 2; 1; 0,71; 0,355; 0,25; 0,106 ont été utilisés pour les particules de bois non traités (broyés à 12 mm). Pour les fibres traitées, les tamis utilisés sont de: 3,35; 2; 1; 0,71; 0,6; 0,355; 0,25; 0,106 mm. Une quantité de 100 g de l'échantillon a été prise pour chaque essai, pendant une durée de tamisage de 5 minutes. La distribution granulométrique a été faite en duplicata pour chaque classe des fibres de bois.



**Figure 3.4:** Mécanisme de tamisage des fibres de bois (Ro-Tap RX29)

#### 3.4.2 Caractérisation thermique: analyse thermogravimétrique

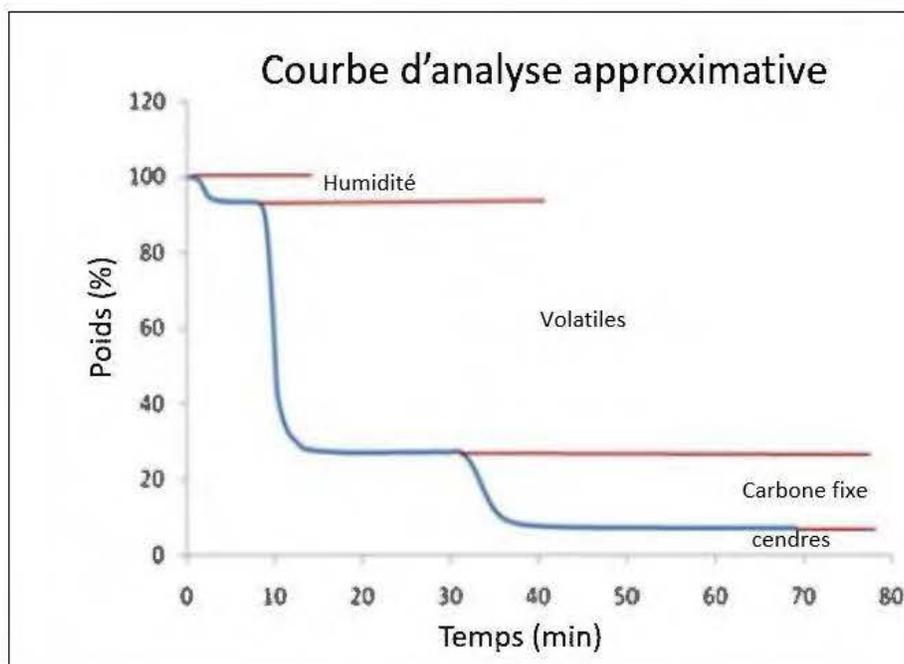
L'analyse thermogravimétrique (TGA) est une méthode de caractérisation des matériaux très répandue pour déterminer la dégradation thermique de ses composants. Elle permet une mesure directe de la perte de masse en fonction de la température et/ou du temps. L'essai consiste à prendre une nacelle en aluminium remplie d'une masse initiale de 10 mg de l'échantillon pesée à l'aide d'une microbalance (sensibilité 0,1  $\mu\text{g}$ ) et la mettre sous chaleur en présence de gaz d'azote. Un thermocouple est branché pour mesurer la température. La variation de masse est déterminée alors en fonction de l'évolution de la température et du temps. Le contrôle, le stockage et l'analyse des informations sont faits par les logiciels TA-Instrument Explorer et TA-Universal Analyses. L'appareil de TGA utilisé est de type TA instrument, modèle Q50, États-Unis (Figure 3.5). Durant l'essai, une étape de séchage est effectuée, suivie d'un maintien de température à 100°C pendant 5 min. Ensuite, une étape du chauffage supplémentaire jusqu'à 600°C est réalisée avec un taux d'accroissement thermique de 20°C/min, puis la température est maintenue à 600°C pendant 10 min. À partir des

courbes de thermogravimétrie, la température de début et de fin de dégradation, la perte de masse ainsi que la masse des résidus peuvent être déterminées. Ceci permet de construire une idée sur la stabilité thermique des fibres.

Une analyse préliminaire basée sur les méthodes des mesures directes permet systématiquement de déterminer séparément la teneur en humidité et la teneur en cendres. Cependant, l'analyse thermogravimétrique peut également être utilisée pour faire une analyse approximative de la teneur en humidité, des matières volatiles, de carbone fixe et de cendres (Graham, 2015). La Figure 3.6 illustre les différentes étapes de la procédure (séchage, dévolatilisation et combustion). Le principe d'analyse approximative est basé sur le changement de masse de l'échantillon au cours de différents processus.



**Figure 3.5:** Appareil d'analyse thermogravimétrique (TA instrument, modèle Q50)



**Figure 3.6:** Courbe d'analyse approximative de teneur en humidité, des matières volatiles, de carbone fixe et des cendres (Graham, 2015)

### 3.4.3 Analyse élémentaire

L'analyse élémentaire des fibres brutes et traitées a été réalisée à l'aide d'un système d'analyse élémentaire PerkinElmer, 2400 Série II, CHNS/O (Figure 3.7). Cette méthode permet de déterminer les concentrations de carbone (C), d'hydrogène (H), d'azote (N) et de soufre (S) dans des échantillons de nature organique solides. La teneur en oxygène dans l'échantillon a été estimée par la différence des teneurs. Pour ce faire, une masse, d'ordre  $2 \pm 0,5$  mg de l'échantillon, a été placée dans un four, riche en oxygène pur (99,95%) et a été chauffée à  $975^{\circ}\text{C}$  afin d'assurer une combustion rapide et complète. L'échantillon a été oxydé en présence de réactifs de tungstène/zirconium. Cette étape a permis de convertir les éléments de l'échantillon en des gaz simples tels que le  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$  et  $\text{SO}_2$ . La conductivité thermique caractéristique à chaque gaz a été calculée, dans des conditions bien spécifiques de pression, de température et de volume afin de déterminer les différentes concentrations. Après l'analyse de dix

échantillons, un matériau de référence «cystéine» a été introduit dans la séquence pour contrôler la qualité.

Le contenu énergétique est un paramètre caractéristique pour définir la qualité du combustible dans les systèmes thermiques. Parmi les différentes corrélations proposées dans la littérature, l'équation de Sheng et Azevedo (2005) a été adoptée dans cette étude pour estimer la valeur du pouvoir calorifique supérieure (PCS) des copeaux de bois en se basant sur la composition des principaux éléments (C, H et O en % de poids). Notant que le pourcentage en "O" est la somme de l'oxygène et tous autres éléments dans la matière organique. La formule de Sheng et Azevedo (2005) est la suivante, avec une plage d'erreur de  $\pm 5\%$ :

$$\text{PCS (MJ/kg)} = -1,3675 + 0,3137 \times C + 0,7009 \times H + 0,0318 \times O \quad (3.1)$$



**Figure 3.7:** Appareil d'analyse élémentaire PerkinElmer, 2400 Série II, CHNS/O

### 3.4.4 Mesure des teneurs en extractibles, cellulose, hémicellulose et lignine

#### 3.4.4.1 Mesure de substances extractibles

La granulométrie des fibres brutes et traitées a été prise conformément à la norme TAPPI T264 (1989) (inférieure à 0,40 mm). Une masse de 10 g de l'échantillon est introduite dans un ballon à 2 cols de 500 ml avec 300 ml d'eau distillée. En utilisant une plaque chauffante à agitation magnétique (Figure 3.8), une première extraction est faite pendant 7 h à une température de 70°C sous une légère agitation. Ensuite, l'échantillon est filtré et lavé avec 200 ml d'eau chaude. Puis, il est transféré dans un ballon à 2 cols de 500 ml tout en ajoutant 300 ml d'éthanol. L'échantillon a subi une deuxième extraction pendant 7 h à une température de 40°C sous une légère agitation. Par la suite, il est filtré et lavé avec 200 ml d'éthanol. Après les deux étapes d'extraction, le reste de l'échantillon (sous forme des résidus) constitue les proportions d'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine. Après chaque extraction, le résidu est séché, puis pesé. Le pourcentage des extractibles pour chaque fraction est déduit par rapport à la masse initiale de l'échantillon.



**Figure 3.8:** Dispositif d'extraction des substances extractibles à l'eau chaude et à l'éthanol

### 3.4.4.2 Mesure de la lignine insoluble à l'acide (Lignine KLASON)

La détermination de la lignine KLASON a été faite à partir des fibres de bois extraites (sans extractibles) conformément à la norme T249 cm-85 (1989). Dans une éprouvette, une masse de 250 mg de l'échantillon est mise et recouverte par 3 ml d'acide sulfurique (72%). Par la suite, l'éprouvette est mise dans un bain-marie pendant 1 h à une température de 30°C. Le contenu de l'éprouvette est transféré par la suite dans une bouteille de 200 ml en ajoutant 84 ml d'eau distillée. L'ensemble des bouteilles de chaque échantillon est placé dans un bac de rétention de l'autoclave (modèle 50X-110V-1500W-24L, VWR Canada) pour le traitement sous pression pendant 1 h à une température de 125°C (Figure 3.9). Après refroidissement des bouteilles, la masse non soluble (résidu) de chaque échantillon est filtrée avec de papier filtre, puis lavée à l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un pH neutre. La masse récupérée est séchée à une température de 105°C. Ainsi, la masse sèche représente la masse de la lignine KLASON. Le pourcentage de la lignine KLASON est déduit par rapport à la masse anhydre en utilisant l'équation suivante:

$$\text{Lignine KLASON (\%)} = \frac{\text{masse de la lignine KLASON}}{\text{Masse anhydre de bois}} \times 100 \quad (3.2)$$



**Figure 3.9:** Dispositif d'extraction de la lignine KLASON à l'aide d'un autoclave de type presto/cocotte-minute (VWR Canada)

#### 3.4.4.3 Teneurs en cellulose et hémicellulose

La chromatographie en phase liquide à haute performance (instrument Shimadzu HPLC 10 AVP, Colombie, MD), équipée d'une colonne de type Aminex HPX-87P, 300 mm × 7.8 mm de bio-Rad laboratoire, USA (Figure 3.10), a été utilisée pour déterminer la composition des polysaccharides en glucane, xylane, galactane, arabinane et mannane, conformément à la méthode normalisée de T249 cm-85 (1989). Le Tableau 3.1 présente les paramètres de la machine de HPLC utilisés.

**Tableau 3.1:** Paramètres de la chromatographie

<b>Mode opératoire de l'HPLC</b>	
<b>Volume d'injection</b>	10-20 µl
<b>Phase mobile</b>	Eau déminéralisée
<b>Débit</b>	0,6 ml/min
<b>Température de la colonne</b>	85°C
<b>Température de l'étuve</b>	27°C
<b>Détecteur</b>	Indice de Réfraction
<b>Durée</b>	25 min

Les sucres standards (D-Glucose, D (+) Xylose, D (+) Galactose, D (+) Arabinose, D (+) Mannose) sont acquis auprès de Sigma-Aldrich (St. Louis, MO). Les solutions à base des sucres standards sont préparées à différentes concentrations (0,2; 2; 4; 8; 16 et 20 mg/ml) afin de tracer les spectres de référence pour chaque polysaccharide. Environ 1 ml de chaque solution des sucres standards a été filtré à l'aide d'un filtre seringue avec une taille de pore de 0,25 µm, et est transféré dans un flacon à prélèvement automatique pour faire l'analyse. Après la lecture des différentes solutions, une courbe d'étalonnage à cinq points des concentrations (0,2; 2; 4; 8 et 16

mg/ml) a été développée pour chacun des sucres (glucose, xylose, galactose, arabinose et mannose). Les courbes étaient linéaires avec des valeurs de  $R^2$  supérieures à 0,98.

En utilisant la même méthode d'hydrolyse de bois pour l'extraction de la lignine KLASON, 10 ml de filtrat a été transféré dans un tube en ajoutant de l'hydroxyde de sodium et de l'acétate basique (lead II) jusqu'à l'obtention d'un pH entre 5 et 9. Par la suite, un volume de 1 ml de cette solution a été filtré à travers le filtre seringue et est mis dans un flacon à prélèvement automatique de 1 ml. L'échantillon de volume 20  $\mu$ l a été injecté dans la colonne à l'aide de l'auto-injecteur de la chromatographie afin de déterminer la proportion de glucose. Un deuxième volume de 10 ml a été pris de filtrat avec l'ajout de l'hydroxyde d'ammonium (28%) jusqu'à la stabilité de pH entre 5 et 9. Un volume de 1 ml de cette solution a été transféré dans un flacon pour l'analyse du reste des sucres. Toutes les analyses chimiques des échantillons ont été faites en deux répliques.

Le calcul des pourcentages d'hémicellulose et de cellulose a été adopté par les travaux de Bouslimi et al. (2014). En effet, le taux du glucose contenant dans de l'hémicellulose a été estimé à partir du rapport 2:1 pour mannose/glucose et de 10:1 pour xylose/glucose. Ainsi, la teneur en cellulose est déduite à partir de la différence entre le glucose total et de glucose associé à l'hémicellulose.



Figure 3.10: Appareil de HPLC équipée d'une colonne Aminex HPX-87P

### 3.4.5 Mesure des teneurs en humidité et de cendres

La teneur en humidité et le taux de cendres ont été mesurés en utilisant l'appareil COMPUTRAC MAX 5000, ARIZONA Instrument (Figure 3.11). Il permet une mesure rapide et précise, à la fois, du pourcentage d'humidité (base humide) ainsi que le taux de cendres (sur base sèche). La méthode d'analyse consiste à peser une quantité de 1 g de l'échantillon (granulométrie < 500 µm), puis la chauffer à 105°C afin de déterminer la teneur en eau. Ensuite, l'appareil continue à se chauffer jusqu'à 600°C pour déterminer le taux de cendres.

Le principe de calcul du taux d'humidité se base sur la différence entre la perte de poids enregistrée au cours d'échauffement et le poids initial. La teneur en humidité est exprimée par l'équation suivante:

$$H (\%) \text{ base humide} = \frac{\text{masse humide} - \text{masse sèche}}{\text{masse humide}} \times 100 \quad (3.3)$$



**Figure 3.11:** Appareil de mesure de la teneur en humidité et du taux de cendres

### 3.4.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La technique de l'analyse par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR: *Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy*) se base sur l'absorption de rayonnement infrarouge par l'échantillon analysé. Elle permet de déterminer les différentes liaisons chimiques existantes au sein de matériau. Le domaine d'infrarouge étudié, compris entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $500\text{ cm}^{-1}$ , correspond à la plage d'énergie de vibration des molécules cibles. Étant donné que chaque composition chimique d'une molécule admet une bande d'absorption bien définie, le phénomène d'absorption de rayonnement s'effectue lorsque l'énergie émise par le faisceau infrarouge s'approche de l'énergie de vibration de la molécule. Dans ce cas, le spectre d'absorption illustre une diminution de l'intensité réfléchie.

Cette technique permet d'analyser n'importe quel matériau (organique ou inorganique) indépendamment de son état physique. Pour avoir une idée sur la modification chimique apportée par le procédé de torréfaction, les fibres ont été analysées en utilisant l'appareil FTIR muni d'un montage de réflexion totale atténuée ATR (Figure 3.12). Dans ce cas, le cristal utilisé est le séléniure de zinc (ZnSe). Pour chaque échantillon, les spectres FTIR ont été enregistrés par absorbance avec un nombre de scans moyen égal à 64 scans. Les corrections nécessaires (normalisation, correction atmosphérique et lissage) ont été apportées après chaque analyse.



**Figure 3.12:** Appareil d'analyse par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Shimadzu IR Tracer-100, Kyoto, Japon)

### 3.5 Méthodes de caractérisation de la lignine pyrolytique

Pour déterminer les teneurs en carbone, en hydrogène, en azote et en cendres contenant dans la lignine pyrolytique, on a fait recours à la méthode d'analyse élémentaire qu'on a utilisée pour caractériser la structure élémentaire des fibres de bois, soit l'analyse élémentaire par le système d'analyse élémentaire PerkinElmer, 2400 Série II, CHNS/O (Figure 3.7).

L'analyse de la structure chimique de la lignine pyrolytique a été réalisée à l'aide de l'appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Shimadzu IR Tracer-100), utilisé pour étudier la chimie de surface pour les fibres de bois (Figure 3.12).

### 3.6 Méthodes de caractérisation des propriétés des granules énergétiques

#### 3.6.1 Caractérisation thermique et chimique des granules

Afin d'étudier l'effet de l'ajout de la lignine pyrolytique sur la dégradation thermique des granules, on a utilisé la même méthode d'analyse thermogravimétrique qu'on a utilisée pour déterminer la dégradation thermique des fibres de bois (Figure 3.5).

Pour étudier l'effet de la présence de la lignine pyrolytique sur la chimie de surface des granules, l'analyse de la structure chimique des granules a été effectuée à l'aide de l'appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Shimadzu IR Tracer-100), utilisé pour étudier la chimie de surface pour les fibres de bois (Figure 3.12).

#### 3.6.2 Mesure de la masse volumique réelle

Un pycnomètre à hélium, modèle AccuPyc 1330, Micromeritics Instrument Corporation (USA), a été utilisé pour mesurer la masse volumique réelle des granules (Figure 3.13). Durant l'essai, une quantité des granules de masse connue a été induite dans une cellule cylindrique de volume  $12,08 \text{ cm}^3$ . Par la suite, la pénétration du gaz

d'hélium dans les pores des granules a permis de calculer le volume occupé par la matière, et par conséquent de déterminer la masse volumique réelle de l'échantillon.



**Figure 3.13:** Pycnomètre à hélium, modèle AccuPyc 1330

### 3.6.3 Calcul du pouvoir calorifique

Un calorimètre automatique isopéribolique à volume constant (Figure 3.14), modèle 6400 de Parr Instrument (USA-2010), a été utilisé pour mesurer le pouvoir calorifique des granules. Ceci permet de comparer la quantité d'énergie générée lors de la combustion des granules produits à base de fibres traitées et celle des granules à base des fibres non traitées. En effet, la valeur du pouvoir calorifique peut être déterminée sur deux bases: le pouvoir calorifique supérieur (PCS) qui fait référence à la chaleur dégagée par la combustion du matériau avec l'eau originale (à l'état liquide), et le pouvoir calorifique inférieur (PCI) qui est mesuré avec l'eau sous forme de vapeur.

En utilisant le calorimètre automatique, une masse d'environ 1 g des granules est placée dans un creuset entouré d'une chemise d'eau; l'alimentation en eau est assurée à travers un réservoir afin d'assurer le refroidissement de l'appareil lors de l'analyse. Ensuite, l'échantillon est enflammé par un fil de coton pur, en présence d'oxygène, puis brûlé à l'intérieur de la bombe calorimétrique. Cette méthode permet de déterminer la valeur du PCS de combustible humide, à partir de l'augmentation de la température, la chaleur dégagée et la masse de l'échantillon. Elle est exprimée en BTU/lb, puis convertie en

MJ/kg. Selon la norme EN14918 (2009), il est recommandé de calculer le PCS à base sèche en utilisant l'équation suivante:

$$PCS_{sec} = PCS_{humide} \times \frac{100}{100 - H \%} \quad (3.4)$$

Avec,

PCS sec: Pouvoir calorifique supérieur à base sèche;

PCS humide: Pouvoir calorifique supérieur à base humide;

H%: Teneur en humidité des granules.



**Figure 3.14:** Calorimètre isopéribolique (mécanisme à droite: creuset+ fil) modèle 6400 de Parr Instrument

#### 3.6.4 Mesure des teneurs en humidité et de cendres

La méthode de détermination des teneurs en humidité et de cendres des granules a été effectuée en utilisant le même appareil de mesure des teneurs en humidité et en cendres des fibres de bois (COMPUTRAC MAX 5000, ARIZONA Instrument). Le taux de cendres correspond à la teneur en matière inorganique ou minérale contenue dans le bois. À l'échelle industrielle, il est important de mesurer la teneur en humidité et le taux de cendres des granules pour définir leur gamme de qualité.

### 3.6.5 Test de durabilité

Le test de la durabilité ou d'abrasion est effectué, conformément à la norme ISO17831 à l'aide d'un durabilimètre à quatre caissons rectangulaires rotatifs (Figure 3.15) (Belhadef,2016). Initialement, une quantité de 500 g des granules tamisés à 3,15 mm est introduite dans chaque caisson. Un moteur, relié avec un axe sur lequel les caissons sont fixés, est mis en marche avec une vitesse de 50 tr/min pour assurer la rotation des caissons pendant 10 min. Par la suite, le contenu de chaque caisson est récupéré, tamisé et pesé de nouveau. L'indice ou le pourcentage de durabilité des granules (Pellet Durability Index, PDI) est calculé à partir du rapport entre la masse récupérée et la masse initiale des granules selon l'équation (3.5). La mesure de la durabilité des granules énergétiques permet donc d'évaluer leur résistance mécanique aux chocs et à l'abrasion dus à la manutention et au transport.

$$PDI (\%) = 100 \times \frac{MR}{MI} \quad (3.5)$$

Avec,

PDI (%): Indice de durabilité des granules;

MR: Masse des granules récupérés après le test (en g);

MI: Masse initiale des granules dans chaque caisson (en g).



**Figure 3.15:** Durabilimètre à quatre caissons

### 3.7 Analyses statistiques

Des analyses de variance (ANOVA) ont été faites pour évaluer les effets des variables indépendantes, dont le type de l'essence (pin gris, épinette noire et sapin baumier) et la température de traitement thermique (brut, 315, 400 et 454°C) sur les propriétés physiques, chimiques et énergétiques des fibres (composition chimique, l'analyse élémentaire CHNS) et des granules énergétiques (masse volumique, pouvoir calorifique et durabilité). L'équation du modèle général utilisé est la suivante.

$$Y_{ij} = \mu + A_i + B_j + A_i \times B_j + \varepsilon_{ij} \quad (3.6)$$

Où,

$Y_{ij}$  représente la variable dépendante (les données élémentaires (% en carbone, etc.), de la composition chimique (teneurs en lignine, cellulose, hémicellulose et en carbohydrates), du pouvoir calorifique et de la durabilité);  $\mu$  est l'effet moyen général (intercepte);  $A_i$  est l'effet de l'essence;  $B_j$  est l'effet de la méthode de mesure;  $A_i \times B_j$  est l'effet de l'interaction entre l'essence et la température de torréfaction; et  $\varepsilon_{ij}$  l'erreur résiduelle.

Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide de logiciel SAS (2008) (SAS Institute Inc. Cary, NC, USA). La signification statistique des effets fixes est déterminée à l'aide de test F à  $P \leq 0,05$ . Des comparaisons multiples sont également faites par le test de *Tukey* pour déterminer les différences significatives entre les moyennes des essences et des températures de torréfaction pour chaque propriété étudiée.

## CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

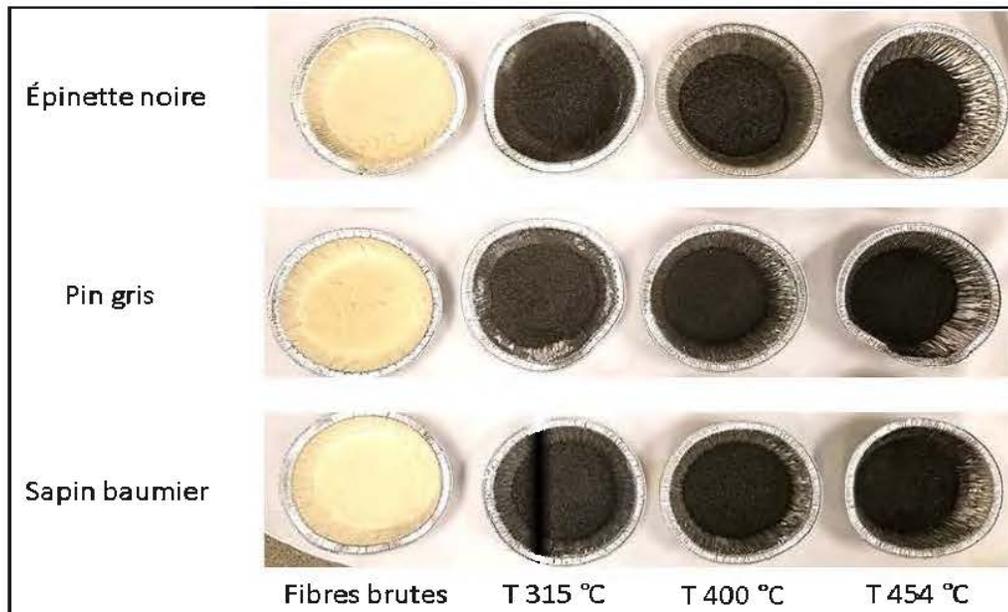
Ce chapitre est dédié à la présentation et l'interprétation des résultats de caractérisation physique, chimique et thermique des fibres de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier, après le traitement thermo-chimique: 315, 400 et 454°C, et également ceux des propriétés physiques, thermiques et mécaniques des granules énergétiques en fonction de l'essence et la température de traitement.

### 4.1 Caractérisation des fibres de bois

#### 4.1.1 Propriétés morphologiques: distribution granulométrique

La Figure 4.1 présente les modifications de couleur apportées par le traitement thermique (315, 400 et 454°C) des copeaux de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier. Suite au traitement thermique, un changement de couleur des fibres de bois a été clairement observé (Figure 4.1). Ceci concorde avec la littérature. En effet, Stelte et al. (2011a) ont constaté que la torréfaction des épinettes à différentes températures a abouti à la dégradation de couleur des produits torréfiés. En outre, Pelaez-Samaniego et al. (2014) ont remarqué que le bois torréfié à 350°C présente une structure semblable à celle du charbon. Ces changements de couleur peuvent être dus aux modifications chimiques de la lignine (González-Peña et Hale, 2009), à savoir l'augmentation des groupes carbonyle (Stelte et al., 2011a), l'oxydation de composés phénoliques, l'émanation de formaldéhydes, la réduction des sucres et des acides aminés ou la caramélisation de l'holocellulose (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Les modifications morphologiques de bois suite à la torréfaction peuvent contribuer à la formation d'un liquide intermédiaire riche en lignine qui migre de la paroi cellulaire et de la lamelle moyenne vers la surface des fibres (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Ce

matériau peut être extrait et utilisé comme un adhésif naturel pour la production des granules énergétiques.

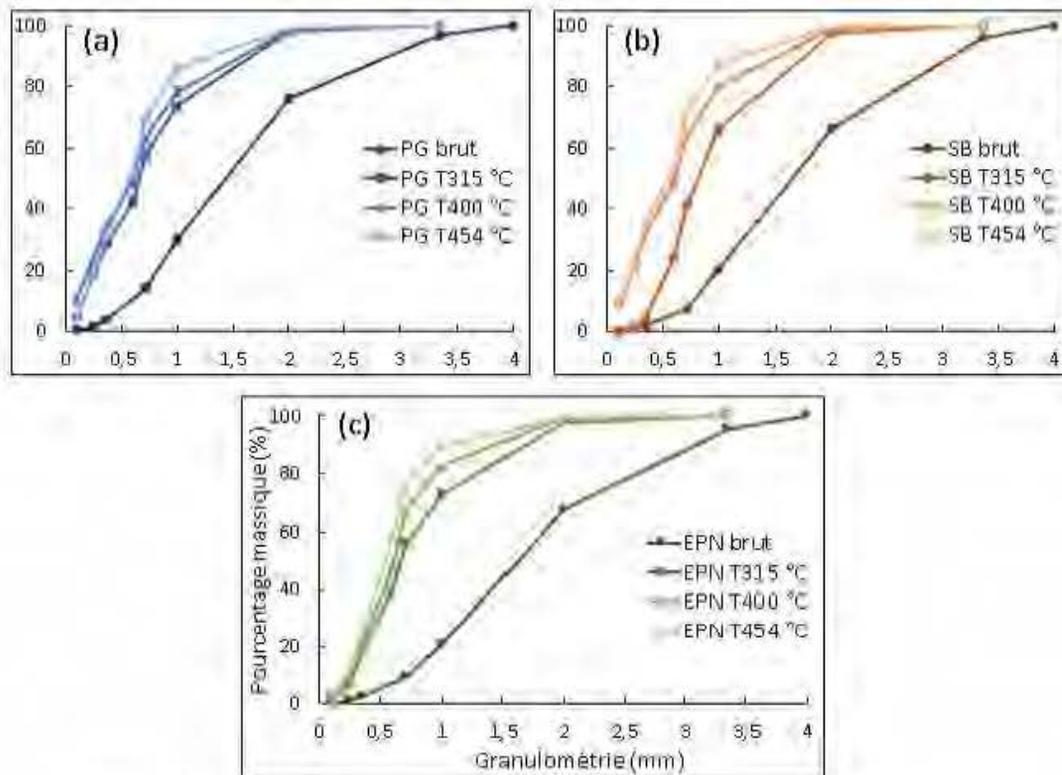


**Figure 4.1:** Effet du traitement thermique sur la dégradation de couleur des fibres de bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier

La Figure 4.2 illustre la distribution granulométrique des fibres brutes et traitées à diverses températures (315, 400 et 454°C) de l'épinette noire (EPN), du pin gris (PG) et du sapin baumier (SB). Du point de vue de la taille des particules, les trois essences (EPN, PG et SB) se comportent légèrement différemment. Par ailleurs, l'augmentation de la température de torréfaction engendre la diminution de la taille des particules indépendamment de l'essence utilisée. Le diamètre moyen est défini à 50% du pourcentage massique. À une température de 315°C, le diamètre moyen des fibres de l'EPN et du PG est à l'entour de 0,65 mm, tandis que le diamètre moyen des fibres du SB est de 0,84 mm. Manouchehrinejad et al. (2018) et Shang et al. (2012b) ont montré que l'augmentation de la température de torréfaction diminue significativement la distribution granulométrique des fibres de bois. En effet, la forme rectangulaire des copeaux de bois devient plus fragile lors de la décomposition thermique, ce qui facilite

leur fragmentation en particules plus petites. À l'échelle microscopique, la torréfaction à une température relativement basse (225°C) provoque le détachement des parois cellulaires de la lamelle moyenne tandis que l'augmentation de degré de torréfaction engendre l'endommagement des parois cellulaires (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Cela résulte de la réduction de la taille des particules et de la formation des matières volatiles (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Il en ressort que la distribution granulométrique dépend de la température de traitement thermochimique. Plus la température est élevée, plus la taille des particules diminue (Figure 4.2). Par exemple, le pourcentage massique de particules inférieures à 0,5 mm était d'environ 5% pour les fibres brutes du SB et d'environ 20 et 45% pour les fibres traitées à 300 et 454°C, respectivement.

D'autre part, la torréfaction améliore la capacité de broyage de bois (Ibrahim et al., 2013; Manouchehrinejad et al., 2018; Pelaez-Samaniego et al., 2014). Ainsi, la consommation d'énergie dû au broyage diminue considérablement lorsque le bois est torréfié (Bergman, 2005; Bergman et Kiel, 2005). Suite aux modifications chimiques, les fibres de bois traitées ont un comportement fragile et une résistance mécanique faible, contrairement aux fibres de bois brutes (Govin et al., 2009; K. H. Kim et al., 2012). Repellin et al. (2010a) et Phanphanich et Mani (2011) ont montré que la torréfaction diminue à la fois l'énergie de broyage et la distribution granulométrique. En effet, Repellin et al. (2010a) ont constaté que la diminution de l'énergie de broyage est effectuée à des basses températures de torréfaction (160-180°C). En contrepartie, la distribution granulométrique diminue suite à la dégradation thermique de bois (200-280°C) où la perte de poids anhydre du bois est élevée. Demirbas (2004) a constaté aussi que la diminution de la taille des particules provoque un rendement faible en bois torréfié.



**Figure 4.2:** Distribution granulométrique des fibres brutes et traitées à trois températures (315, 400 et 454°C) de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier

#### 4.1.2 Propriétés thermiques: analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée afin de comprendre les mécanismes et les caractéristiques de la combustion des fibres de bois traités. Durant l'essai, la dégradation de poids de l'échantillon en fonction de la température permet d'étudier la cinétique de la décomposition thermique de chaque composant du bois.

Dans un premier lieu, les courbes des analyses thermogravimétriques (TGA) et leurs dérivées thermogravimétriques (DTG) des fibres brutes et traitées à 400°C, issues de trois essences étudiées (épinette noire (EPN), pin gris (PG) et sapin baumier (SB)) sont illustrées dans les Figures 4.3 et 4.4 afin de comparer le comportement thermique de chaque essence suite aux traitements thermiques. Dans un second lieu, les courbes de

TGA et de DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du PG sont présentées dans les Figures 4.5 et 4.6 pour évaluer l'effet de l'augmentation de la température de traitement sur la décomposition thermique de fibres du PG.

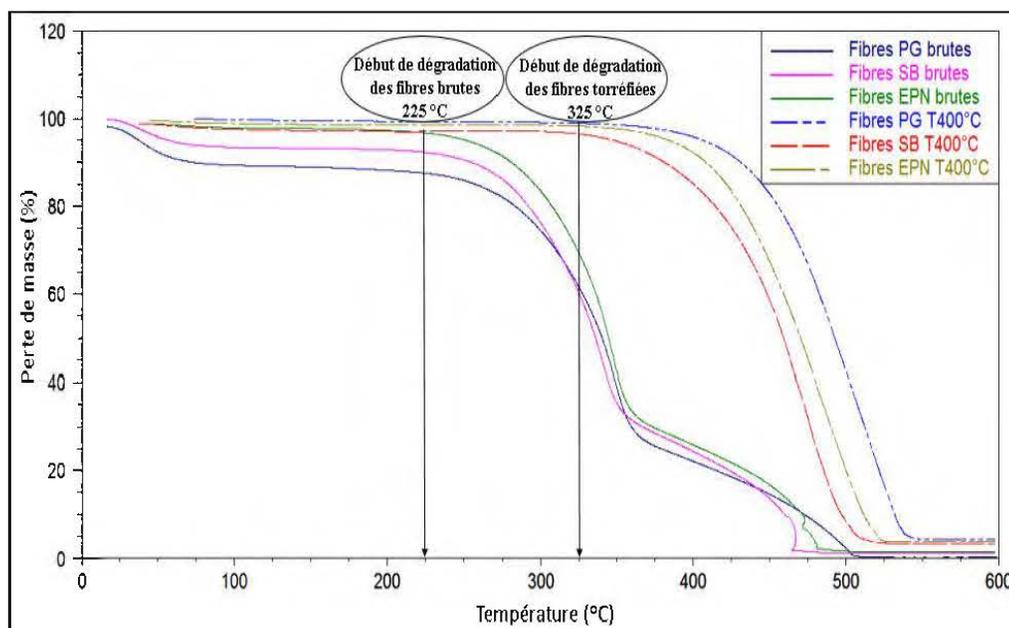
Dans l'ensemble, les courbes de TGA peuvent être grossièrement divisées en trois régions différentes, quels que soient le type d'essence et le degré de traitement appliqué. L'annexe (A) regroupe les différentes courbes de TGA et DTG pour tous les types des fibres brutes et traitées à différentes températures.

- Dans la première zone, les fibres brutes ont subi une perte de masse d'environ 9%, dans une plage de température comprise entre 50 et 100°C. Tandis qu'une légère perte de masse (moins de 2%) est observée entre 50 et 340°C pour tous les types de fibres traitées. Cette perte de masse initiale est traduite par l'élimination de l'humidité et des composés volatils de la matière première (Carrier et al., 2011; Chen et Kuo, 2010; Gao et al., 2013). Ainsi, la faible perte de masse pour les fibres traitées illustrée dans les courbes de TGA (Figures 4.3 et 4.5) est expliquée par l'étape de réchauffement des fibres de bois lors du traitement (Santos et al., 2015). En accord avec des études antérieures (Abedi et Dalai, 2017; Santos et al., 2015), la torréfaction a abouti à l'augmentation de la température de dégradation des fibres de bois.
- Dans la deuxième zone, on enregistre une grande perte de masse qui a été produite entre 250 et 475°C pour les fibres brutes, et entre 350 et 550°C pour les fibres traitées. Cette phase est connue par la dégradation des principaux composants chimiques de bois. Par conséquent, le décalage entre les plages de températures de dégradation des fibres brutes et traitées (Figures 4.3 et 4.5) peut être expliqué par l'élimination de certains composants lors du traitement thermique (Abedi et Dalai, 2017). Ainsi, la perte de masse dépend principalement de la température et de la durée du traitement (Peng et al., 2013). Afin de comparer la perte de masse entre les trois essences, on s'appuie sur deux indicateurs: T50 et R50, qui représentent

la température au niveau de la perte de masse à 50% et la vitesse de perte de masse à T50, respectivement (Figure 4.7). La valeur de T50 varie de 340,17 à 344,49°C dans le cas des fibres brutes, et de 459,17 à 492,63°C dans le cas de fibres traitées, révélant que plus de 50% du poids de fibres brutes et traitées est perdu lorsque la température est supérieure à 350 et 500°C, respectivement. Pour T50, la valeur de R50 est entre 20,99 et 21,70 %/min pour les fibres brutes, et entre 26,38 et 27,78 %/min pour les fibres traitées. Cela provient du fait que la dégradation thermique du bois est caractérisée par un déclin rapide dans la deuxième partie, conformément aux études de Chen et Kuo (2010). Les courbes de DTG des fibres brutes des trois essences présentent une tendance similaire (Figures 4.4 et 4.6). Les dégradations thermiques de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine peuvent être identifiées: les pics de la décomposition de l'hémicellulose, de la cellulose, et de la lignine sont atteints respectivement à 275, 325 et 450°C. Ces résultats concordent avec les résultats rapportés dans la littérature (Chen et al., 2011a; Chen et Kuo, 2010). En effet, les températures de la dégradation de l'hémicellulose et de la cellulose rapportée varient de 150 à 350°C et de 275 à 400°C, respectivement (Abedi et Dalai, 2017; Carrier et al., 2011; Santos et al., 2015). La lignine possède une dégradation thermique lente qui se situe entre 250 et 500°C (Serrano et al., 2011). Pour le traitement à 315°C, la Figure 4.6 illustre la disparition des pics associés à l'hémicellulose et à la cellulose. Ainsi, les fibres traitées ne présentent qu'un seul pic qui correspond principalement à la température de décomposition de la lignine (450°C). Il est bien à noter que les études antérieures ont constaté que la structure spécifique de la lignine lui permet de résister aux traitements thermiques telles que la torréfaction (Alén et al., 1996; Chen et Kuo, 2011; Chen et al., 2015). Par ailleurs, les Figures 4.5 et 4.6 indiquent que l'augmentation de la température de traitement thermique réduit progressivement la dégradation thermique de la biomasse. Par exemple, la dégradation des fibres traitées à 315, 400 et 454°C du PG a entraîné une réduction de masse sèche de 83,85, 94,61 et 95,98%, respectivement. En accord avec

d'autres études, l'augmentation de la température de traitement provoque une perte importante de la masse suite à la dégradation d'hémicellulose (Chen et al., 2011a; Chen et Kuo, 2010; Santos et al., 2015) et de la cellulose (Chen et al., 2011a; Chen et Kuo, 2011; Pelaez-Samaniego et al., 2014; Prins et al., 2006). Prins et al. (2006) ont montré que la dégradation du xylane, qui présente le composant le plus réactif d'hémicellulose, peut-être la raison pour laquelle la perte de masse est élevée. Ceci reflète une perte de masse relativement importante chez les fibres brutes par rapport aux fibres traitées (Figures 4.3 et 4.5).

- La dernière zone a abouti à une légère perte de masse supplémentaire en raison de la décomposition thermique de la majorité des composants au cours de l'étape précédente. Ceci est en accord avec d'autres travaux (Chen et Kuo, 2010; Santos et al., 2015).



**Figure 4.3:** Courbes des analyses thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 400 de l'épinette noire, du pin gris, et du sapin baumier

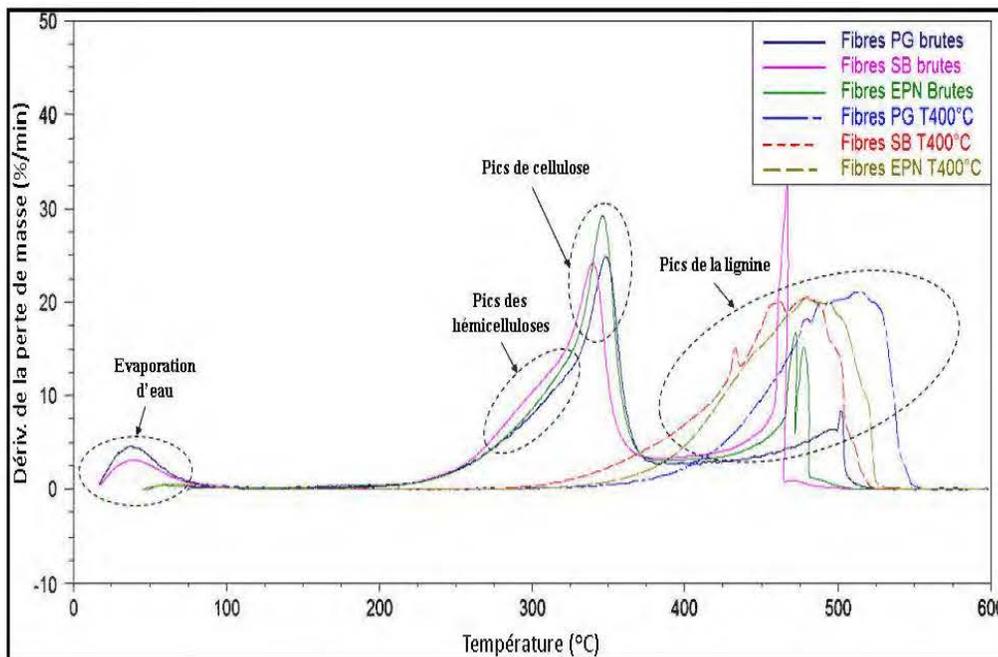


Figure 4.4: Courbes des analyses des dérivées thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 400°C de l'épinette noire, du pin gris, et du sapin baumier

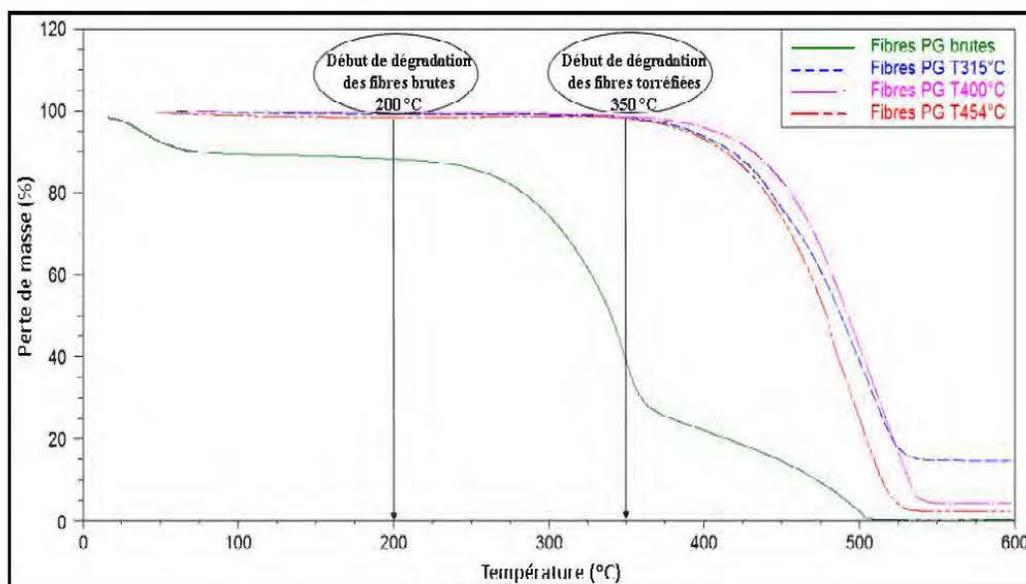
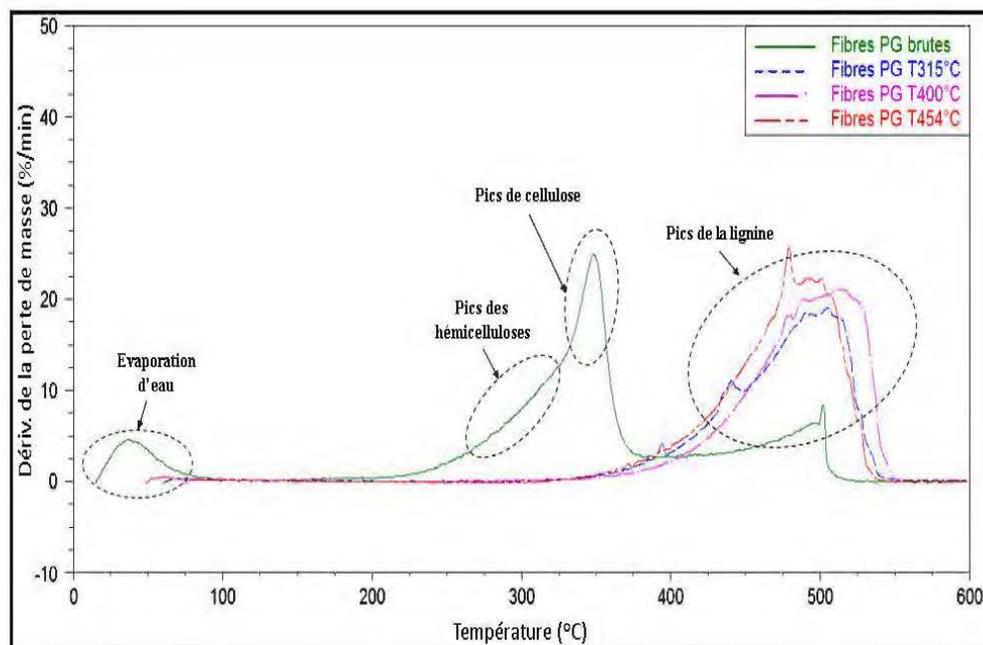
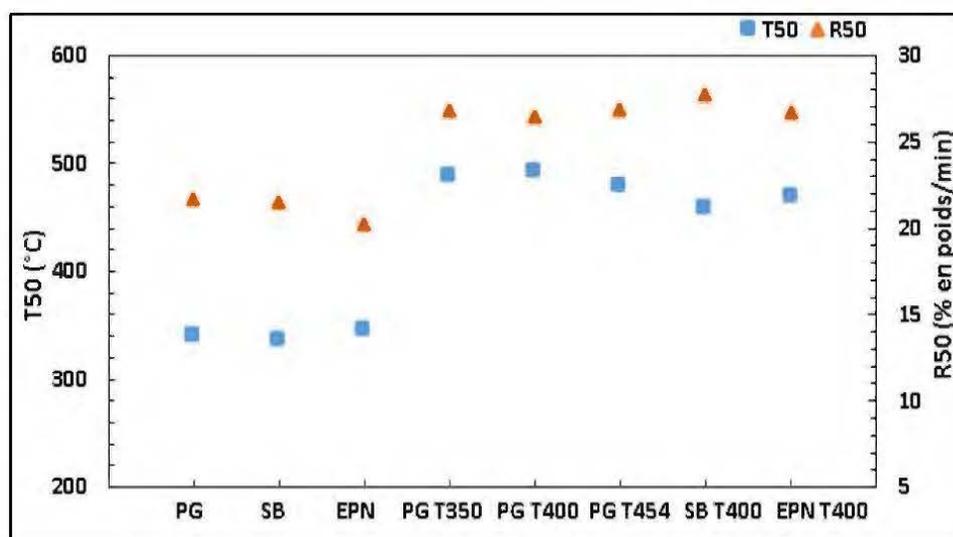


Figure 4.5: Courbes des analyses thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris



**Figure 4.6:** Courbes des analyses des dérivées thermogravimétriques des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris



**Figure 4.7:** Profil de la température T50 et de la perte de masse R50 en fonction de l'essence (épinette noire, pin gris et sapin baumier) et de la température de traitement (315, 400, 454°C)

#### 4.1.3 Analyse élémentaire et composition chimique

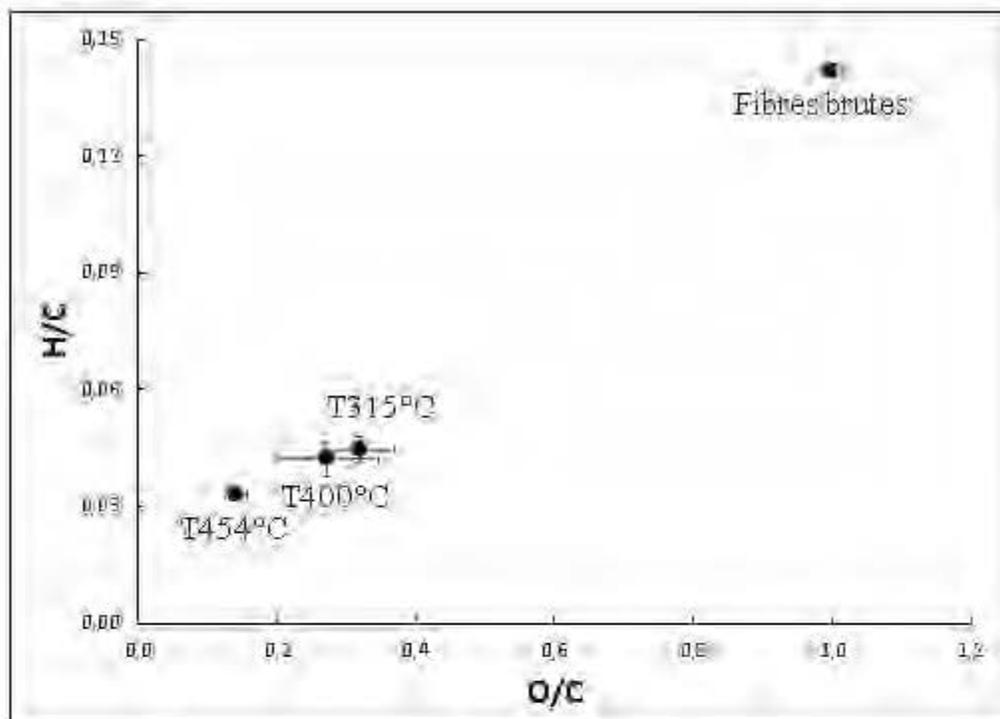
Le Tableau 4.1 présente une analyse approximative des teneurs en humidité, en matières volatiles, en carbone fixe et en cendres des trois essences: EPN, PG, et SB en fonction de la température de traitement thermique. La teneur en humidité des fibres traitées diminue avec l'augmentation de la température de traitement. Cela indique une réduction de l'absorption de l'humidité des fibres traitées par rapport aux fibres brutes. Indépendamment de l'essence utilisée, les traces en matières volatiles pour les fibres traitées à une température supérieure à 315°C sont non détectables par l'analyse de TGA. Dans d'autres études similaires, la teneur en matières volatiles du bois torréfié à une température supérieure à 400°C a diminué de 19,8 à 9,80% (Angin, 2013). Ceci prouve que la teneur en matières volatiles diminue après le traitement thermochimique (Arias et al., 2008; Phanphanich et Mani, 2011). En revanche, le traitement thermique des différentes fibres (EPN, PG et SB) provoque l'augmentation de la teneur en carbone fixe et en cendres (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Pour les fibres brutes et traitées à 400°C du pin gris, la teneur en carbone fixe a augmenté de 28,65 à 94,61%, alors que la teneur en cendres a passé de 2,11 à 4,46%. En accord avec les résultats rapportés par Couhert et al. (2009) et Kim et al. (2012), l'augmentation de la température de torréfaction a réduit le pourcentage des matières volatiles et a favorisé l'augmentation de la teneur en carbone fixe et en cendres.

Les Tableaux 4.2.a et 4.2.b présentent l'analyse élémentaire, le pouvoir calorifique et la composition chimique des fibres brutes et traitées pour les trois essences. Le procédé de traitement thermochimique engendre l'augmentation de la teneur en azote et la diminution de la teneur en soufre dans les fibres du bois. Ainsi, on constate qu'après le traitement thermique, les teneurs en oxygène et en hydrogène des fibres de bois de différentes essences ont été diminuées considérablement en fonction de la température de traitement, tandis que la teneur en carbone a été augmentée. Par exemple, dans le cas de l'EPN, les teneurs en oxygène des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C

sont de 46,5; 20,44; 15,79 et 0,47%, respectivement. Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature (Arias et al., 2008; Couhert et al., 2009; Pelaez-Samaniego et al., 2014; Phanphanich et Mani, 2011; Wang et al., 2013). Ceci peut être expliqué par l'élimination sélective des groupements -OH de l'hémicellulose faciles à décomposer lors du traitement thermique (Ghiasi et al., 2014; Peng et al., 2013). La réduction de la teneur en hydrogène après le traitement peut être considérée comme une indication de l'accrue de l'hydrophobicité du bois torréfié (Ghiasi et al., 2014; Phanphanich et Mani, 2011). La Figure 4.8 illustre le diagramme de Van Krevelen pour les fibres brutes et traitées de l'EPN et du SB. Les rapports H/C et O/C diminuent progressivement avec l'augmentation de la température de traitement thermique, ce qui reflète la perte des matières volatiles et la formation des structures stables de type graphite cristallin (Jindo et al., 2014). En termes de rapport O/C, la valeur est passée de 1,01 à 0,27, 0,19 et 0,12 dans le cas de fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C de l'EPN, respectivement. Cette diminution peut être expliquée par la formation et la libération de CO<sub>2</sub> et de CO pendant le processus de torréfaction (Arias et al., 2008; Peng et al., 2013). Ainsi, la réduction du rapport O/C atteste que le traitement thermique est un moyen pour améliorer la densité énergétique de bois (Ghiasi et al., 2014; Kim et al., 2012). Ceci a été bien validé par les valeurs du pouvoir calorifique supérieure (PCS) estimées en utilisant la formule de Sheng et Azevedo (2005). Pour les fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du SB, les valeurs de PCS ont été respectivement égales à 19,34; 23,79; 22,20; et 27,17 MJ/kg, soit une augmentation de 40,48% pour le traitement à haute température(454°C). De plus, Arias et al. (2008) et Wang et al. (2013) ont constaté que le pouvoir calorifique montre une augmentation avec la température et le temps de résidence de la torréfaction.

Comme le montre l'analyse de la composition chimique (Tableau 4.2.b), les teneurs en cellulose et en hémicellulose ont été rigoureusement réduites suite au traitement thermique. Ceci prouve que la plupart d'hémicellulose et une partie de cellulose ont été dégradées au cours du traitement thermique des fibres (Kim et al., 2012). Ainsi, la

teneur en extractible a diminué avec la température de traitement et par rapport aux fibres brutes. De même, Wang et al. (2013) ont constaté que la plupart des extractibles sont éliminés pendant le processus de traitement thermochimique. En revanche, la teneur en lignine des fibres traitées a augmenté considérablement avec la température de traitement thermique. Dans le cas du PG, la teneur en lignine des fibres traitées varie de 80,55 à 96,76% avec la température, en contrepartie, les fibres brutes contiennent uniquement 34,06%. L'augmentation relative de la teneur en lignine suite au traitement thermique peut être due à la volatilisation de la plupart des composants glucidiques et à la formation de produits de dégradation insolubles dans l'acide pendant le traitement (Ghiasi et al., 2014; Wang et al., 2013). Pour le traitement des fibres issues de différentes essences à une température égale à 400°C, la teneur de lignine la plus élevée a été observée pour les fibres de l'EPN (89,59%). Ceci peut expliquer la valeur élevée du PCS pour les fibres traitées à 400°C de l'EPN atteignant 26,52 MJ/kg, comparée aux autres essences pour la même température de traitement. Kim et al. (2012) et Harun et Afzal (2010) ont abouti à des résultats comparables. En effet, la lignine contient une multitude de liaisons interunités, notamment les liaisons éther et les liaisons carbone-carbone (C-C) (Kim et al., 2012). Parmi les différentes liaisons existantes dans la structure chimique de la lignine, les liaisons C-C favorisent l'énergie la plus élevée. D'où, l'augmentation relative de la teneur en carbone suite à la torréfaction, ce qui permet d'améliorer la combustion exprimée par une valeur élevée du PCS (Kim et al., 2012; Phanphanich et Mani, 2011).



**Figure 4.8:** Diagramme de Van Krevelen pour les fibres brutes et traitées de l'épinette noire et du sapin baumier

**Tableau 4.1:** Analyse approximative des propriétés physiques et des fibres des essences étudiées en fonction de la température de traitement thermique

Essences	Pin gris				Épinette noire				Sapin baumier			
	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454
<b>Analyse directe</b>												
Humidité (%)	9,17	3,22	5,77	5,51	7,73	9,34	6,21	5,95	9,80	13,72	6,79	6,65
Cendres (%)	0,43	7,07	3,37	1,66	0,41	4,41	2,94	1,40	0,02	3,14	1,09	2,90
<b>Analyse approximative à partir de TGA(%)</b>												
Humidité	8,86	0,99	0,93	1,32	0,79		1,44		6,37			1,87
Matières volatiles	60,38	-		-	64,43			-	57,98			-
Carbone fixe	28,65	83,85	94,61	95,98	31,99		94,12		34,30			93,46
Cendres	2,11	15,16	4,46	2,70	2,89		4,44		1,35			4,64

**Tableau 4.2.a:** Analyse élémentaire et estimation du pouvoir calorifique des fibres de bois

Essences	Pin gris				Épinette noire				Sapin baumier			
	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454
T(°C)												
<b>Analyse élémentaire (%)</b>												
<b>C</b>	46,96	32,97	77	80,7	45,85	75,6	80,55	85,92	46,46	70,01	71,19	83,45
<b>H</b>	6,55	1,27	2,48	3,34	6,42	3,14	3,03	2,81	6,67	3,34	3,32	2,77
<b>N</b>	0,05	0,2	0,26	0,21	0,05	0,2	0,11	0,1	0,02	0,17	0,16	0,12
<b>S</b>	1,09	0,35	0,47	0,58	1,16	0,62	0,52	0,47	1,07	0,59	0,69	0,56
<b>O</b>	45,35	65,21	19,79	15,17	46,52	20,44	15,79	10,70	45,78	25,89	24,64	13,1
<b>Pouvoir calorifique</b>												
<b>PCS (MJ/kg)*</b>	19,4	11,93	25,15	26,77	18,99	25,20	26,52	27,90	19,34	23,79	22,20	27,17

\* Les valeurs du PCS ont été estimées en utilisant la formule de Sheng et Azevedo (2005) suivante:

$$\text{PCS (MJ/kg)} = -1,3675 + 0,3137 \times C + 0,7009 \times H + 0,0318 \times O$$

**Tableau 4.2.b:** Composition chimique des fibres de bois issues de trois essences

Essences	Pin gris				Épinette noire				Sapin baumier			
	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454	Brut	315	400	454
T(°C)												
Composition chimique (%)												
Cellulose	45,00	17,13	13,82	2,72	44,66		9,55		40,72		9,9	
	(0,30)	(0,52)	(0,06)	(0,01)	(3,44)		(0,03)		(6,39)		(0,12)	
Hémicellulose	17,88	1,98	0,42	0,02	23,2		0,28		31,99		0,17	
	(0,30)	(0,17)	(0,06)	(0,01)	(3,44)		(0,03)		(6,39)		(0,11)	
Lignine	34,06	80,55	83,65	96,76	28,83		89,59		24,29		89,11	
	(2,24)	(2,91)	(2,69)	(1,25)	(1,77)		(0,80)		(0,86)		(0,09)	
Extractibles	3,06	1,03	0,61	0,50	3,31		0,57		3,00		0,79	
	(0,13)	(0,06)	(0,01)	(0,04)	(0,21)		(0,06)		(0,10)		(0,04)	

() : Les valeurs entre parenthèses sont des écarts-types avec n = 2

#### 4.1.4 Chimie de surface

Les résultats de la chimie de surface des fibres brutes et traitées, réalisés par la spectroscopie infrarouge (FTIR-ATR), sont présentés dans les Figures 4.9, 4.10, 4.11, dans une plage de longueur d'onde comprise entre 4000 et 500  $\text{cm}^{-1}$ . Les divers spectres de trois essences étudiées semblent avoir une même allure indépendamment de l'état des fibres (brutes ou traitées). En effet, la composition chimique est assez similaire pour les trois conifères. Cela reflète que le type d'essence utilisé n'a pas un effet significatif sur la chimie de surface des fibres traitées thermiquement. Néanmoins, la torréfaction provoque des modifications importantes au niveau des spectres des fibres traitées comparées aux fibres brutes. En fait, les propriétés des granules énergétiques sont altérées par la dégradation de l'hémicellulose, des ramifications de la lignine et de la cristallisation de la cellulose. Les bandes d'absorption, leurs assignations, ainsi que les intensités des pics en fonction de la température de traitement ont résumées dans les Tableaux 4.3 et 4.4, respectivement. Les principales modifications présentées par l'analyse de la chimie de surface sont décrites comme suit:

Les spectres des fibres brutes ont révélé une large bande, comprise entre 3600 et 3200  $\text{cm}^{-1}$ , désignant une zone d'étirement des liaisons  $-\text{OH}$  (liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires) qui peuvent provenir du groupe phénol, du groupe carboxyle, du groupe alcool et même de l'eau (Bouafif et al., 2008; Chupin et al., 2013; Santos et al., 2015; Stelte et al., 2011a). Une bande d'absorption apparaissant dans la plage comprise entre 2889 et 2897  $\text{cm}^{-1}$ , résultant de l'étirement de  $\text{C}-\text{H}$ , des groupements  $\text{CH}_n$  aliphatiques et  $\text{CH}_3$  aromatique (Angin, 2013; Bouafif et al., 2008; Esteves et al., 2013; Z. Wang et al., 2009; Yang et al., 2016). Après le traitement thermique (plus de 315°C), ces deux bandes sont disparues. Ceci est attribué à l'évaporation de l'eau et à l'élimination de la plupart des groupements hydroxyles (Al-Wabel et al., 2013; K. H. Kim et al., 2012; Mimmo et al., 2014; Stelte et al., 2011a; Wu et al., 2012). Ainsi, le traitement thermique permet d'éliminer la plupart des liaisons hydrogènes, et par

conséquent de diminuer l'absorption de l'humidité des fibres traitées (Kocaeffe et al., 2008; Özgenç et al., 2017; Santos et al., 2015; Stelte et al., 2011a; Tjeerdsma et Militz, 2005).

Les vibrations comprises entre 1728 et 1732  $\text{cm}^{-1}$  sont liées aux étirements de C=O des acides carboxyliques, principalement associés aux xylanes (hémicellulose) (Bouafif et al., 2008; Esteves et al., 2013; Huang et al., 2012; Özgenç et al., 2017). Les spectres d'absorption des fibres traitées (Figures 4.9-4.11) indiquent la disparition de ces pics en raison de la dégradation complète de l'hémicellulose (Tableau 4.4). L'intensité de la bande d'absorption comprise entre 1358 et 1369  $\text{cm}^{-1}$  diminue en fonction de la température de torréfaction (Tableau 4.6). Cette bande désigne la déformation aliphatique C-H provenant d'hémicellulose ou de cellulose (Chupin et al., 2013). Fan et al. (2012) ont attribué la disparition de cette bande à l'élimination d'hémicellulose dans les régions de dislocation qui peut entraîner une diminution du transfert de la contrainte de cisaillement.

Les pics entre 1585 et 1570  $\text{cm}^{-1}$  représentent des groupes carbonyles (C=O) caractéristiques de la squelette aromatique de la lignine (Bouafif et al., 2008). Ils sont fortement présents dans les spectres d'absorption des fibres traitées. Ainsi, le traitement permet d'augmenter la teneur en lignine dans les fibres traitées thermiquement. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par une analyse conventionnelle de la composition chimique des fibres traitées. En outre, la disparition des liaisons C=O et l'augmentation des liaisons C=C au niveau des fibres traitées comparées aux fibres brutes sont également compatibles avec la perte d'oxygène et l'augmentation du pourcentage de carbone illustrée dans l'analyse élémentaire des fibres traitées (Tableau 4.2.a). Ainsi, l'augmentation de la température de traitement favorise la formation de produit de dégradation d'holocellulose (pics aux alentours de 748  $\text{cm}^{-1}$  (déformation de C-H) et 895  $\text{cm}^{-1}$  (flexion de C-O-H)) lors du traitement thermique (Kocaeffe et al., 2008; Shang et al., 2012a; Stelte et al., 2011a; Wu et al., 2012), qui est responsable du

noircissement de la lignine (González-Peña et Hale, 2009). Ces résultats supportent ceux de l'analyse thermogravimétrique des fibres traitées où l'hémicellulose et la cellulose sont dégradées lors du traitement à plus que 315°C (Figures 4.5 et 4.6). Les intensités des pics entre 1369 et 1315  $\text{cm}^{-1}$  sont attribuées au composant cellulosique (C-H), ont diminué dans spectres des fibres traitées (Tableau 4.4).

Suite au traitement thermique, la lignine subit des réactions de dépolymérisation et de récondensation qui affaiblissent moyennement son poids moléculaire (Stelte et al., 2011a). En effet, la vibration de la lignine peut être observée dans une zone des pics allant de 1231  $\text{cm}^{-1}$ , de 1258 à 1261  $\text{cm}^{-1}$  (étirement C-O aromatique) et de 1505 à 1508  $\text{cm}^{-1}$  (vibration du squelette aromatique C=C) (Bouafif et al., 2008; Kocaefer et al., 2008; Stelte et al., 2011a). Ces pics sont présents dans les spectres des fibres brutes, mais ils ont disparu après le traitement thermique à plus de 315°C, cela prouve que la dégradation de la lignine commence à des températures élevées. Ces données concordent avec celles des études antérieures (Huang et al., 2012; Stelte et al., 2011a; Z. Wang et al., 2009). Novak et al. (2009) et Al-Wabel et al. (2013) ont signalé que la structure de carbone change en fonction de la température de pyrolyse; pour une température inférieure à 400°C, la structure de carbone est de type aliphatique, tandis qu'à une augmentation de la température de pyrolyse au-delà de 400°C, la structure présente des composées est de type C aromatique polycondensé. De plus, Rutherford et al. (2012) suggèrent que la carbonisation du bois de pin permet de convertir le carbone aliphatique de la cellulose et de la lignine en carbone aromatique.

L'intensité de la bande d'environ 1034  $\text{cm}^{-1}$ , provoquée par l'étirement de C-O dans l'hémicellulose et la cellulose (type de liaison glycosidique C-O-C) (Bouafif et al., 2008; Özgenç et al., 2017; Stelte et al., 2011a) a disparu dans les spectres des fibres traitées à des températures supérieures à 315°C. La diminution de cette bande révèle la dépolymérisation et la dégradation de la majorité des holocelluloses à des températures supérieures à 315°C (Shang et al., 2012a; Stelte et al., 2011a).

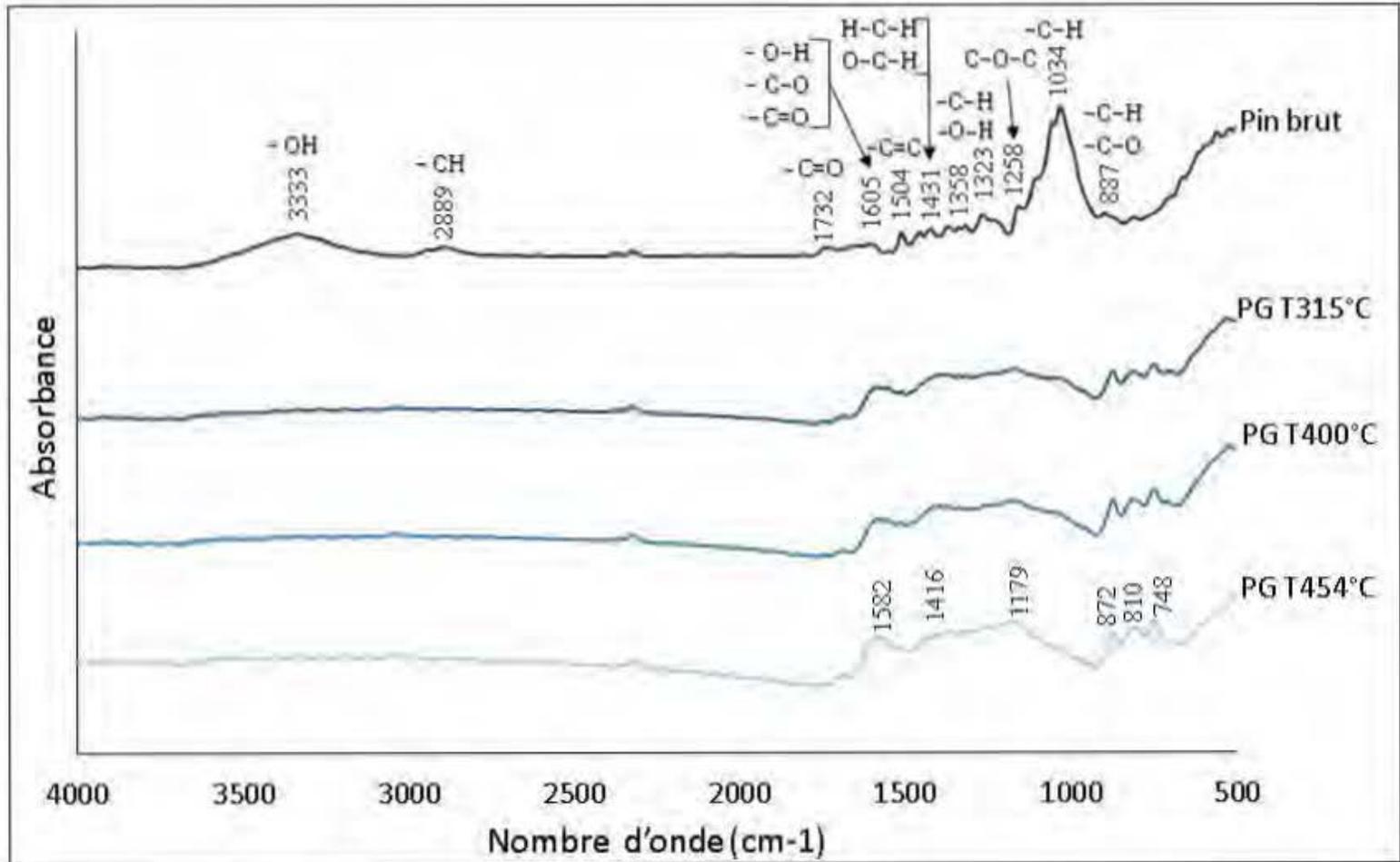
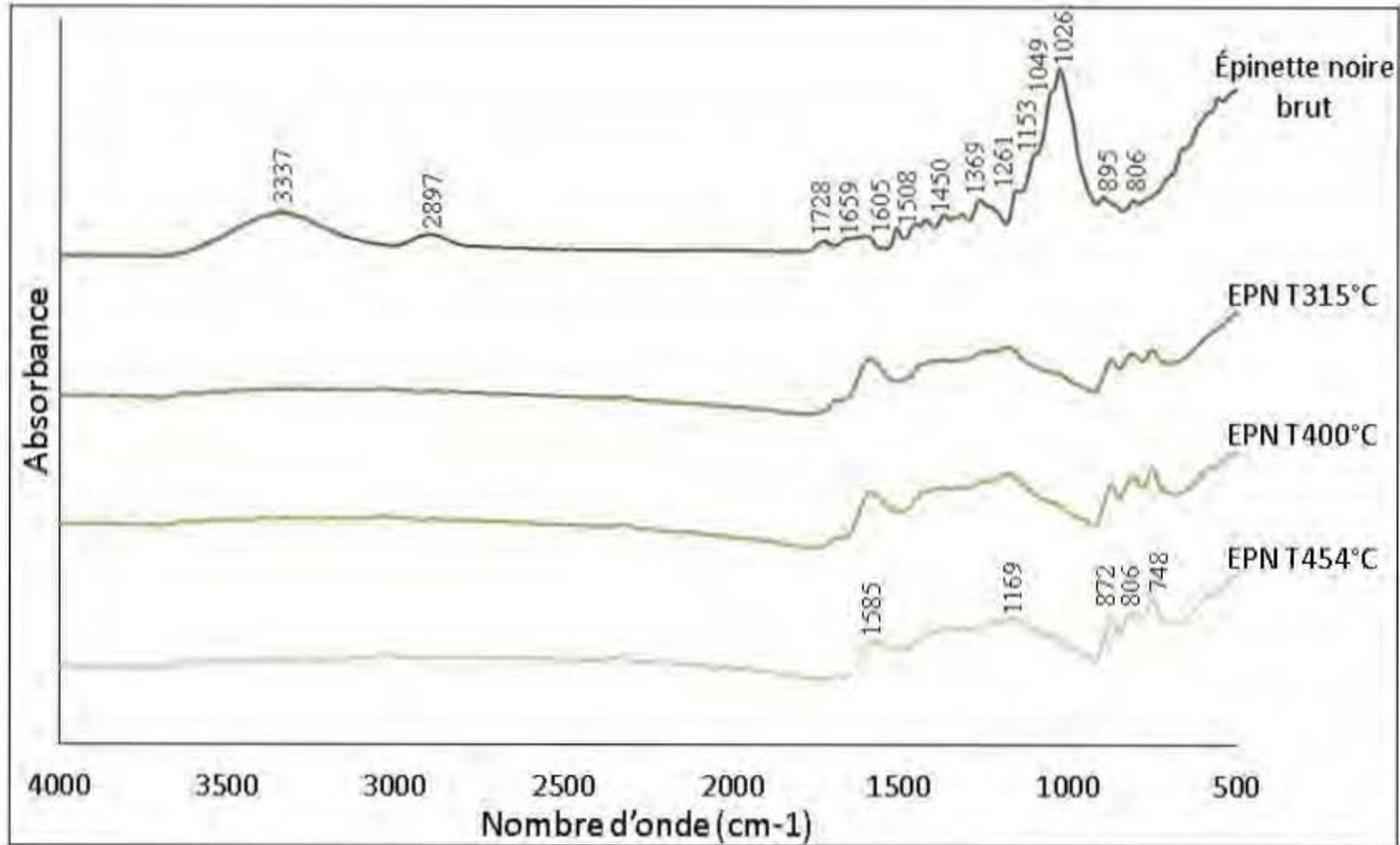
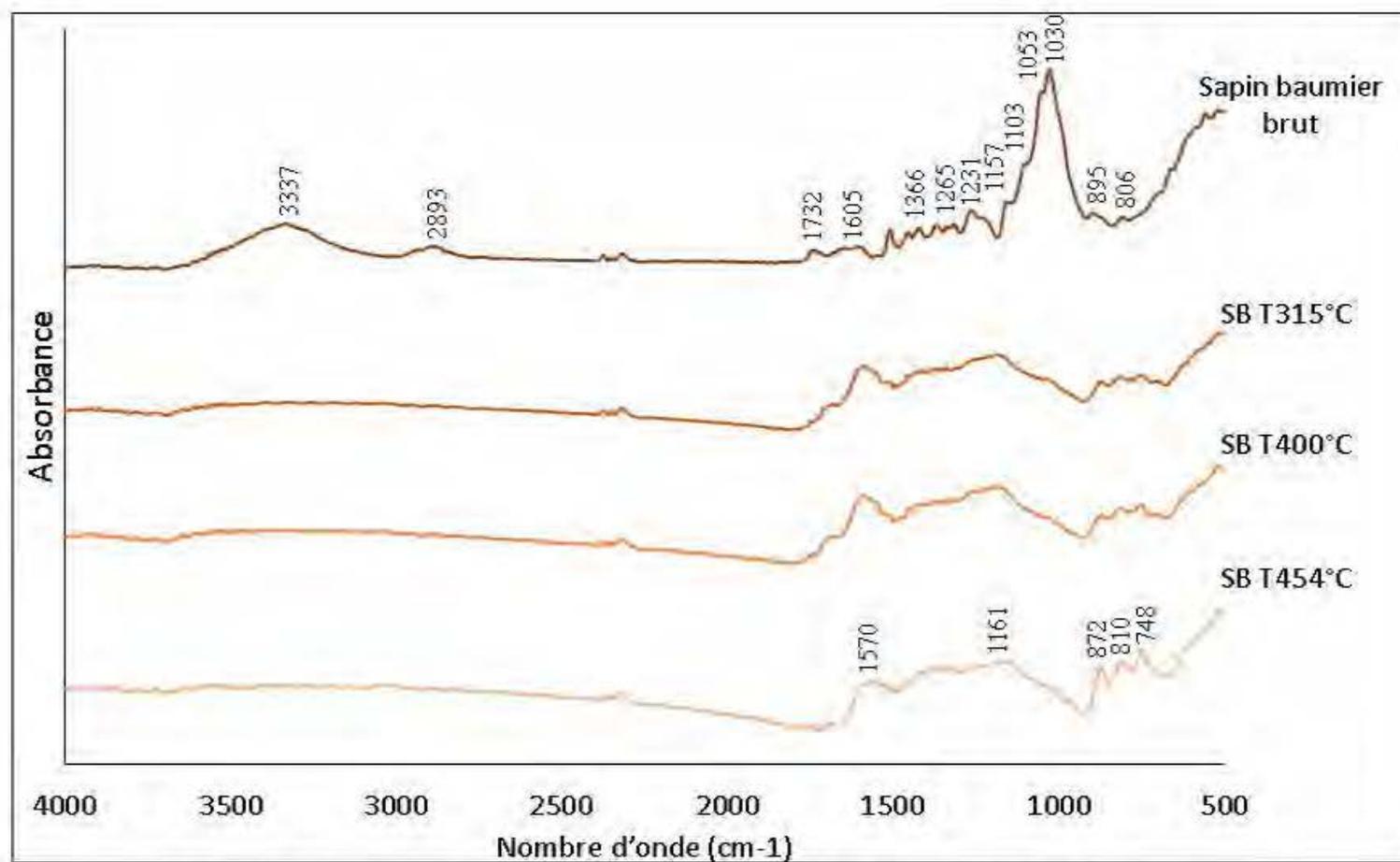


Figure 4.9: Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées du pin gris



**Figure 4.10:** Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées de l'épinette noire



**Figure 4.11:** Spectres d'absorption infrarouges des fibres brutes et traitées du sapin baumier

**Tableau 4.3:** Bandes d'absorption des spectres FTIR et leurs assignements (Al-Wabel et al., 2013; Bouafif et al., 2008; Huang et al., 2012; Mimmo et al., 2014; Özgenç et al., 2017; Tjeerdsma et Militz, 2005; Wang et al., 2009; Yang et al., 2016)

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Liaisons chimiques	Fonction
3333-3337	O-H	Étirement de groupes hydroxyle
2889-2897	Étirement symétrique C-H	Étirement en méthyle, méthylène et chaînes hydrocarbonées
1728-1732	C=O	Étirement de l'acide acétylique ou carboxylique (lié à l'hémicellulose)
1606-1659	O-H, C-O et C=O	Vibration squelettique aromatique
1505-1508	C=C vibration aromatique	Vibration squelettique aromatique
1420-1454	H-C-H et O-C-H	Déformation de C-H dans la lignine et les holocelluloses
1358-1369	C-H	Déformation de C-H des complexes de glucides et de lignine
1323-1339	OH groupe phénolique	Cycle phénylique du groupe phénol, flexion plane (Cellulose)
1315	CH <sub>2</sub>	Cellulose hautement cristalline
1258-1261	C-O-C Carbohydrate CO	Concentration de CO de la lignine guaiacyle
1231	COH	Liaisons alkyl-aryl-éther
1153-1157	C-O-C	Étirement symétrique dans la cellulose
1030-1053	C-C, C-OH, C-H déformation dans la cellulose	C-O et C-O-C structure analogue de la cellulose
748-895	COC, CCO, CCH	Déformation aromatique C-H ou de groupe aryle C-O

**Tableau 4.4:** Évolution de l'intensité des pics d'adsorption des spectres FTIR en fonction de la température de traitement des essences étudiées

Fibres brutes		Fibres traitées à 315°C		Fibres traitées à 400°C		Fibres traitées à 454°C	
Pic (cm <sup>-1</sup> )	Intensité de pic (Abs)	Pic (cm <sup>-1</sup> )	Intensité de pic (Abs)	Pic (cm <sup>-1</sup> )	Intensité de pic (Abs)	Pic (cm <sup>-1</sup> )	Intensité de pic (Abs)
Sapin Baumier							
806	0,040	752	0,041	748	0,190	748	0,190
895	0,043	814	0,040	810	0,180	810	0,180
1157	0,051	872	0,036	872	0,170	872	0,170
1230	0,039	1188	0,056	1161	0,180	1161	0,180
1605	0,017	1589	0,048	1570	0,160	1570	0,160
Pin Gris							
887	0,040	745	0,043	745	0,048	748	0,048
1034	0,120	810	0,039	810	0,043	810	0,046
1258	0,038	872	0,037	872	0,039	872	0,039
1504	0,021	1169	0,042	1173	0,043	1177	0,051
1605	0,017	1574	0,028	1574	0,029	1582	0,039
Épinette noire							
806	0,043	748	0,050	748	0,060	748	0,061
895	0,046	814	0,047	810	0,054	806	0,052
1026	0,140	872	0,043	872	0,049	872	0,049
1153	0,051	1184	0,051	1180	0,056	1169	0,047
1423	0,028	1412	0,040	1412	0,044	1416	0,035
1605	0,016	1585	0,042	1585	0,042	1585	0,029

## 4.2 Caractérisation de la lignine pyrolytique et des fibres brutes

### 4.2.1 Analyse de variance

Les résultats de l'analyse de la variance (valeur de F et leur signification) des propriétés de fibres de bois sont présentés dans le Tableau 4.5. Les données montrent que les propriétés chimiques et élémentaires des fibres de bois sont significativement influencées seulement par la température de traitement (B). Le type de l'essence n'a pas d'effet sur les propriétés étudiées.

**Tableau 4.5:** Résultats de l'analyse de variance (valeur de F et leur signification) de chaque source de variation des propriétés chimiques et élémentaires de fibres de bois

		Type d'essence (A)	Température de traitement (B)	(A) × (B)	R <sup>2</sup>	Racine MSE
<b>Composition chimique</b>	<b>Hémicellulose</b>	3,72ns	47,42**	3,99ns	0,96	3,63
	<b>Cellulose</b>	1,27ns	35,15**	0,43ns	0,97	3,64
	<b>Lignine</b>	1,01ns	103,31**	5,36*	0,99	3,01
	<b>Extractibles</b>	0,69ns	280,14**	2,21ns	0,99	0,16
<b>Analyse élémentaire</b>	<b>C</b>	-	260,25**	-	0,96	3,96
	<b>H</b>	-	13,30*	-	0,99	0,15
	<b>N</b>	-	449,86**	-	0,91	0,03
	<b>S</b>	-	25,98**	-	0,95	0,07
	<b>O</b>	-	30,07**	-	0,96	3,78

\* : significatif à 0,05; \*\* : significatif à 0,01; ns : non significatif.

#### 4.2.2 Analyse élémentaire et pouvoir calorifique

L'analyse élémentaire et le pouvoir calorifique supérieur de la lignine pyrolytique (LP) utilisée et de différentes fibres brutes des essences étudiées sont présentés dans le Tableau 4.6.

**Tableau 4.6:** Composition élémentaire et pouvoir calorifique de la lignine pyrolytique (LP) et des fibres brutes des essences étudiées: pin gris (PG), épinette noire (EPN) et sapin baumier (SB)

	Analyse élémentaire (%)					PCS (MJ/kg)
	C	H	N	S	O	
<b>LP</b>	57,18	6,11	1,51	0,59	33,61	21,92
<b>PG</b>	46,96	6,55	0,05	1,09	45,35	19,40
<b>EPN</b>	45,85	6,42	0,05	1,16	46,52	18,99
<b>SB</b>	46,46	6,67	0,02	1,07	45,78	19,34

L'analyse élémentaire révèle une teneur en hydrogène similaire pour LP et les fibres brutes. La lignine pyrolytique contient plus de carbone et d'azote que les fibres brutes. Cependant, les fibres brutes contiennent plus d'oxygène et de soufre. Ces résultats sont en concordance avec l'étude de Jiang et al. (2010). Mullen et Boateng (2011) ont expliqué la faible teneur en oxygène dans LP par la désoxygénation de la lignine de bois au cours du processus de pyrolyse. En effet, l'oxygène rejeté se présente sous forme d'eau ou de composés organiques solubles dans l'eau demeurant dans la phase aqueuse lors de l'isolement de LP. Selon Lu et al. (2009), l'huile de pyrolyse contient principalement des substances extractibles (25 à 50% du son poids), de la lignine pyrolytique (20 à 40%) et des composés solubles dans l'eau (20 à 40%) (Lu et al.,

2009). En effet, LP est un liquide noir et visqueux qui provient de la fissuration partielle des molécules de la lignine durant le processus de pyrolyse rapide. Lu et al. (2009) ont noté que les principaux constituants du LP sont formés d'oligomères dont leurs unités de base sont proches de celles de la lignine de bois.

Par ailleurs, le pouvoir calorifique du LP est élevé comparé à celui de fibres brutes (Tableau 4.6). Cette caractéristique fait du LP un bon choix comme liant pour la production de bioénergie (granules énergétiques) en termes d'exigence en matière de valorisation des déchets d'industrie papetière.

#### 4.2.3 Chimie de surface

Les spectres d'absorption de FTIR-ATR du LP et des granules à base des fibres brutes issues de différentes essences sont illustrés dans la Figure 4.12. Les bandes caractéristiques du LP sont énumérées dans le Tableau 4.7. Les spectres d'absorption des granules à base de fibres brutes sont pratiquement similaires quel que soit l'essence, mais différente de celui du LP.

Le spectre du LP présente une allure différente, particulièrement dans la zone comprise entre 1800 et 800  $\text{cm}^{-1}$ . Les bandes caractéristiques typiques de la lignine sont illustrées dans le Tableau 4.7. Le pic à 3408  $\text{cm}^{-1}$ , correspondant à un étirement  $\text{-OH}$ , est plus élevé dans le spectre du LP que dans les spectres de granules à base des fibres brutes (Figure 4.12). En effet, l'existence d'un grand nombre de groupements hydroxyles dans LP est probablement due à la destruction des liaisons  $\beta\text{-O-4}$  au cours du procédé de pyrolyse (Jiang et al., 2010; Qu et al., 2016; Wang et al., 2014b; Zhang et al., 2012). Les bandes à 2936 et 2861  $\text{cm}^{-1}$ , attribuées à l'absorption des alkyles (Zhang et al., 2012), sont plus fortes dans le spectre du LP. Ceci indique que pendant la pyrolyse, il y a plus de génération des groupements alkyles dans l'huile pyrolytique. La bande apparaissant entre 1711 et 1665  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée à la présence des groupes carbonyles (Wang et al., 2014b), plus particulièrement, des aldéhydes conjugués et d'acide

carboxylique (Qu et al., 2016). Cette bande est fortement présente dans le spectre du LP. Les pics émoussés illustrés autour de  $1665\text{ cm}^{-1}$  dans le spectre du LP sont attribués à la présence du lévoglucosan et à d'autres composés glucidiques (Qu et al., 2016). En outre, les vibrations aromatiques et l'étirement C=O sont observés à environ  $1607\text{ cm}^{-1}$  (Qu et al., 2016). Le spectre du LP contient aussi une bande comprise entre  $1522$  et  $1464\text{ cm}^{-1}$ , liée aux groupements C=C du squelette aromatique (Jiang et al., 2010; Wang et al., 2014b). Ainsi, la courbe de LP illustre deux pics distinctifs à  $1377$  et  $1128\text{ cm}^{-1}$ , liés aux unités siringyles et guaiacyles et aux groupements méthoxys, respectivement (S. Wang et al., 2009; Wang et al., 2014b). Ces pics caractérisent le bois de feuillus utilisé dans la production du LP (Wang et al., 2009). En particulier, le spectre du LP contient les pics à  $1161$  et  $1128\text{ cm}^{-1}$  qui sont attribués aux déformations dans les plans des unités guaiacyles et siringyles, respectivement (Jiang et al., 2010; Wang et al., 2014a; Wang et al., 2014b). Le pic d'absorption à  $1038\text{ cm}^{-1}$  illustré dans le spectre du LP indique la présence des groupes hydroxyles d'alcools primaires (Wang et al., 2014a). La décomposition d'hémicellulose au cours du procédé de pyrolyse provoque également l'apparition des pics à environ  $847$  et  $818\text{ cm}^{-1}$  (Tableau 4.7) (Wang et al., 2009).

**Tableau 4.7:** Bandes d'absorption caractéristiques du spectre FTIR de la lignine pyrolytique et leurs assignements (Jiang et al., 2010; Wang et al., 2014a; S. Wang et al., 2009; Wang et al., 2014b)

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Liaisons chimiques	Assignements
3408	O-H	Étirement des groupes hydroxyles -OH
2936-2861	C-H	Groupements alkyles
1711-1665	C=O	Étirement conjugué dans le cycle aromatique
1377	C-O	Unité syringyle
1271	C-O	Unité guaiacyle
1238	C-C et C-O et C=O	Étirement C-C, C-O et C=O
1161	C-H	Déformation dans le plan de l'unité gaïacyle
1128	C-H	Déformation dans le plan de l'unité syringyle
1038	C-H, C=O	Déformation aromatique C-H Groupes hydroxyle d'alcools primaires
847	C-H	Étirement de C-H aromatique dans l'unité syringyle
818	C-H	Étirement de C-H aromatique dans l'unité gaïacyle

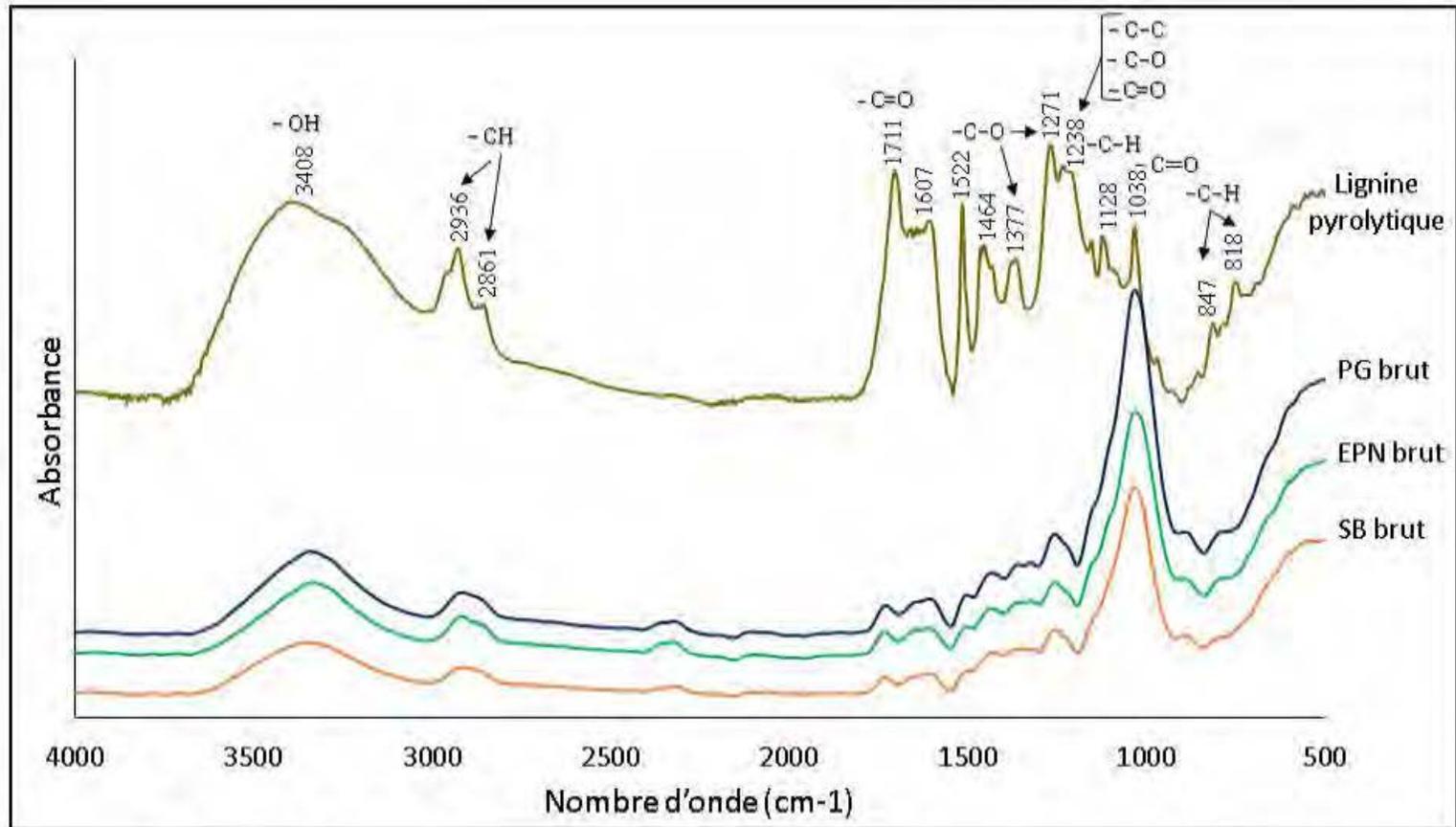


Figure 4.12: Spectres d'absorption de la lignine pyrolytique et des granules à base de fibres brutes

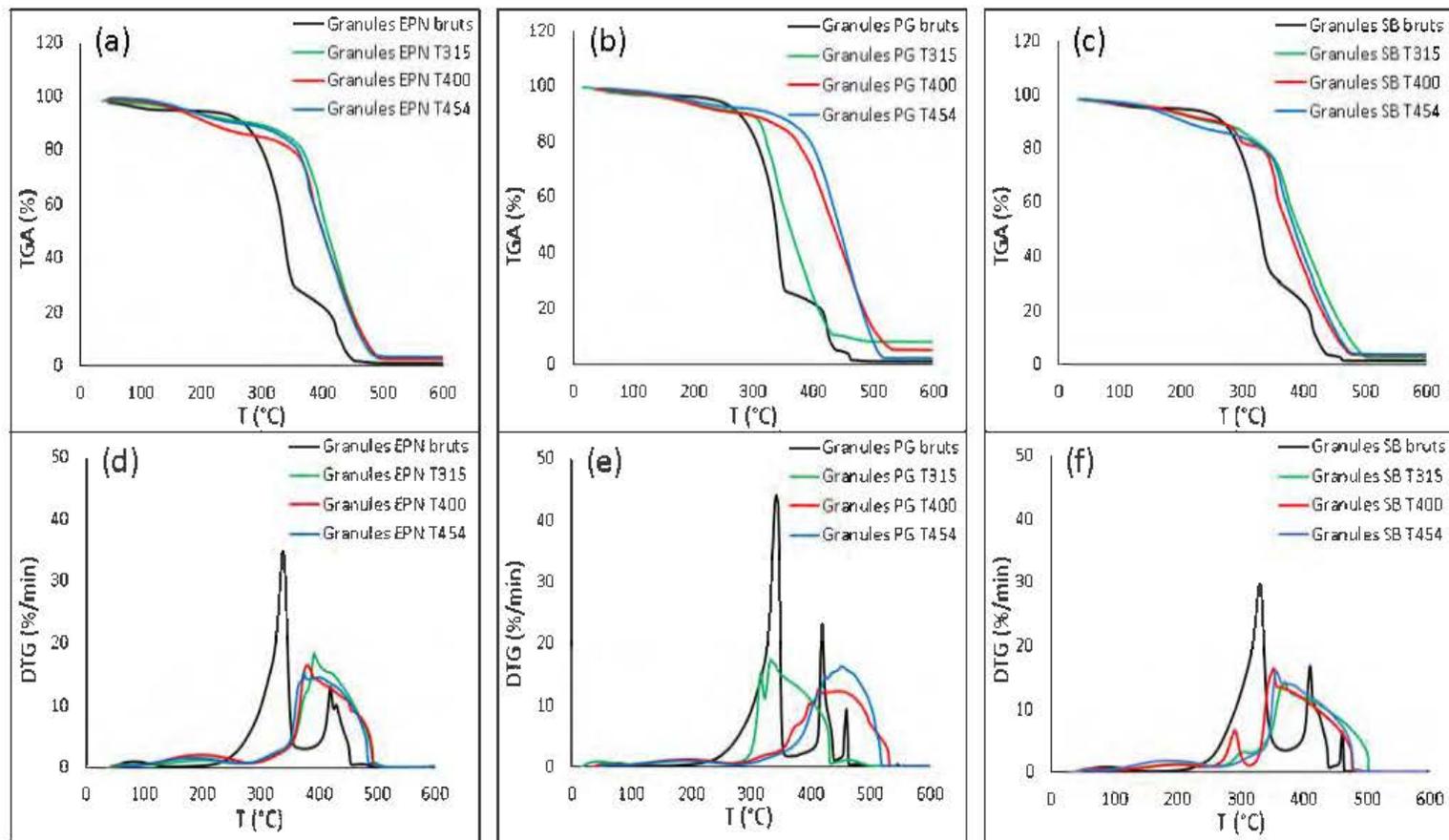
### 4.3 Caractéristiques des granules énergétiques à base de fibres traitées

#### 4.3.1 Effet de l'ajout de la lignine pyrolytique sur la dégradation thermique des granules

Une analyse thermogravimétrique a été effectuée sur les granules énergétiques dans le but d'évaluer l'effet de l'ajout du LP sur les caractéristiques de combustion des granules traités de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier. La Figure 4.13 présente l'ensemble des courbes des analyses thermogravimétriques (TGA) et de leurs dérivés (DTG) des granules à base de fibres brutes et traitées préparés avec l'ajout de 15% de LP.

Dans l'ensemble, les processus de dégradation thermique de bois sont classés en trois étapes, à savoir la déshydratation de l'humidité, la libération de substances volatiles et la combustion (Jiang et al., 2016; Wang et al., 2017). Pour les courbes de TGA (Figure 4.13), les granules à base de fibres brutes ont subi une première perte de masse à une température proche de 100°C concomitant à l'évaporation d'eau. Néanmoins, les courbes de TGA des granules à base de fibres traitées et du LP ont montré un retardement de début de la perte de masse, qui est dû aux caractéristiques des fibres traitées présentées précédemment (dégradation de l'hémicellulose et de la cellulose au cours de la torréfaction). Pour les trois essences utilisées, la dégradation thermique des granules à base de fibres traitées et du LP commence à environ 380°C, à l'exception de la dégradation des granules à base de fibres traitées à 315°C du pin gris qui commence aux alentours de 310°C. Ceci est probablement dû à l'ajout d'un liant organique (LP) qui peut accélérer la décomposition thermique des granules. Wang et al. (2014a) ont remarqué que le LP présente une stabilité thermique médiocre et se décompose dans une plage de températures basses (231–320°C). Comme le montrent les courbes de DTG, les pics de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine sont plus clairs et plus élevés dans le cas des granules à base du pin gris. Ceci est cohérent avec les résultats précédents de la composition chimique des fibres de bois. La

dégradation thermique des granules à base de fibres traitées de l'épinette noire a illustré un seul pic principal de DTG (Figure 4.13(d)), ce qui est dû à la perte continue de la masse dans les courbes de TG. Tandis que les courbes de DTG illustrées dans les Figures 4.13(e) et 4.13(f) montrent clairement deux pics de dégradation: le premier pic à environ 280 et 300°C qui correspond au dégagement des substances volatiles provenant du LP et le deuxième pic qui suit la perte du reste de matière (à environ 420°C). Ces résultats sont en concordance avec les études de Hu et al. (2015) qui ont prouvé que l'ajout des liants organiques dans la fabrication des granules entraîne la libération des substances volatiles lors de la combustion des granules.



**Figure 4.13:** Courbes de dégradation thermique (TGA et DTG) des granules en fonction de l'essence et la température de traitement thermique

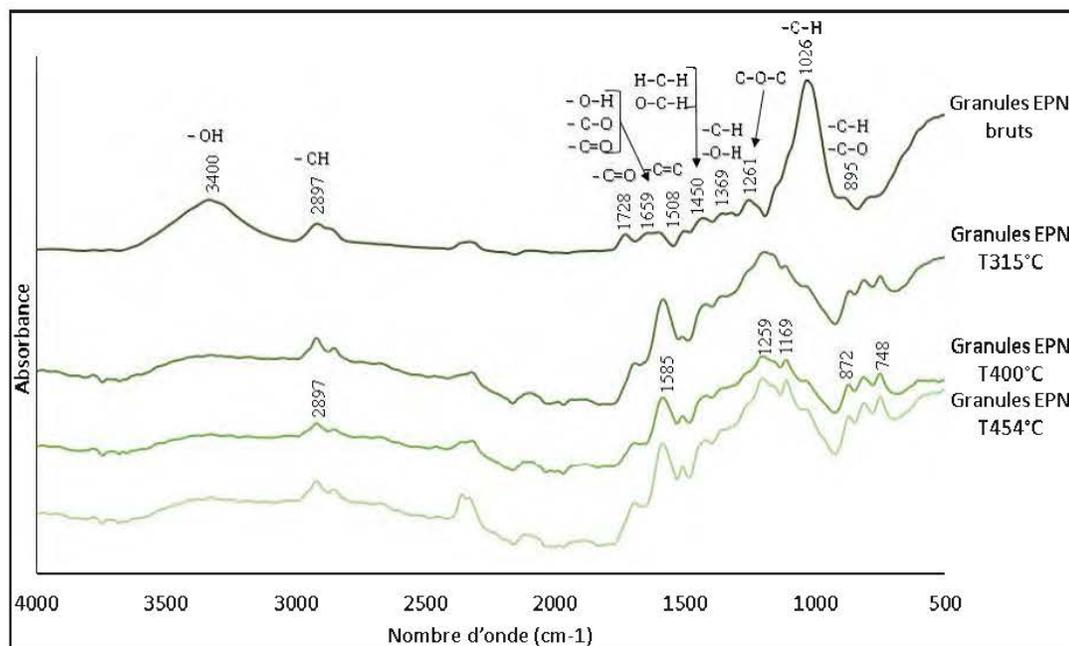
#### 4.3.2 Effet de l'ajout de la lignine pyrolytique (LP) sur la chimie de surface des granules

L'analyse infrarouge FTIR-ATR a été effectuée sur les granules afin de visualiser l'effet de l'ajout du LP sur la chimie de surface des granules à base des fibres traitées. Les spectres des granules à base de fibres brutes ont été réalisés pour des fins de comparaison. Les Figures 4.14, 4.15 et 4.16 représentent, respectivement, les spectres d'absorption des granules de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à base de fibres brutes et traitées, préparées avec 15% de LP.

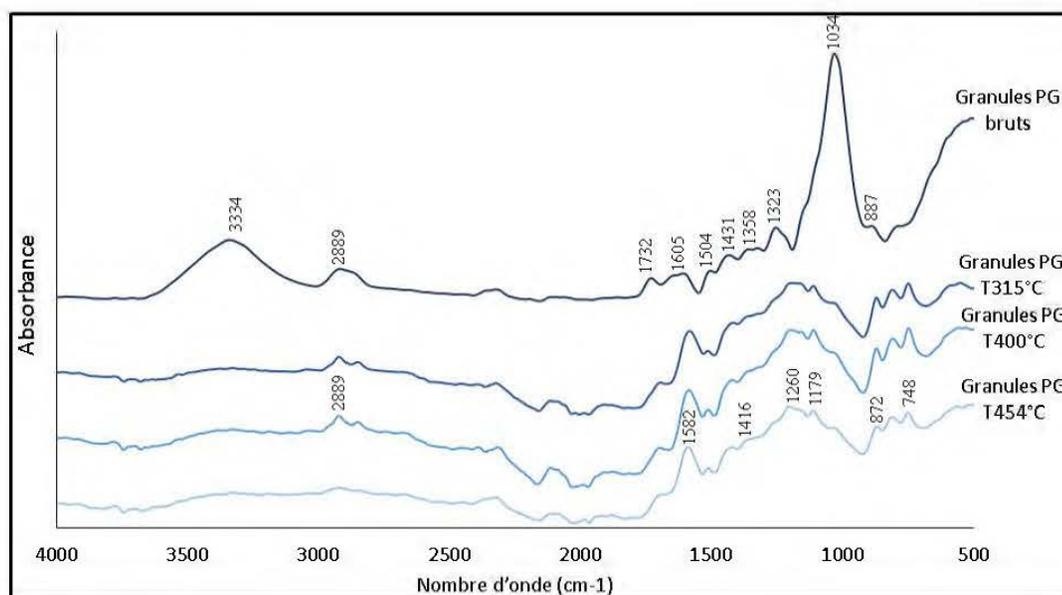
Les spectres de FTIR des granules illustrent des vibrations caractéristiques dépendamment de l'état des fibres (brutes ou traitées). Ceci a été bien validé par la section de la chimie de surface des fibres de bois (section 4.1.4). De façon générale, les spectres des granules à base de fibres traitées de différentes essences (épinette, pin et sapin) ont des groupes fonctionnels similaires, alors que l'intensité d'absorption est légèrement différente. L'ajout du LP n'a pas affecté l'allure globale des spectres, en contrepartie, il a mené à l'augmentation de l'intensité des certains pics. En effet, la bande comprise entre 2936 et 2861  $\text{cm}^{-1}$ , associée à l'absorption des alkyles (Zhang et al., 2012) a été apparue de nouveau dans les spectres des granules à base de fibres traitées grâce à l'ajout du LP. Cette bande a été clairement intense dans le spectre du LP (Figure 4.12).

En outre, les spectres des granules à base de fibres traitées enregistrent une forte présence des pics associés à la lignine (1605, 1570, 1420–1454, 1358–1369 et 895–748  $\text{cm}^{-1}$ ). Esteves et al. (2013) ont considéré qu'une augmentation de l'intensité du pic à environ 1732  $\text{cm}^{-1}$  est due à une réaction d'estérification lorsque l'acide existant réagit avec les groupes hydroxyle de la paroi cellulaire des fibres de bois. La bande à environ 1585  $\text{cm}^{-1}$  associée aux vibrations du cycle aromatique de la lignine a subi un élargissement à environ 1605  $\text{cm}^{-1}$  dans les spectres des granules à base de fibres traitées. D'après Esteves et al. (2013), cette bande augmente en raison de la teneur

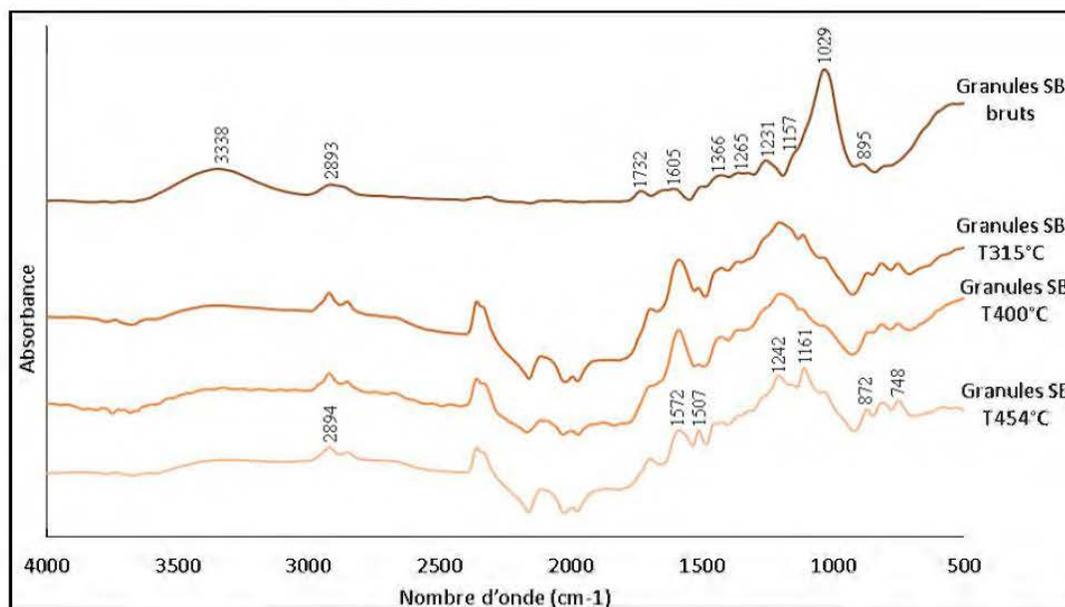
élevée de lignine, plus particulièrement, de l'augmentation de la diversité structurelle autour du cycle aromatique qui absorbe une grande gamme de fréquences. La bande à  $1231\text{ cm}^{-1}$  a subi également une augmentation en raison de la vibration d'étirement antisymétrique des groupes esters acétyliques (Esteves et al., 2013). Finalement, la teneur élevée de la lignine peut contribuer à l'auto adhérente des fibres traitées lors du procédé de granulation. Pelaez-Samaniego et al. (2014) ont révélé que la lignine générée lors du traitement thermique migre de la paroi cellulaire et se dépose sur les surfaces des fibres permettant d'agir comme adhésif naturel dans la production des granules énergétiques.



**Figure 4.14:** Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres de l'épinette noire pour différentes températures de traitement



**Figure 4.15:** Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres du pin gris pour différentes températures de traitement



**Figure 4.16:** Spectres d'absorption (FTIR) des granules à base de fibres du sapin baumier pour différentes températures de traitement

### 4.3.3. Propriétés physiques, calorifiques et durabilité des granules

#### 4.3.3.1 Analyse de variance

Les résultats de l'analyse de la variance (valeurs de F et leur signification) des propriétés des granules énergétiques sont présentés dans le Tableau 4.8. Les données montrent que les propriétés des granules énergétiques (masse volumique réelle, PCS et durabilité) sont significativement influencées par la température de traitement (B), le type d'essence (A) et l'interaction entre les deux facteurs (A) et (B).

**Tableau 4.8:** Résultats de l'analyse de variance (valeur de F et leur signification) de chaque source de variation des propriétés physiques et calorifiques des granules énergétiques

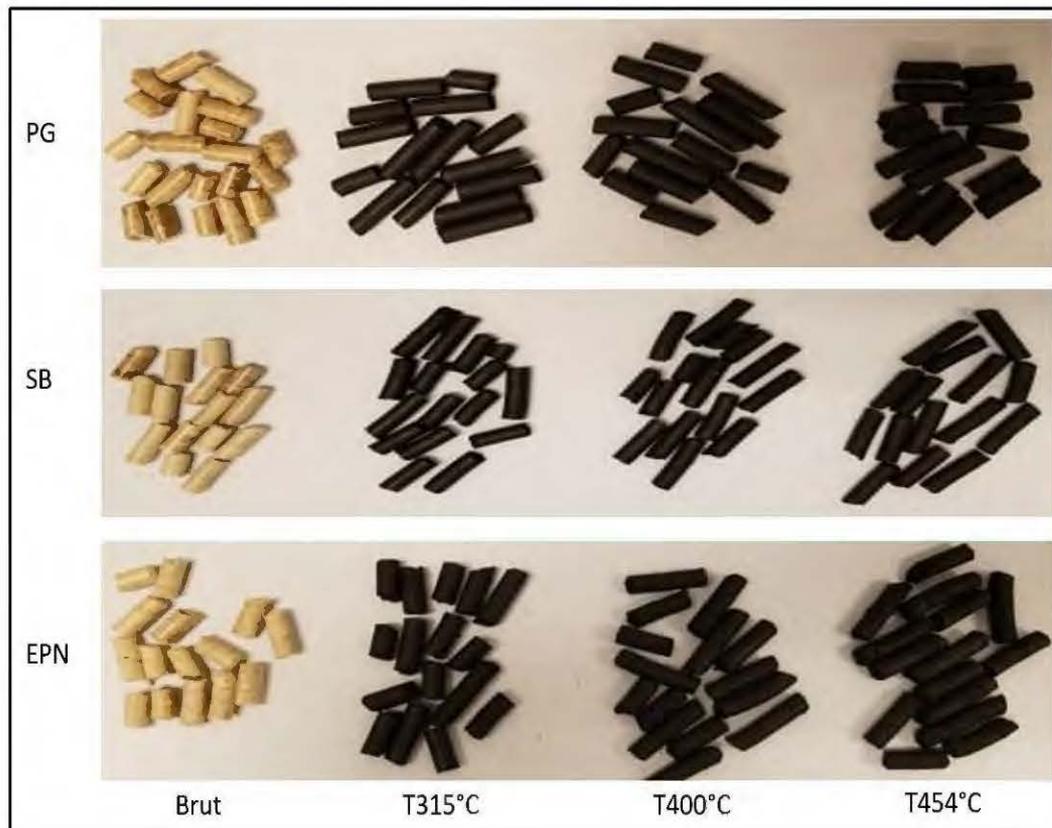
	<b>Masse volumique réelle</b>	<b>PCS</b>	<b>Durabilité</b>
<b>Type d'essence (A)</b>	35756,6**	71,74**	62,05**
<b>Température de traitement (B)</b>	24260,8**	13952**	36,75**
<b>(A) × (B)</b>	10426,9**	45,29**	9,26**
<b>R<sup>2</sup></b>	0,96	0,99	0,99
<b>Racine MSE</b>	1,32	0,11	0,47

\*\* : significatif à 0,01

#### 4.3.3.2 Propriétés physiques

La Figure 4.17 illustre les caractéristiques des granules produits à partir de fibres brutes et traitées issues du pin gris (PG), du sapin baumier (SB) et de l'épinette noire (EPN). La masse volumique réelle et les teneurs en humidité et en cendres sont présentées dans

le Tableau 4.9 afin d'évaluer les effets du traitement thermique et de l'ajout de la lignine pyrolytique sur les propriétés physiques des granules énergétiques.



**Figure 4.17:** Caractéristiques des granules énergétiques en fonction de l'essence et de la température de traitement

Les résultats montrent que la valeur moyenne de la masse volumique réelle des granules de fibres brutes est de  $1391,88 \text{ kg/m}^3$ , alors que celle des granules de fibres traitées est de l'ordre de  $1352,52 \text{ kg/m}^3$ , soit une légère diminution en raison de l'irrégularité des particules et la diminution des groupes hydrophiles dans les fibres traitées (Hu et al., 2016). Wang et al. (2017) ont constaté également que le procédé de pyrolyse affecte négativement la densité des granules. De façon générale et quelques soit l'essence, la densité réelle diminue aussi en fonction de la température de traitement (Tableau 4.7). Par exemple, la masse volumique réelle des granules de fibres

du pin gris diminue de 1438,37 à 1344,63 kg/m<sup>3</sup> lorsque la température de traitement augmente de 315 à 400°C. Ces résultats concordent avec d'autres études antérieures (Manouchehrinejad et al., 2018; Wang et al., 2017).

**Tableau 4.9:** Propriétés physiques des granules produits à partir des fibres brutes et traitées du pin gris (PG), du sapin baumier (SB) et de l'épinette noire (EPN)

<b>Granules</b>	<b>Humidité (%)</b>	<b>Cendres (%)</b>	<b>Masse volumique réelle (kg/m<sup>3</sup>)</b>
PG bruts	7,7	0,12	1390,57 (0,04)
PG T315°C	4,80	7,31	1438,37 (0,04)
PG T400°C	4,30	4,29	1392,50 (0,07)
PG T454°C	4,50	1,46	1344,63 (0,42)
SB bruts	7,08	0,52	1395,00 (0,07)
SB T315°C	5,49	1,72	1343,10 (0,07)
SB T400°C	5,16	2,56	1334,10 (0,13)
SB T454°C	5,43	2,32	1337,40 (0,93)
EPN bruts	6,85	0,38	1390,07 (0,04)
EPN T315°C	5,28	2,69	1334,90 (0,07)
EPN T400°C	5,29	2,20	1316,60 (0,33)
EPN T454°C	4,02	1,98	1331,10 (0,47)

Les analyses de variance ont montré que l'essence et la température de traitement ont un effet très significatif sur la masse volumique (Tableau 4.8). Parmi les trois essences

étudiées, les granules de fibres traitées du pin gris ont montré la masse volumique la plus élevée indépendamment de la température de traitement (Tableau 4.8). Ceci peut être attribué à la forte adhésion entre les fibres traitées du pin gris, notamment grâce au pouvoir adhésif de la lignine pyrolytique; ce qui peut se traduire par une bonne résistance mécanique. Hu et al. (2015) ont rapporté que la meilleure densité est atteinte en utilisant des additifs (lignine, amidon, NaOH, Ca(OH)) lors de la granulation. De plus, l'ajout de 20% de la teneur en eau lors de la granulation favorise l'amélioration de la masse volumique des granules. Hu et al. (2016) ont révélé que la densité des granules augmente linéairement avec l'ajout de l'eau et elle atteint ses limites lorsque le pourcentage d'eau ajouté est compris entre 35 et 40%. Ainsi, ils ont constaté que l'eau agit comme lubrifiant pendant le processus de granulation afin de réduire la résistance au frottement entre les fibres et la matrice de granulation.

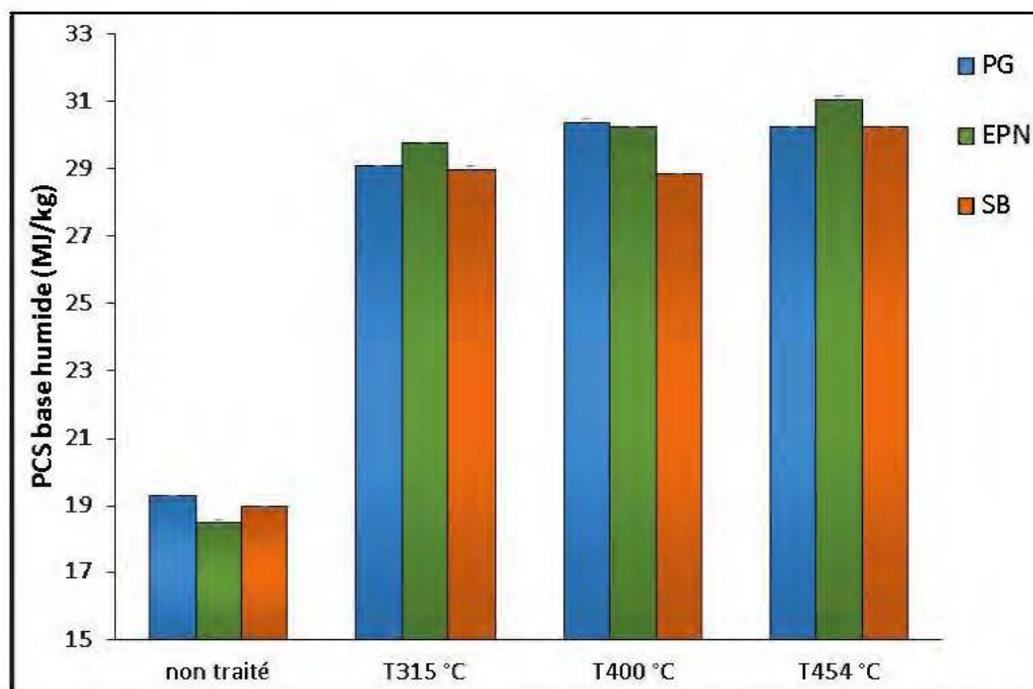
La teneur en humidité des granules de fibres brutes est comprise entre 6,85 et 7,70%, tandis que celle des granules de fibres traitées diminue légèrement avec la température de traitement (de 5,49 à 4,02%), en raison de la perte d'eau au cours du traitement thermique (Tableau 4.8).

La teneur en cendre varie en fonction de l'essence et la température de traitement (Tableau 4.7). Pour les granules à base de fibres traitées, la teneur des cendres diminue avec l'augmentation de la température de traitement. Hu et al. (2015) ont montré que l'ajout d'un liant organique permet de réduire la teneur en cendres des granules à base de fibres traitées.

#### 4.3.3.3 Pouvoir calorifique

Les valeurs du pouvoir calorifique supérieur (PCS) des granules produits à partir des fibres brutes et traitées à des différentes températures sont présentées dans la Figure 4.18.

Indépendamment de l'état des fibres (brutes ou traitées), la densité énergétique des granules est plus importante que celle de fibres de bois, grâce au processus de granulation (Hu et al., 2015). En effet, la valeur de PCS des fibres traitées à 454°C de l'épinette noire (Tableau 4.5) est de l'ordre de 27,9 MJ/kg, alors que celle des granules produits à partir du même type de fibres est de 31,05 MJ/kg. Ainsi, le procédé de torréfaction permet d'améliorer le PCS des granules (Shang et al., 2012b). Par exemple, la valeur du PCS des granules à base de fibres brutes est comprise entre 18,48 et 19,31 MJ/kg, tandis que la valeur du PCS des granules à base de fibres traitées varie de 28,84 à 31,05 MJ/kg, ce qui représente une augmentation relative d'environ 56 à 60%. Ceci est expliqué par l'augmentation de la teneur en carbone dans les fibres traitées, par rapport à la teneur en hydrogène (Tableau 4.5). Azargohar et al. (2019) ont attribué cette augmentation à la réduction d'humidité et la dégradation d'hémicellulose au cours du traitement thermique.



**Figure 4.18:** Variation des valeurs PCS des granules en fonction de l'essence et de la température de traitement

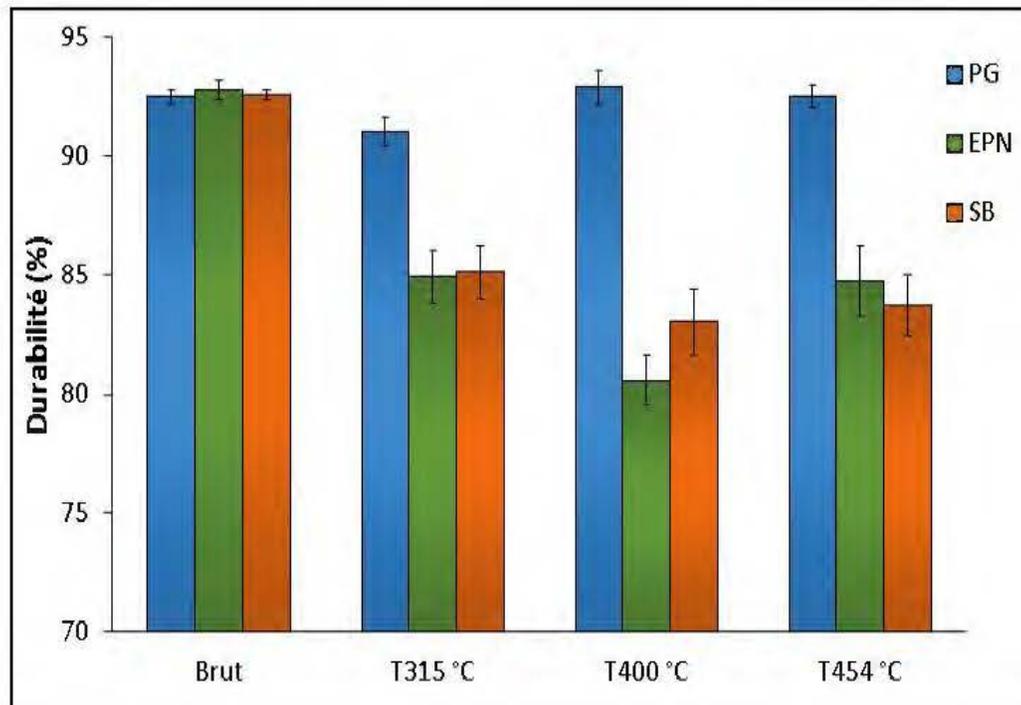
De façon générale, les granules à base de fibres traitées à 454°C de l'EPN présente le PCS le plus élevé (31,05 MJ/kg) suivi de celui du PG (30,24 MJ/kg) et du SB (30,24 MJ/kg) (Figure 4.18). En effet, le PCS des granules à base de fibres traitées de l'EPN a augmenté d'une manière significative (31,05MJ/kg) par rapport à celui des granules à base de fibres brutes (18,5 MJ/kg), mais il a aussi augmenté en fonction de la température de traitement (les valeurs sont 29,77 et 31,05 MJ/kg pour les températures 315 et 454°C, respectivement). La même tendance est observée pour les granules à base de fibres traitées du pin gris et du sapin baumier. L'analyse de variance a montré que les effets de l'essence et de la température de traitement sont statistiquement significatifs (Tableau 4.8), toutefois la température de traitement a un effet plus prononcé sur les propriétés de combustion des granules (Figure 4.18, Tableau 4.8). Ces résultats concordent avec des récentes études qui ont montré que l'augmentation de la température de traitement est un facteur significatif pour maximiser le pouvoir calorifique (Järvinen et Agar, 2014; Manouchehrinejad et Mani, 2018; Peng et al., 2013; Wang et al., 2017). En se référant au Tableau 4.5, le PCS de la lignine pyrolytique (21,92 MJ/kg) est relativement supérieur à celui (18-19 MJ/kg) des granules à base des fibres brutes (Figure 4.18), par conséquent l'utilisation de 15% de la lignine pyrolytique comme additif lors de la granulation des fibres traitées a largement amélioré le PCS des granules (31,05 MJ/kg). Stevens et Gardner (2010) ont conclu que l'ajout de la lignine lors du processus de granulation augmente considérablement la valeur de combustible des granules. De même, Cheng et al. (2018) ont constaté que le pouvoir calorifique des granules de paille de blé a subi une augmentation relative de 5,96% avec l'ajout de 35% de résidus de goudron de houille.

#### 4.3.3.4 Durabilité

La Figure 4.19 représente les valeurs de la durabilité des granules de fibres brutes et traitées (315, 400 et 454°C) du pin gris (PG), du sapin baumier (SB) et de l'épinette noire (EPN). Les résultats montrent que la durabilité des granules est significativement

affectée par le type de l'essence et la température de traitement (Tableau 4.8). Elle est réduite suite au traitement thermique des fibres de bois, notamment dans le cas de l'EPN et du SB (Figure 4.19). À titre d'exemple, la durabilité des granules de fibres brutes du SB est de l'ordre de 92,2%, tandis que celle des granules de fibres traitées à 315, 400 et 454°C est de 85, 83 et 84 %, respectivement. Ceci est attribué à la dégradation de la structure d'hémicellulose et à l'élimination des substances extractibles et des composés volatils dans le bois torréfié (Stelte et al., 2011a). Ces résultats sont en accord avec plusieurs autres études (Azargohar et al., 2019; Järvinen et Agar, 2014; Shang et al., 2014; Wang et al., 2017). En effet, l'augmentation de la température de traitement réduit considérablement la résistance mécanique des granules, ce qui entraîne une forte susceptibilité à la rupture et à la génération des fines lors de la manipulation, du transport et du stockage (Manouchehrinejad et Mani, 2018; Shang et al., 2012b; Shang et al., 2014). Stelte et al. (2011a) ont étudié l'effet de la température de traitement sur les granules à base de fibres de l'épinette noire et ont remarqué la difficulté de former des granules à base de fibres traitées à une température supérieure à 300°C.

Bien que la tendance de la chute de la durabilité des granules de fibres traitées de l'EPN soit similaire à celle des granules de fibres traitées du SB, les granules de fibres traitées du PG ont conservé une bonne durabilité d'une valeur minimale de 91% pour une température de traitement égale à 315°C. La réticulation et la polycondensation de la lignine dans les pores formés par la dégradation thermique peuvent mener à une bonne résistance mécanique des granules (Manouchehrinejad et Mani, 2018). Ainsi, la transition de la lignine en ponts solides à la surface (Hu et al., 2016), particulièrement, pour les granules à base de fibres traitées du PG a évidemment favorisé leur agrégation et leur formation pendant le processus de granulation. Hu et al. (2016) ont noté que la présence d'une quantité minimale d'eau peut considérablement améliorer le durcissement des granules tout en diminuant la température de transition vitreuse de la lignine.



**Figure 4.19:** Durabilité des granules énergétiques en fonction de l'essence et la température de traitement

Comme la lignine présente une grande résistance à la dégradation thermique (Manouchehrinejad et Mani, 2018), l'augmentation de la température de traitement favorise une teneur en lignine plus élevée, conformément aux résultats obtenus pour la composition chimique des fibres de bois (Tableau 4.4). Ainsi, la lignine contribue à l'autoadhérence des fibres de bois lors de la granulation (Pelaez-Samaniego et al., 2014). Cela peut expliquer la grande durabilité des granules de fibres traitées à 454°C du PG, qui atteint 92,5%. De plus, le ramollissement de la lignine pyrolytique peut conduire à une bonne adhésion des fibres traitées malgré les conditions sévères du traitement thermique. Cheng et al. (2018) ont illustré l'effet majeur de l'utilisation des résidus de goudron de houille (RGH) comme liant pour améliorer la résistance des granules. En effet, ils ont montré que l'augmentation du pourcentage de RGH à 40% permet d'augmenter significativement l'indice de durabilité des granules à base de sciure de bois de 69,2 à 98,2%. Par ailleurs, la durabilité des granules de bois traitées

a été significativement améliorée en fonction du temps de séjour. Thrän et al. (2016) ont constaté une augmentation de la durabilité des granules de fibres torréfiées à 290°C du pin, de 88,8% jusqu'à 95,7% après une année de stockage.

Néanmoins, conformément aux critères de qualité de la norme adaptée EN ISO 17225-8 relative aux «Combustibles à base de biomasses traités thermiquement et densifiés», l'indice de la durabilité des granules doit être supérieur à 95% (Föhr et al., 2017). Malgré l'incorporation de 15% de la lignine pyrolytique en tant que liant dans le processus de granulation, tous les granules à base de fibres traitées, produits dans cette étude, n'obéissent pas aux critères exigés. Par conséquent, le pourcentage utilisé de la lignine pyrolytique doit être optimisé pour couvrir complètement la surface des fibres lors de granulation. Alternativement, les granules produits peuvent être utilisés à l'intérieur ou à proximité de l'installation de fabrication pour produire de l'électricité (Manouchehrinejad et Mani, 2018).

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'objectif de ce projet était d'étudier le potentiel de valorisation des copeaux de bois par transformation thermochimique pour la production des granules à haute valeur énergétique. Pour ce faire, trois types de fibres de bois de conifère (épinette noire, pin gris et sapin baumier) ont été traités à différentes températures (315, 400 et 454°C). Les effets de l'essence et de la température de traitement sur les propriétés des fibres ont été examinés. Ainsi, l'optimisation des paramètres du procédé de granulation (humidité, liant, géométrie de la filière) a permis la réussite de la granulation de bois traités. Une teneur d'humidité de 20%, une géométrie de filière de ratio 1/5 et un ajout de 15% de lignine pyrolytique (liant) sont retenus pour le développement des granules à base de fibres traitées.

Les caractéristiques physico-mécaniques des granules énergétiques développés ont été finalement déterminées pour évaluer la qualité de combustible. Les résultats obtenus montrent que:

- Le traitement thermique affecte significativement les propriétés chimiques des fibres de bois. En effet, l'augmentation de la température du traitement thermique engendre la friabilité et diminue l'énergie nécessaire au broyage. La structure chimique des fibres traitées est considérablement modifiée. Les intensités des pics associées à l'étirement des groupements hydroxyles (O-H) ont fortement diminué, en revanche, les intensités des pics des liaisons carbonyles ont augmenté. En conséquence, le traitement thermique provoque la dégradation de la majorité des holocelluloses (hémicellulose et cellulose).

- L'utilisation de 15% de lignine pyrolytique a assuré une bonne adhésion entre les fibres traitées et par conséquent a permis de réussir leurs granulations. En effet, la lignine pyrolytique peut constituer un excellent liant, non coûteux en raison de son impact positif sur les propriétés mécaniques des granules. Elle a amélioré la durabilité des granules. Particulièrement, ceux à base de fibres traitées du pin gris (91%).
- Par ailleurs, le traitement thermique a amélioré significativement le pouvoir énergétique des granules produits. Le pouvoir calorifique supérieur a augmenté de 18-19 MJ/kg, pour les granules à base de fibres brutes, à 27,6-31,1 MJ/kg pour les granules à base de fibres traitées.

En conclusion, la granulation des fibres traitées représente une voie potentielle pour la production des granules à haute valeur énergétique en tant que biocombustible solide. Elle peut constituer une chaîne d'approvisionnement durable et optimale du point de vue économique. Des recherches supplémentaires sont nécessaires pour améliorer la qualité des granules de fibres traitées en vue du transport, de manipulation et de stockage.

Comme perspective à ce travail, il sera intéressant de développer des techniques et des procédés de densification appropriés pour la granulation des fibres de bois traitées à haute température. Particulièrement, il faut approfondir les recherches sur des nouveaux liants qui peuvent améliorer davantage les propriétés mécaniques des granules et de respecter les exigences des normes de biocombustibles. En outre, les travaux de ce projet ont été réalisés à petite échelle, il est recommandé de travailler à une échelle industrielle et d'effectuer une étude techno-économique approfondie. C'est important aussi d'étudier les caractéristiques des émissions gazeuses des granules de bois traités afin d'assurer une source d'énergie renouvelable à faible impact environnemental.

## RÉFÉRENCES

- Abedi, A. et Dalai, A. K. (2017). Study on the quality of oat hull fuel pellets using bio-additives. *Biomass and bioenergy*, 106, 166-175.
- Al-Wabel, M. I., Al-Omran, A., El-Naggar, A. H., Nadeem, M. et Usman, A. R. (2013). Pyrolysis temperature induced changes in characteristics and chemical composition of biochar produced from conocarpus wastes. *Bioresource technology*, 131, 374-379.
- Alakangas, E. (2010). New European pellets standards. Communications présentées au Proceedings of the World Sustainable Energy Days, European Pellets Conference, Finlande, Mars 2011.
- Alakangas, E. et Paju, P. (2002). Wood pellets in Finland-technology, economy, and market. *OPET report*, 5, 64.
- Alén, R., Kuoppala, E. et Oesch, P. (1996). Formation of the main degradation compound groups from wood and its components during pyrolysis. *Journal of analytical and Applied Pyrolysis*, 36 (2), 137-148.
- Angin, D. (2013). Effect of pyrolysis temperature and heating rate on biochar obtained from pyrolysis of safflower seed press cake. *Bioresource technology*, 128, 593-597.
- Arias, B., Pevida, C., Feroso, J., Plaza, M., Rubiera, F. et Pis, J. (2008). Influence of torrefaction on the grindability and reactivity of woody biomass. *Fuel Processing Technology*, 89 (2), 169-175.

- Arshadi, M., Gref, R., Geladi, P., Dahlqvist, S.-A. et Lestander, T. (2008). The influence of raw material characteristics on the industrial pelletizing process and pellet quality. *Fuel Processing Technology*, 89 (12), 1442-1447.
- Avat, F. (1993). Contribution à l'étude des traitements thermiques du bois jusqu'à 300 C: transformations chimiques et caractérisations physico-chimiques. École Nationale Supérieure des Mines de Paris; Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, Paris, 363 p.
- Azargohar, R., Soleimani, M., Nosran, S., Bond, T., Karunakaran, C., Dalai, A. K., et al. (2019). Thermo-physical characterization of torrefied fuel pellet from copelletization of canola hulls and meal. *Industrial Crops and Products*, 128, 424-435.
- Barnett, J. et Jeronimidis, G. (2009). Wood quality and its biological basis (Trad. ed. Vol.). John Wiley & Sons, Université de Nottingham, Royaume-Uni, 240 p.
- Belhadef, W. (2016). Développement de granules énergétiques améliorées à base de bouleau blanc et de graines de canola. Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, 211 p.
- Bergman, P.C. A. (2005). Combined torrefaction and pelletisation. The TOP process. Energy Research Centre of the Netherlands (ECN): The Netherlands. ECN-C-05-073, Pays-Bas.
- Bergman, P. C. et Kiel, J. H. (2005). Torrefaction for biomass upgrading. Communications présentées au Proc. 14th European Biomass Conference, Paris, France, 17-21 p.
- Bilbao, R., Millera, A. et Arauzo, J. (1989). Kinetics of weight loss by thermal decomposition of xylan and lignin. Influence of experimental conditions. *Thermochimica Acta*, 143, 137-148.

- Bohnke, I. (1993). Étude expérimentale et théorique des traitements thermiques du bois. Caractérisation physico-mécanique des bois traités. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, Paris, 313 p.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., Cloutier, A. et Riedl, B. (2008). Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency. *Journal of wood chemistry and technology*, 28 (4), 296-315.
- Bourgois, J. et Guyonnet, R. (1988). Characterization and analysis of torrefied wood. *Wood science and Technology*, 22 (2), 143-155.
- Bousslimi, B., Koubaa, A. et Bergeron, Y. (2014). Effects of biodegradation by brown-rot decay on selected wood properties in eastern white cedar (*Thuja occidentalis* L.). *International Biodeterioration & Biodegradation*, 87, 87-98.
- Bridgeman, T., Jones, J., Williams, A. et Waldron, D. (2010). An investigation of the grindability of two torrefied energy crops. *Fuel*, 89 (12), 3911-3918.
- Brown, R. C. et Wang, K. (2017). *Fast Pyrolysis of Biomass: Advances in Science and Technology* (Trad. ed. Vol. 50), Royal Society of Chemistry, USA, 276 p.
- Browne, F. L. (1958). Theories of the combustion of wood and its control: A literature survey, Forest Products Laboratory. US Department of Agriculture, Rapport, (2136), 1-59.
- Carrier, M., Loppinet-Serani, A., Denux, D., Lasnier, J.-M., Ham-Pichavant, F., Cansell, F., et al. (2011). Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass. *Biomass and Bioenergy*, 35 (1), 298-307.
- Cech, M. Y., F. PFAFF. (1980). Kiln operator's manual for eastern Canada Ottawa, Ontario, Forintek Canada Corp. Publication spéciale, SP:504F, 189 p.

- Chen, W.-H., Cheng, W.-Y., Lu, K.-M. et Huang, Y.-P. (2011a). An evaluation on improvement of pulverized biomass property for solid fuel through torrefaction. *Applied Energy*, 88 (11), 3636-3644.
- Chen, W.-H., Hsu, H.-C., Lu, K.-M., Lee, W.-J. et Lin, T.-C. (2011b). Thermal pretreatment of wood (Lauan) block by torrefaction and its influence on the properties of the biomass. *Energy*, 36 (5), 3012-3021.
- Chen, W.-H. et Kuo, P.-C. (2010). A study on torrefaction of various biomass materials and its impact on lignocellulosic structure simulated by a thermogravimetry. *Energy*, 35 (6), 2580-2586.
- Chen, W.-H. et Kuo, P.-C. (2011). Torrefaction and co-torrefaction characterization of hemicellulose, cellulose and lignin as well as torrefaction of some basic constituents in biomass. *Energy*, 36 (2), 803-811.
- Chen, W.-H., Peng, J. et Bi, X. T. (2015). A state-of-the-art review of biomass torrefaction, densification and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 44, 847-866.
- Cheng, J., Zhou, F., Si, T., Zhou, J. et Cen, K. (2018). Mechanical strength and combustion properties of biomass pellets prepared with coal tar residue as a binder. *Fuel Processing Technology*, 179, 229-237.
- Chew, J. et Doshi, V. (2011). Recent advances in biomass pretreatment–Torrefaction fundamentals and technology. *Renewable and sustainable energy reviews*, 15 (8), 4212-4222.
- Chupin, L., Motillon, C., Charrier-El Bouhtoury, F., Pizzi, A. et Charrier, B. (2013). Characterisation of maritime pine (*Pinus pinaster*) bark tannins extracted under different conditions by spectroscopic methods, FTIR and HPLC. *Industrial Crops and Products*, 49, 897-903.

- Cloutier., A. (2010). Enseignement SBO 4000/SBO 7020, Anatomie et structure du bois, Photomicrographies de bois résineux, disponible sur: <http://www.xylo.sbf.ulaval.ca/default.htm> Consultée le 2 juin 2019.
- Ciolkosz, D. et Wallace, R. (2011). A review of torrefaction for bioenergy feedstock production. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 5 (3), 317-329.
- Colin, B. (2014). Modélisation de la torréfaction de plaquettes de bois en four tournant et validation expérimentale à l'échelle d'un pilote continu de laboratoire. Thèse de doctorat, École des Mines d'Albi-Carmaux, Paris, 271 p.
- Colom, X., Carrillo, F., Nogués, F. et Garriga, P. (2003). Structural analysis of photo degraded wood by means of FTIR spectroscopy. *Polymer degradation and stability*, 80 (3), 543-549.
- Čolović, R., Vukmirović, Đ., Matulaitis, R., Bliznikas, S., Uchockis, V., Juškienė, V., et al. (2010). Effect of die channel press way length on physical quality of pelleted cattle feed. *Food and Feed Research*, 37 (1), 1-6.
- Couhert, C., Salvador, S. et Commandre, J.-M. (2009). Impact of torrefaction on syngas production from wood. *Fuel*, 88 (11), 2286-2290.
- Demirbas, A. (2004). Effects of temperature and particle size on bio-char yield from pyrolysis of agricultural residues. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 72 (2), 243-248.
- Dorez, G., Ferry, L., Sonnier, R., Taguet, A. et Lopez-Cuesta, J.-M. (2014). Effect of cellulose, hemicellulose and lignin contents on pyrolysis and combustion of natural fibers. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 107, 323-331.
- Esteves, B., Velez Marques, A., Domingos, I. et Pereira, H. (2013). Chemical changes of heat treated pine and eucalypt wood monitored by FTIR. *Maderas. Ciencia y tecnología*, 15 (2), 245-258.
- Fan, M., Dai, D. et Huang, B. (2012). Fourier transform infrared spectroscopy for natural fibres, *Fourier Transform - Materials Analysis*, Dr Salih Salih (Ed.),

ISBN: 978-953-51-0594-7, InTech, disponible sur:

<http://www.intechopen.com/books/fourier-transform-materialanalysis/fourier-transform-infraredspectroscopy-for-natural-fibres> Consultée le 9 juin 2019.

FAO. (2016). Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Statistiques sur les produits forestiers, disponible sur:

<http://www.fao.org/forestry/statistics/80938@180724/en/> Consultée le 7 avril 2019.

Fengel, D. et Wegener, G. (1983). Wood: chemistry, ultrastructure, reactions. Walter de Gruyter, Berlin, Allemagne, 611p.

Föhr, J., Ranta, T., Suikki, J. et Soininen, H. (2017). Manufacturing of torrefied pellets without a binder from different raw wood materials in the pilot plant. Wood Research, 62 (3), 481-494.

Gao, N., Li, A., Quan, C., Du, L. et Duan, Y. (2013). TG–FTIR and Py–GC/MS analysis on pyrolysis and combustion of pine sawdust. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 100, 26-32.

García, R., González-Vázquez, M. P., Pevida, C. et Rubiera, F. (2018). Pelletization properties of raw and torrefied pine sawdust: Effect of co-pelletization, temperature, moisture content and glycerol addition. Fuel, 215, 290-297.

Ghiasi, B., Kumar, L., Furubayashi, T., Lim, C. J., Bi, X., Kim, C. S., et al. (2014). Densified biocoal from woodchips: Is it better to do torrefaction before or after densification? Applied Energy, 134, 133-142.

González-Peña, M. M. et Hale, M. D. (2009). Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 1: Colour evolution and colour changes. Holzforschung, 63 (4), 385-393.

Gosselink, R., Abächerli, A., Semke, H., Malherbe, R., Käuper, P., Nadif, A., et al. (2004). Analytical protocols for characterisation of sulphur-free lignin. Industrial Crops and Products, 19 (3), 271-281.

- Gouvernement du Québec (2016), Compétitivité de l'industrie forestière au Québec, budget 2016-2017, disponible sur:  
<http://www.budget.finances.gouv.qc.ca/-budget/2016-2017/fr/documents/Foret.pdf>. Consulté le 13 janvier 2019.
- Govin, A., Repellin, V., Rolland, M. et Duplan, J.-L. (2009). Effect of torrefaction on grinding energy requirement for thin wood particle production. Communications présentées au XII Congrès de la Société française de Génie des Procédés pour relever les défis industriels du XXI siècle à la croisée des Sciences et des Cultures, Marseille, France.
- Graham, S. L. (2015). Degradation of biomass fuels during long term storage in indoor and outdoor environments. Thèse de doctorat, University of Nottingham. Paris, 310 p.
- Hakkou, M., Pétrissans, M., Zoulalian, A. et Gérardin, P. (2005). Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis. *Polymer degradation and stability*, 89 (1), 1-5.
- Harker, A., Sandels, A. et Burley, J. (1982). *Calorific values for wood and bark and a bibliography for fuelwood*, London, Royaume-Uni, 162p.
- Harun, N. Y. et Afzal, M. T. (2010). Thermal decomposition kinetics of forest residue. *Journal of Applied Sciences*, 10 (12), 1122-1127.
- Holm, J. K., Henriksen, U. B., Hustad, J. E. et Sørensen, L. H. (2006). Toward an understanding of controlling parameters in softwood and hardwood pellets production. *Energy & Fuels*, 20 (6), 2686-2694.
- Hu, Q., Shao, J., Yang, H., Yao, D., Wang, X. et Chen, H. (2015). Effects of binders on the properties of bio-char pellets. *Applied Energy*, 157, 508-516.
- Hu, Q., Yang, H., Yao, D., Zhu, D., Wang, X., Shao, J., et al. (2016). The densification of bio-char: Effect of pyrolysis temperature on the qualities of pellets. *Bioresource Technology*, 200, 521-527.

- Huang, X., Kocaefe, D., Kocaefe, Y., Boluk, Y. et Pichette, A. (2012). Study of the degradation behavior of heat-treated jack pine (*Pinus banksiana*) under artificial sunlight irradiation. *Polymer Degradation and Stability*, 97 (7), 1197-1214.
- Ibrahim, R. H., Darvell, L. I., Jones, J. M. et Williams, A. (2013). Physicochemical characterisation of torrefied biomass. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 103, 21-30.
- Järvinen, T. et Agar, D. (2014). Experimentally determined storage and handling properties of fuel pellets made from torrefied whole-tree pine chips, logging residues and beech stem wood. *Fuel*, 129, 330-339.
- Jessome, A. P. (2000). Strength and related properties of wood grown in Canada, Sainte-Foy, Québec, Forintek Canada Corp. Publication spéciale, SP: 514F, 37 p.
- Jiang, L.-b., Yuan, X.-z., Li, H., Chen, X.-h., Xiao, Z.-h., Liang, J., et al. (2016). Copelletization of sewage sludge and biomass: thermogravimetric analysis and ash deposits. *Fuel Processing Technology*, 145, 109-115.
- Jiang, X., Ellis, N. et Zhong, Z. (2010). Characterization of pyrolytic lignin extracted from bio-oil. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 18 (6), 1018-1022.
- Jindo, K., Mizumoto, H., Sawada, Y., Sanchez-Monedero, M. A. et Sonoki, T. (2014). Physical and chemical characterization of biochars derived from different agricultural residues. *Biogeosciences*, 11 (23), 6613-6621.
- Kaliyan, N. et Morey, R. V. (2009a). Densification characteristics of corn stover and switchgrass. *Transactions of the ASABE*, 52 (3), 907-920.
- Kaliyan, N. et Morey, R. V. (2009b). Factors affecting strength and durability of densified biomass products. *Biomass and bioenergy*, 33 (3), 337-359.
- Kim, K. H., Kim, J.-Y., Cho, T.-S. et Choi, J. W. (2012). Influence of pyrolysis temperature on physicochemical properties of biochar obtained from the fast pyrolysis of pitch pine (*Pinus rigida*). *Bioresource technology*, 118, 158-162.

- Kim, Y.-H., Lee, S.-M., Lee, H.-W. et Lee, J.-W. (2012). Physical and chemical characteristics of products from the torrefaction of yellow poplar (*Liriodendron tulipifera*). *Bioresource Technology*, 116, 120-125.
- Kleinschmidt, C. (2011), Overview of international developments in torrefaction. Communications présentées au Central European Biomass Conference, Pays-Bas.
- Kocaefe, D., Poncsak, S. et Boluk, Y. (2008). Effect of thermal treatment on the chemical composition and mechanical properties of birch and aspen. *BioResources*, 3 (2), 517-537.
- Kong, L., Tian, S., Li, Z., Luo, R., Chen, D., Tu, Y., et al. (2013). Conversion of recycled sawdust into high HHV and low NO<sub>x</sub> emission bio-char pellets using lignin and calcium hydroxide blended binders. *Renewable Energy*, 60, 559-565.
- Koppejan, J., Sokhansanj, S., Melin, S. et Madrali, S. (2012, December), Status overview of torrefaction technologies. Communications présentées au IEA bioenergy task, disponible sur : [http://www.ieabcc.nl/publications/IEA\\_Bioenergy\\_T32\\_Torrefaction\\_update\\_2015b.pdf](http://www.ieabcc.nl/publications/IEA_Bioenergy_T32_Torrefaction_update_2015b.pdf). Consulté le 13 janvier 2019.
- Lê Thành, K. (2015). Espèces condensables issues de torréfaction de biomasses lignocellulosiques: caractérisation aux échelles laboratoire et pilote. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 273 p.
- Lipinsky, E. S., Arcate, J. R. et Reed, T. B. (2002). Enhanced wood fuels via torrefaction. *Fuel Chemistry Division Preprints*, 47 (1), 408-410.
- Lu, D., Tabil, L. G., Wang, D., Wang, G. et Emami, S. (2014). Experimental trials to make wheat straw pellets with wood residue and binders. *Biomass and Bioenergy*, 69, 287-296.
- Lu, Q., Li, W.-Z. et Zhu, X.-F. (2009). Overview of fuel properties of biomass fast pyrolysis oils. *Energy Conversion and Management*, 50 (5), 1376-1383.

- Mani, S., Tabil, L. G. et Sokhansanj, S. (2006). Effects of compressive force, particle size and moisture content on mechanical properties of biomass pellets from grasses. *Biomass and Bioenergy*, 30 (7), 648-654.
- Manouchehrinejad, M. et Mani, S. (2018). Torrefaction after pelletization (TAP): Analysis of torrefied pellet quality and co-products. *Biomass and Bioenergy*, 118, 93-104.
- Manouchehrinejad, M., van Giesen, I. et Mani, S. (2018). Grindability of torrefied wood chips and wood pellets. *Fuel Processing Technology*, 182, 45-55.
- Mao, A., He, Z., Wan, H. et Li, Q. (2017). Preparation, properties, and bonding utilization of pyrolysis bio-oil. *Bio-based Wood Adhesives: Preparation, Characterization, and Testing*. CRC Press/Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL, 260-279.
- Meullemiestre, A. (2014). Valorisation des déchets de la filière «bois» en deux étapes: isolation des molécules extractibles puis fabrication de charbon actif: cas du pin maritime. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, France, 244 p.
- Mimmo, T., Panzacchi, P., Baratieri, M., Davies, C. et Tonon, G. (2014). Effect of pyrolysis temperature on miscanthus (*Miscanthus* × *giganteus*) biochar physical, chemical and functional properties. *Biomass and Bioenergy*, 62, 149-157.
- Mobini, M., Meyer, J.-C., Trippe, F., Sowlati, T., Fröhling, M. et Schultmann, F. (2014). Assessing the integration of torrefaction into wood pellet production. *Journal of Cleaner Production*, 78, 216-225.
- Mohan, D., Pittman, C. U. et Steele, P. H. (2006). Pyrolysis of wood/biomass for bio-oil: a critical review. *Energy & Fuels*, 20 (3), 848-889.
- Mouras, S., Girard, P., Rousset, P., Permadi, P., Dirol, D. et Labat, G. (2002). Propriétés physiques de bois peu durables soumis à un traitement de pyrolyse ménagée. *Annals of Forest Science*, 59 (3), 317-326.

- Mullen, C. A. et Boateng, A. A. (2011). Characterization of water insoluble solids isolated from various biomass fast pyrolysis oils. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 90 (2), 197-203.
- Mullins, E. J., McKnight. (1981). *Canadian woods: Their properties and uses*, Toronto, Ontario, University of Toronto Ptfress, 389 p.
- Navi, P. et Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydrromécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*, PPUR presses polytechniques. Édition traduite, Suisse, 298 p.
- Nguyen, Q. N. (2016). *Utilisation d'arbres de faible vigueur provenant de forêts feuillues tempérées comme matière première pour la fabrication de granules de bois*. Thèse de doctorat, Université de Laval, Québec, Canada, 131 p.
- Nielsen, N. P. K., Gardner, D. J., Poulsen, T. et Felby, C. (2009). Importance of temperature, moisture content, and species for the conversion process of wood residues into fuel pellets. *Wood and Fiber Science*, 41 (4), 414-425.
- Nielson, R. W., J. DOBIE et D.M. WRIGHT. (1985). *Conversion factors for the forest products industry in western Canada*, Vancouver, Colombie-Britannique, Forintek Canada Corp., 92 p. (Special Publication; SP-24R).
- Novak, J. M., Lima, I., Xing, B., Gaskin, J. W., Steiner, C., Das, K., et al. (2009). Characterization of designer biochar produced at different temperatures and their effects on a loamy sand. *Annals of Environmental Science*, 195-206.
- Nunes, L., Matias, J. et Catalão, J. (2014). A review on torrefied biomass pellets as a sustainable alternative to coal in power generation. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 40, 153-160.
- Özgenç, Ö., Durmaz, S., Boyaci, I. H. et Eksi-Kocak, H. (2017). Determination of chemical changes in heat-treated wood using ATR-FTIR and FT Raman spectrometry. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 171, 395-400.

- PACER. (1995). Valorisation énergétique des restes de bois, rapport présenté par l'office fédéral des questions conjoncturelles 93 p. Édition originale: ISBN 3-905232-45-6, N° de commande 724.23, 104 p.
- Pach, M., Zanzi, R. et Björnbom, E. (2002, May). Torrefied biomass a substitute for wood and charcoal. Communications présentées au 6th Asia-Pacific International symposium on combustion and energy utilization, Kuala Lumpur.
- Pelaez-Samaniego, M. R., Yadama, V., Garcia-Perez, M., Lowell, E. et McDonald, A. G. (2014). Effect of temperature during wood torrefaction on the formation of lignin liquid intermediates. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 109, 222-233.
- Peng, J., Bi, X., Sokhansanj, S. et Lim, C. (2013). Torrefaction and densification of different species of softwood residues. *Fuel*, 111, 411-421.
- Peng, J., Bi, X. T., Lim, C. J., Peng, H., Kim, C. S., Jia, D., et al. (2015). Sawdust as an effective binder for making torrefied pellets. *Applied Energy*, 157, 491-498.
- Phanphanich, M. et Mani, S. (2011). Impact of torrefaction on the grindability and fuel characteristics of forest biomass. *Bioresource Technology*, 102 (2), 1246-1253.
- Poudel, J., Karki, S. et Oh, S. (2018). Valorization of Waste Wood as a Solid Fuel by Torrefaction. *Energies*, 11 (7), 1641.
- Prins, M. J., Ptasiński, K. J. et Janssen, F. J. (2006). Torrefaction of wood: Part 1. Weight loss kinetics. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 77 (1), 28-34.
- Qu, W., Xue, Y., Gao, Y., Rover, M. et Bai, X. (2016). Repolymerization of pyrolytic lignin for producing carbon fiber with improved properties. *Biomass and Bioenergy*, 95, 19-26.
- Repellin, V., Govin, A., Rolland, M. et Guyonnet, R. (2010a). Energy requirement for fine grinding of torrefied wood. *Biomass and Bioenergy*, 34 (7), 923-930.

- Repellin, V., Govin, A., Rolland, M. et Guyonnet, R. (2010b). Modelling anhydrous weight loss of wood chips during torrefaction in a pilot kiln. *Biomass and Bioenergy*, 34 (5), 602-609.
- Ressources naturelles du Canada. (2017), Exportations actuelles de granules canadiens calculés par Ressources naturelles Canada, disponible sur: <http://www.rncan.gc.ca/forets/industrie/demandes/13737>. Consultée le 20 mars 2019.
- Rodrigues, T. O. et Rousset, P. L. A. (2015). Effects of torrefaction on energy properties of Eucalyptus grandis wood. *Cerne*, 15 (4), 446-452.
- Rowell, R. M. (2012). Handbook of wood chemistry and wood composites. Dans R. M. Rowell (Éd.), Boca Raton: CRC press, 703 p.
- Rudolfsson, M., Borén, E., Pommer, L., Nordin, A. et Lestander, T. A. (2017). Combined effects of torrefaction and pelletization parameters on the quality of pellets produced from torrefied biomass. *Applied Energy*, 191, 414-424.
- Rutherford, D. W., Wershaw, R. L., Rostad, C. E. et Kelly, C. N. (2012). Effect of formation conditions on biochars: Compositional and structural properties of cellulose, lignin, and pine biochars. *Biomass and Bioenergy*, 46, 693-701.
- Sales, C. (2003). Innovation technologique et valorisation des sous-produits des filières bois. *Bois et Forêts des Tropiques*, (277), 35-43.
- Salmon, D. (2017). Ressources et industries forestières du Québec: Portrait statistique, disponible sur: <https://mffp.gouv.qc.ca/wp-content/uploads/portrait-statistique-2017.pdf>. Consultée le 8 mai 2019.
- Samuelsson, R., Larsson, S. H., Thyrel, M., et Lestander, T. A. (2012). Moisture content and storage time influence the binding mechanisms in biofuel wood pellets. *Applied energy*, 99, 109-115.

- Santos, L. B., Striebeck, M. V., Crespi, M. S., Ribeiro, C. A. et De Julio, M. (2015). Characterization of biochar of pine pellet. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 122 (1), 21-32.
- SAS. (2008). *Getting Started with SAS*. SAS Institute Inc, Cary, NC. 27513. USA.
- Serrano, C., Monedero, E., Lapuerta, M. et Portero, H. (2011). Effect of moisture content, particle size and pine addition on quality parameters of barley straw pellets. *Fuel Processing Technology*, 92 (3), 699-706.
- Shafizadeh, F. (1985). Pyrolytic reactions and products of biomass. In *Fundamentals of thermochemical biomass conversion*. Springer, Dordrecht, 183-217.
- Shang, L., Ahrenfeldt, J., Holm, J. K., Sanadi, A. R., Barsberg, S., Thomsen, T., et al. (2012a). Changes of chemical and mechanical behavior of torrefied wheat straw. *Biomass and Bioenergy*, 40, 63-70.
- Shang, L., Nielsen, N. P. K., Dahl, J., Stelte, W., Ahrenfeldt, J., Holm, J. K., et al. (2012b). Quality effects caused by torrefaction of pellets made from Scots pine. *Fuel Processing Technology*, 101, 23-28.
- Shang, L., Nielsen, N. P. K., Stelte, W., Dahl, J., Ahrenfeldt, J., Holm, J. K., et al. (2014). Lab and bench-scale pelletization of torrefied wood chips—process optimization and pellet quality. *BioEnergy Research*, 7 (1), 87-94.
- Shankar Tumuluru, J., Sokhansanj, S., Hess, J. R., Wright, C. T. et Boardman, R. D. (2011). A review on biomass torrefaction process and product properties for energy applications. *Industrial Biotechnology*, 7 (5), 384-401.
- Sheng, C. et Azevedo, J. (2005). Estimating the higher heating value of biomass fuels from basic analysis data. *Biomass and Bioenergy*, 28 (5), 499-507.
- Singh, T. et Kostecky, M. (1986). Calorific value variations in components of 10 Canadian tree species. *Canadian Journal of Forest Research*, 16 (6), 1378-1381.

- Smook, G. A. et Kocurek, M. J. (1982). Handbook for pulp & paper technologists. Canadian Pulp and Paper Association, Atlanta, U.S.A, Montreal, Quebec, Canada, 395 p.
- Solomatnikova, O., Douville, G., Carriere, N., Vallée, V., Trudel, F., Duchesne, M., et al. (2011). Profil des produits forestiers: Technologies de bioénergies abase de biomasse forestiere, Québec, Canada.
- Stamm, A. J. (1956). Thermal degradation of wood and cellulose. *Industrial & Engineering Chemistry*, 48 (3), 413-417.
- Steiner, T. (2002). The hydrogen bond in the solid state. *Angewandte Chemie International Edition*, 41(1), 48-76.
- Stelte, W., Clemons, C., Holm, J. K., Sanadi, A. R., Ahrenfeldt, J., Shang, L., et al. (2011a). Pelletizing properties of torrefied spruce. *Biomass and Bioenergy*, 35 (11), 4690-4698.
- Stelte, W., Holm, J. K., Sanadi, A. R., Barsberg, S., Ahrenfeldt, J. et Henriksen, U. B. (2011b). Fuel pellets from biomass: The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions. *Fuel*, 90 (11), 3285-3290.
- Stelte, W., Sanadi, A. R., Shang, L., Holm, J. K., Ahrenfeldt, J. et Henriksen, U. B. (2012). Recent developments in biomass pelletization—A review. *BioResources*, 7 (3), 4451-4490.
- Stevens, J. et Gardner, D. J. (2010). Enhancing the fuel value of wood pellets with the addition of lignin. *Wood and Fiber Science*, 42 (4), 439-443.
- T249, T. (1989). T249 cm-85. Carbohydrate composition of extractive-free wood and wood pupl by gas-liquid chromatography. in TAPPI test method, Volume 1. TAPPI Press, Atlanta, USA.
- T264, T. (1989). T APPI T264 om-88. Preparation of wood for chemical analysis. In TAPPI test method, Volume 1, TAPPI Press, Atlanta, USA.
- TAPPI. (1989). TAPPI test methods, Volume 1. TAPPI, Press, Atlanta, USA.

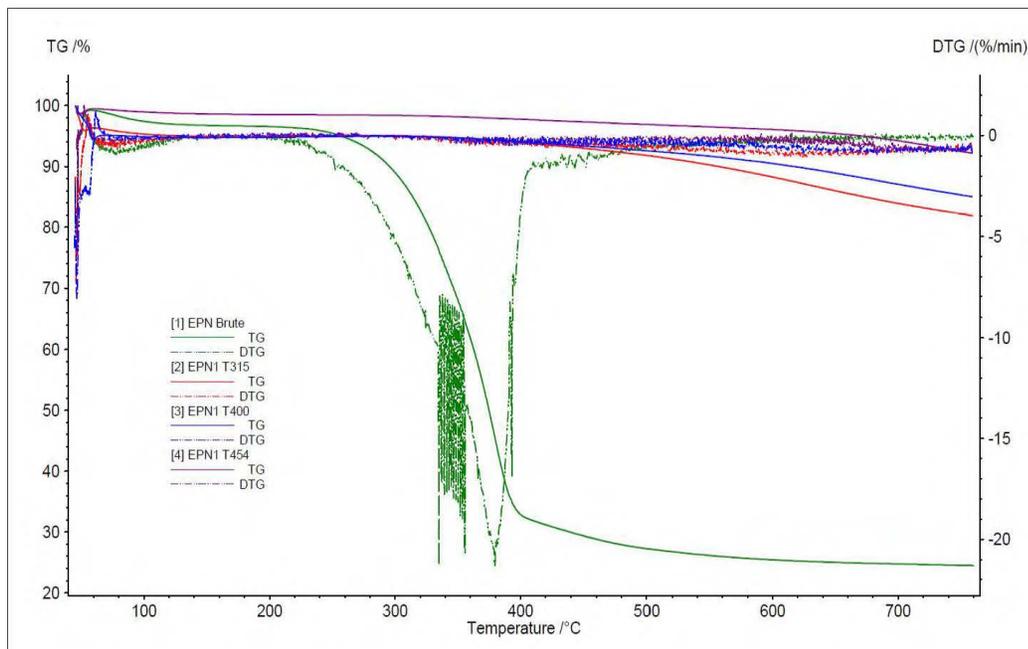
- Thrän, D., Witt, J., Schaubach, K., Kiel, J., Carbo, M., Maier, J., et al. (2016). Moving torrefaction towards market introduction–Technical improvements and economic-environmental assessment along the overall torrefaction supply chain through the SECTOR project. *Biomass and Bioenergy*, 89, 184-200.
- Tjeerdsma, B. et Militz, H. (2005). Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz Als roh-und Werkstoff*, 63 (2), 102-111.
- Trouy, M.-C. (2015). *Anatomie du bois: Formation, fonctions et identification*. Editions Quae, Versailles, France, 184 p.
- Tsalidis, G. A., Tsekos, C., Anastasakis, K. et de Jong, W. (2018). The impact of dry torrefaction on the fast pyrolysis behavior of ash wood and commercial Dutch mixed wood in a pyroprobe. *Fuel Processing Technology*, 177, 255-265.
- Tumuluru, J. S., Wright, C. T., Hess, J. R. et Kenney, K. L. (2011). A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 5 (6), 683-707.
- Uslu, A., Faaij, A. P. et Bergman, P. C. (2008). Pre-treatment technologies, and their effect on international bioenergy supply chain logistics. Techno-economic evaluation of torrefaction, fast pyrolysis and pelletisation. *Energy*, 33 (8), 1206-1223.
- Van der Stelt, M., Gerhauser, H., Kiel, J. et Ptasinski, K. (2011). Biomass upgrading by torrefaction for the production of biofuels: A review. *Biomass and Bioenergy*, 35 (9), 3748-3762.
- Vassilev, S. V., Baxter, D., Andersen, L. K. et Vassileva, C. G. (2010). An overview of the chemical composition of biomass. *Fuel*, 89 (5), 913-933.
- Wang, C., Peng, J., Li, H., Bi, X. T., Legros, R., Lim, C., et al. (2013). Oxidative torrefaction of biomass residues and densification of torrefied sawdust to pellets. *Bioresource Technology*, 127, 318-325.

- Wang, Q., Han, K., Gao, J., Li, H. et Lu, C. (2017). The pyrolysis of biomass briquettes: Effect of pyrolysis temperature and phosphorus additives on the quality and combustion of bio-char briquettes. *Fuel*, 199, 488-496.
- Wang, S., Lin, H., Ru, B., Sun, W., Wang, Y. et Luo, Z. (2014a). Comparison of the pyrolysis behavior of pyrolytic lignin and milled wood lignin by using TG-FTIR analysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 108, 78-85.
- Wang, S., Wang, K., Liu, Q., Gu, Y., Luo, Z., Cen, K., et al. (2009). Comparison of the pyrolysis behavior of lignins from different tree species. *Biotechnology Advances*, 27 (5), 562-567.
- Wang, S., Wang, Y., Cai, Q., Wang, X., Jin, H. et Luo, Z. (2014b). Multi-step separation of monophenols and pyrolytic lignins from the water-insoluble phase of bio-oil. *Separation and Purification Technology*, 122, 248-255.
- Wang, Z., Cao, J. et Wang, J. (2009). Pyrolytic characteristics of pine wood in a slowly heating and gas sweeping fixed-bed reactor. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 84 (2), 179-184.
- Wertz, J.-L., Richel, A. et Gérin, P. (2015). Molécules issues de la valorisation de la lignine. *ValBiom*, 1-37.
- Wilén, C., Jukola, P., Järvinen, T., Sipilä, K., Verhoeff, F. et Kiel, J. (2013). Wood torrefaction: pilot tests and utilisation prospects. Édition traduite, Pays-Bas, 80 p
- Wood, J. F. (1987). The functional properties of feed raw materials and their effect on the production and quality of feed pellets. *Animal Feed Science and Technology*, 18 (1), 1-17.
- WSP. (2014). FPInnovations, Pierre Poulin Conseil. Étude sur la production et la commercialisation du biocharbon et ses dérivés, . Rapport présenté à la Filière forestière des Premières Nations du Québec, Canada, 151 p.

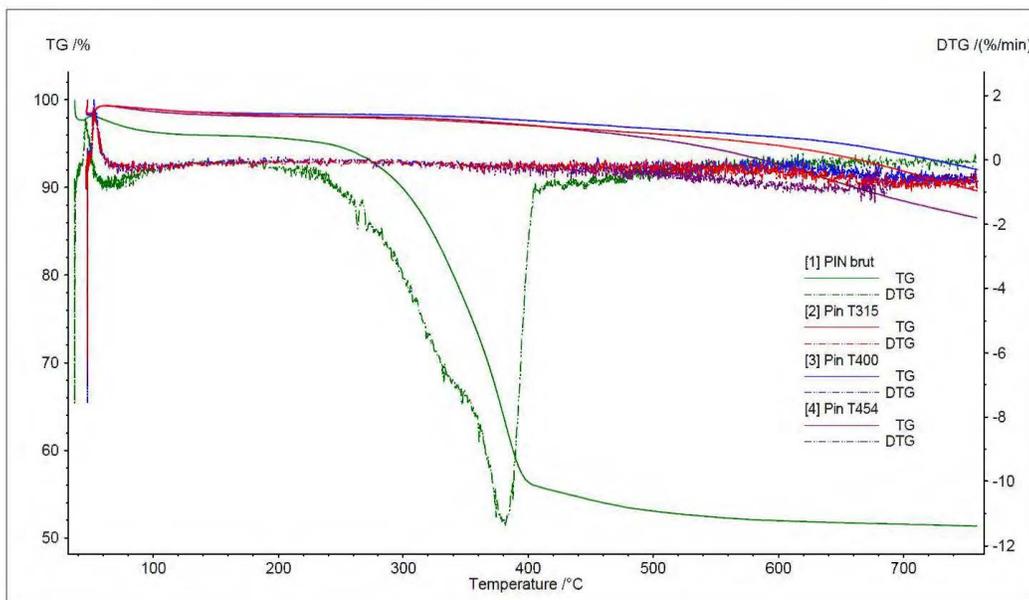
- Wu, W., Yang, M., Feng, Q., McGrouther, K., Wang, H., Lu, H., et al. (2012). Chemical characterization of rice straw-derived biochar for soil amendment. *Biomass and Bioenergy*, 47, 268-276.
- Yang, H., Huang, L., Liu, S., Sun, K. et Sun, Y. (2016). Pyrolysis Process and Characteristics of Products from Sawdust Briquettes. *BioResources*, 11 (1), 2438-2456.
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D. H. et Zheng, C. (2007). Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*, 86 (12-13), 1781-1788.
- Zhang, M., Resende, F. L., Moutsoglou, A. et Raynie, D. E. (2012). Pyrolysis of lignin extracted from prairie cordgrass, aspen, and Kraft lignin by Py-GC/MS and TGA/FTIR. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 98, 65-71.
- Zhang, M. et Wu, H. (2019). Pyrolytic lignin from fast pyrolysis bio-oil via cold-water precipitation: Optimal separation conditions and properties. *Fuel*, 242, 580-586.
- Zhang, S. et Koubaa, A. (2009). Les résineux de l'Est du Canada: Écologie forestière, caractéristiques, transformation et usages; FPInnovations. Publication spéciale, SP:526F, Canada, 400 p.

## ANNEXE A

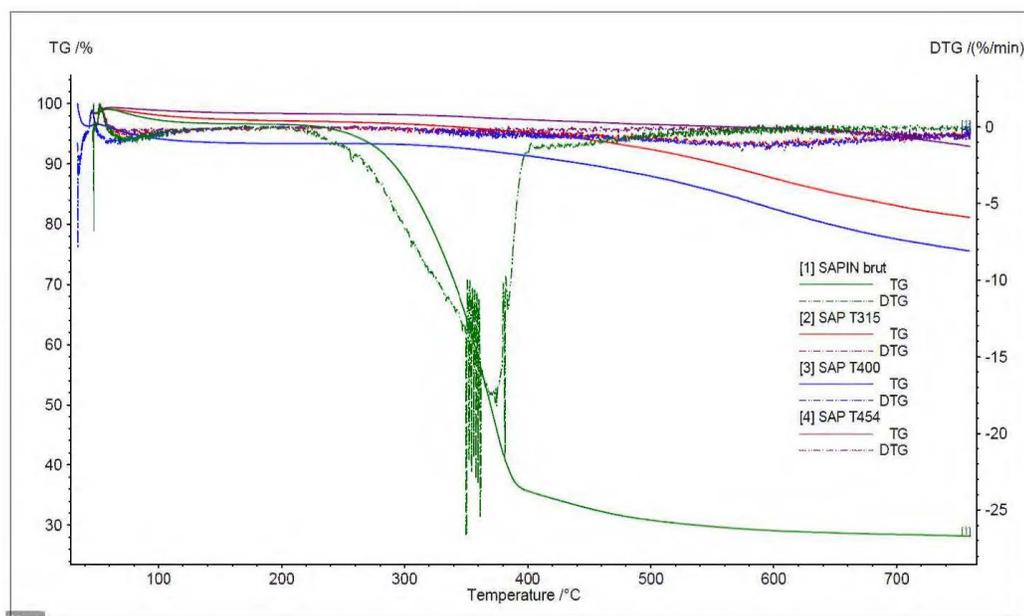
Courbes des analyses TGA et DTG pour tous les types des fibres brutes et traitées à différentes températures.



**Figure A.1:** Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C de l'épinette noire



**Figure A.2:** Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du pin gris



**Figure A.3:** Courbes TGA et DTG des fibres brutes et traitées à 315, 400 et 454°C du sapin baumier