

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

**Développement de granules énergétiques améliorées à
base de bouleau blanc et de graines de canola**

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

WILLIAMS BELHADEF

AVRIL 2016



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.

REMERCIEMENTS

Ce travail de maîtrise est réalisé dans le cadre du développement de l'expertise du laboratoire de biomatériaux dans le domaine énergétique de la biomasse et avec le concours de la Société d'Aide au Développement des Collectivités (SADC) de l'Abitibi-Ouest. Je tiens à saluer cette initiative de promouvoir une politique écoresponsable dans la municipalité d'Abitibi-Ouest.

Je remercie profondément Monsieur Ahmed KOUBAA, Professeur-Chercheur du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT, titulaire de la Chaire de recherche du Canada sur la valorisation, la caractérisation et la transformation du bois. Je lui témoigne ma sincère reconnaissance pour avoir dirigé ce travail, pour sa confiance et pour tous les conseils qu'il m'a apportés.

Je remercie également Monsieur Sébastien MIGNEAULT, chercheur au laboratoire de biomatériaux. Ses remarques et ses conseils m'ont permis de mener à bien ce travail de maîtrise.

Mes remerciements s'adressent également à la Coopérative Forestière du Nord-Ouest (CFNO) à Authier, pour avoir fourni les copeaux de bouleau à papier. J'adresse également mes remerciements à la ferme avicole Paul Richard & fils à Rivière-Héva, particulièrement à Alexandre RICHARD, de son intérêt pour la granulation et d'avoir fait don de graines de canola. Je n'oublie pas de remercier l'équipe du Centre de Technologie des Résidus Industriels (CTRI) à Rouyn-Noranda, pour le broyage des copeaux et des quelques mesures réalisées à son laboratoire (pouvoir calorifique).

Mes remerciements vont aussi à Madame Prévost pour la relecture du document et pour les remarques.

Je tiens à remercier mes lecteurs pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce mémoire de maîtrise.

Je salue mes camarades (Lila, Ahmed B., Djamila...) avec qui j'ai partagé de bons moments.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	i
LISTE DES TABLEAUX	iv
LISTE DES FIGURES.....	viii
LISTE DES ACRONYMES.....	xii
RÉSUMÉ.....	xviii
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 ÉTAT DES CONNAISSANCES	9
1.1 Le bois	9
1.1.1 Généralité.....	9
1.1.2 Formation du bois.....	11
1.2 Le bouleau blanc	16
1.2.1 Généralité.....	16
1.2.2 Composition chimique du bouleau blanc	17
1.2.3 Propriétés mécaniques	18
1.2.4 Propriétés physiques	19
1.2.5 Séchage du bouleau blanc	20
1.2.6 Durabilité du bois de bouleau blanc.....	20
1.3 Le canola et sa graine	21
1.3.1 Généralité.....	21
1.3.2 La composition chimique de la graine de canola.....	25
1.3.3 L'anatomie des graines de canola.....	26
1.3.4 Les propriétés physiques et mécaniques des graines	29
1.4 Le pouvoir calorifique des essences du Canada et du bouleau blanc	30
1.5 La granulation : densification sous forme de granules.....	34

1.5.1	Généralité.....	34
1.5.2	La compaction sous forme de granules.....	36
1.5.3	La granulation par l'application d'un rouleau sur une filière.....	37
1.5.4	L'aspect macroscopique de la cohésion durant la granulation.....	40
1.6	Les paramètres de granulation.....	42
1.6.1	Débit d'alimentation.....	42
1.6.2	Entrefer.....	43
1.6.3	Vitesse de rotation des rouleaux.....	44
1.6.4	Empreinte des rouleaux.....	45
1.6.5	Puissance.....	46
1.6.6	Granulométrie.....	48
1.6.7	Pression ou force de compaction.....	50
1.6.8	Double-granulation.....	51
1.6.9	Ajouts ou additifs.....	52
1.6.10	Humidité du mélange.....	56
1.6.11	Température de la filière.....	59
1.6.12	Géométrie des canaux de la filière.....	61
1.7	La Modélisation de la granulation.....	64
1.8	Les normes de qualité des granules.....	66
1.8.1	Densité en vrac ou masse volumique apparente.....	69
1.8.2	Pouvoir calorifique.....	69
1.8.3	Durabilité.....	70
1.8.4	Quantité de fines avant expédition.....	71
1.8.5	Taux de cendre.....	72
1.8.6	Résistance en compression diamétrale.....	72
1.8.7	Densité ou masse volumique de la granule.....	73
1.9	Les tendances générales dégagées de notre étude bibliographique.....	73
1.10	Les contraintes intervenant dans nos travaux.....	74
1.11	Conclusion de l'étude bibliographique.....	76

CHAPITRE 2 MONTAGE ET INSTRUMENTATION D'UNE	
GRANULEUSE	78
2.1	Généralité..... 78
2.2	Description des principaux éléments du banc expérimental 79
2.2.1	Le système d'alimentation en mélange à granuler 80
2.2.2	La granuleuse - partie moteur..... 82
2.2.3	La chambre de granulation..... 84
2.2.4	Les filières..... 85
2.3	Les dispositifs de contrôle-commande 87
2.3.1	Les commandes de la granuleuse 87
2.3.2	Les capteurs de mesures installés 89
2.3.3	La collecte et traitement des données 90
2.4	La mise au point de la granuleuse : phase des essais préliminaires.....
 91
CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES..... 94	
3.1	Matériels 94
3.1.1	Les copeaux de bouleau blanc..... 94
3.1.2	Les graines de canola..... 94
3.2	Plan d'expérimentation 94
3.2.1	Définition des facteurs-réponses 95
3.2.2	Les facteurs variables 96
3.2.3	Les facteurs fixes..... 97
3.2.4	Définition du plan d'optimisation pour mélange..... 97
3.2.5	Détermination du domaine d'étude 98
3.3	Processus expérimental et méthode de mesure..... 100
3.3.1	Détermination de la granulométrie après broyage (étapes 2 et 3)..... 102
3.3.2	Mesure de la force de dégagement de la granule du canal (étape 7)..... 102
3.3.3	Détermination du taux de fines après granulation (étape 8)..... 104
3.3.4	Détermination du taux d'humidité (étape 9)..... 104

3.3.5	Mesures géométriques des granules : longueur et diamètre (étape 10).....	104
3.3.6	Test d'abrasion ou durabilité des granules (étape 11)	105
3.3.7	Test d'impact ou de choc sur les granules (étape 12).....	106
3.3.8	Test de compression diamétrale: résistance à la déformation plastique (ét. 13) 107	
3.3.9	Profil de la densité des granules dans le plan longitudinal radial (étape 14).....	109
3.3.10	Test de résistance à la flexion 3 points sur la granule (étape 15).....	111
3.3.11	Détermination de la densité apparente au pycnomètre à hélium (étape 16).....	112
3.3.12	Mesure du pouvoir calorifique massique supérieure (étape 17)	112
3.4	Construction de la matrice d'expérience.....	114
3.5	Élaboration du plan d'expérience	115
3.5.1	Modélisation mathématique des réponses.....	115
3.5.2	Analyse statistique de la modélisation de la réponse	115
3.5.3	Analyse statistique des coefficients du modèle	116
3.6	Analyse graphique des résultats du plan d'expérimentation	117
3.6.1	Représentation des valeurs résiduelles de l'interpolation.....	117
3.6.2	Représentation de l'effet des coefficients de modélisation	117
3.6.3	Représentation des effets moyens et des interactions des facteurs	117
3.6.4	Représentation des courbes isoréponses	118
3.7	Recherche des conditions optimales du plan d'optimisation.....	118
CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS		119
4.1	Réduction du plan d'expérience.....	119
4.1.1	Effet et choix de la vitesse de rotation de la filière.....	119
4.1.2	Effet et choix de la distribution granulométrique	122
4.2	Plan d'expérience et optimisation des conditions d'essai	125
4.2.1	Modélisation des réponses du plan d'expérience.....	126
4.2.2	Recherche des conditions optimales.....	130
4.2.3	Comparaison avec les granules commerciales de qualité supérieure	134
4.3	Analyses et commentaires des résultats du plan.....	136
4.3.1	Évolution de la performance du pouvoir calorifique des granules avec le canola	136

4.3.2	Influence du débit d'alimentation	138
4.3.3	Influence des graines de canola sur la relaxation du diamètre de la granule	141
4.3.4	Relation entre l'humidité de la granule et sa longueur	142
4.3.5	Influence de l'humidité du mélange sur la durabilité des granules	145
4.3.6	Influence des lipides et des protéines du mélange à granuler sur la durabilité des granules	146
4.4	Étude de l'effet des protéines des graines sur la granule	148
4.5	Observation du profil densitométrique des granules	151
CONCLUSION		156
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		159
Annexe A : Diaporama sur le fusionnement à l'entrée des canaux de la matrice		176
Annexe B : Exemple de plan de montage du contrôle-commande de la granuleuse		178
Annexe C : Distributions granulométriques et masses volumiques		179
Annexe D : Procédure détaillée d'un essai de granulation		182
Annexe E : Développement des méthodes de tests mécaniques sur les granules		183
Annexe F : Détermination des profils de densité par densitomètre à rayon x... ..		190
Annexe G : modélisation des réponses du plan d'expérience		193
Annexe H : Variation des résultats entre deux essais – Passage de la vitesse nominale à une vitesse réduite de 30%		197
Annexe I : Analyse multidimensionnelle de certaines réponses du plan d'optimisation		198
Annexe J : Influences de la granulométrie et de la teneur en graines		200

Annexe K : Résultats du plan d'expérience d'optimisation.....	202
Annexe L : Analyse des mouvements vibratoires de la granuleuse	203
Annexe M : Coefficients du modèle polynomial des réponses	205
Annexe N : Analyse unidimensionnelle de certaines réponses	208
Annexe O : Résultats des essais de granulation avec de l'huile ou des graines de canola	210

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Composition en principaux constituants chimiques de feuillus et de résineux (Sjostrom 1993, USDA 2010).....	14
Tableau 1.2 : Teneur en lignine et masse volumique pour différents feuillus et résineux (Sjostrom 1993, USDA 2010).....	15
Tableau 1.3 : Propriétés chimiques du bois de bouleau blanc (Springer et Zoch 1968, Sjostrom 1993).	18
Tableau 1.4 : Comparaison des propriétés mécaniques du bouleau blanc à celles d'autres essences feuillues (Jessome 1977, USDA 2010).....	18
Tableau 1.5 : Comparaison de la masse volumique du bouleau blanc à celles d'autres essences à différentes teneurs en humidité (Jessome 1977, Miles et Smith 2009, USDA 2010).....	20
Tableau 1.6 : Durée de séchage de quelques essences, de l'état vert à 6% d'humidité (Fortin 1986 adapté par Brière 1992)	21
Tableau 1.7 : Classification APG2 du Canola.	22
Tableau 1.8 : Normes de classification de la qualité des graines entières de canola au Canada. (CPVQ 1996)	24
Tableau 1.9 : Composition dans une graine selon sa couleur intérieure, teneur en base sèche (Downey et Bell 1990).....	26
Tableau 1.10 : Dimensions des globules lipidiques dans la cellule et leur composition	27
Tableau 1.11 : Composition élémentaire des graines de canola, formule chimique empirique et pouvoir calorifique - (a) (Şensöz, Angın et al. 2000, Haykiri-Acma et Yaman 2008)	28
Tableau 1.12 : Composition en lipides de l'huile de canola et température de fusion des lipides (Şensöz, Angın et al. 2000, ITERG).....	28

Tableau 1.13 : Propriétés physiques et mécaniques des graines de canola (Unal, Sincik et <i>al.</i> 2009).....	29
Tableau 1.14 : Pouvoir calorique supérieur sec de quelques feuillus (Goulet 1985 cité par Brière 1992)	31
Tableau 1.15 : Pouvoir calorique supérieur des différents composants de l'arbre et pour différentes essences.....	31
Tableau 1.16 : Pouvoir calorique supérieur des différents essences du nord de Québec mélangées avec de l'huile de canola (Koubaa et Migneault 2012)	33
Tableau 1.17 : Effets de la granulométrie de la sciure de pin sylvestre sur les propriétés des granules produites avec une granuleuse de 30kW (Bergström, Israelsson et <i>al.</i> 2008).	48
Tableau 1.18 : Puissance consommée avec différents additifs courants et pour différentes teneurs, granules de peuplier de 6 mm avec une filière de 24 mm (à 5,6 cm ² /kW) (Mediavilla, Esteban et <i>al.</i> 2012).....	56
Tableau 1.19 : longueurs conseillées du canal pour densifier quelques matériaux.....	62
Tableau 1.20 : Spécifications des granules biocombustibles de bois, allemandes DIN-plus, EN-B pour l'Europe ou CAN-B pour le Canada et PFI utility.....	68
Tableau 2.1 : Caractéristiques géométriques des filières à notre disposition	87
Tableau 2.2 : Détails des commandes des organes de puissance de l'installation.....	88
Tableau 2.3 : Détails des capteurs présents sur la granuleuse	89
Tableau 3.1 : Valeurs considérées pour les teneurs dans le plan d'optimisation.....	98
Tableau 3.2 : valeurs des différents facteurs variables ou fixes du plan d'optimisation.	99
Tableau 3.3 : Matrice d'expérience - pour 3 facteurs	114
Tableau 4.1 : Comparaison des résultats pour deux essais - à vitesse réduite de 30 % et à vitesse nominale – débit de sciure entre 10 et 15 kg/h.....	120
Tableau 4.2 : Influence de la granulométrie et de la teneur en graines sur les propriétés des granules.....	124

Tableau 4.3 : Type de modèle retenu pour chaque réponse avec sa signification selon le test d'ANOVA et leur coefficient de régression $R^2_{\text{ajusté}}$ et $Q^2_{\text{prédiction}}$ (calculs à l'aide du logiciel Minitab).....	126
Tableau 4.4 : Estimations des facteurs pour des propriétés de granule et une production optimums	132
Tableau 4.5 : Composition du mélange optimum en respectant nos critères recherchés.....	132
Tableau 4.6 : effets des facteurs sur l'humidité et la durabilité des granules.....	133
Tableau 4.7 : Comparaison des propriétés entre des granules avec des graines de canola et des granules EN-plus A1 ou CAN-plus A1 du producteur Trebio, à Portage-du-Fort, Québec.....	134
Tableau 4.8 : Pouvoirs calorifiques supérieurs (PCS) mesurés et PCS calculés selon la règle de mélange	136
Tableau 4.9 : Comparaison des réponses entre les deux plages de débits de granulation.....	140
Tableau 4.10 : Propriétés des granules obtenues avec de l'huile de canola et avec des graines de canola	148

LISTE DES FIGURES

Figure 0.1 : Schéma d'un procédé typique de granulation (Mani, Sokhansanj et <i>al.</i> 2006).....	3
Figure 0.2 : Volume de combustible équivalent pour faire bouillir 10 L d'eau. Dessin adapté de Nilsson (1983).....	4
Figure 0.3 : Évolution des prix des granules biocombustibles sur 3 principales plateformes d'échanges commerciaux (Sikkema, Steiner et <i>al.</i> 2011).	5
Figure 1.1 : Schéma détaillant la structure anatomique du bois.....	10
Figure 1.2 : Biosynthèse et tissage moléculaire de microfibrilles de cellulose (Lerouxel, Cavalier et <i>al.</i> 2006)	12
Figure 1.3 : Les principales molécules composant la lignine: alcool p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Hatakeyama et Hatakeyama 2010).....	13
Figure 1.4 : Exemple de composition chimique de la graine de canola, teneur en masse, base sèche (ITERG s.d.)	25
Figure 1.5 : Procédé de granulation par extrusion à vis (source : www.shimada.co.uk).....	34
Figure 1.6 : Représentation des différentes liaisons de cohésions de particules	36
Figure 1.7 : Schéma de la phase d'extrusion par couche de la granule et empreinte de compression à l'entrée du canal	38
Figure 1.8 : Grandes étapes du processus de granulation: (1) L'alimentation - (2a) et (2b) le compactage à l'entrée et durant la descente dans le canal - (3) le déchargement – (Dessin adapté de (Leaver 1982, Nielsen, Holm et <i>al.</i> 2009).....	39
Figure 1.9 : Granules ayant différents états de surface - de gauche à droite, granules avec les couches visibles, granules de bois torréfiées et granules claires friables par manque d'eau	40

Figure 1.10 : Phénomènes et mécanismes de cohésion sous l'action de la pression (Comoglu 2007), représentation tirée de Tumuluru, Wright et <i>al.</i> (2011).....	41
Figure 1.11 : Rouleaux disponibles au laboratoire d'essai du constructeur Kahl (Amandus-Kahl 2015), photo de gauche; rouleau avec revêtement au tungstène pour les formulations abrasives, photo de droite (Perez n.d.).....	45
Figure 1.12 : distribution de granulométrie de sciure fréquemment retenue (Payne 1978).....	50
Figure 1.13 : Durabilité et humidité du broyat: effet de l'addition d'huile dans les granules de pailles de seigle (Narra, Tao et <i>al.</i> 2010).....	53
Figure 1.14 : Granules de pailles d'orge : influence de l'humidité du broyat à granuler sur la durabilité et sur l'humidité de la granule (Serrano, Monedero et <i>al.</i> 2011).....	57
Figure 1.15 : Durabilité en fonction de l'humidité du broyat avant granulation et effet du temps de stockage pour des granules de pin sylvestre.	58
Figure 1.16 : Différents profils possibles de canal, proposés par le constructeur de filières Ferotec (Ploteau 2015).	61
Figure 1.17 : Profil des canaux pour la production optimale de granules à base de coques de cacahuètes (brevet US 20050230872 A1) avec un exemple à droite d'un profil proposé par un constructeur de filière annulaire pour le bois, dont le ratio de compression est d'environ de 6 (Citech-Systems 2009).	63
Figure 1.18 : Équilibre entre les principaux facteurs interdépendants sur la conduite de la granulation	76
Figure 2.1 : Plan d'instrumentation de la granuleuse	79
Figure 2.2 : Aperçu de granuleuse en cours de préchauffage	80
Figure 2.3 : Dimensions retenues de la vis d'alimentation après plusieurs essais pour convoyer la sciure de la trémie à la chambre de granulation	81
Figure 2.4 : Mesure du débit massique délivré par la vis, sans chauffage, - sciure broyée sur une grille de 9 mm, humidifiée à environ 25 %	82

Figure 2.5 : Vue éclatée des pièces composant la granuleuse - Dessin extrait du manuel du constructeur (Anyang GEMCO Energy Machinery 2014).....	83
Figure 2.6 : Aperçu de l'équipage mobile de la chambre de granulation et des déflecteurs	84
Figure 2.7 : Aperçu du problème d'accumulation de sciure entravant la rotation du rouleau.....	85
Figure 2.8 : Vue des trois filières utilisées: à gauche, la filière standard fournie par le constructeur, au milieu, une filière standard avec une entrée élargie par nos soins, à droite, filière épaisse spécialement usinée et utilisée uniquement pour nos travaux.....	86
Figure 2.9 : Vue de l'interface de conduite sur l'écran de l'ordinateur placé près de la granuleuse	91
Figure 2.10 : Modification de l'angle de chanfrein des canaux après les essais préliminaires.....	92
Figure 2.11 : Différents aspects de granules obtenues après les essais préliminaires.	92
Figure 3.1 : Les facteurs et les réponses d'un essai de granulation.....	96
Figure 3.2 : Diagramme triangulaire du domaine d'étude - logiciel MiniTab (Minitab Inc.).....	98
Figure 3.3 : Séquence expérimentale d'un essai de granulation.....	101
Figure 3.4 : Mesure de la force de dégagement de la granule prise dans le canal, filière chaude, dans les 10 min suivant la fin de l'essai de granulation.....	103
Figure 3.5 : Durabilimètre avec caisson ISO construit pour notre usage avec commande automatique par compte-tour et affichage du compte à rebours	106
Figure 3.6 : Banc d'essai de résistance au choc Izod et porte-échantillons pour granule.....	107
Figure 3.7 : Mesure de la déformation sous compression diamétrale (ici avec une seule granule de 20 mm posée entre les plateaux).....	108
Figure 3.8 : Aperçu des résultats d'un test de balayage à l'aide du densitomètre à rayons X et les données fournies par le logiciel d'analyse (QTRS Tree Ring).	110

Figure 3.9 : Test de flexion 3 points d'une granule sur le banc d'essai avec une cellule de charge de 50 N.....	111
Figure 3.10 : Aperçu du pycnomètre et de la chambre de mesure avec des granules ...	112
Figure 4.1 : Comparaison des distributions granulométriques de sciures de bouleau avec 20,8%mass. de graines, de Payne (1978) et de Bergström, Israelsson et <i>al.</i> (2008).....	123
Figure 4.2 : Graphes d'adéquation des valeurs résiduelles pour la durabilité des granules	128
Figure 4.3 : Graphes d'adéquation des valeurs résiduelles pour l'humidité des granules	129
Figure 4.4 : Diagrammes des isocourbes pour la durabilité et l'humidité de la granule en fonction de la composition du mélange préparé avant granulation	131
Figure 4.5 : variation relative du PCS anhydre en fonction de la teneur d'huile, pour nos granules et pour des mélanges produits par Koubaa et Migneault (2012)	137
Figure 4.6 : Rapport entre le diamètre moyen de la granule et la résistance à la déformation sous compression – pour chaque essai du plan d'expérience.....	141
Figure 4.7 : Effet de l'humidité des granules de pin et d'épinette sur leur longueur moyenne (adapté de Lehtikangas 2001).....	142
Figure 4.8 : Effet de l'humidité des granules sur leur longueur moyenne.....	143
Figure 4.9 : Observation de moisissures sur des granules très humides (>20% d'humidité), aspect entre un tas de granules moisies (à gauche) et un tas de granules sains	143
Figure 4.10 : Comparaison entre une surface brossée pour retirer les moisissures de la granule et une surface moisie laissée intacte (à droite).....	144
Figure 4.11 : Aperçu au microscope des globules de moisissures	145
Figure 4.12 : Relation entre l'humidité du mélange et de la durabilité des granules produites – comparaison avec des mélanges de résineux	146
Figure 4.13 : Relation entre l'humidité des granules et leur durabilité – comparaison avec des pailles fourragères contenant des protéines, des lipides et des cires	147

Figure 4.14 : Suintement de liquide à la surface de certaines granules à l'entrée des canaux de compression, dans les 15 secondes et après aspiration du mélange en sciure.....	151
Figure 4.15 : Balayage par rayon X radial-tangentiel de 10 granules provenant d'un essai.....	152
Figure 4.16 : Balayage par rayon X radial-tangentiel des granules: profil moyen calculé pour quelques essais.....	153
Figure 4.17 : Balayage par rayon X radial-tangentiel d'une granule avant et après humectage	155
Figure 4.18 : Aperçu de la forme prise généralement aux extrémités des granules – la rangée inférieure est la forme de l'extrémité visible des granules sortant de la filière.....	155

LISTE DES ACRONYMES

AGDEX	Système de catalogage et de classement des informations agricoles
APG2	Angiosperms Phylogeny Group - classification botanique des plantes à fleurs
ANOVA	ANalysis Of Variance – Analyse de la variance
ARA	Ports d’Amsterdam, de Rotterdam et d’Anvers
CETIOM	Centre Technique Interprofessionnel des Oléagineux Métropolitains France
CFNO	Coopérative Forestière du Nord-Ouest
CHNS	Carbone, Hydrogène, Azote, Soufre (instrument de mesures des teneurs)
CIF	Cost Insurance Freight – Prix de vente des granules livrées au port de destination, sans le déchargement
CPVQ	Conseil des Productions Végétales du Québec
CTRI	Centre Technologique sur les Résidus Industriels, à Rouyn-Noranda
HTC	Hydro Thermal Carbonization - torréfaction humide (hydrochar)
HR	Humidité Relative de l’air, en % par rapport à la saturation
IEC	International Electrotechnical Commission
IHM	Interface Homme-Machine
ITERG	Institut des corps gras, à Pressac - France
MDF	Medium Density FiberBoard - panneau de fibres à densité moyenne
OSB	Oriented Strand Board - panneau à lamelles orientées
PAC	Nom commercial du logiciel de programmation de l'automate de OPTO Inc.
PCI	Pouvoir Calorifique Inférieur

PCS	Pouvoir Calorifique Supérieur
PDI	Pellet Durability Index
PID	Piping and Instrumentation Diagram
PL	Lipides d'interfaces
SECTOR	Solid sustainable Energy Carriers from biomass by means of TORrefaction
TAG	Tri-Acyl-Glycérols

RÉSUMÉ

Depuis quelques années, le Canada et les États-Unis sont devenus les principaux exportateurs vers l'Europe de granules de bois comme combustibles solides. La compression du bois en petits cylindres combustibles facilite sa manutention et diminue son coût de transport au volume, ainsi les centrales thermiques bénéficient d'un prix compétitif après son transport sur une longue distance. Quant à la région d'Abitibi-Témiscamingue, le bouleau à papier est généralement délaissé faute d'application intéressante par les industriels locaux.

Notre objectif principal est de valoriser le bois de bouleau blanc **en granules de qualité** avec un **pouvoir calorifique** amélioré par un **additif végétal** pour le rendre plus attractif. Notre additif retenu est la graine de canola (oléo-protéagineuses), cultivée en région. Le travail de recherche consiste à déterminer les conditions de granulation les plus appropriées. Notre but est de développer des granules qui respectent les principaux critères de qualité des normes américaines et européennes. Pour cela, nous avons défini deux étapes, l'une d'ingénierie et l'autre de recherche proprement dite :

- doter une petite granuleuse commerciale (50-90kg/h 5,5kW) de l'instrumentation nécessaire pour suivre les principaux facteurs d'opérations (températures, fluctuations de puissance, ...),
- optimiser, selon un plan d'expérience de mélange, la qualité des granules énergétiques en fonction de l'humidité de la sciure et de la teneur en graines de canola pour deux débits d'alimentation équivalant à deux temps de séjour différents dans la filière.

Les résultats de travaux indiquent qu'il est possible d'obtenir des granules de qualité avec une résistance à l'abrasion satisfaisante et un pouvoir calorifique supérieur d'environ 10% par rapport à celui du bois de bouleau blanc. Cependant, la teneur observée en eau des granules est d'environ 10%, seuil limite de la plupart des normes de qualité. Le mélange optimum est aux alentours de 16% de graines et 16% d'humidité (base humide) pour un ratio de compression $L_{matrice}/D_{granule}$ égale à 8. La cohésion de ce mélange en granule est effectivement possible grâce aux protéines de la graine de canola. L'effet de liant des protéines contrebalancent l'effet anti-adhérent des lipides de l'huile contenus dans la graine. Avant tout il faut veiller à ce que la taille des particules de la sciure soit suffisamment grande pour favoriser la rotation des rouleaux sur la filière.

INTRODUCTION

De l'arbre aux granules

Les changements climatiques, le besoin d'un approvisionnement sûr en énergie et les prix volatils des énergies fossiles favorisent sans précédent l'emploi de la biomasse comme énergie thermique alternative (Berner 2003). Il faut s'attendre avec le développement à maturité des biocarburants de 2e génération à une forte augmentation de la demande en biomasse. Cependant, cette demande émane de pays de l'Europe ou d'Asie (Corée du Sud, Japon...). Or les principales sources disponibles de biomasse sont localisées aux États-Unis, au Canada ou au Brésil. Un des enjeux est alors de déployer les solutions adéquates de transport de biomasse sur de longues distances, qui devront être viables à la fois sur le plan économique et environnemental.

Depuis que les différentes instances européennes veulent réduire les gaz à effet de serre, la granule de bois est devenue un combustible de choix pour les énergéticiens exploitant des centrales thermiques à charbon. La co-combustion biomasse-charbon est une solution simple à mettre en œuvre pour abaisser son quota de CO₂ fossile et les modifications à apporter à la chaudière sont relativement peu coûteuses (Baxter 2005). Puis le bois est une source renouvelable et à effet de serre neutre sur du long terme, c'est-à-dire qui ne contribue pas à la croissance du bilan global en carbone au niveau de la biosphère. L'énergie renfermée dans le bois provient simplement de la conversion par photosynthèse de l'énergie solaire en liaisons chimiques entre des atomes de C, H, O pour former finalement des sucres complexes de la famille des oses.

Depuis quelques années (2008 - 2010), le Canada est devenu un des principaux exportateurs de bois comme biocombustible pour l'Europe, notamment sous forme de

granule (Sikkema, Steiner et *al.* 2011). La granule de bois est typiquement un petit cylindre de sciure de bois de 6 à 12 mm de diamètre, compressée à chaud (80-100°C) et en principe sans ajout de liant. Seules la lignine et les résines présentes naturellement dans le bois assurent la cohésion de la granule.

Les granules de bois s'imposent de plus en plus comme combustibles de choix. La production mondiale est passée de 1,7 million de tonnes en 2001 à 25,5 millions de tonnes en 2014 (Hawkins Wright 2014). Quant au marché européen, Sikkema, Steiner et *al.* (2011) estiment à 10 millions de tonnes de granules produites en 2009 par environ 650 usines. Pour 2020, la forte demande de la part des pays de l'Asie de l'Est pourrait faire monter la consommation comprise entre 105 et 305 millions de tonnes (Goh, Junginger et *al.* 2013).

Pourquoi granuler ?

Souvent les procédés industriels rencontrent des problèmes liés aux traitements des matières solides, surtout pour les pulvérulents. Ils sont dus à des difficultés d'hétérogénéité dans la composition, de densité trop faible, d'un risque accru d'inflammabilité, d'une distribution granulométrique trop large et/ou trop fine, d'effritement ou d'agglomération pour former des fragments par exemple. Les étapes classiques de procédés sur les poudres comme le dosage, la manutention, l'opération de mélange, sont alors rendues plus complexe à maîtriser.

Pour pallier ces problèmes, l'idée est de diviser puis regrouper les matières solides pour former des granules. Sous forme de granules, le produit devient alors plus coulant, il réduit le risque de production de fines poudres générant une pollution de l'air ou des pertes. Il permet un remplissage plus homogène de silo ou de gros sac tout en réduisant le volume apparent par rapport à une poudre foisonnée. C'est ainsi que la granulation concerne de nombreux produits: fourrage pour l'alimentation animale, bois pour les chaudières automatiques, poudres chimiques des secteurs de la cosmétique et de la pharmaceutique, des granulats de plastique, etc.

La figure 0.1 présente un schéma d'un procédé typique de préparation de granules biocombustibles.

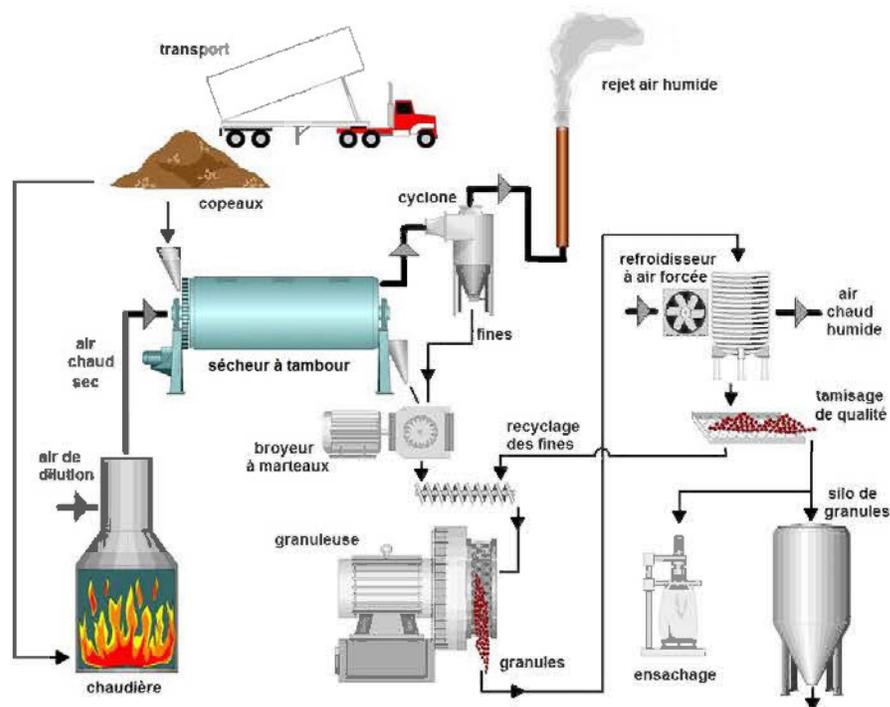


Figure 0.1 : Schéma d'un procédé typique de granulation (Mani, Sokhansanj et *al.* 2006)

Pour une tonne de granules de pin, Yancey, Tumuluru et *al.* (2013) ont estimé qu'il faut consacrer 1220 MJ au séchoir (~65 % de l'énergie consommée par l'usine), 490 MJ (~26%) au broyage et 180 MJ (~9%) pour la granulation. Pour comparaison, le pouvoir calorifique inférieur d'une tonne de granules est d'environ 18000 MJ, donnant un taux de retour énergétique dans l'usine d'un facteur de 9 (ou 32 MJ de disponibles pour 3,6 MJ ou 1 kWh consommés à l'usine). Des analyses de cycle de vie ont été réalisées sur l'exportation des granules de la Colombie-Britannique vers les ports d'Europe (Magelli, Boucher et al. 2009, Pa, Craven et al. 2012). L'usine de granulation et le transport par bateau sont les plus importants postes de dépenses énergétiques: par tonne de granules, il faut 900 MJ de travaux en forêt, 840 MJ pour

le débitage, 1750 MJ à l'usine de granulation, 20 MJ pour la manutention aux ports et 2900 MJ consacrés au transport par bateau, par camion et par train. Sur un total de 6400 MJ dépensés, 4200 MJ ne sont pas de l'énergie renouvelable (carburant pour moteur diesel, etc.). Et entre 280 kg à 450 kg de CO₂ sont émis pour le séchage des copeaux et durant le transport par bateau.

Le bois en granules facilite la manutention et l'expédition en vrac par bateau cargo d'une masse importante. Cela se traduit par des coûts de transport réduits par rapport à ceux des copeaux, laissant ainsi une meilleure marge de profitabilité. Pour les énergéticiens, il est intéressant d'établir les coûts de transport par rapport à sa densité énergétique massique ou volumique, et éventuellement par unité de distance et par mode de transport.

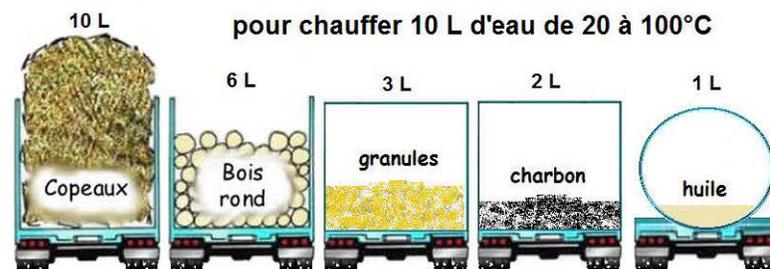


Figure 0.2 : Volume de combustible équivalent pour faire bouillir 10 L d'eau. Dessin adapté de Nilsson (1983).

Les granules de bois étant devenues un commerce international, il existe des plateformes privées d'échanges commerciaux établissant des prix entre l'offre et la demande. L'évolution des prix pour les trois principales plateformes d'échanges est présentée à la figure 0.3. Selon Junginger, Van Dam et *al.* (2011), le principal obstacle au commerce international des granules biocombustibles est le manque d'infrastructures logistiques des ports et les risques importants d'incendie (ils citent l'obtention difficile des permis de stockage de granules au port de Rotterdam).

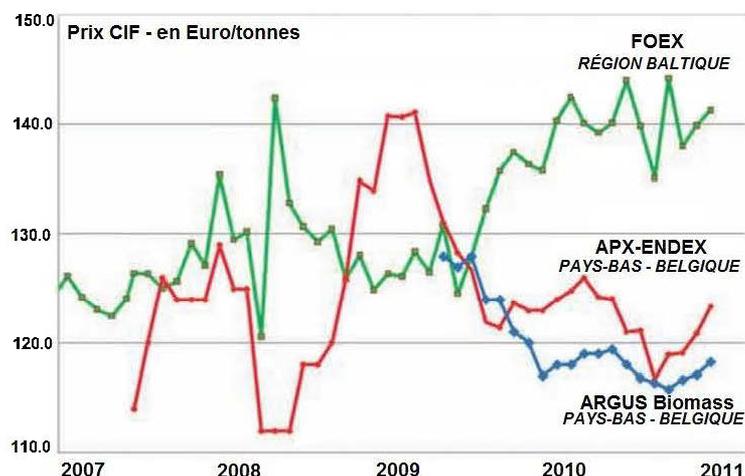


Figure 0.3 : Évolution des prix des granules biocombustibles sur 3 principales plateformes d'échanges commerciaux (Sikkema, Steiner et *al.* 2011).

Afin d'améliorer son coût de transport par une augmentation de sa densité énergétique, plusieurs groupes de recherche étudient depuis quelques années la possibilité de torréfier le bois avant de densifier. Ce bois torréfié par la voie sèche, a pour principal attrait d'être assez comparable au charbon bien que sa densité calorifique reste moindre (granules de bois sec : 8-11 GJ/m³, de bois torréfié: 12-19 GJ/m³, de charbon 18-24 GJ/m³). Cependant, ces groupes de recherche et plus particulièrement le consortium européen SECTOR, cherchent à mesurer à grande échelle la pertinence économique de torréfier le bois du fait que c'est une transformation supplémentaire qui est relativement énergivore par rapport aux étapes de séchage, de broyage ou de granulation. Mais pour Stelte, Sanadi et *al.* (2012), la torréfaction par voie sèche pourrait assurer son salut par la demande croissante annoncée en granules de bois dans un futur proche selon plusieurs études de marché. Puis comme la quantité de bois disponible est limitée, les recherches se tournent également vers la production de granules torréfiés à base de résidus agricoles comme la paille de blé par exemple.

Un procédé concurrent de la torréfaction par voie sèche est la carbonisation hydrothermique (HydroThermal Carbonization ou HTC) ou analogue à la torréfaction, mais par voie humide (Reza, Uddin *et al.* 2014). La compagnie Zilkha Biomass Energy (É.-U.) effectue à l'échelle industrielle depuis 2010 la torréfaction par voie humide avant la granulation (40 000 tonnes de granules noirs par an).

Contexte

La genèse du travail présenté dans ce mémoire est d'offrir une nouvelle alternative à la torréfaction du bois en employant des ressources régionales comme le bouleau à papier et les graines de canola. Le bouleau à papier est actuellement une essence sous-utilisée en Abitibi et la graine de canola, destinée à améliorer le pouvoir calorifique des granules, est un produit disponible et cultivé régulièrement en région.

Objectif et hypothèse

L'objectif général est de chercher à produire de façon **optimale** des granules **de qualité** faites à partir **de bouleau blanc** et **de graines de canola**. Notre travail consiste à mettre en évidence les paramètres de granulation et de la préparation en amont susceptibles d'affecter la qualité des granules formulées.

Nous ciblons la production d'une granule dont le pouvoir calorifique supérieur est augmenté de 10% par rapport à une granule composée seulement de bouleau blanc. Cette amélioration du pouvoir calorifique n'est envisageable que par la densité énergétique élevée de l'huile apportée par les graines de canola.

Pour ce travail, nous posons l'hypothèse que durant le processus de granulation il y a la création d'une synergie bénéfique entre la lignine du bois et les protéines des graines afin de faire contrepoids à l'effet néfaste de l'huile sur les propriétés mécaniques des granules.

Par souci de limiter le volume de sciure à préparer et le nombre d'essais pour bien cerner les conditions opératoires donnant une granule de qualité, nous avons fixé deux facteurs du plan d'expérience suite à des essais de comparaison : soit la vitesse de rotation de la filière et la distribution granulométrique.

Pour atteindre cet objectif général, nous avons :

1. assemblé des instruments de mesure et de contrôle sur une petite granuleuse commerciale,
2. comparé deux vitesses de rotation du moteur de la granuleuse,
3. comparé deux distributions granulométriques du mélange à granuler,
4. suivi un plan d'expérience pour mélange pour définir les conditions opératoires de granulation les plus appropriées.

Après avoir déterminé les conditions optimales de granulation, nous avons estimé l'effet de la présence des protéines de la graine par rapport à son huile.

Dans le chapitre 1, nous dressons des portraits détaillés du bouleau à papier et du canola avant d'aborder la granulation. Nous présentons également les informations pertinentes concernant le procédé de granulation. Nous terminerons ce chapitre en précisant les principales spécifications normalisées sur la qualité des granules.

Le chapitre 2 présente la transformation de la granuleuse commerciale en un banc de granulation de laboratoire. Il s'agit d'apporter des modifications techniques et de concevoir l'instrumentation pour pouvoir enregistrer au fil de l'eau les paramètres de granulation.

Le chapitre 3 décrit le déroulement d'un essai de granulation et les méthodes de caractérisations réalisées sur les granules. Le plan d'expérience pour mélange convenu et les outils statistiques d'analyses sont aussi détaillés dans ce chapitre.

Le dernier chapitre présente les principaux résultats de ce travail. On présente d'abord les résultats d'une comparaison de production pour deux vitesses de rotation du moteur de la granuleuse et pour deux distributions granulométriques. Ensuite suivent les résultats du plan d'expérience et leurs analyses statistiques. L'effet des protéines dans les essais de granulation réalisés avec des graines est comparé à celles réalisées avec de l'huile seulement. Finalement, on présente les propriétés physiques des granules obtenues notamment la variation de densité à l'intérieur de la granule.

En conclusion, nous faisons ressortir les points saillants à retenir de nos essais afin d'envisager dans l'expectative de produire à l'échelle industrielle.

CHAPITRE 1

ÉTAT DES CONNAISSANCES

1.1 Le bois

1.1.1 Généralité

Le bois est très apprécié depuis des milliers d'années pour ses propriétés mécaniques et comme combustible. Son utilisation est très importante. En 2000, elle est estimée à près à 1 m³/an/ha de forêt ou 3,3 milliards de tonnes de bois récolté dont 50 à 60%, sont consommées comme source d'énergie (Fenning et Gershenzon 2002).

Le bois est un matériau poreux qui est classé dans l'un des deux groupes par leur structure anatomique, les résineux ou les feuillus. Pour transporter les liquides, les bois résineux possèdent des trachéides, conduits mesurant quelques millimètres de longueur avec un diamètre de l'ordre de quelques micromètres. Les bois résineux sont les conifères ou gymnospermes (graine à l'extérieure de l'ovaire de la fleur) et leurs feuilles sont en forme d'aiguilles qui ne tombent pas l'hiver, sauf pour quelques exceptions comme le mélèze. L'autre groupe, les feuillus ou angiospermes (graine dans l'ovaire de la fleur) sont des bois qui présentent des vaisseaux mesurant plusieurs mètres avec un diamètre atteignant les centaines de micromètres, pouvant être facilement visibles à l'œil nu. Les feuilles des feuillus sont développées et larges, et meurent à l'arrivée de l'hiver.

Le bois provenant d'un feuillu ou d'un résineux est constitué de fibres lignocellulosiques, fibres elles-mêmes constituées de cellules principalement allongées et creuses. Leur morphologie diffère : par exemple la longueur des fibres est de l'ordre de 1 mm en moyenne pour les feuillus contre 3 mm chez les résineux

(Jodin 1994), d'où l'intérêt d'utiliser les résineux pour la fabrication du papier, car les fibres longues améliorent la résistance du papier.

Ces cellules de bois sont constituées en moyenne de 40 à 50% de celluloses, de 25 à 40% d'hémicelluloses, et de 20 à 35% de lignine (Natterer, Sandoz et *al.* 2004). En faibles proportions, le bois et l'écorce renferment généralement des extractibles, ainsi que des sels minéraux. La figure 1.1 décrit les constituants du bois et leur structure de type fibrille.

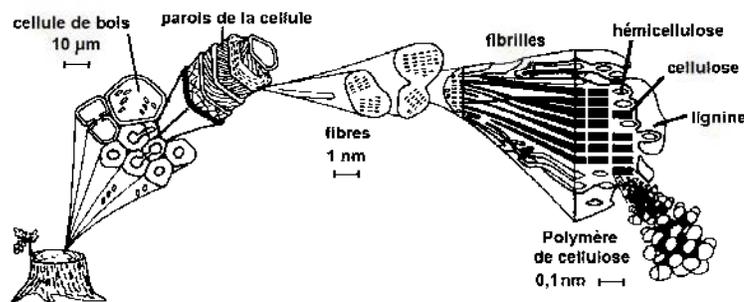


Figure 1.1 : Schéma détaillant la structure anatomique du bois (Hoffmann, Jones et *al.* 1990).

La fibre de bois peut être représentée comme un multi-matériau ou un composite multicouche. La multicouche est formée de lignine, de cellulose et d'hémicellulose. La lignine est un composé plutôt malléable jouant le rôle de liant, très présente entre les cellules de bois. La cellulose est un homopolymère structuré qui confère de la rigidité aux fibres et au bois à grande échelle. Quant à l'hémicellulose, un hétéropolymère, il agit comme interface de contact entre la cellulose, un polymère hydrophile et la lignine, de nature hydrophobe. L'hémicellulose participe avec la lignine au maintien de l'intégrité des cellules de bois (USDA 2010). Nous pouvons rapprocher le rôle de l'hémicellulose à celui du sable dans le béton, jouant l'agent de liaison ou de transfert mécanique entre le liant, le ciment (analogie avec la lignine) et les éléments de structure, le gravier (équivalent à la cellulose). Par sa capacité à absorber l'eau du fait de sa structure macromoléculaire en forme de branches

enchevêtrées, l'hémicellulose serait à l'origine des comportements plastique et élastique des fibres. La cohésion en multicouche cellulose – hémicellulose – lignine des fibres et des cellules de bois est obtenue grâce à différentes liaisons moléculaires: de Van der Waals, covalentes, entre groupements ester-éther (entre la lignine et l'hémicellulose en particulier).

1.1.2 Formation du bois

Les trois principaux composants élémentaires, cellulose, hémicellulose et lignine, formant le matériau lignocellulosique, renferment en moyenne environ 50% en masse de carbone, 43% d'oxygène, 6% d'hydrogène, de l'azote et des minéraux comme la silice, le potassium, le calcium, le magnésium et en état de traces (<0,1 g/kg) du phosphore, des métaux et du sodium (Browning 1975).

La cellulose, composé majoritaire identifié en 1838 par Anselm Payen, est un polymère linéaire avec un degré de polymérisation variant de 100 à 14000 monomères, dont le monomère est essentiellement le glucose. Il peut contenir parfois en faibles quantités d'autres sucres comme la xylose, le galactose ou l'arabinose. Sa forme linéaire ressemble à une hélice et permet de s'arranger entre elles parallèlement sur la longueur pour constituer des rubans. À leur tour ses rubans vont se regrouper pour donner des microcristallines. Par la suite, les microcristallines de glucose vont s'assembler en des microfibrilles qui donneront à plus grande échelle des fibres. Ces fibres, à leur tour, vont constituer la paroi cellulaire des fibres de bois, majoritairement sous un arrangement moléculaire cristallin. La figure 1.2 est un exemple d'illustration proposé par Lerouxel, Cavalier et *al.* (2006) sur l'organisation de l'assemblage à l'échelle moléculaire des microcristallines de cellulose.

Les fibres de celluloses ont la propriété d'être insolubles dans les solutions aqueuses ou solvants aqueux, en plus d'être assez résistantes aux dégradations chimiques pour des températures assez élevées (>200°C).

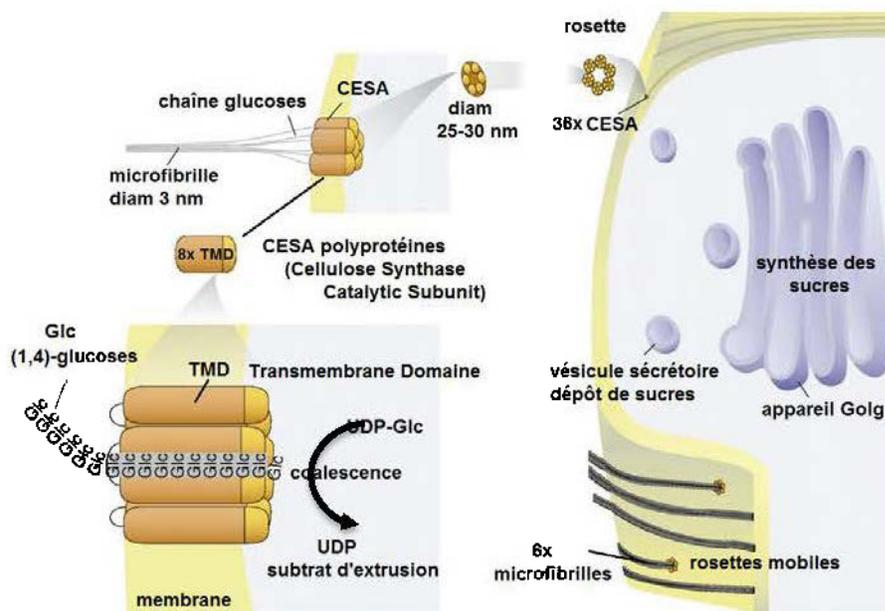


Figure 1.2 : Biosynthèse et tissage moléculaire de microfibrilles de cellulose (Lerouxel, Cavalier et *al.* 2006)

L'hémicellulose est un polysaccharide possédant de nombreuses ramifications ou une structure fortement branchée par rapport à la cellulose. Il est constitué de plusieurs types de monomères de la catégorie des pentoses (xylose, arabinose, etc.) et des hexoses (glucose, mannose, galactose.). L'hémicellulose des feuillus est riche en xylose et glucose tandis que chez les résineux, le polymère contient plus d'hexoses (McMillan 1994, Scheller et Ulvskov 2010). Au regard de la structure fortement branchée de l'hémicellulose, cette qualité rend l'ensemble amorphe et permet l'immixtion de la lignine. On rencontre parfois le terme holocellulose qui suite à une opération d'extraction chimique, représente le mélange récupéré de la cellulose et l'hémicellulose (Rabemanolontsoa et Saka 2012).

La lignine est un mélange de polymères tridimensionnels variés avec des masses moléculaires élevées. Il est surtout formé aléatoirement par polycondensation de trois

monomères, des alcools phénylpropénoïques (Figure 1.3): l'alcool coumarylique, l'alcool sinapylique et l'alcool coniférylique (ou guaiacylique). En plus de son rôle de liant à l'extérieur des fibres, la lignine aide à résister à l'agression biologique extérieure en constituant une barrière physique par ses propriétés hydrophobes et une barrière chimique par ses actions antioxydantes grâce aux radicaux phényles et méthoxyles présents (-OCH₃ des alcools coniférylique et sinapylique). La composition de la lignine diffère comme pour l'hémicellulose, entre les feuillus et les résineux: la lignine de feuillus comporte trois fois plus de composés sinapyl que de composés moléculaires coniféryl, tandis que dans les résineux, il y a autant de composés moléculaires coniféryl que sinapyl (ou syringyl) (Pettersen 1984, Hatakeyama et Hatakeyama 2010).



Figure 1.3 : Les principales molécules composant la lignine: alcool p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Hatakeyama et Hatakeyama 2010).

Les extractibles sont des composants organiques extraits du bois en réalisant une simple opération d'extraction par de l'eau ou d'autres solvants (acétone, alcool, etc.). La teneur en extractibles est fonction de l'essence, du cycle de croissance de l'arbre, de la période de l'année, etc. Les extractibles regroupent des composés forts divers (Pettersen 1984). Il peut être associé à un cocktail combinant des huiles essentielles, des tannins, des résines ou des corps gras. Ces différents composés ne participent pas à la structure du bois, mais par contre lui confèrent par exemple une coloration, une odeur, une défense biologique (fongicide, insecticide, etc.) et ils sont responsables du caractère hydrophobe ou de son inflammabilité. Les proportions des principaux constituants, celluloses, hémicelluloses et lignine, sont assez variables en fonction de l'essence du bois, d'après le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Composition massique (% , base sèche) en principaux constituants chimiques de feuillus et de résineux (Sjostrom 1993, USDA 2010)

Constituant	Feuillus	Résineux
Cellulose	38-50	39-45
Hémicellulose	19-26	7-15
Lignine	22-30	26-34
Extractibles	2-4	2-4

Les éléments minéraux, qui représentent environ de 0,5 à 2 % (base sèche – taux de cendre à 500°C) de la masse du bois (Misra, Ragland et al. 1993) ont un rôle essentiel dans la vie de l'arbre. Ils interviennent dans les différents mécanismes biologiques, telles que la photosynthèse (cations des molécules de chlorophylle) et la respiration (Kramer et Kozlowski 1979). Parmi les minéraux, l'oxyde de calcium (CaO) est le plus présent (Alakangas 2005, Vassilev, Baxter et al. 2010). L'écorce est généralement la partie de l'arbre la plus riche en minéraux (Vassilev, Baxter et al. 2012).

La lignine joue un rôle clé dans le processus de densification, par son action de lubrification une fois chaude (Melcion 1995, Payne 2009) et de ciment entre particules de bois après refroidissement (Granada, González et al. 2002, Mani, Tabil et al. 2006). Ainsi, nous présentons dans le tableau 1.2 pour différentes essences de bois, leur masse volumique à 12% d'humidité et leur teneur en lignine.

La teneur en lignine plus importante présente dans les résineux explique pourquoi la granulation est moins contraignante qu'avec les feuillus. Elle permet de granuler avec une plus faible compression ou une filière plus courte. Stelte, Holm et al. (2011) ont observé que la température de transition vitreuse, en comprimant de 50 à 600 MPa de la sciure en une pastille, est aux alentours de 100°C pour le hêtre commun et de 70°C pour l'épicéa commun ou l'épinette. Demirbaş (2001) a constaté

une relation linéaire entre la teneur de lignine de six essences et leur pouvoir calorifique.

Tableau 1.2 : Teneur en lignine et masse volumique pour différents feuillus et résineux (Sjostrom 1993, USDA 2010)

Essence	Teneur en lignine		Masse volumique à 12% d'humidité - kg/m ³
	% _{mass.}	base sèche	
Hêtre	17		720
Bouleau blanc	17-21		640
Pin sylvestre	27		525
Épinette commune	24		450

Bien que la vraie masse volumique de la cellulose, hémicellulose, lignine (sans le volume des pores et des cavités) soit de l'ordre de 1500 kg/m³ (Hill et Papadopoulos 2001), la masse volumique apparente du bois (volume des pores et des cavités compris) varie entre 330 à 600 kg/m³ (Saranpää 2009). Cet écart atteste que le bois comporte une forte proportion d'espaces vides. Le dernier aspect concernant la masse volumique est sa résistance mécanique: généralement les essences les plus solides ont une masse volumique plus élevée. Ces essences, plus rigides, présentent une structure plus dense du fait de la quantité plus importante de parois cellulaires trouvées par unité de volume, mais aussi de gommés et de résines qui contribuent peu à la résistance mécanique (USDA 2010).

Le dernier constituant important dans le bois est l'eau. L'eau dans le bois peut être sous deux formes: l'eau libre bloquée dans les pores du bois, facilement mobile par diffusion physique (eau appelée aussi d'imbibition ou capillaire) et l'eau liée avec les constituants du bois (Rowell 2012). L'eau absorbée regroupe l'eau de structure ou de constitution (atomes d'hydrogène et de groupes hydroxyles de la cellulose pouvant se regrouper par chauffage pour former l'eau) et l'eau adsorbée ou en une couche

moléculaire (molécules d'eau maintenues par la cellulose par des faibles liaisons hydrogène et liaisons électrostatiques) (Armstrong 2009). L'eau libre s'évapore facilement, de l'état vert ou après abattage, jusqu'au point de Saturation des Fibres (PSF). Ce point de saturation est généralement vers 30%. À ce taux d'humidité de saturation, la faible concentration en eau libre dans les pores ou cavités du bois crée un déséquilibre suffisant pour amorcer la diffusion de l'eau absorbée. Cette diffusion va provoquer un rétrécissement en volume du bois ou selon le terme générique, son retrait (USDA 2010). Le bois sèche naturellement jusqu'à un taux d'humidité de l'ordre de 12-15%. Pour descendre plus bas, il faudra placer le bois dans des sècheurs pour le soumettre à des conditions de séchage particulières en température ou en pression.

1.2 Le bouleau blanc

1.2.1 Généralité

Le bouleau blanc (*Betula Papyrifera* Marsh), aussi appelé communément bouleau à papier ou bouleau argenté, est une variété du genre *Betula* qui pousse dans toutes les régions du Canada. Dans l'Est du Canada, le bouleau blanc pousse souvent parmi d'autres essences comme le peuplier faux-tremble, les érables, les épinettes ou le pin gris (Duchesne 2005).

Pour sa croissance, le bouleau blanc a besoin de lumière et il est intolérant à l'ombre. Il est considéré comme une essence de taille moyenne, atteignant généralement 25 m de haut avec un tronc de 40 cm de diamètre. L'arbre a une croissance rapide, avec un tronc mesurant 20-25 cm de diamètre après 30 ans, mais sa croissance ralentit avec l'âge. Il devient mature vers 60-70 ans et son écorce se détache alors facilement en longues bandes. Il peut vivre jusqu'à 120 ans et bien plus. Son tronc est élancé et est souvent cambré. Sur des sites propices à la croissance de l'essence, il est possible d'avoir un volume compris entre 230 à 270 m³/ha de bouleau blanc, autrement au moins de 100 à 185 m³/ha (Safford, Bjorkbom et al. 1990).

L'industrie forestière considère le bouleau à papier comme une ressource abondante au Québec, même nuisible dans certaines régions et pour cause, le diamètre du tronc est considéré comme trop petit pour de nombreuses applications commerciales.

Le bois de bouleau blanc se façonne bien et est facile à coller et à finir. Les meubles, armoires et une multitude de produits sont fabriqués à partir du bois de bouleau blanc (Duchesne 2005). Il peut être utilisé sous forme de copeaux à la production des panneaux reconstitués (panneaux MDF, de particules et OSB).

Les différentes parties de l'écorce, interne et externe, présentent une grande variation sur le plan anatomique traduisant des propriétés physiques et mécaniques très différentes. L'écorce interne (phelloderme ou liber) est distincte de l'écorce de surface (rhytidome) du fait qu'elle est vivante et sa masse volumique est nettement plus élevée (1000 kg/m^3) que l'écorce de surface (600 kg/m^3) (Pedieu 2008). Par ailleurs, la composition chimique pauvre en cellulose de l'écorce externe la rend cassante sous l'action de la moindre sollicitation mécanique (Fengel et Wegener 1983, Pedieu, Riedl et al. 2008, Pedieu, Riedl et al. 2009). La présence importante de composants gras hydrophobes (bétuline et subérine: mélange de poly-aliphatiques et polyphénols), jusqu'à 40% de sa masse dans l'écorce (Krasutsky 2006), rend la surface difficile à mouiller (Cordeiro, Aurenty et al. 1997). Ces composants gras sont parfois source de problèmes pour la bonne adhésion de certaines colles ajoutées lors de la fabrication de panneaux de particules. Par contre, les composants gras hydrophobes sont peu présents dans le tronc, sous l'écorce (Pedieu, Riedl et al. 2008).

1.2.2 Composition chimique du bouleau blanc

Une compilation des données disponibles sur la composition chimique du bois de bouleau blanc est résumée au tableau 1.3.

Tableau 1.3 : Propriétés chimiques du bois de bouleau blanc (Springer et Zoch 1968, Sjostrom 1993).

Composant	Proportion (%)
Lignine	17,1-21,04
Holocellulose	79,3-80,6
α -cellulose	39,4-41,2
Hémicellulose	27,25
Polysaccharides :	70
Mannose	1,4-2,7
Xylose	22,7-29,7
Glucose	43,6-44,0
Autres sucres	3,4
Pentoses	22,0-22,6
Groupe acétyle	4,94
Groupe méthoxyle	5,93
Taux de cendres	0,29-0,35
Teneur en extractibles	4,6
Solubilité dans :	
Alcool-Benzène	0,09-2,80
NaOH à 1%	17,6-2,80
Eau chaude	2,7
Eau froide	2,0

1.2.3 Propriétés mécaniques

Globalement le bouleau blanc convient pour des sollicitations mécaniques moyennes. En comparant les propriétés mécaniques du bouleau blanc à d'autres essences commerciales feuillues, ses propriétés se situent dans la moyenne (Tableau 1.4). Toutefois, le bouleau a l'avantage d'être résistant au choc et d'absorber une déformation importante avant rupture, ce qui lui confère d'être un bois de choix dans

la production d'emballage, de caisses et de palettes de manutention (Hyvarinen 1968). Par contre, sa dureté n'est pas suffisante pour produire du bois de plancher (Nicholls 2002).

Tableau 1.4 : Comparaison des propriétés mécaniques du bouleau blanc à celles d'autres essences feuillues (Jessome 1977, USDA 2010)

Propriétés / Essences	Bouleau blanc	Peuplier faux-tremble	Bouleau jaune	Frêne blanc
Masse volumique anhydre (kg/m ³)	571	408	608	613
Flexion statique :				
Module d'élasticité (GPa)	12,9	11,2	14,1	12,8
Module de rupture (MPa)	94,8	67,5	106,2	107,9
Compression parallèle :				
Module d'élasticité (GPa)	13,4	12,7	15,2	13,5
Contrainte maximale (GPa)	44,7	36,3	52,1	49,7
Compression perpendiculaire (MPa)	6,9	3,5	7,2	10,0
Énergie de déformation (kJ/m ³)	1,43	0,71	1,43	1,58
Dureté Janka à 12% d'humidité (N)	4320	2140	5920	7050

1.2.4 Propriétés physiques

1.2.4.1 Masse volumique et teneur en humidité

La masse volumique du bouleau blanc est d'environ 640 kg/m³ à 12% d'humidité. Elle se situe dans la moyenne des autres essences feuillues indigènes de l'Est du Canada. Le tableau 1.5 présente une comparaison entre les valeurs de la masse volumique du bouleau blanc et d'autres essences de l'Est du Canada.

Tableau 1.5 : Comparaison de la masse volumique (kg/m^3) du bouleau blanc à celles d'autres essences à différentes teneurs en humidité (Jessome 1977, Miles et Smith 2009, USDA 2010)

Essence	État vert (basale)	Sec à l'air (12% d'humidité)	Anhydre
Bouleau blanc	510	640	590
Peuplier faux-tremble	370	460	420
Bouleau jaune	560	680	650

Le taux d'humidité à l'intérieur du tronc de bouleau après son abattage n'est pas homogène : il est entre 74 et 89 % dans le duramen et 72 % dans l'aubier (Cech et Pfaff 1980, USDA 2010).

1.2.5 Séchage du bouleau blanc

Le bouleau blanc est relativement perméable : il sèche donc rapidement et de façon assez uniforme. Il est également plus facile à sécher que plusieurs autres essences de l'Est du Canada (Tableau 1.6). Sa perméabilité importante permet de le sécher sans grand problème dans des séchoirs à haute vitesse fonctionnant sous vide et/ou à vapeur surchauffée (Duchesne 2005).

1.2.6 Durabilité du bois de bouleau blanc

Le bois de bouleau n'est pas durable ou se préserve mal sans traitement. Par exemple, les piquets de clôture en bouleau blanc non traités sont attaqués après 3,3 années en moyenne dans l'Est du Canada et 8,5 années dans l'Ouest du Canada (Krzyzewski 1980). Dans les conditions propices au développement des caries, le bouleau blanc ne présente qu'une faible résistance. Même vivant, le bouleau blanc est facilement assailli par les champignons de carie. Ces champignons pénètrent par les nœuds des branches cassées et causent des taches noires à l'intérieur du tronc.

Tableau 1.6 : Durée de séchage de quelques essences, de l'état vert à 6% d'humidité (Fortin 1986 adapté par Brière 1992)

Essence	Durée du séchage (en jours) de l'état vert à 6% d'humidité
Bouleau blanc	3 – 5
Peuplier faux-tremble	6 – 10
Bouleau jaune (merisier)	11 – 15
Chêne	16 – 30

1.3 Le canola et sa graine

1.3.1 Généralité

Le canola est primé pour sa graine pouvant donner de l'huile à l'usage alimentaire ou comme biocarburant pour les moteurs diesel. Cette plante herbacée est nommée canola pour "*CAN*adian Oil, *Low Acid*" au Canada et aux É.-U., car la concentration en acide érucique et en glucosinolates a été abaissée par sélection. Les glucosinolates sont des composés soufrés provoquant des dysfonctionnements thyroïdiens. Pour l'alimentation humaine (margarine, huile de salade, etc.), une huile riche en acide érucique dégage une odeur semblable à la peinture. Lorsque l'huile est utilisée pour la friture, cet acide est susceptible de provoquer des problèmes de santé chez l'homme (CETIOM 1996). Par contre, la présence de cet acide ne pose pas de problèmes pour l'industrie des détergents et des lubrifiants ou dans la transformation en biodiesel ou diester (après estérification des acides gras en méthyl-esters). Quant à la teneur en acides gras libres dans la graine, il doit être le plus faible possible pour une commercialisation profitable. Ces acides gras libres sont responsables des odeurs de rances et d'oxydation des corps gras dans les plantes ayant eu trop chaud, circonstance peu probable dans les régions froides comme le Québec (CPVQ 1996).

Le séquençage du génome du canola a été réalisé en intégralité depuis 2014. Son génome a ainsi pu être comparé au chou et à la navette dont le canola est issu par croisement. Son génome est surprenant par le nombre de gènes contenus : 101 000 gènes, à comparer aux 36 000 gènes de la tomate ou de la pomme de terre, ou encore aux 30 000 gènes chez l'homme. Il a été constaté qu'une grande majorité des gènes du canola sont dupliqués. Cette duplication importante suggère un pouvoir de s'adapter et de muter plus facilement en gardant une copie des gènes initiaux (Chalhoub 2014, Chalhoub, Denoeud et *al.* 2014). La classification APG2 du canola est donnée dans le tableau 1.7.

Tableau 1.7 : Classification APG2 du Canola.

Ordre :	Brassicales
Famille :	<i>Brassicaceae</i> ou Brassicacées (anciennement Crucifères: fleurs à 4 pétales en croix)
Genre :	<i>Brassica</i>
Espèce :	<i>Brassica napus</i>
Cultivars :	(de printemps) Westar, Kistina, Cyclone, WW1432, etc.

Il existe deux types de canola ou *Brassica Napus*: le canola de printemps et le canola d'hiver. Le canola de printemps pousse rapidement, entre 100-120 jours, idéal pour les climats ayant 3 à 4 mois sans risque de gel, comme au Québec. Le canola de printemps est semé vers le début de mai, la floraison débute en juillet puis la récolte des graines à lieu au début septembre. Pour le canola d'hiver, il est planté vers la fin août et prend 250 à 300 jours pour pousser, en passant l'hiver en dormance. Le canola d'hiver est principalement planté en Europe.

Le canola est autogame et donne une fleur jaune clair au jaune orange. Sa pollinisation nécessite vent et insectes pour bien s'accomplir. La plante peut s'adapter à tous les types de sols avec une eau de pH d'environ de 6,0. Elle a un besoin

important en eau, mais le sol doit être suffisamment drainé pour ne pas être très humide. Un sol trop humide donne des mauvais rendements en plus d'être propice à l'émergence de maladies touchant le canola (CPVQ 1996). Après sa fertilisation, il faut entre 10 et 12 semaines (ou 85 à 95 jours après le semis) avant de récolter les graines avec une moissonneuse spécifique. Au moment de la récolte, les graines ont une teneur en eau entre 10 à 15%. Le rendement est de l'ordre de 2000 kg/ha en moyenne en 2007 au Québec (Ruel 2010). Ces graines sont alors stockées dans un silo ventilé pour abaisser la teneur à moins de 8% afin d'y être conservées. Les graines sont ensuite soit employées directement comme aliments pour le bétail et les volailles, soit vendues à des négociants ou centrales d'achats pour y être pressées dans une usine de trituration (huilerie). Le prix moyen annuel en 2014 d'une tonne de graines de Canola et ses dérivés est de l'ordre de 532 \$CAN/tonne, 950 \$CAN/tonne pour l'huile et 402 \$CAN/tonne pour le tourteau (CanolaCouncil.org 2015). Son prix est fixé selon l'offre et la demande: la place boursière du canola en Amérique du Nord est à Winnipeg (code agricole AGDEX 140/20).

L'huile est extraite de la graine par trituration et le résidu du pressage, le tourteau, est réservé comme complément protéinique dans la préparation de moulées (granules) pour l'alimentation animale. Il a été établi des normes de classement sur la qualité des graines de canola récoltées (Tableau 1.8).

L'huile des graines de canola est assez difficile à extraire par rapport aux graines de tournesol. Les graines de canola doivent subir différents traitements (dépelliculage, prépressage, cuisson, extraction par solvant, etc.) réduisant ainsi le taux de retour énergétique. Des recherches sont menées pour modifier l'anatomie des graines afin de faciliter l'extraction de l'huile ou des lipides emprisonnés et de supprimer la pellicule noire de cellulose enveloppant l'intérieur jaune (Miquel, Nesi et al. 2011).

Tableau 1.8 : Normes de classification de la qualité des graines entières de canola au Canada. Tableau adapté du Conseil des Productions Végétales du Québec (CPVQ 1996) .

Grade primaire des graines		Canada n°1	Canada n°2	Canada n°3	Déclassé
Condition des graines	mûrissement	bon	assez bon	assez bon	
	couleur	belle	assez belle	assez belle	-
	odeur	bonne	bonne	assez bonne, sans sentir le rance ou le moisi	odeur de détérioration
Quantité de graines surchauffées (intérieure noir ou très brun)		<0,1% des graines	<0,5%	< 2,0%	-
Quantité de graines nettement vertes		<2,0%	<6,0%	<20,0%	-
Quantité totale de mauvaises graines (surchauffée, verte, etc.)		< 3,0%	< 10,0%	<20,0%	-
Propreté - quantité de corps étrangers présents		< 1,0%	< 1,5%	< 2,0%	-

Pour les exploitations polycultures, la culture du canola présente l'avantage d'être une tête de rotation pour différentes cultures, et plus particulièrement pour les céréales. Il est planté en premier dans un nouveau champ ou pour un nouveau cycle

de rotation de cultures afin de réduire les intrants (pesticides, engrais), d'absorber l'azote et de rompre le cycle des mauvaises herbes et des maladies suite à des cultures de céréales (CPVQ 1996). Généralement il faut pratiquer un cycle de 4 ans au minimum entre chaque culture de canola, aux risques de développer des maladies pouvant le toucher (moisissure banche, jambe noire, etc.).

1.3.2 La composition chimique de la graine de canola

La graine est de forme sphérique, relativement dure avec une enveloppe pelliculaire ou tégument de couleur noir composée principalement de cellulose. Cette enveloppe est comme du papier très fin qui renferme l'embryon de la future plante.

Dans la graine de canola récoltée, les lipides et protéines constituent respectivement de 40 à 46% et de 24 à 27% de sa masse, sur base sèche (CPVQ 1996). Un exemple de composition détaillée de la graine est illustré à la figure 1.4. Les graines récoltées peuvent être jaune au brun léger et même noir quand la plante a subi une chaleur excessive au soleil. La teneur en huile est donnée par le tableau 1.9 en fonction de sa couleur.

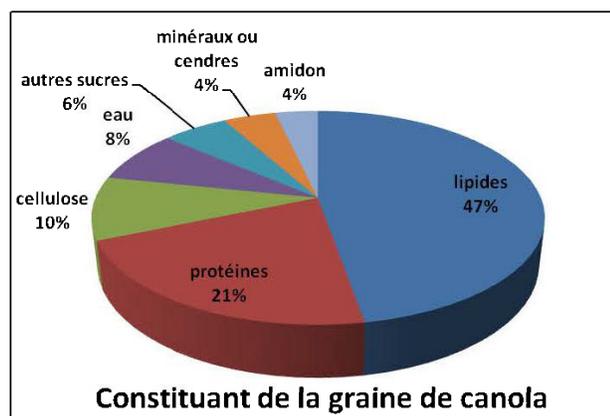


Figure 1.4 : Exemple de composition chimique de la graine de canola, teneur en masse, base sèche (ITERG s.d.)

Tableau 1.9 : Composition dans une graine selon sa couleur intérieure, teneur en base sèche (Downey et Bell 1990)

Couleur intérieure	Quantité d'huile dans le grain	Quantité de protéines dans le tourteau	Quantité de cellulose dans le tourteau
Brun	39,9%	39,3%	13,7%
Jaune brun	42,2%	41,0%	11,5%
Jaune	44,5%	42,1%	8,9%

1.3.3 L'anatomie des graines de canola

Les graines de canola sont surtout composées de cellules dédiées au stockage de lipides qui seront employés comme réserve d'énergie dès la germination de la graine. Les lipides sont regroupés pour former des petits globules lipidiques à l'intérieur d'une cellule, comme organe subcellulaire de stockage nommé oléosome. La cellule peut comporter plusieurs milliers de corps lipidiques d'environ 0,4 à 0,5 µm dont certains peuvent atteindre 2 µm (Katavic, Agrawal et al. 2006). Ces corps gras sont enfermés dans la cellule par une couche de protéines structurales formant une membrane rigide et protectrice contre l'hydrolyse et l'oxydation.

Les principales protéines du canola sont l'albumine napine (50% des protéines), la globuline cruciférine (30%) et des glutélines. Ces protéines sont toutes des protéines de réserve (Gonçalves, Vioque et al. 1997, Wu et Muir 2008) et sont solubles dans l'eau. La napine a la particularité de contenir de nombreux acides aminés soufrés, responsables des liaisons covalentes ou des ponts disulfures (S-S) : ces ponts se rompent vers 60-70°C provoquant la dénaturation ou le dépliage de la protéine napine. Les protéines formant des oléosomes (globules lipidiques) sont des oléosines. Les oléosines sont des protéines structurales et elles agissent comme un

émulsifiant hydrophobe. Ces protéines structurelles constituent jusqu'à 8% en poids des protéines présentes dans la graine.

Tableau 1.10 : Dimensions des globules lipidiques dans la cellule et leur composition (Tzen, Cao et *al.* 1993)

Graine	Canola	Moutarde	Coton	Lin	Maïs	Arachide	Sésame
Diamètre en µm des corps lipidiques	0,65	0,73	0,97	1,34	1,45	1,95	2,00
Constituants en % masse							
Lipides	94,21	94,64	96,99	97,65	97,58	98,17	97,37
Lipides d'interface (PL)	1,97	1,60	1,18	0,90	0,91	0,80	0,57
Protéines	3,46	3,25	1,70	1,34	1,43	0,94	0,59
Acides gras libres	0,36	0,17	0,13	0,11	0,09	0,09	0,13

Manamperi, Chang et *al.* (2010) ont isolé les protéines de la graine de canola et ont mesuré des températures de transition vitreuse comprise entre 40 et 50°C et des températures de fusion ou de dénaturation/dépliage variant entre 100 et 160°C.

Şensöz, Angin et *al.* (2000) et Haykiri-Acma et Yaman (2008) ont réalisé des analyses élémentaires (ultimate analysis) des graines avec un analyseur CHNS et ont pu estimer ensuite son pouvoir calorifique. Leurs résultats sont rapportés dans le tableau 1.11.

Tableau 1.11 : Composition élémentaire des graines de canola, formule chimique empirique et pouvoir calorifique - (a) (Şensöz, Angin et al. 2000, Haykiri-Acma et Yaman 2008)

Élément	C	H	N	O
Composition (a)	52,25%	8,06	3,91	35,78
sur base sèche (b)	41,1%	6,0%	5,1%	47,8%
Formule molaire empirique	C H _{1,85} O _{0,51} N _{0,06}			
Pouvoir calorifique	28,36 MJ/kg			

Le tableau 1.12 donne la composition en acides gras de l'huile et rappelle quelques traits importants en lien avec ces acides gras.

Tableau 1.12 : Composition en lipides de l'huile de canola et température de fusion des lipides (Şensöz, Angin et al. 2000, ITERG)

Nom commun de l'acide gras saturé ou insaturé	Composition massique	Nombre de carbone et de liaison insaturée	Température de fusion corps pur
Oléique	55-62%	C18:1 n-9	4°C
Linoléique	18-22%	C18:2 n-6,-9	-12°C
Linoléinique	8-10%	C18:3 n-3,-6,-9	-11°C
Palmitique	1-5%	C16:0	63,0°C
Stéarique	1-2%	C18:0	69,6°C
Gadoléique	1-2%	C20:1 n-11	23°C
Érucique	< 1%	C22:1 n-9	33,5°C
Arachidique	< 1%	C20:0	76,5°C
Autres	1,5	C12 - C22	-

Les lipides sont essentiellement constitués d'acides oléiques, linoléiques et linoléiques. À température ambiante, la majorité des lipides, pris à l'état pur, sont liquides.

1.3.4 Les propriétés physiques et mécaniques des graines

Le tableau 1.13 propose un exemple de propriétés mesurées sur des graines de deux cultivars de la Turquie.

Tableau 1.13 : Propriétés physiques et mécaniques des graines de canola (Unal, Sincik et *al.* 2009)

Propriétés	Nombre de mesures	Brassica napus Capitol	Brassica napus Samurai
Humidité - base sèche - 130°C	3	8,3 ± 0,4	7,3 ± 0,5
Diamètre - en mm	100	2,46 ± 0,21	2,25 ± 0,26
Diamètre perpendiculaire- en mm	100	1,96 ± 0,10	1,82 ± 0,09
Diamètre géométrique moyen - en mm	100	2,11 ± 0,13	1,96 ± 0,11
Sphéricité - en %	100	86,1 ± 2,2	86,8 ± 1,9
Volume de la graine - en mm ³	100	5,66 ± 1,13	4,45 ± 0,84
Masse de 1000 graines - en g	30	5,04 ± 0,24	4,13 ± 0,19
Masse volumique en vrac - en kg/m ³	20	676,3 ± 17,4	664,8 ± 25,2
Masse volumique particulière en kg/m ³	20	1071 ± 95,7	1083 ± 87,9
Porosité - en %	20	36,6 ± 3,9	38,4 ± 2,9
Force de rupture - en N entre deux disques de compression	20	14,94 ± 2,31	11,71 ± 1,05

1.4 Le pouvoir calorifique des essences du Canada et du bouleau blanc

Il y a deux types de pouvoir calorifique : le pouvoir calorifique supérieur (PCS) et le pouvoir calorifique inférieur (PCI). Les bombes calorimétriques mesurent des PCS et la littérature abonde de ce type de mesure. Le PCI est calculé à partir du PCS en connaissant sa teneur élémentaire en hydrogène. Le PCI est pratique à utiliser dans le sens que l'énergie de condensation de la vapeur d'eau formée n'est pas toujours récupérée par la chaudière.

Le PCS peut être mesuré sur la base d'un échantillon sec ou anhydre, quand l'échantillon a été séché au préalable à l'étuve. Sinon l'échantillon est pris humide et le PCS mesuré est dite sur base humide ou sur sec à l'air.

Singh et Kostecky (1986) ont estimé le PCS moyen sur base sèche pour les principales essences trouvées au Manitoba. Sur la base de quatre essences de feuillus, le PCS mesuré varie de 19,12 à 21,10 MJ/kg sec. Quant aux résineux, mesuré à partir de six essences différentes, la moyenne est entre 18.40 et 20.09 MJ/kg sec. Kryla (1984) a compilé des mesures de pouvoir calorifique de 48 essences du Canada. Le PCS moyen pour le bouleau blanc à l'état sec est de 18,8 MJ/kg. Le tableau 1.14 donne les pouvoirs calorifiques mesurés de quelques essences à l'état vert et à l'état sec. Les pouvoirs calorifiques moyens des différents composants de l'arbre sont reproduits au tableau 1.15.

Les valeurs de pouvoir calorifique massique moyen entre les différentes essences, prises à l'état sec, ne présentent pas de grandes variations. À des fins énergétiques, l'humidité et la densité volumique du bois doivent être considérés à juste titre. L'humidité du bois influence le rendement de combustion des chaudières tandis que la masse volumique a un impact sur le coût de l'énergie transportée (Stevens et Brown 2011). Les essences de bois plutôt dense et se séchant facilement comme le bouleau sont avantageées.

Tableau 1.14 : Pouvoir calorifique supérieur sec de quelques feuillus (Goulet 1985 cité par Brière 1992)

Essence	Humidité après abattage	Pouvoir Calorifique Supérieur- en MJ/kg sec			
		Bois vert	Bois sec	Écorce verte	Écorce sèche
Bouleau blanc	72 %	11,5	22,0	12,5	24,0
Peuplier F.-T.	113 %	7,9	20,8	7,3	19,0
Bouleau jaune	70 %	11,2	21,4	10,2	19,6

Koubaa et Migneault (2012) ont réalisé des essais d'augmentation de la performance énergétique des essences du nord de Québec dont le bouleau blanc. Pour accroître le pouvoir calorifique des essences, il a été retenu comme additif naturel et renouvelable, l'huile de canola. Il est reproduit au tableau 1.16, les mesures du pouvoir calorifique supérieure réalisées sur un calorimètre automatique isopéribolique (voir section 3.3.12) pour différents teneurs d'huile de canola.

Généralement, l'ajout de 1% d'huile de canola permet d'augmenter d'un peu moins de 1% le pouvoir calorifique supérieure par rapport au pouvoir calorifique de la sciure à l'état brut. Shafizadeh (1981) a corrélié le pouvoir calorifique avec le taux de carbone dans les produits du bois : l'augmentation de 1% du taux de carbone élève le pouvoir calorifique de 0,39 MJ/kg sec, soit une variation d'un peu moins de 2% par rapport au pouvoir calorifique de la sciure brute. Sheng et Azevedo (2005) proposent une corrélation générique (1.1) à partir de 15 corrélations de la littérature et ajustée avec 449 mesures de PCS avec leur composition chimique élémentaire :

$$\text{PCS (MJ/kg sec)} = 0,3137 \times [\text{C}] + 0,7009 \times [\text{H}] + 0,0318 \times [\text{O}] - 1,3675 \quad (1.1)$$

avec entre crochets les teneurs en %_{mass}.

Tableau 1.15 : Pouvoir calorifique supérieur des différents composants de l'arbre et pour différentes essences

Pouvoir calorifique supérieur moyen - en MJ/kg sec				
Composant	Bouleau jaune	Bouleau blanc	Peuplier faux-tr.	Épinette noir
Souche	-	18,88 ^b	18,74 ^b	19,20 ^b
Tronc	20,54 [0,41] ^a	21,40 [0,13] ^a	20,41 [0,12] ^a	
	18,6 [0,3] ^d	18,53 ^b	18,67 ^b	18,78 ^b
	18,9* [0,4] ^d	18,82 ^c	19,35 ^c	
Branche		21,49 [0,16] ^a	20,82 [0,14] ^a	
	20,92 [0,57] ^a	19,72 ^b	19,90 ^b	20,68 ^b
		21,50 ^c	20,83 ^c	20,62 ^c
Écorce	20,4 [0,3] ^d	20,23 ^b	19,51 ^b	19,48 ^b
	19,9* [0,2] ^d		19,62 ^c	21,27 ^c
Feuillage		21,92 ^a	22,43 ^a	
	19,77 ^a	21,12 ^b	18,80 ^b	20,87 ^b
		21,93 ^c	21,65 ^c	
Cime	-	19,85 ^b	20,25 ^b	21,57 ^b

(a) Musselman et Hocker Jr (1981) – origine des essences : New Hampshire

(b) Singh et Kostecy (1986) – origine des essences : Manitoba

(c) Kryla (1984) – origine des essences : Ontario et New Hampshire

(d) St-Pierre, Achim *et al.* (2013) - origine des essences : les Laurentides - Québec
entre crochets, valeur de l'écart-type de la moyenne des mesures

* : mesure sur arbre carié

La corrélation (1.1) ne tient pas compte du taux de cendre, du taux d'humidité et de l'oxydation de l'azote et du soufre. Pour l'huile de canola, composée en grande

partie d'acides gras en C18 (voir le tableau 1.12), l'ajout de 1% d'huile apporte environ 0,35 MJ/kg sec d'après la corrélation (1.1).

Tableau 1.16 : Pouvoir calorique supérieur des différents essences du nord de Québec mélangées avec de l'huile de canola (Koubaa et Migneault 2012)

Biomasse	Quantité ajoutée d'huile en % masse base sèche	PCS avec sciure séchée en MJ/kg anhydre	Teneur en humidité en % masse	PCS avec sciure à l'état humide en MJ/kg humide
Huile de canola	100	39,98	-	-
Sciure de Peuplier Faux-Tremble	0	19,29 [0,06]	7,2 [0,12]	17,99 [0,06]
	5	20,65 [0,88]	-	19,32 [0,82]
	10	20,17 [0,98]	-	18,93 [0,92]
	15	20,81 [0,57]	-	19,58 [0,54]
Sciure de Bouleau Blanc	0	19,35 [0,15]	7,2 [0,17]	18,05 [0,14]
	5	20,24 [0,17]	-	18,94 [0,16]
	10	20,93 [0,45]	-	16,64 [0,42]
	15	21,68 [0,19]	-	20,40 [0,18]
Sciure Écorces de Peuplier Faux-Tremble	0	19,92 [0,04]	6,5 [0,15]	18,71 [0,04]
	5	20,64 [0,07]	-	19,43 [0,07]
	10	21,72 [0,09]	-	20,51 [0,08]
	15	22,08 [0,04]	-	20,90 [0,04]
Sciure de résineux	0	20,04 [0,11]	8,2 [0,0]	18,52 [0,10]

entre crochets, valeur de l'écart-type de la moyenne des mesures

1.5 La granulation : densification sous forme de granules

1.5.1 Généralité

Un des principaux défauts de la biomasse comme biocombustible solide est sa faible densité énergétique. Une des solutions à ce défaut est de recourir à une densification mécanique, pouvant accroître plusieurs fois sa densité si elle était prise à l'état brut dans la nature. Plusieurs techniques de densification sont possibles selon le *modus operandi* de l'équipement :

- densification par calandrage,
- densification par extrusion et vis,
- densification par extrusion et piston,
- densification par presse alternative,
- densification par rouleau sur filière annulaire ou plane,
- densification calandre-filière combinée.

La pression de densification est appliquée au produit selon l'une des trois manières (Tumuluru, Wright et *al.* 2011): par compression directe dans une filière, par extrusion au travers d'une restriction (Figure 1.5) ou par cisaillement produisant échauffement et ramollissement sous pression (exemple typique du procédé de calandrage).

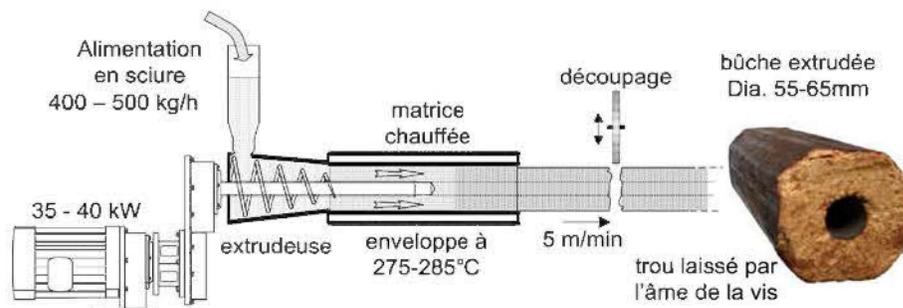


Figure 1.5 : Procédé de granulation par extrusion à vis

(source : www.shimada.co.uk).

Avant d'entrer plus en détail sur la densification, nous présentons ci-dessous plusieurs termes employés en liaison avec la compression des poudres (Morin 2006, Parikh 2009) :

- Cohésion: force d'adhérence unissant des particules ou des grains d'une poudre.
- Compactibilité: capacité d'une poudre à acquérir de la cohésion ou à s'agglutiner.
- Compaction: transformation de la poudre en forme cohérente sous l'application d'une pression.
- Pelletisation / granulation: compaction de la poudre sous forme de granule (*pellet* en anglais).
- Compressibilité: capacité d'une poudre de réduire son volume sous l'effet de la pression.
- Compression / densification: réduction du volume d'une poudre sous l'application d'une pression.
- Clivage: rupture ou fissure dans l'épaisseur et non seulement en surface (stries). Dans notre cas, les fissures suivent le plan transversal (sur la section) de la granule.
- Friabilité: qualité d'une granule à produire des miettes ou poussières.
- Durabilité: qualité d'une granule à produire des miettes ou poussières par abrasion ou par usure de sa surface.
- Relaxation: dilatation de la poudre compressée après l'application d'une pression.

Selon la branche industrielle, la technologie et la région, un petit élément (quelques cm) de poudre compressée est appelé soit pellet, granulé, granule, granulat, agrégat, cob, moulée, cube, comprimé, compact, tablette ou bien briquette. S'il est produit à partir de fourrage, il est parfois cité agro-pellet ou agri-pellet. Pour les

granules destinées à l'alimentation du bétail ou des volailles, les termes cube et moulée sont généralement employés.

1.5.2 La compaction sous forme de granules

La compaction fait intervenir deux catégories de paramètres généralement couplées entre elles. La première catégorie est liée à la formulation, soit aux propriétés thermodynamiques (température, pression locale, etc.), aux propriétés physico-chimiques des constituants du mélange (viscosité, tension superficielle, etc.) et aux paramètres géométriques ou stériques. La deuxième catégorie regroupe les paramètres opératoires ou les conditions du processus créant la cohésion (Hill 2009).

Pour résumer simplement les différentes sources de la formation de la cohésion entre particules, nous proposons la représentation picturale de Pietsch (2008) illustrée à la figure 1.6.

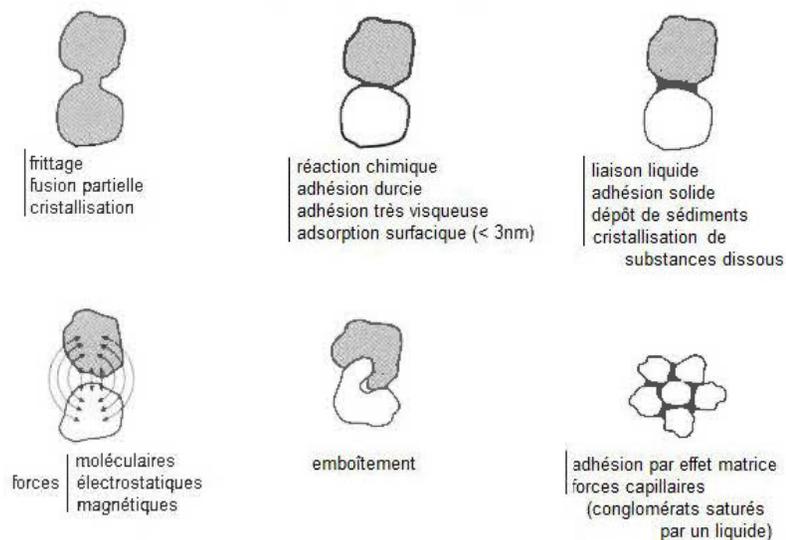


Figure 1.6 : Représentation des différentes liaisons de cohésions de particules (Pietsch 2008)

Actuellement, il existe plusieurs publications, surtout du domaine agroalimentaire et pharmaceutique, qui traitent de l'influence physico-chimique des différents constituants (amidon, protéines, etc.) sur les propriétés de la granule. Par contre, il y a peu de connaissances pratiques en général sur la conduite de la granulation du bois avec une granuleuse de laboratoire similaire aux industrielles. Les quelques articles scientifiques s'attardant sur la granulation de la biomasse et de ses conditions opératoires avec les caractéristiques de l'équipement (données géométrie de la filière) ne sont pas toujours très explicites, à comparer par exemple aux détails du brevet déposé par Skoch et Pike (1983). Quant aux fabricants de granuleuses, il faut croire qu'ils disposent d'un savoir-faire sur l'art de granuler basé essentiellement sur l'expérimentation (Leaver 1982, Holm, Stelte et *al.* 2011). Et peu de documentation issue d'un fabricant ou d'un chercheur affilié ne propose des concepts détaillés sur le processus de granulation de la biomasse. Il est connu que la granulation est un processus difficile à contrôler et à cerner. Il demande une mise au point très longue des paramètres avant d'obtenir une granulation optimale (Mediavilla, Esteban et *al.* 2012).

1.5.3 La granulation par l'application d'un rouleau sur une filière

Le cœur du procédé de granulation est le compactage effectué par le passage d'un rouleau sur des canaux de compression percés dans un bloc d'acier appelé filière (Figure 1.9). Le produit, avancé soit par gravité ou par convoyage (guide, vis) vers les canaux de la filière, va former un manteau temporaire de produit en vrac sur celle-ci. Le rouleau roule sur ce manteau et pince au fur à mesure de sa rotation et de plus en plus fort le produit vers et dans l'entrée des canaux de compression. Les particules de produits se regroupent étroitement les unes avec les autres et l'air est évacué. Cette première phase, où le rouleau s'approche du canal, est dite de compression selon Leaver (1982), Nielsen, Holm et *al.* (2009).

Au passage du rouleau, au-dessus du canal, une couche de mélange de volume cylindrique (ou conique tronquée si l'entrée du trou est chanfreinée) se joint intimement à la couche poussée précédemment (voir les empreintes sombres sur l'image de droite de la figure 1.7 et des images disponibles en annexe A). Le compactage devient à un moment donné suffisamment fort pour qu'il puisse légèrement pousser le mélange déjà pincé à l'entrée du canal: c'est la phase extrusion. L'épaisseur de cette couche dépend de l'entrefer ou de l'espace laissé libre entre le rouleau et la filière.

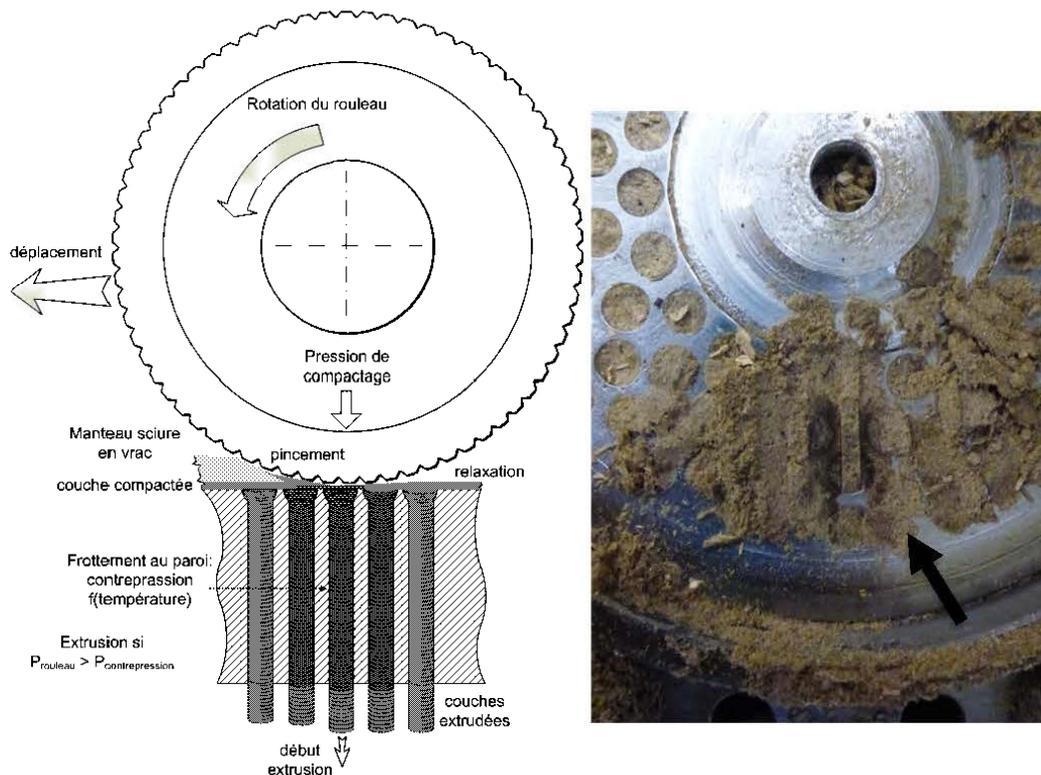


Figure 1.7 : Schéma de la phase d'extrusion par couche de la granule et empreinte de compression à l'entrée du canal

À un certain moment, la pression de compactage exercée par le rouleau à travers le manteau de produit devient supérieure à la résistance de friction de la paroi du canal et aux contraintes de déformation du mélange. L'ensemble des couches

successives piégées dans le canal par passage répété du rouleau est poussé vers l'autre face de la filière qui est libre (Stelte, Sanadi et *al.* 2012). Ces couches successives, collées par l'effet de la température et des contraintes mécaniques, forment en sortie de filière une granule en continu. À la sortie de filière, un dispositif de couteaux sectionne en granules de longueur désirée.

Stelte, Sanadi et *al.* (2012) et Leaver (1982) résument le processus de granulation en trois étapes élémentaires qui sont schématisées à la figure 1.8.

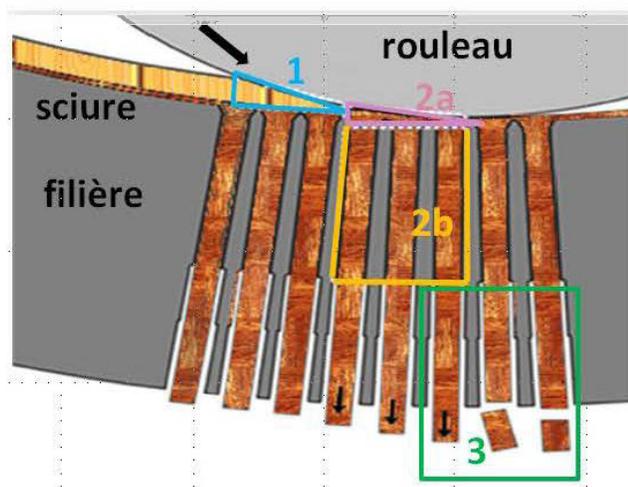


Figure 1.8 : Grandes étapes du processus de granulation: (1) L'alimentation - (2a) et (2b) le compactage à l'entrée et durant la descente dans le canal - (3) le déchargement – (Dessin adapté de (Leaver 1982, Nielsen, Holm et al. 2009)

La couche en 2a de la figure 1.8 aide à l'adhérence du produit nouvellement apporté afin de former un manteau ferme prêt à être compacté tout en évitant le frottement métal-métal qui engendre une usure rapide de la filière et du rouleau. Ces couches formées successives par passage répété des rouleaux classent le procédé de granulation rouleau-filière comme un procédé discontinu par opposition au procédé d'extrusion par vis sans fin, rencontré dans la production de bûches reconstituées (vu précédemment à la figure 1.5).

Il est possible de jauger la qualité de granulation sur l'apparence de la surface (rugosité, brillance) et à la présence de fissures. À la surface, le phénomène de clivage peut être perçu. Les jointures des couches ou strates successives formées par le passage des rouleaux sont visibles. Si cette distinction est évidente, il faut s'attendre à des faiblesses mécaniques, comme une rupture, aux interfaces "soudées" des couches (Figure 1.9). Le laminage ou l'aspect farineux est un autre défaut visible qui survient quand la surface devient trop sèche.



Figure 1.9 : Granules ayant différents états de surface - de gauche à droite, granules avec les couches visibles, granules de bois torréfiées et granules claires friables par manque d'eau

1.5.4 L'aspect macroscopique de la cohésion durant la granulation

À l'échelle macromoléculaire, Mani, Tabil et *al.* (2003) proposent que la densification se déroule en trois temps :

1. les particules s'agencent pour former une couche ferme et l'adhésion est obtenue par enchevêtrement mécanique. Les particules ne subissent pas

de changements dans leurs propriétés chimiques et physiques. Le travail fourni est essentiellement dissipé par les déplacements des particules et par frottement avec la paroi de la filière.

2. Les particules sont collées avec forces les unes contre les autres jusqu'à qu'elles subissent des déformations élastiques puis plastiques. Les particules se soudent alors par des liaisons moléculaires (liaisons de valence ou partage d'électron, liaisons intermoléculaires de Van der Waals et hydrogènes, électrostatiques et magnétiques).
3. Le volume des particules soudées est réduit sous la pression et la densité augmente. Après relâchement, les particules ne peuvent se réarranger faute d'espace libre ou de cavités entre elles. Il faut sous-entendre que moins il y a des cavités, meilleure est la qualité de la granule. Les taux de relaxation des granules à la sortie de la filière peuvent être un indicateur de qualité de la densification. Ce taux peut être exprimé par le diamètre de la granule versus le diamètre du canal par lequel elle est passée.

Comoglu (2007) propose les mécanismes de cohésion se produisant dans une poudre sous l'action d'une pression sous forme graphique. Un modèle sur ces mécanismes est présenté à la figure 1.10.

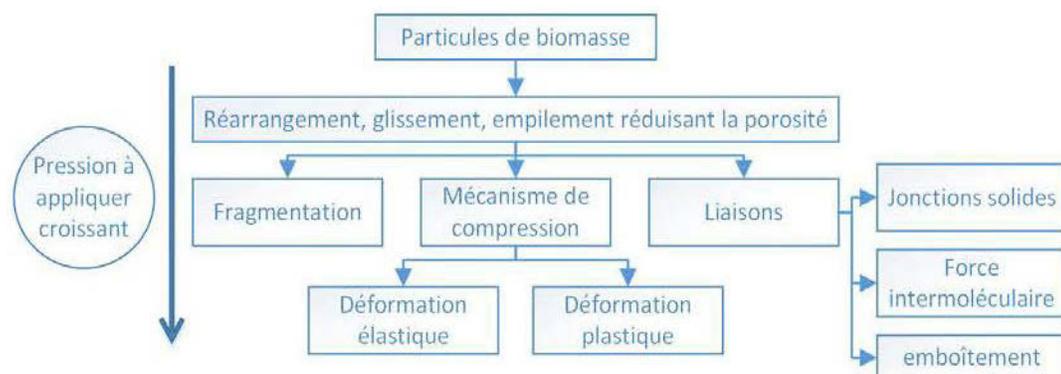


Figure 1.10 : Phénomènes et mécanismes de cohésion sous l'action de la pression (Comoglu 2007), représentation tirée de Tumuluru, Wright et *al.* (2011)

1.6 Les paramètres de granulation

La granulation est un processus relativement complexe sans théorie établie et délicate à conduire (Granada, González et *al.* 2002). En effet, de nombreuses conditions influencent la qualité et l'homogénéité des granules sortants de la filière (Shaw 2008), comme :

- le débit d'alimentation,
- l'entrefer entre le rouleau et la filière,
- la vitesse de rotation filière/rouleau,
- la puissance,
- l'empreinte des rouleaux,
- la granulométrie du matériau à granuler,
- les ajouts éventuels de liants ou d'eau comme utilité du procédé (injection de vapeur),
- le relief usiné à la surface des rouleaux,
- la température,
- l'humidité de la matière première,
- la géométrie de la filière : la longueur du canal et la forme de son entrée.

Les trois derniers paramètres jouent un rôle capital sur la densification par granulation. La densification de la sciure de bois est obtenue par l'action conjuguée de la chaleur, de l'humidité et de la compression obtenue par un effet mécanique.

1.6.1 Débit d'alimentation

L'alimentation de la granuleuse est un point important à maîtriser pour obtenir une hauteur de couche de mélange compacte aussi régulière que possible en avant des rouleaux. Il y a une hauteur de couche optimale correspondant à un débit de production maximum sans créer des pics de puissance demandée par le moteur. C'est pourquoi Leaver (1982) conseille de surveiller le courant électrique. Si l'intensité est

bruitée de pics importants, le débit de granulation est trop important. Les rouleaux ont tendance à bouter la couche de mélange compacte pour former des amas. Ces amas vont provoquer des freinages par à-coups, responsables des appels brutaux de courant au moteur. Dans l'étude de Larsson, Thyrel et *al.* (2008), ils ont adopté comme réponse de leur plan d'expérience la variabilité du courant en calculant le coefficient de variation (CV) des mesures d'intensité. Cette réponse indique si la granulation se fait de manière régulière. Ils ont constaté que l'humidité était le facteur le plus influent après la température. Pour des taux d'humidité faibles, les coefficients de variation des mesures d'intensité devenaient importants.

- Nous incluons dans notre expérimentation **le suivi de l'évolution de l'intensité et de la tension au moteur** en plaçant un variateur de fréquence avant le moteur.

1.6.2 *Entrefer*

L'entrefer rouleau/filière doit être parfaitement choisi. Leaver (1982) le considère comme un paramètre critique. L'espace entre le rouleau et la filière doit être tel qu'il y a formation d'un matelas ou d'une couche suffisante de mélange pour assurer l'entraînement par friction des rouleaux sans patinage. Une couche compacte trop mince provoque une usure prématurée des rouleaux et de la filière, un échauffement important et une baisse de production. Une couche trop épaisse donne des granules moins résistantes et la puissance électrique nécessaire augmente pour compenser l'effet de labourage (Schwanghart 1969, Leaver 1982, Thomas 1998).

Finalement le réglage de l'entrefer doit tenir compte de l'humidité du mélange ou vice-versa (Schmitt et Kaltschmitt 2012) : un mélange trop humide devient trop malléable, provoquant le labourage et la perte d'adhérence du rouleau. Trop sec, le mélange s'écoule mal et peut impliquer le blocage des canaux de la filière.

Larsson et Rudolfsson (2012) émettent des mises en garde sur le réglage de l'entrefer: il faut tenir compte de la température ou de la dilatation des jeux des roulements (déformation après serrage et sous charge). Une grande partie de la force de pressage est transférée aux roulements et aux axes. Selon Thomas (1998), les rouleaux sont souvent ajustés en touchant la filière. À titre d'exemple, la compagnie SPC (Suède), un constructeur de granuleuse semi-industrielle pour le bois ajuste l'entrefer en s'aidant de l'épaisseur d'une ou deux feuilles de papier de bureau, soit un espacement de l'ordre de 20 μm .

→ **Les rouleaux et la filière seront ajustés à un entrefer de 0 mm à vide et à chaud.** Le montage de la granuleuse est fait juste après préchauffage à l'étuve de ses éléments.

1.6.3 Vitesse de rotation des rouleaux

Leaver (1982) conseille de produire à une vitesse élevée. Une vitesse de rotation élevée des rouleaux favorise la formation d'une couche compacte fine et maximise le débit de production. Les granules ainsi produites sont de meilleure qualité étant formées par pressage de fines couches. Selon Leaver (1982), pour des granules de 3 mm à 6 mm, la vitesse linéaire idéale est d'environ 10 m/s. Par contre, pour des vitesses faibles, la couche compacte devient trop épaisse, générant des pics de puissance électrique au moteur. Le constructeur de granuleuses à filière plate Kahl-Amandus (Allemagne), semblable à notre granuleuse, indique dans ses brochures commerciales une vitesse de 2,5 m/s pour s'assurer d'une désaération correcte du mélange. Tumuluru (2014) a granulé des tiges de maïs pour différentes vitesses. À haute vitesse, il constate des augmentations de la durabilité et de la densité de la granule et une baisse de son humidité. Finalement, il indique qu'il n'y a pas d'informations disponibles relatant les effets de la vitesse sur la qualité de la granule faite à partir de biomasses lignocellulosiques.

- En se situant au milieu de la surface roulante des rouleaux, à mi-distance des deux bords du rouleau, sa vitesse est de 1,6 m/s. Cette vitesse est de 2,2 m/s sur le bord côté extérieur du rouleau et de 1,0 m/s sur le bord côté centre de la filière. Ces vitesses mentionnées ne supposent aucun patinage ou de cisaillement angulaire au milieu de la surface du rouleau.

1.6.4 Empreinte des rouleaux

Il existe différentes formes de surface des rouleaux. La figure 1.11 donne un aperçu des différentes surfaces usinées employées dans le laboratoire d'essai du constructeur Kahl-Amandus:

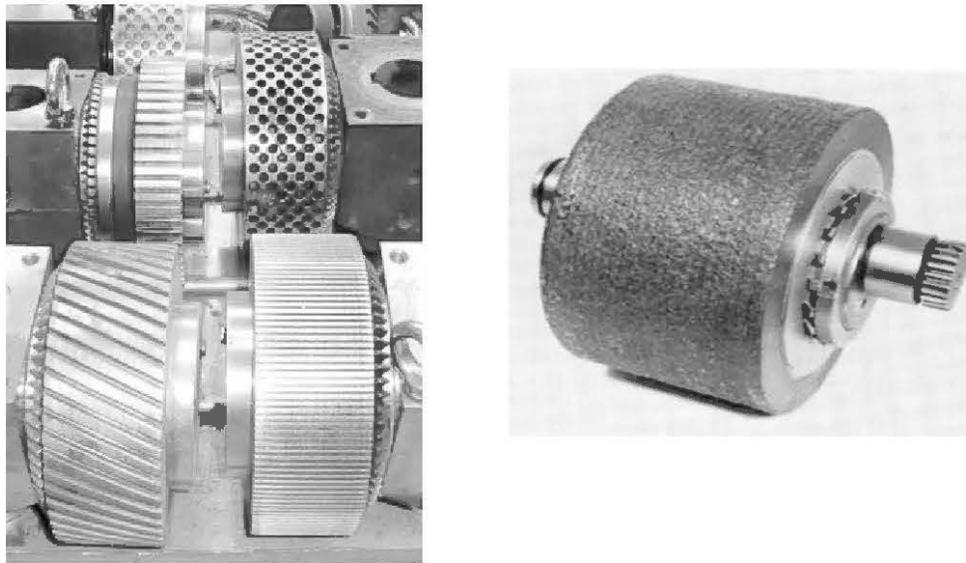


Figure 1.11 : Rouleaux disponibles au laboratoire d'essai du constructeur Kahl (Amandus-Kahl 2015), photo de gauche; rouleau avec revêtement au tungstène pour les formulations abrasives, photo de droite (Perez n.d.)

Leaver (1982) donne des commentaires sur quatre types de rouleaux :

- Les rouleaux à surface dentée ou striée: ces rouleaux sont populaires et offrent une adhérence convenable avec les mélanges mous et peu abrasifs. Les

rainures peuvent être obliques ou droites (rouleaux de gauche de la figure 1.11). Les rainures obliques permettent d'assurer d'obtenir toujours une même surface en contact proche métal-métal entre la filière et le rouleau.

- Les rouleaux à surface percée de trous (type nid d'abeille): L'adhérence est moindre par rapport aux rouleaux à surface dentée. Ils sont de plus en plus déconsidérés pour les précédents.
- Les rouleaux à surface dentelée à bords fermés (non représentés à la figure 1.11). L'extrémité des rainures peut être fermée pour limiter la sortie du mélange sur les côtés au moment du pressage.
- Les rouleaux rugueux: la surface du rouleau est couverte de particules en carbone de tungstène prises dans la masse. Ils donnent une résistance à l'usure supérieure et offrent une adhérence de moyenne à bonne. Ces rouleaux ne peuvent pas s'appuyer sur la filière au risque de laminer la surface.

→ Les rouleaux à **surface dentée**, les plus populaires, seront employés.

1.6.5 Puissance

La puissance nécessaire est souvent définie par le rapport de la masse produite de granules en une heure sur la puissance du moteur installé. Le critère est donc exprimé sous la forme densité de puissance consommée, en kg/kWh ou lbs/HP-h. Leaver (1982) donne dans le cas de mélange fibreux riche en protéine comme la luzerne cultivée (connue sous le nom alfalfa), une plage de puissance comprise entre 50 à 75 kg/kWh.

Le constructeur La Meccanica Di Reffo (Italie) fournit la puissance de la granuleuse type annulaire, rapportée à surface de pressage, pour granuler en un diamètre de 6 mm la sciure de bois, des pailles (alfalfa, blé, etc.) ou des fertilisants. La surface de pressage est la surface totale balayée sur la filière par les rouleaux, qui est exprimée en dm^2 . Pour une granuleuse de 900-1300 kg/h (modèle CLM520), la

puissance proposée est d'environ de 12-13 kW/dm², avec une vitesse linéaire de 4,5-5 m/s et 2 rouleaux. Quant à la granuleuse de 80-120 kg/h (modèle CLM200), la puissance tombe à 6,8 kW/dm² pour 2,3 m/s et 2 rouleaux.

Quant à Mediavilla, Esteban et *al.* (2012), ils proposent simplement de calculer une surface spécifique de granulation (S_p). Le calcul est effectué selon la relation (1.2) :

$$S_p = \frac{(N \times S_0)}{P} \quad (1.2)$$

Où :

S_p , la surface spécifique de granulation, en cm²/kW de puissance moteur,

N , le nombre de canaux ou de trous

S_0 , la section de passage du canal, calculé à partir du diamètre du canal et non du diamètre de l'entrée ou du chanfrein, en cm²

P , la puissance du moteur, en kW

Mediavilla, Esteban et *al.* (2012) ont produit des granules de 6 mm avec de la sciure de peuplier et des additifs : les surfaces spécifiques (S_p) variaient de 9,6 à 5,6 cm²/kW. La surface spécifique optimale était de 5,6 cm²/kW.

→ Un moteur électrique plus puissant est installé sur notre granuleuse : **un moteur de 5,5 kW** est installé au lieu de 3 kW à l'origine, donnant ainsi **une surface spécifique (S_p) de 5,1 cm²/kW** (surface calculée sur la filière comportant 100 canaux de 0,6 cm de diamètre).

En reprenant les caractéristiques données des granuleuses du constructeur précédent La Meccanica Di Reffo, si nous voulons rapporter la puissance surfacique à la vitesse linéaire et au nombre de rouleaux présents, nous pouvons déduire une puissance spécifique approximative variant de 1,3 à 1,5 kW/dm²/rouleau/(m/s).

1.6.6 Granulométrie

Leaver (1982) suggère que la distribution en taille soit large. Les fines particules vont pouvoir se glisser entre les grandes particules et les faire glisser dans les canaux. Les granules formées sont plus homogènes et plus fermes. Il propose de suivre cette recommandation: 100% des particules inférieures à 2,38 mm avec au maximum 35% des particules supérieures à 0,7 mm. Il faut veiller à ce que les grandes particules ne soient pas trop grandes par rapport aux dimensions de la granule. Il est possible d'engendrer dans la granule des points de faiblesse mécanique propices aux ruptures, car ces grosses particules peuvent occuper une grande partie de la section de la granule. Ces granules deviennent alors facilement cassantes (MacBain 1966 cité par Tumuluru, Wright et *al.* 2011).

Bergström, Israelsson et *al.* (2008) constatent la faible influence de la granulométrie sur la densité de la granule et la densité en vrac, mais aussi sur la résistance d'abrasion de la granule et son humidité. Ils avancent cependant que les fines ont un effet positif sur la consommation électrique et la résistance par compression diamétrale de la granule (Tableau 1.17). Finalement, le broyage de toutes les particules de sciure sous 8 mm n'apporte pas de changements significatifs.

D'après Payne (1978) et cité par Stelte, Sanadi et *al.* (2012), la présence en grande quantité de fines particules affecte le rendement de la granulation des installations commerciales. Les fines favorisent l'effet de purée ou de labourage et le débit de production se retrouve réduit. Serrano, Monedero et *al.* (2011) ont remarqué que les fines diminuent la densité de ses granules de pailles.

En outre, une granulométrie plus grossière donne lieu à des contraintes plus importantes entre la filière et les rouleaux. Par conséquent, il faut une puissance électrique nécessairement plus élevée (Tableau 1.17). De plus, des grosses particules demandent plus de temps à la chaleur et à l'humidité pour y pénétrer. Il y a donc

possiblement un compromis à prendre en considération entre l'énergie à dépenser pour le broyeur et la granuleuse.

Tableau 1.17 : Effets de la granulométrie de la sciure de pin sylvestre sur les propriétés des granules produites avec une granuleuse de 30kW (Bergström, Israelsson et *al.* 2008).

Granulométrie	fine	moyenne	grossière	originale
< 1,0 mm	100			34
Pourcentage de particules				
1,0 - < 2,0 mm		100	33	42
2,0-< 4,0 mm			67	20
4,0-< 8,0 mm				4
Courant appelé au moteur, en A	27,4 [1,8]	28,1 [2,2]	29,8 [3,3]	30,9 [3,7]
Pourcentage de fines (< 3,15mm)	1,5	1,4	0,8	1,0
Densité particulaire en kg/m ³	1263 [16]	1259 [19]	1276 [21]	1274 [12]
Humidité en % _{mass} base humide	5,8	5,9	5,8	5,5
Humidité en % _{mass} base humide après 14 jours entre (-20°C) et 0°C et entre 74 et 100% HR de l'air	10,1	9,8	9,5	10,2
Résistance en compression des granules en N/mm	61,2 [12,3]	51,4 [8,7]	40,1 [7,3]	52,4 [13,6]
Résistance à l'abrasion (test sur lignotester), en %	98,8	99,1 [0,3]	98,4 [0,4]	98,9 [0,4]

entre crochets, valeur de l'écart-type population des mesures

Plusieurs auteurs, travaillant essentiellement dans le domaine de l'alimentation du bétail, ont retenu la distribution granulométrique proposée par Payne (1978) pour leurs travaux de recherche (Figure 1.12):

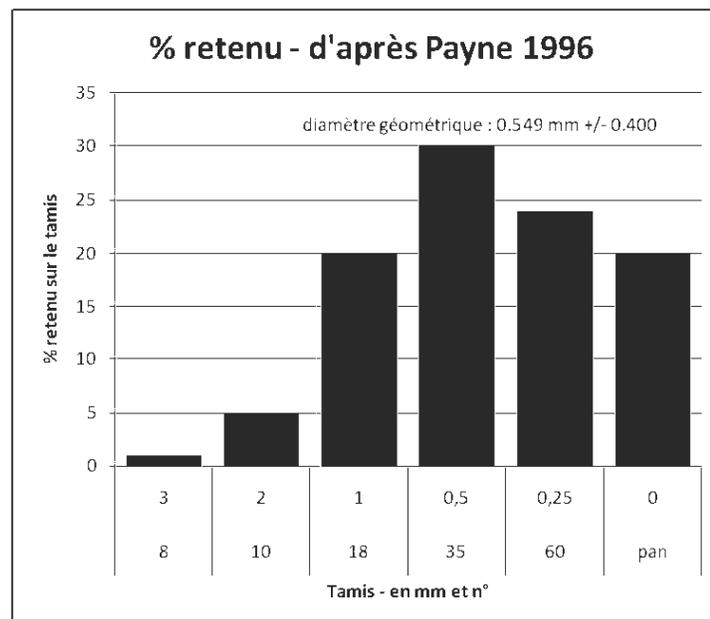


Figure 1.12 : distribution de granulométrie de sciure fréquemment retenue (Payne 1978)

➔ Nous visons des distributions granulométriques de broyat proches de celle proposée par Payne

1.6.7 Pression ou force de compaction

L'application d'une pression haute et d'une température élevée favorise la transition vitreuse des constituants du mélange. Il faut que les liaisons entre particules solides se forment et que les cavités soient repoussées sous la pression. Stelte, Sanadi et al. (2012) indiquent que la densité et les propriétés mécaniques sont améliorées jusqu'à une pression seuil. Cette pression correspond au moment où la densité du mélange comprimé se rapproche de la densité des parois cellulaires de ses

constituants. Une fois cette pression seuil dépassée, la densité n'évolue que faiblement. Donc presser davantage après ce seuil provoque principalement l'échauffement du mélange. Cet échauffement va alors permettre d'améliorer la cohésion entre particules.

Leaver (1982) mentionne une pression nécessaire comprise entre 21 et 45 kN/cm² (2000 à 4500 bars ou kgf/cm²) pour forcer le bois dans le canal. D'après Rhén, Gref et *al.* (2005), au-dessus de 5 kN/cm² (500 bars), la pression n'a plus trop d'influence sur la densité de la granule et sa résistance en compression diamétrale. Cependant, cette pression seuil concerne des granules de 12 mm.

→ 21 et 45 kN/cm² correspondent pour une surface de 6 mm² à 6000 et 12700 N à l'entrée du canal. Un dispositif est réalisé pour mesurer à la fin de la granulation la force de dégagement de la granule prise au piège dans la filière encore chaude. Il s'agit d'avoir une idée de l'ordre de grandeur des forces appliquées dans les canaux.

1.6.8 Double-granulation

La double-granulation est la réalisation de deux opérations de densification l'une à la suite de l'autre. La double densification est employée pour les formulations alimentaires destinées aux bétails. Ces formulations sont riches en fibres et ont un caractère élastique, ayant pour effet de devoir mettre l'accent sur l'étape de compaction (Thomas, Van Zuilichem et *al.* 1997). Dans une première granuleuse, le produit est pré-compressé avec une filière à faible taux de compression (longueur de canal court). En sortie de la première granuleuse, le produit est donc désaéré et mis en forme. Ensuite le produit pré-compressé passe aussitôt dans la deuxième granuleuse dont le taux de compression de la filière est plus important pour obtenir une granule de qualité. La double-granulation permet d'avoir une granule supérieure par rapport à

un passage unique en granuleuse, au détriment d'une consommation un peu plus importante en énergie.

- Afin de consommer le moins possible d'énergie électrique, nous avons choisi de ne pas effectuer de double granulation.

1.6.9 Ajouts ou additifs

Kaliyan et Morey (2009) dressent un état des lieux des différentes recherches en lien avec des additifs pour augmenter la qualité des granules. Cependant, les principales normes de qualité sur les granules biocombustibles limitent le taux des additifs à 2 % de sa masse.

- Les protéines:

La présence de protéines va "fluidifier" la couche et améliorer la cohésion des particules ou la durabilité de granules (Leaver 1982, Tabil 1996, Briggs, Maier et *al.* 1999). Ces protéines vont se lier à d'autres protéines, des lipides et des sucres. Mani, Tabil et *al.* (2003) ont remarqué que les granules pour bétail riches en protéines et en sucres sont plus stables et plus denses. Selon Sarkar, Kumar et *al.* (2014), la cohésion dans les granules protéinées est d'autant plus forte si elle est provoquée entre 100 et 200 °C. Aslaksen, Romarheim et *al.* (2006) ont constaté que les protéines de type globulaire comme la globuline ou l'albumine dans le canola, se dénaturent ou se déplient vers 95°C, permettant ainsi une réorganisation des liaisons covalentes de disulfures (S-S) entre acides animés.

- Les lipides:

Les lipides agissent comme lubrifiant durant la granulation. La friction dans le canal est alors diminuée et par conséquent, la pression de compactage est alors réduite (Thomas, Van Zuilichem et *al.* 1997). Leaver (1982) mentionne qu'il est possible d'ajouter jusqu'à 3 % de lipides sans trop perdre sur la qualité de la granule.

Mais il est toutefois probable qu'il faille revoir le taux de compression de la filière à la hausse. De plus la nature des lipides interfère plus ou moins sur la cohésion des particules, en effet, Briggs, Maier et *al.* (1999), cité par Tumuluru, Wright et *al.* (2011), ont constaté une perte de qualité plus forte si les lipides sont de nature hydrophobe.

Narra, Tao et *al.* (2010) ont étudié la durabilité de granules de paille de seigle en fonction de l'humidité du broyat et avec plusieurs additifs, dont l'huile palmitique. La figure 1.13 présente les durabilités obtenues selon l'humidité du mélange à granuler et avec ou sans addition d'huile palmitique.

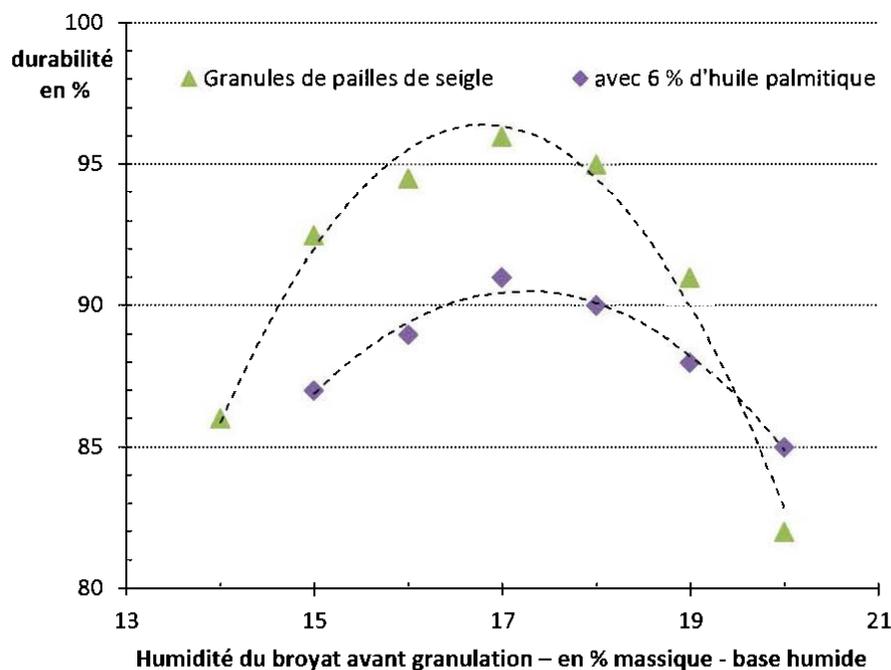


Figure 1.13 : Durabilité et humidité du broyat: effet de l'addition d'huile dans les granules de pailles de seigle (Narra, Tao et *al.* 2010).

L'addition de l'huile est fort mauvaise pour la durabilité des granules de pailles de seigle et plus particulièrement dans la plage où la durabilité est maximale : 6 % d'huile correspond à une perte d'environ 6 % sur la durabilité.

- Lignosulfonate (sels de):

La lignosulfonate est un polymère anionique soluble dans l'eau et est associée au calcium et au magnésium. Elle est un coproduit provenant de la mise en pâte à papier par les procédés à base de sulfite ou de sulfate (procédé Kraft). Elle est considérée comme le plus efficace des agents liants pour la production de granules destinées à l'alimentation animale (Tumuluru, Wright et *al.* 2011). Normalement, il faut entre 1 à 4 % pour augmenter la durabilité des granules (Berghel, Frodeson et *al.* 2013). Pour une efficacité maximale, l'ajout de la lignosulfonate demande une humidité de la sciure comprise entre 9,0 à 10,5 % (Mediavilla, Esteban et *al.* 2012).

- L'amidon:

L'amidon est un sucre ou polysaccharide composé de glucoses liés par des liaisons glucosidique (-O-) formant une chaîne linéaire (amylose) ou ramifiée (amylopectine). Il est blanc, sans odeur et insoluble dans l'eau froide. Il devient mou et collant avec de l'eau chaude et se gélatinise lors du refroidissement. Les industriels de la granule ajoutent souvent de l'amidon en poudre (de 0,5 à 2 %) pour aider la granulation afin de diminuer la friction dans la filière (baisse de la consommation électrique), sans trop diminuer la durabilité (Tarasov, Shahi et *al.* 2013) ou au contraire, l'augmenter dans le cas des granules à base de paille de riz (Ståhl, Berghel et *al.* 2012). En diminuant la friction, la granule produite devient plus claire, qui pour le marché résidentiel aux États-Unis, facilite sa vente auprès des particuliers qui ont le sentiment de faire face au moment de l'achat à un sac de granules de qualité. Par contre, le sentiment est inversé chez les particuliers européens, où la granule foncée est associée à une granule de qualité (A. Warolin, communication personnelle, 2014).

Pour un effet maximum de l'amidon, il faut l'ajouter à la sciure de peuplier dont l'humidité est entre 12,5 à 13,0 % (Mediavilla, Esteban et *al.* 2012).

En plus d'avoir un effet sur le coût de production, l'amidon et la lignosulfonate diminuent le pouvoir calorifique de la granule bien que l'humidité finale de la granule se trouve réduite davantage (Tarasov, Shahi et *al.* 2013). Mediavilla, Esteban et *al.* (2012) fournissent quelques valeurs de consommation électrique de la granulation après l'ajout de lignosulfonate et d'amidon à de la sciure de peuplier. Pour combiner une augmentation de durabilité par la lignosulfonate et une baisse de consommation électrique, ils proposent un mélange de 1 % de lignosulfonate et de 3 % d'amidon. Nous rapportons les résultats obtenus de Mediavilla, Esteban et *al.* (2012) selon des essais en usine pilote, à partir de peuplier avec et sans additif (Tableau 1.18).

Tableau 1.18 : Puissance consommée avec différents additifs courants et pour différentes teneurs, granules de peuplier de 6 mm avec une filière de 24 mm (à 5,6 cm²/kW) (Mediavilla, Esteban et *al.* 2012)

Lignosulfonate de Ca-Mg	Amidon de maïs	Humidité d'entrée de la sciure	Consommation élect. en Wh/kg de granules de Peuplier	Durabilité	Humidité de la granule
0%	0%	26,6%	138	97,6%	8,3%
2,5%	0%	10,5%	128	95,6%	9,9%
5,0%	0%	9,0%	106	97,3%	8,5%
0%	2,5%	13,0%	79	98,0%	9,9%
0%	5,0%	12,8%	78	98,8%	9,8%
1,0%	3,0%	8,5%	99	97,1%	8,5%

Le fort taux d'humidité pour de la sciure sans additifs est nécessaire pour assurer une granulation régulière (pour une puissance stable du moteur et sans vibrations mécaniques).

→ L'ajout d'huile est hautement préjudiciable à la durabilité et l'ajout de liants comme l'amidon ne semble pas pouvoir contrebalancer l'huile si nous voulons atteindre une augmentation de 10 % du pouvoir calorifique. Les protéines apportées par les graines doivent impérativement permettre de pallier en grande partie l'effet de l'huile sur la durabilité ou plus généralement sur les propriétés mécaniques de la granule.

1.6.10 Humidité du mélange

Plusieurs auteurs s'accordent sur le fait que l'humidité est la principale clé de la granulation. Exposé à la chaleur, l'eau dans le mélange durant la densification agit comme un plastifiant au même titre que les protéines (Tabil 1996) et il affecte les propriétés viscoélastiques de la lignine et de l'hémicellulose (Kelley, Rials et *al.* 1987, Samuelsson, Larsson et *al.* 2012).

À l'échelle industrielle, le mélange est à la fois humidifié et chauffé par de la vapeur surchauffée juste avant l'étape de granulation. Il en résulte que le débit de la granuleuse est augmenté, la friction est moindre et les granules sont de qualité plus élevée. La vapeur est injectée à une pression de 4 à 10 bars dans un conditionneur placé en amont de la granuleuse. Ce conditionneur ressemble à un convoyeur, mais au lieu d'une vis à l'intérieur, il est muni d'un axe tournant avec des pales. Les pales permettent le brassage du mélange avec la vapeur tout en le rapprochant de l'entrée de la granuleuse. D'après Leaver (1982), le temps de conditionnement peut être compris entre 2 et 20 min. Par expérience, il conseille que la masse de vapeur injectée ne dépasse pas les 6 % de la masse du mélange entrant dans le conditionneur. Cependant, la masse de vapeur injectée doit pouvoir ensuite s'évaporer durant le

refroidissement des granules. Dans le cas contraire, les granules risquent d'être trop humides et d'être de mauvaise qualité. Serrano, Monedero et *al.* (2011) ont étudié l'action de l'eau ajoutée par pulvérisation à de la sciure de pailles d'orge juste avant granulation dans une filière annulaire. La figure 1.14 illustre l'influence de l'humidité du mélange avant granulation sur la durabilité et sur le taux d'humidité résiduelle des granules après une nuit.

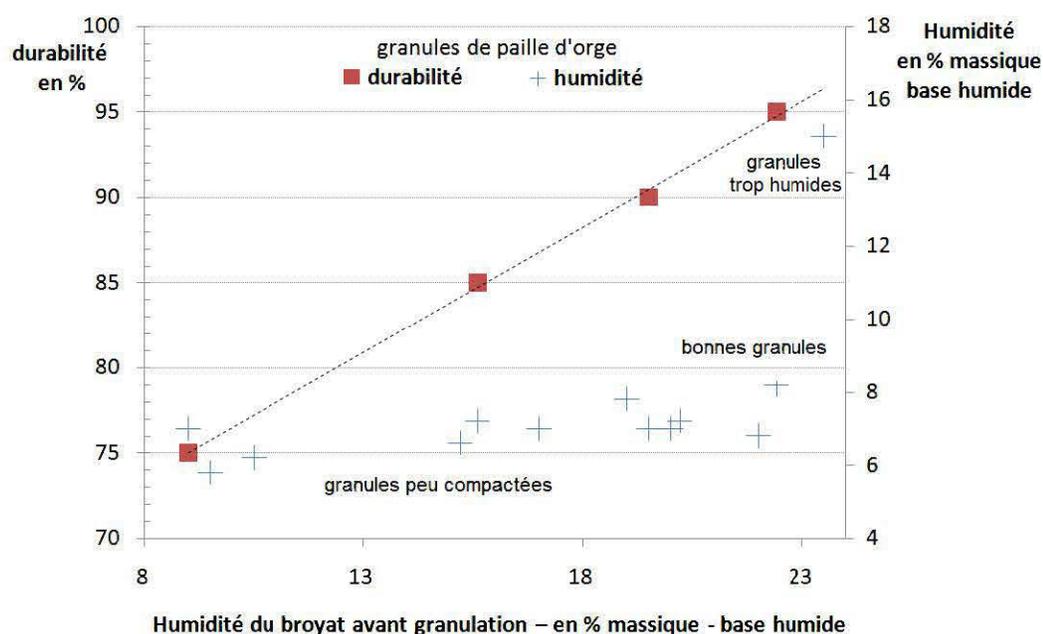


Figure 1.14 : Granules de pailles d'orge : influence de l'humidité du broyat à granuler sur la durabilité et sur l'humidité de la granule (Serrano, Monedero et *al.* 2011)

Samuelsson, Larsson et *al.* (2012) se sont penchés sur l'évolution à long terme de l'humidité et de la durabilité des granules faites de sciures de pin sylvestre humidifiées préalablement par injection de vapeur. Leurs résultats sont exposés à la figure 1.15.

Avec le temps, la durabilité de granules de pin sylvestre augmente et tend vers une valeur limite pour une plage d'humidité de 9 à 13 % (base humide) du broyat (sans tenir compte de la masse de vapeur injectée, environ 4 % de la masse).

Entretemps, une diminution du taux en composés extractibles renfermés dans les granules est observée.

Pour les granules de pailles d'orge, la durabilité varie de façon linéaire (Figure 1.14), tandis que pour des granules de pailles de seigle, la variation est de type parabolique (Figure 1.15). Cependant, dans le cas du pin sylvestre, Samuelsson, Larsson et *al.* (2012) ont des résultats qui suivent une tendance parabolique (Figure 1.15).

- Il est primordial de bien considérer l'humidité et la température du mélange avant la granulation. N'ayant pas de générateur de vapeur, nous porterons donc une attention particulière sur une autre manière de préchauffer le mélange à granuler sans le déshumidifier.

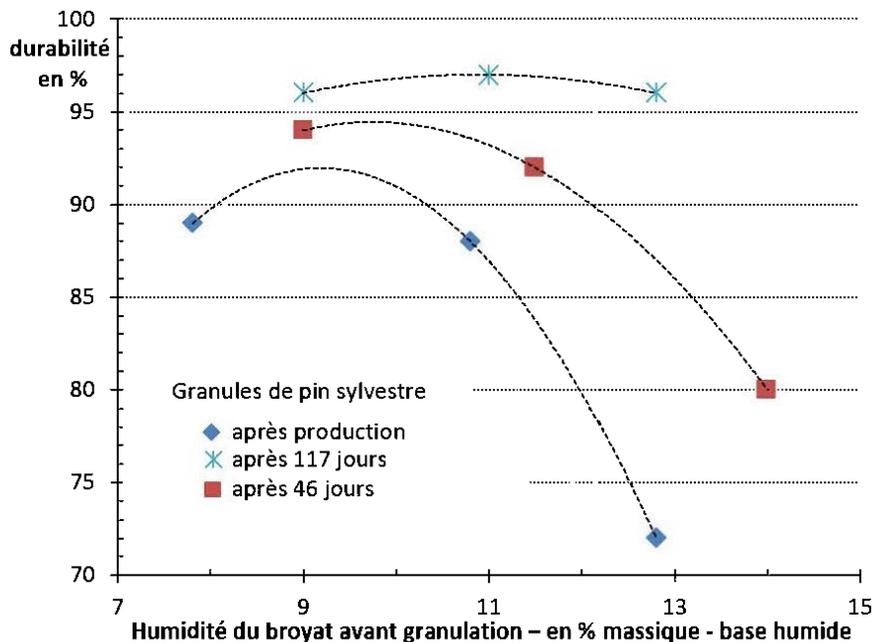


Figure 1.15 : Durabilité en fonction de l'humidité du broyat avant granulation et effet du temps de stockage pour des granules de pin sylvestre (Samuelsson, Larsson et *al.* 2012).

1.6.11 Température de la filière

La température de la filière est un paramètre important, car elle contribue avec le temps de séjour à la durabilité et la densité volumique des granules. Il est important de connaître les températures de transition vitreuse des différents constituants de notre mélange en fonction de l'humidité pour déterminer une température seuil d'alimentation. Lorsque la plage de température vitreuse est atteinte, les propriétés mécaniques et la structure chimique subissent des changements comme une diminution rapide de la viscosité ou du module d'élasticité. La plage de température de ces modifications soudaines des propriétés peut être détectée à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage (Kelley, Rials *et al.* 1987, Heitner, Dimmel *et al.* 2010). Ces changements sont généralement à l'origine d'une réduction de la force des liaisons inter et intramoléculaires des différents composés (cellulose, lignine, hémicellulose). D'après Agblevor et Besler (1996), des changements surviennent dans le bois à partir de 65 °C et sont probablement provoqués par le départ de l'eau et des composés organiques volatils. Au-dessus de 100°C, ils ont observé des ruptures de liaisons chimiques. L'ampleur des changements dépend comment la température régnante est située par rapport à la température vitreuse. Placet, Passard *et al.* (2008) ont étudié le comportement mécanique de plusieurs essences de bois à l'état humide et jusqu'à 135°C. Ils ont pu mettre en évidence une réduction significative de la rigidité entre 80°C et 90°C.

Hill et Pulkinen (1988), cité par (Tumuluru, Wright *et al.* 2011) ont constaté dans le cas des granules d'alfalfa, qu'en augmentant la température de la filière de 60 à 104°C, il y a une amélioration de 30 à 35 % de la durabilité. Puis Tabil (1996) a précisé que cette augmentation de durabilité se remarque surtout à partir de 90°C. Mani, Tabil *et al.* (2003) et Sokhansanj, Mani *et al.* (2005) sont parvenus au même constat. Kaliyan et Morey (2009) ont étudié le lien entre la plage de températures de la zone transition vitreuse (de 50°C à 110°C et selon l'humidité) et le pressage du

panic érigé en une grosse granule (\varnothing 19mm) : à 75°C, 100°C et 150°C. Les durabilités correspondent respectivement à 62,9 %, 67,3 % et 65,7 %. À 150°C, la durabilité ne chute que légèrement.

Serrano, Monedero et *al.* (2011) prirent des images thermographiques d'une filière annulaire (150 kg/h) extrudant de la paille d'orge avec de la sciure de pin. La température de la filière était d'environ 90°C et les granules sortantes aux alentours de 70°C. À l'inverse, Bergström, Israelsson et *al.* (2008) avait une température de filière entre 73-75°C pour des granules sortant vers 97-103°C. Ils densifiaient de la sciure de pin sur une filière annulaire plus imposante par son poids (débit 300 kg/h). Avec cette même granuleuse, mais avec de l'alpiste roseau, Larsson et Rudolfsson (2012) ont remarqué que la température de la filière a une influence sur la formation de la couche de sciure pincée entre le rouleau et la filière. La régularité du débit de granules produites et les fluctuations électriques au moteur dépendent de la formation convenable de cette couche.

Les granuleuses à filière plate, type utilisé dans notre travail, possèdent un avantage par rapport aux granuleuses à filière annulaire. La rotation des rouleaux crée sur la couche du mélange un cisaillement angulaire étant donné que les vitesses à la surface du rouleau, côté intérieur et extérieur sont différentes. Le mélange pincé dans l'entrefer subit davantage de déformations impliquant un échauffement plus important tout en favorisant son entrée dans le canal et son écoulement à l'intérieur. Toutefois, si le mélange est thermolabile ou bien très abrasif, provoquant ainsi une usure hors proportion des rouleaux et de la filière, il est possible d'utiliser des rouleaux de forme conique qui annulent ce cisaillement angulaire.

- ➔ Une température de l'alimentation et de la filière entre 90°C à 100°C sera recherchée sans toutefois dépasser les 100°C afin de limiter l'évaporation de l'eau du mélange juste avant la granulation. D'autre part il est présumé que la

cohésion par les protéines dans les granules devient efficace à partir de 100°C (voir la section 1.5.9).

1.6.12 Géométrie des canaux de la filière

La clef de la granulation est le profil des canaux usinés dans la filière. La figure 1.16 présente une gamme de profils de canaux employés.

L'allure du canal joue un rôle capital sur le compactage des couches de la poudre. Les filières sont notamment caractérisées en fonction du produit à compacter, par l'épaisseur ou la longueur (L) et du diamètre des canaux (d). Généralement, ces caractéristiques sont exprimées par le taux de compaction ou le taux de compression exprimé par le ratio diamètre du canal sur la longueur du canal ($r = L/d$). Le contre-perçage à la sortie est un moyen d'avoir une épaisseur suffisante pour que la filière ne se brise pas.

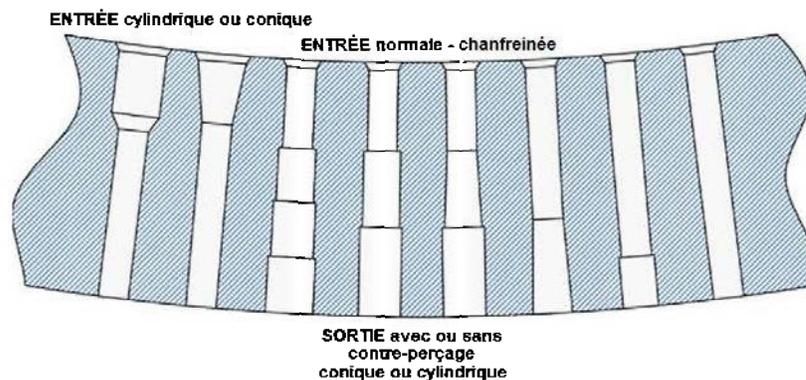


Figure 1.16 : Différents profils possibles de canal, proposés par le constructeur de filières Ferotec (Ploteau 2015).

La définition du taux de compression proposée par Leaver (1982) est par contre différente: elle correspond au rapport des surfaces d'entrée au niveau du chanfrein,

qui après simplification par π , devient le rapport D^2/d^2 . Il mentionne pour des petites granules, des rapports pratiques de surface d'entrée variant entre 1,56 à 1. Pour des granules de grandes tailles, le rapport varie cette fois-ci de 4 à 1.

Il existe divers profils de canal selon la rhéologie du produit. Pour chaque produit, il faut trouver les caractérisations géométriques adéquates de la filière.

Il est présenté à titre indicatif au tableau 1.19 les longueurs de canal appliquées pour différentes biomasses.

Dans le cas de plastiques de recyclage par exemple, le début du canal comporte une longueur où la section est élargie pour permettre le précompactage et l'échauffement des plastiques qui sont mauvais conducteurs de chaleur (Figure 1.16, les deux premiers canaux de gauche).

Tableau 1.19 : longueurs conseillées du canal pour densifier quelques matériaux

Produits	Valeurs du taux de compression $r=L/d$ et valeur de L si $d=6\text{mm}$		Sources
	r	L (mm)	
Graines de maïs	$r=12$	72 mm	(Leaver 1982)
Alfalfa	$r=8$	42 mm	(Leaver 1982)
Bois résineux	$r=5$	30 mm	(Rafter et Stearns 2011)
Bois feuillus (bois dur)	$r=7$	42 mm	(Rafter et Stearns 2011)
Paille de blé	$r=11$	66 mm	(Stelte, Sanadi et <i>al.</i> 2012)

Un exemple de dimensions issues d'un brevet est donné à gauche de la figure 1.17.

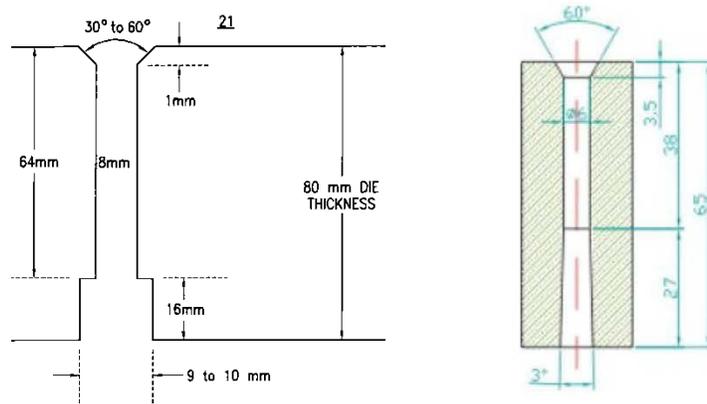


Figure 1.17 : Profil des canaux pour la production optimale de granules à base de coques de cacahuètes (brevet US 20050230872 A1) avec un exemple à droite d'un profil proposé par un constructeur de filière annulaire pour le bois, dont le ratio de compression est d'environ de 6 (Citech-Systems 2009).

La longueur de compression doit être suffisante pour offrir une contre-pression pour un compactage adéquat et un temps de séjour (de quelques secondes) dans le canal nécessaire au développement des cohésions entre les couches et dans la couche (Holm, Stelte et *al.* 2011). Les fortes frictions responsables de l'échauffement de la filière doivent permettre la "fusion" de la lignine et également dans notre cas le "dépliage" des protéines. Sous l'effort des parois du canal et du rouleau, cette lignine va se répandre et englober les enchevêtrements des particules durant son parcours dans le canal. En sortie de filière, la lignine se refroidit et colle par solidification les autres constituants des particules. L'étape de refroidissement après granulation est importante dans le procédé, elle permet à la granule de se durcir (ou se solidifier) suffisamment pour y être tamisée et manutentionnée.

Le passage à cadence élevée des rouleaux va créer la friction nécessaire dans le canal. Pour notre granuleuse, à plein régime, un rouleau passe sur un trou de canal au moins 10-12 fois par seconde. En supposant un entrefer de 0,1 mm, la sciure est tapée et poussée par coups dans le canal à une vitesse de descente saccadée de 1 mm/s. Ce principe est semblable au soudage du bois. Par exemple, dans le cas d'un assemblage

plan, les pièces de bois subissent durant 3 secs une friction linéaire obtenue par un déplacement en va-et-vient de 0,01 s et sous une amplitude de 3 mm. Les pièces sont maintenues ensemble sous une charge d'environ 20 - 30 kgf/cm² pendant la friction (Leban, Pizzi et *al.* 2004). La prise se réalise par refroidissement après quelques secondes. La température peut atteindre les 180°C, conduisant à la formation d'une soudure amorphe à base de lignine et de furfural qui provient d'un début de dépolymérisation de l'hémicellulose.

Le choix de l'angle d'ouverture du chanfrein est fonction du mélange à granuler. Leaver (1982) de la compagnie Andritz (Allemagne - filière annulaire) indique un angle répandu de 30°. Tandis que la compagnie La Meccanica di Reffo (Italie - filière annulaire) annonce un angle répandu de 55 à 60°. Quant à la compagnie Kalh-Amandus (Allemagne - filière plate), l'angle standard proposé est de 40°. Pour la granulation de bois de résineux, l'angle du chanfrein peut être plus ouvert, car l'écoulement ou le glissement du bois est facilitée en outre par la présence plus importante de lignine.

- En raison de la présence des graines de canola et de son huile, le choix se porte sur une filière dont le ratio de compression est au moins supérieur à 7 et muni de chanfreins plutôt ouverts (60° ou un peu moins) pour bien emboutir le mélange dans le canal.

1.7 La Modélisation de la granulation

Dans cette section, nous nous limiterons à présenter brièvement les principaux modèles théoriques de densification de particules. Nous n'aborderons pas les modèles d'empilement qui sous-entendent des vides macroscopiques, n'étant pas le cas dans nos granules. La granulation est un domaine très étudié en génie pharmaceutique (Stelte, Sanadi et *al.* 2012). Environ la moitié des médicaments sont des comprimés, donc de la poudre pressée. Il existe de nombreux articles présentant des données expérimentales. Ces articles révèlent qu'il existe des relations intéressantes, souvent

empiriques entre densité-pression et dureté-pression pour des produits purs ou en mélange. Bien que la métallurgie des poudres et du domaine de la céramique offrent aussi de nombreuses relations, elles ont le désavantage de se confiner aux produits d'origine minérale qui présentent généralement une faible déformation plastique au moment de leur compression.

Les modèles énumérés ci-dessus ont été étudiés et comparés pour la biomasse par plusieurs chercheurs (Tumuluru, Wright *et al.* 2011).

- L'équation de Heckel ou de Spencer et Hecker propose que l'évolution entre la compression et la densité suivent une loi cinétique du 1^{er} ordre avec la présomption que la compression se fait de manière isotropique. Par la suite, l'équation de Heckel a été améliorée pour mieux tenir compte du comportement plastique ou friable de la poudre.
- L'équation de Kawakita et Lüdde est un modèle qui suppose que la compression de la poudre est une évolution idéale d'états successifs de compression stable ou en équilibre.

Les équations de Heckel et de Kawakita sont généralement employées dans la modélisation de la densification des formulations pharmaceutiques et des matériaux de la biomasse. Ces modèles sont fidèles pour la compression de poudre légère et malléable. Quant à l'équation de Kawakita, elle a l'avantage de bien fonctionner pour des compressions faibles et pour des produits possédant une forte porosité.

Les autres équations disponibles dans la littérature peuvent être:

- de type logarithmique, comme celles de Walker ou de Jones, qui supposent une variation logarithmique du volume ou de la densité en fonction de la pression.

- de type exponentiel, comme l'équation de Cooper-Eaton, qui se base sur la taille des espaces vides par le truchement de deux termes indépendants.
- de type exponentiel et logarithmique, proposée par Sonnergaard, fonctionnant bien pour des modélisations à pression moyenne (50 MPa).
- de type puissance et exponentielle ou logarithmique, formulées par exemple par Panelli-Filho.

1.8 Les normes de qualité des granules

Des mesures de qualification chimique, physique et de résistance mécanique sont entreprises sur les granules suivant des procédures décrites dans des normes. Ces normes ont été instaurées pour s'assurer que la combustion dans les chaudières soit efficace, sécuritaire et sans porter préjudice à la fiabilité de la chaudière et à l'environnement.

Des normes internationales ISO ont été récemment définies en 2014 et 2015 par le groupe de travail TC238 biocombustibles solides, qui s'est inspiré des normes européennes du comité technique TC335. En Europe, certains pays ont adopté des normes officielles comme force de loi (Allemagne, Autriche et Suède) avec parfois des exigences particulières. Pour d'autres pays d'Europe, les normes ne sont que des recommandations (García-Maraver, Popov et *al.* 2011). Aux États-Unis, ce sont des recommandations de paramètres de qualité qui sont proposées par l'association commerciale Pellet Fuel Institut (PFI) dont les procédures reposent sur les normes de l'American Society for Testing and Materials (ASTM). Au Canada, les spécifications à suivre sont les recommandations PFI, mais les procédures sont celles définies par les normes ISO ou européennes par défaut (Albright 2014). Il y a aussi les spécifications émises par l'Association des granules de bois du Canada (Wood Pellet

Association of Canada ou WPAC) qui ont adopté les spécifications dans les normes européennes EN-plus définies par la norme EN 14961 (WPAC 2013).

Généralement la classification des granules se base sur les valeurs des spécifications mesurées. Les granules sont classées dans l'une des trois gammes de qualité:

- la gamme super-premium ou premium, haute-performance ou encore domestique. Cette gamme a des exigences de qualité élevées et généralement destiné aux petites chaudières domestiques, peu sophistiquées et très sensibles à la qualité des granules,
- la gamme standard pour les petites chaudières et les chaudières de bâtiments commerciaux ou publics. Ces granules doivent brûlées dans des chaudières possédant des systèmes de régulations plus complexes,
- la gamme industrielle pour les chaufferies de forte puissance équipées de systèmes d'épuration de fumées (ISO17225-1:2014).

En Italie par contre, la classification repose sur l'origine de matière première employée dans la production des granules (tronc de conifères ou de feuillus, écorces, etc. Voir la norme CTI-R04/05). Cette façon de classifier est similaire pour la norme européenne sauf qu'elle comprend en plus des sous-groupes avec des indices de spécification indiquant la plage de valeurs respectées (Duca, Riva et *al.* 2014).

Globalement, les procédures et les normes sont toutes assez semblables avec les mêmes spécifications et leurs valeurs limites proches des unes des autres. Nous présentons dans le tableau 1.20, les valeurs des spécifications de la norme européenne EN 14961 pour les granules de grade industriel et celles de la norme allemande DIN-plus, norme répandue et reconnue grâce à l'importance du parc de poêles résidentiels installés en Allemagne (EPC 2013, Duca, Riva et *al.* 2014).

Tableau 1.20 : Spécifications des granules biocombustibles de bois, allemandes DIN-plus, EN-B pour l'Europe ou CAN-B pour le Canada et PFI utility

Paramètres	DIN plus	EN-B/CAN-B 2013	Méthode	PFI utility 2011	Méthode
Diamètre D en mm	4<D<10	6 (± 1)	EN 16127	5,84<D<7,24	NIST
Longueur L en mm	<(5×D)	3,15< D <40		< 38,1 99,0 % mass.	NIST
Densité en vrac ou apparente (d) en kg/m ³	-	>600	EN 15103	612< d <740	ASTM E873
Pouvoir calorifique Net en MJ/kg sur base humide	> 18,0	16,0< Q <19,0	EN 14918	-	ASTM E711
Humidité en % _{mass} base humide	< 10,0	< 10,0	EN 14774-2	< 10,0	ASTM E871
Quantité de fines en % _{mass}	< 1,0	< 1,0	EN 15210	< 0,5	PFI
Durabilité en % _{mass}	> 97,7	> 96,5	EN 15210	> 95,0	ASTM E1288
Taux de cendre en % _{mass} base sèche	<0,5	< 3,0	EN 14775	<6,0	ASTM D1102

Quelques normes ou standards non officiels (ONORM M7135 de l'Autriche, DIN-plus de l'Allemagne, standard industriel de l'ITEBE de 2009, en France) limitent la densité particulaire des granules à un maximum pour les raisons suivantes: une granule très dense brûle doucement (Oberberger et Thek 2004) et son broyage avant combustion devient trop important dans le bilan énergétique global des chaudières fonctionnant par pulvérisation directe du combustible. Tandis qu'une granule peu dense se désintègre trop facilement et peut perturber les chaudières à lit fluidisé (Johansson, Tullin et *al.* 2003).

1.8.1 Densité en vrac ou masse volumique apparente

La densité en vrac est déterminée en remplissant à ras bord un contenant de volume et de forme spécifique. Dans le cas de la méthode ASTM (E 873), le contenant à remplir est simplement un cube de 1 pied de côté (ou 28,3 L). La méthode européenne (EN 15103) propose quant à elle deux volumes de contenant, mais de forme cylindrique : 5 L ou 50 L avec un ratio hauteur/diamètre compris entre 1,25 et 1,5. Un tassement est effectué en lâchant le contenant à plusieurs reprises d'une hauteur déterminée : 3 fois à 15 cm (6 po) pour la méthode ASTM et pour la méthode européenne. Il existe une alternative à la méthode ASTM en Amérique du nord, proposée par l'association PFI qui est d'utiliser un contenant de 7,1 L ($\frac{1}{4} \pi^3$) de volume et tasser 25 fois en lâchant d'une hauteur de 2,5 cm (1 po).

1.8.2 Pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique représente la quantité d'énergie contenue dans une unité de masse combustible sèche ou humide. Il y a deux classes de pouvoir calorifique: le Pouvoir Calorifique Supérieur (PCS) et le Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI). Le PCS est l'énergie dégagée par la combustion en récupérant par condensation la chaleur latente de la vapeur d'eau dans les fumées. Le PCI correspond à l'énergie dégagée par la combustion en laissant partir dans les fumées l'eau à l'état de vapeur.

Les pouvoirs calorifiques sont évalués soit par calculs en se basant sur la composition du combustible (en éléments Carbone, Hydrogène, Azote, Oxygène...) ou soit expérimentalement en utilisant une bombe calorimétrique. Des formules d'estimation en fonction du combustible (type de charbon, etc.) sont disponibles dans la littérature.

La norme EN14918 - 2009 exprime clairement les pouvoirs calorifiques sous trois formes :

- Le pouvoir calorifique supérieur à volume constant (Gross calorific value), sur base sèche,
- Le pouvoir calorifique inférieur à pression constante (Net calorific value), sur base sèche,
- Le pouvoir calorifique inférieure à pression constante, sur base humide.

Le pouvoir calorifique supérieur à volume constant est généralement mesuré dans un calorimètre à volume constant rempli d'oxygène.

1.8.3 Durabilité

Le test de durabilité a pour objectif d'évaluer la dégradation des granules par abrasion entre elles et sur des parois durant son transport. L'appareil mesurant la durabilité par abrasion est le durabilimètre. Il existe plusieurs méthodes dont les principales sont :

- La méthode de Pfast, qui est apparue dans les années 1960 : les granules sont sollicitées par voie mécanique en les brassant pendant 10 min dans un caisson rectangulaire rotatif. Il est considéré comme le test le plus populaire pour évaluer la qualité des granules, surtout pour les granules destinées au bétail (Kaliyan et Morey 2009). Ce caisson est de dimensions bien déterminées avec un déflecteur à l'intérieur. Il y a deux choix de dimensions intérieures: celles proposées par le PFI (305 x 305 x 140 mm) et celles de la norme ISO17831 ou EN15210 (300±3 x 300±3 x 125±1,3 mm).

- La méthode de Holmen, qui est une méthode rapide et plus apte à reproduire l'effet d'abrasion des convoyeurs pneumatiques répandus en Europe (Kaliyan et Morey 2009). Le durabilimètre Holmen fonctionne en fluidisant les granules par de l'air comprimé dans un tube entre 30s et 2 minutes.
- Le Ligno-tester, un durabilimètre pneumatique donnant une mesure rapide (30 secondes) avec peu de manipulation et d'échantillon (100g). Son utilisation est imposée par la réglementation en Autriche.

Temmerman, Rabier et *al.* (2006) présentent une comparaison des différentes méthodes. La méthode avec le caisson rectangulaire rotatif offre une meilleure répétabilité et reproductivité dans le cas de granules à durabilité élevée.

La durabilité des granules est mesurée après leur production dans l'usine et après un laps de temps. La granule mesurée immédiatement après production est dite à l'état vert ou frais. Celle mesurée après un certain temps de stockage est dite mûre ou mature. Ce délai correspond à la période de temps nécessaire pour que l'humidité de la granule atteigne la teneur en humidité d'équilibre dans le silo de stockage ou avec le milieu ambiant. Selon Samuelsson, Larsson et *al.* (2012), les granules à base de pin sylvestre ont besoin de 120 jours de pour atteindre leur durabilité et leur densité maximale.

1.8.4 Quantité de fines avant expédition

Cette mesure peut s'effectuer avec le test de durabilité. Elle est définie par ailleurs dans la norme EN 15210 concernant la détermination de la durabilité. La quantité ou le taux de fines d'un lot de granules est effectué avant le départ de l'usine ou avant son conditionnement en sac (EPC 2013). À ne pas confondre avec la quantité de fines de production, qui est mesurée à partir d'un prélèvement pris directement à la sortie de la granuleuse.

1.8.5 Taux de cendre

La mesure du taux de cendre permet de connaître la masse inorganique ou minérale renfermée dans les granules. Elle est déterminée à l'aide d'un four à moufle réglé entre 580-600°C selon la méthode ASTM et 540-560°C selon la méthode européenne avec au préalable un séjour de 30 à 50 min à 250°C. La connaissance du taux de cendre est importante pour définir la gamme de qualité commerciale de la granule (par exemple, les gammes premium, standard ou industriel).

1.8.6 Résistance en compression diamétrale

La résistance à la compression (ou résistance à l'écrasement ou dureté) est la charge maximale sur la granule pour la fissurer. Cette mesure n'est pas sujette à des normes. La compression peut être diamétrale si la charge s'applique seulement sur la face longitudinale de la granule. Autrement la compression est alors dite uniaxiale si elle s'effectue sur les faces circulaires. Salas-Bringas, Mišljenović et *al.* (2011) ont comparé les variances pour les deux directions de charge et la charge appliquée diamétralement est la plus représentative.

Il existe des équipements dédiés spécifiquement à la résistance à la compression de granules ou comprimés :

- Les testeurs du fabricant de granuleuses Kahl-Amandus utilisent un gros poinçon à bout arrondi écrasant une granule coincée dans un logement en forme de V. La force appliquée est reliée à un ressort comprimé manuellement ou par un moteur électrique. Le testeur peut être offert en format portatif ou de laboratoire qui est plus précis. Ces appareils effectuent un contrôle de qualité de la granulation en usine seulement.
- Le testeur portatif Stokes, très similaire au testeur Kahl est adapté pour les comprimés pharmaceutiques,

- Le testeur de l'équipementier pharmaceutique Schleuniger est un étai écrasant simplement le comprimé entre deux mâchoires à surface plane et lisse.

Il est possible d'employer un banc mécanique pour déterminer les propriétés de résistance à la compression. Les normes pour les plastiques ASTM D695 ou ISO604 définissant les propriétés de résistance à la compression peuvent être une source d'inspiration. Ces mesures peuvent aider à connaître le comportement des granules enfouies en pied de silo et contraintes de supporter le poids des granules au-dessus d'elles (Kaliyan et Morey 2009) et peut-être indiquer la qualité de cohésion des particules obtenue dans la granule (Pietsch 2008).

1.8.7 Densité ou masse volumique de la granule

La norme EN 15150 (2011) définit une méthode de mesure de la masse volumique des granules. Cette méthode est basée sur la flottabilité des granules dans l'eau en présence d'un détergent (triton X-100) à une concentration de 1,5g/L. Cette flottabilité est mesurée avec une balance spécialement conçue.

1.9 Les tendances générales dégagées de notre étude bibliographique

Serrano, Monedero et *al.* (2011) évoquent le peu d'études de densification avec une granuleuse de laboratoire imitant le processus industriel, c'est-à-dire une densification quasi continue par action de rouleaux sur une filière. Nombreux sont les travaux de recherche portant sur le rôle des paramètres pour la compression d'une granule, c'est-à-dire à l'aide d'un banc d'essai mécanique universel et dans des conditions opératoires parfaitement contrôlées. La mise à l'échelle de la presse à granuler individuelle à une granuleuse de laboratoire est étudiée, par exemple par Shang, Nielsen et *al.* (2014) pour de la sciure torréfiée. Dans leur cas, la friction pose problème lors des changements d'échelle de la granuleuse. Il peut alors paraître

difficile d'évaluer l'influence des nombreux paramètres vus précédemment en rapport avec une granuleuse de nature industrielle.

Behnke (1996) a estimé pour une usine, la contribution des différents facteurs sur la qualité des granules pour l'alimentation du bétail. Il propose :

- 15% pour la géométrie de la filière ou de la matrice,
- 20% pour la granulométrie,
- 40% pour la formulation,
- 20% dans le conditionnement de la matière première. Juste avant granulation, la matière première est humidifiée et chauffée par de la vapeur d'eau durant un temps suffisant pour activer les protéines et les amidons.
- 5% pour le refroidissement et le séchage en sortie de la granuleuse.

Globalement, les articles décrivent des études expérimentales obtenues chacune dans des conditions assez différentes et beaucoup d'auteurs se sont employés à valoriser en brique des résidus agricoles ou fourragers. Finalement, il est difficile d'évaluer précisément les nombreuses influences. Et c'est depuis peu que les travaux de recherche s'appuient sur des plans d'expériences élaborés (Holm, Stelte et *al.* 2011).

1.10 Les contraintes intervenant dans nos travaux

Après cette revue bibliographique sur les différentes conditions de granulation et leurs effets, et tout en nous limitant aux quelques publications traitant de la granulation industrielle, il en ressort qu'il y a un compromis à faire entre la forme du canal (taux de compression), la puissance du moteur et le débit des granules. Néanmoins, tout laisse à penser que pour obtenir des granules de qualité, il suffit d'avoir suffisamment de friction ou un temps de séjour suffisamment long, sans pénaliser l'efficacité de la granulation et sans que la granuleuse devienne trop chaude. Autrement nous nous approchons des conditions responsables du risque de blocage,

avec les signes avant-coureurs où l'ensemble de la granuleuse vibre fortement et la variation de l'intensité dans le moteur fluctue considérablement (Mediavilla, Esteban et *al.* 2012). Cette situation, nous l'avons nous-mêmes observée durant nos essais avec un risque avéré de ruiner notre granuleuse par une surchauffe excessive.

L'objectif du producteur de granules est de trouver pour une formulation humide donnée le meilleur équilibre en terme économique (Figure 1.18). Trois principales contraintes ressortent :

1. la configuration géométrique de la filière,
2. le débit de production,
3. la puissance nécessaire qui est convertie en une action-réaction mécanique entre les rouleaux et la filière.

Ces trois contraintes ont une incidence sur l'usure des rouleaux et de la filière de la granuleuse.

Pour une longueur du canal plus importante donnant des granules de meilleure qualité, il sera nécessaire d'augmenter la puissance du moteur pour compenser la friction supplémentaire tout en voulant garder la même capacité de production. Cependant, ces trois contraintes sur le procédé reposent indubitablement sur les caractéristiques de la formulation entrant dans la filière. La formulation reste l'une des étapes les plus délicates de la granulation (Behnke 1996), pour la simple raison que les conditions opératoires sont assez sensibles aux changements dans la formulation, par exemple une variation de l'humidité de quelques pourcentages dans notre mélange risque de causer la ruine complète de notre essai de la granulation, surtout si nous travaillons proches des limites opérables.

L'humidité du mélange d'alimentation semble être le principal facteur perturbateur de l'équilibre des contraintes dans le cas de la production de granules de bois. Pour une même filière, une sciure trop sèche va causer plus de friction,

nécessitant alors d'apporter plus de puissance pour un même débit. Un risque de surchauffe entraînant le blocage surviendra, car la sciure aura trop séché au niveau de l'entrefer. Si la sciure est trop humide, le mélange glisse dans les canaux de compression plus rapidement. Le débit se trouve augmenté, mais les granules produites sont moins fermes : la compression et la température peuvent devenir suffisantes et la présence substantielle d'eau noie la lignine.

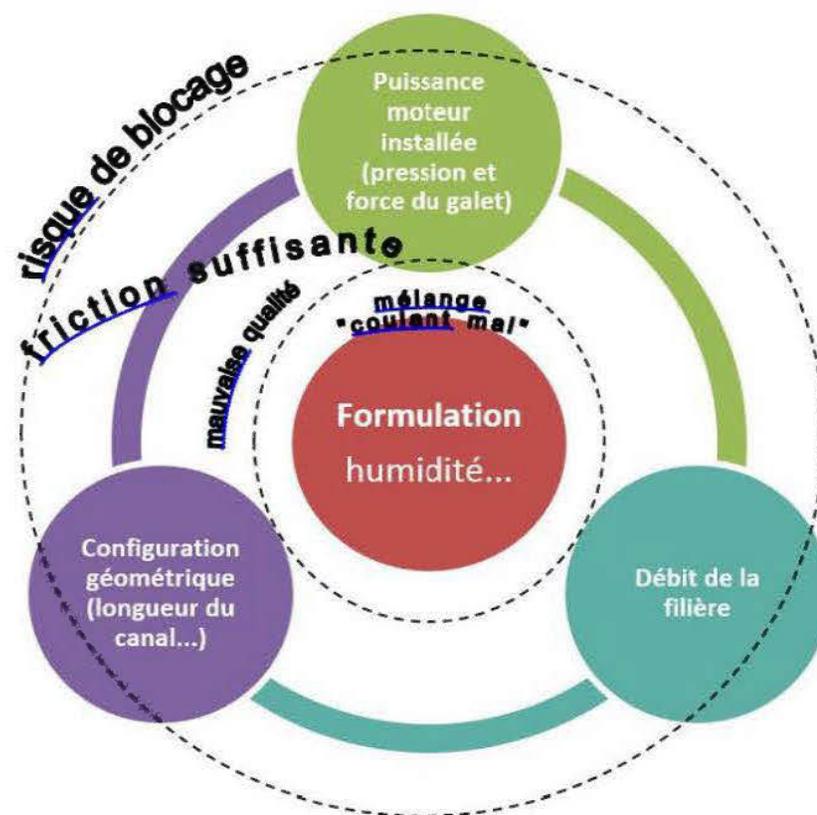


Figure 1.18 : Équilibre entre les principaux facteurs interdépendants sur la conduite de la granulation

1.11 Conclusion de l'étude bibliographique

Depuis 2010, la densification en granules suscite un regain d'intérêt vu le nombre de publications scientifiques. Il est impulsé par la recherche de valorisation de sous-

produits agricoles et d'autres comme les feuilles d'automne (Stegelmeier, Schmitt et *al.* 2011).

Différents articles, et plus particulièrement ceux de Leaver (1982), Serrano, Monedero et *al.* (2011), Lehtikangas (2001) ou Bergström, Israelsson et *al.* (2008), apportent une aide précieuse pour cibler les principaux éléments à considérer afin d'atteindre notre objectif. Holm, Stelte et *al.* (2011) proposent d'étudier d'abord l'humidité et la longueur du canal dans la recherche d'une granulation optimale.

Les articles traitant de la compréhension des mécanismes de densification sont nombreux dans le domaine du génie pharmaceutique. En revanche, les articles détaillant la densification du bois se limitent souvent à des comparaisons qualitatives, sans toujours donner beaucoup d'informations sur le déroulement de leurs essais de granulation et des équipements employés. Notre travail s'impliquera, en plus de produire une granule agro-forestière au pouvoir calorifique amélioré, de recueillir le maximum d'informations pour clarifier un peu plus leurs influences sur la densification et leur interdépendance.

Finalement, à l'issue de notre étude bibliographique, nous avons dégagé les facteurs à considérer pour granuler le bouleau blanc avec des graines de canola. Nous les rappelons ci-dessous :

- un entrefer ajusté à 0 mm et à chaud,
- une vitesse de rotation élevée rouleaux/filière pour une production régulière,
- une distribution granulométrique du mélange proche de la distribution de Payne,
- une température de l'alimentation et de la filière proche entre 90°C et 100°C,
- un taux de compression est au moins supérieur à 7 avec un chanfrein à l'entrée du canal présentant une large ouverture.

CHAPITRE 2

MONTAGE ET INSTRUMENTATION D'UNE GRANULEUSE

Dans ce chapitre, nous présentons la transformation d'une petite granuleuse commerciale en une granuleuse de laboratoire. Le montage des éléments de contrôles-commandes et les modifications techniques apportées y sont décrits.

2.1 Généralité

Il existe plusieurs montages expérimentaux de granulation en continu à l'échelle de laboratoire ou semi-industriel (Bergström, Israelsson et *al.* 2008, Serrano, Monedero et *al.* 2011, Hoover, Tumuluru et *al.* 2014, Tumuluru 2014). Les expérimentateurs ont essentiellement mesuré les conditions d'opération comme la puissance appelée du moteur électrique et les températures à des endroits essentiels en employant divers instruments. Par exemple Serrano, Monedero et *al.* (2011) ont utilisé une caméra infrarouge pour visualiser la surface de la filière annulaire et la température des granules sortantes.

L'instrumentation de notre dispositif expérimental est dans les grandes lignes assez similaires aux montages expérimentaux des quelques auteurs cités puisque nous cherchons comme eux à définir les meilleures conditions opératoires. Le dispositif doit permettre de mesurer ou contrôler les différents paramètres opératoires de la granulation, à savoir la puissance électrique instantanée, le débit massique d'alimentation en sciure et sa température, la vitesse de rotation de la filière et les températures à différents endroits à la surface de la filière. De plus, notre granuleuse

(moteur - transmission - chambre de granulation) sera posée sur des supports élastiques en caoutchouc pour apprécier la difficulté de la granulation. L'amplitude des secousses de la granuleuse va être mesurée à l'aide d'une petite languette piézo-électrique flexible (mesure en 1D). Nous mesurons aussi la température proche de la couche de sciure pincée à la surface de la filière tournante grâce à l'introduction d'un thermocouple miniature d'environ de 0,3 mm.

2.2 Description des principaux éléments du banc expérimental

Le schéma de la figure 2.1 présente les éléments de notre montage et leurs connexions.

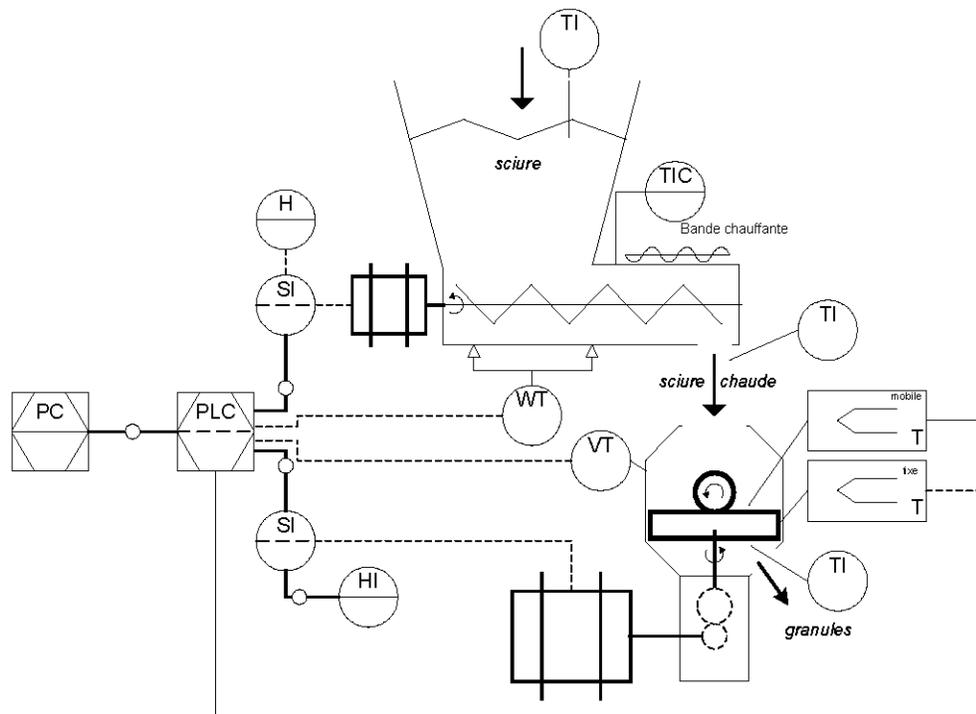


Figure 2.1 : Plan d'instrumentation de la granuleuse - avec T: température, W: peson, V: vibration; H: interface de commande, I: indicateur, T: transmetteur, S: variateur de vitesse, PLC: automate, PC: ordinateur (portable)

La Figure 2.2 montre l'ensemble du dispositif d'expérimentation installé au laboratoire.

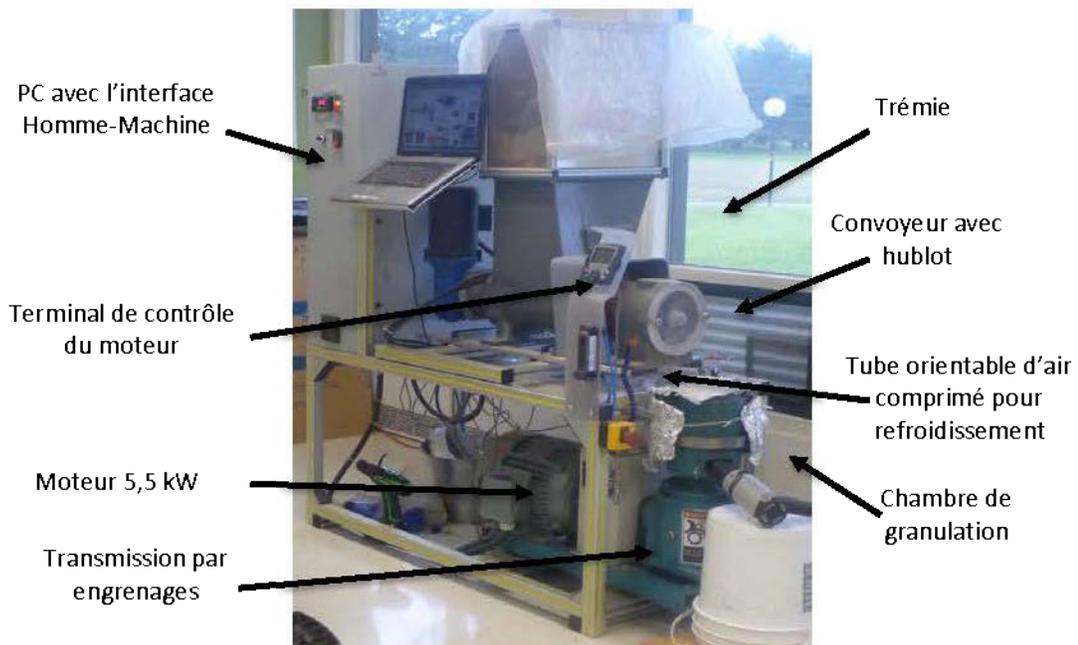


Figure 2.2 : Aperçu de granuleuse en cours de préchauffage

Nous pouvons reconnaître la trémie d'alimentation en gris foncé et son convoyeur, l'ordinateur avec à l'écran une interface graphique des paramètres, la granuleuse et la transmission en bleu et son moteur en gris.

2.2.1 Le système d'alimentation en mélange à granuler

Avant de débiter un essai, le mélange à granuler est préchauffé puis stocké dans une trémie d'environ 100 L pendant une dizaine de minutes, le temps de lancer l'essai de production. Cette trémie intègre à sa base une vis sans fin permettant de convoyeur le mélange vers la granuleuse. La trémie n'est pas équipée d'un dispositif de décompactions pour supprimer le risque de voûtes au-dessus de la vis. Cela pourrait engendrer des fluctuations ou un défaut d'alimentation en mélange. Cependant, si la sciure est versée progressivement pour ne pas tasser le mélange par sa chute, le risque de formation d'une voûte devient très faible.

L'ensemble de la trémie et du convoyeur est en aluminium. L'extérieur du fourreau de la vis de convoyage est tapissé d'éléments chauffants flexibles en caoutchouc de silicone. La puissance de chauffage installée est d'environ 1 kW (6 éléments de 180W), avec un flux de $25\text{W}/\text{cm}^2$. Le chauffage est contrôlé par un régulateur de température indépendant du reste de l'installation. La puissance est pilotée par un relai statique (relai de type électronique SSR). Ces éléments permettent d'augmenter la température du mélange lors de son convoyage vers 85°C et de maintenir la température vers 50°C du côté de la trémie.

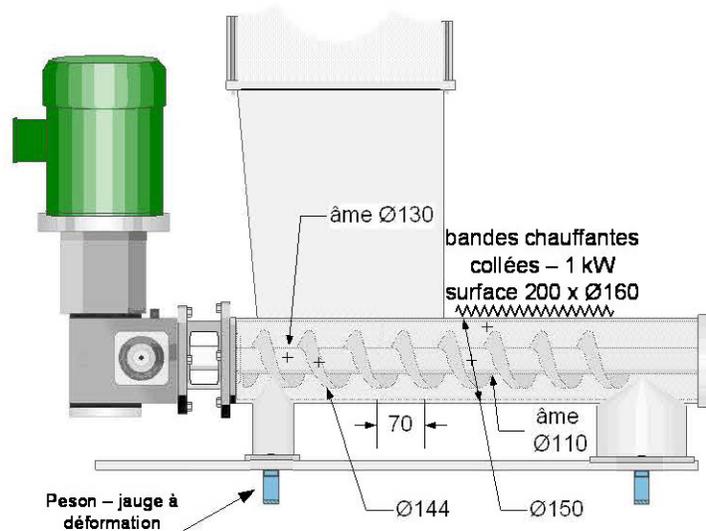


Figure 2.3 : Dimensions retenues de la vis d'alimentation après plusieurs essais pour convoyer la sciure de la trémie à la chambre de granulation

La vis sans fin a été modélisée pour pouvoir convoyer régulièrement la sciure tout en atteignant un débit de 80 kg/h , débit opérationnel de la granuleuse d'après le constructeur. La vis est actionnée par un réducteur (1/60) couplé à un moteur de 0,5 HP (0,37 kW). Un variateur de fréquence alimentant le moteur permet de choisir la vitesse de rotation de la vis, soit le débit convoyé.

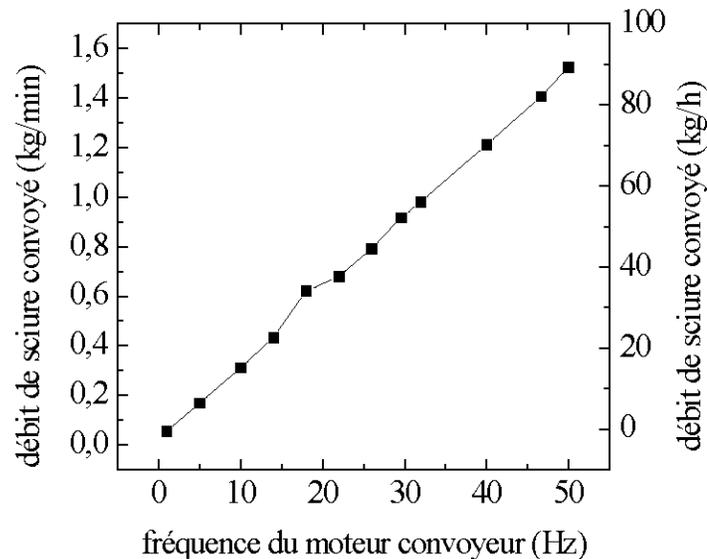


Figure 2.4 : Mesure du débit massique délivré par la vis, sans chauffage, - sciure broyée sur une grille de 9 mm, humidifiée à environ 25 %

Plusieurs débits massiques sont calculés pour différentes vitesses de convoyage et différents mélanges. Ces débits massiques sont déterminés en mesurant le temps nécessaire pour convoyer la masse connue introduite dans la trémie en fonction des différentes granulométries du mélange et de son humidité. Nous n'avons pas constaté de fluctuations sensibles du débit et d'effets de Jansen sur la capacité de la vis (poids ou hauteur minimum du mélange dans la trémie où les frottements exercés sur la vis par le mélange deviennent constantes).

2.2.2 La granuleuse - partie moteur

La granuleuse est fabriquée par la compagnie chinoise Gemco du groupe Agico. Le modèle est la Gemco LSP-150B (Chine - 2013) avec filière tournante. Celle-ci en tournant entraîne les rouleaux placés sur un axe stationnaire. Sous la chambre de granulation est placé un réducteur à engrenage conique à axes concourants. La filière est coincée sur l'arbre de sortie du réducteur par clavetage (Figure 2.5). Le taux de

réduction est d'environ 5,12:1 tours en sortie (côté filière). La lubrification est assurée par barbotage d'huile.

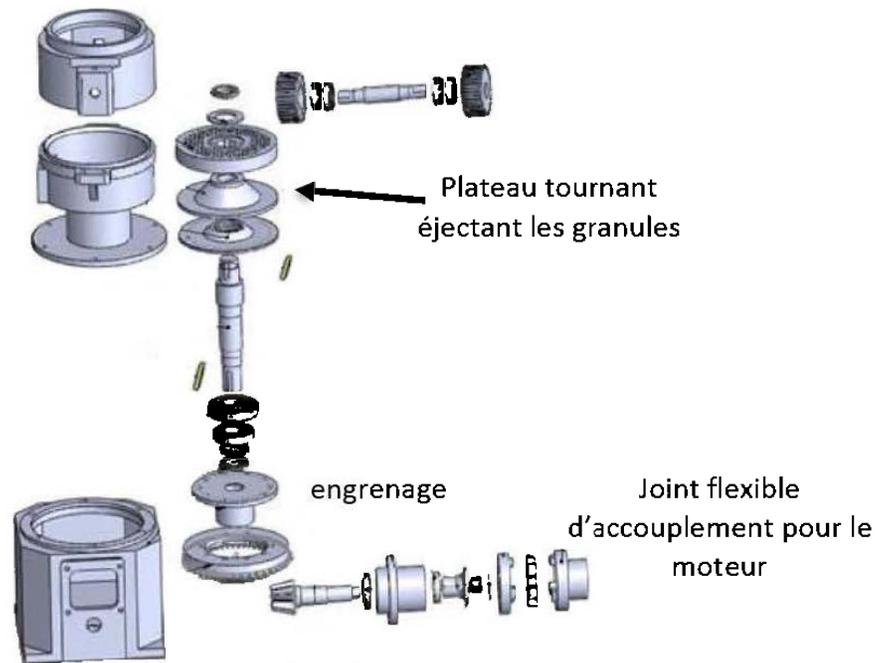


Figure 2.5 : Vue éclatée des pièces composant la granuleuse - Dessin extrait du manuel du constructeur (Anyang GEMCO Energy Machinery 2014)

Cette petite granuleuse est destinée principalement à granuler des produits agricoles, avec un débit de production annoncé de l'ordre de 50 à 90 kg/h. À l'origine, la granuleuse est dotée d'un moteur de 3kW. Mais pour granuler des produits plus difficiles comme le bois, le constructeur conseille de coupler la granuleuse avec un moteur de 5,5 kW (7,5 HP). Nous avons alors sélectionné un moteur 5,5kW conçu pour les conditions de fonctionnement sévères et qui est classé comme étant à haute efficacité énergétique (moteur de classe IEC2, rendement 89-91% à pleine charge). Nous disposons ainsi d'une surface spécifique (S_p) de 5,1 cm²/kW installés.

Un variateur de gamme supérieure pilote ce moteur afin que la communication entre un automate et le variateur soit fiable et rapide, nous avons choisi l'ATV61 de

Schneider électrique (France - 2013) qui permet d'avoir accès à de nombreux réglages grâce au logiciel fourni (Schneider - SoMove) et un terminal de commande déporté avec affichage graphique facile à prendre en mains. La commande du moteur emploie la loi quadratique pour le couple $C=K.n^2$ qui permet d'avoir un couple-moteur (C) proportionnel (K une constante) au carré de la vitesse (n). La puissance consommée en fonction du couple résistant induit dans la chambre de granulation est mieux optimisée.

2.2.3 La chambre de granulation

La chambre ou la tête de granulation est le boîtier renfermant la filière, les rouleaux et le plateau d'éjection de granule.

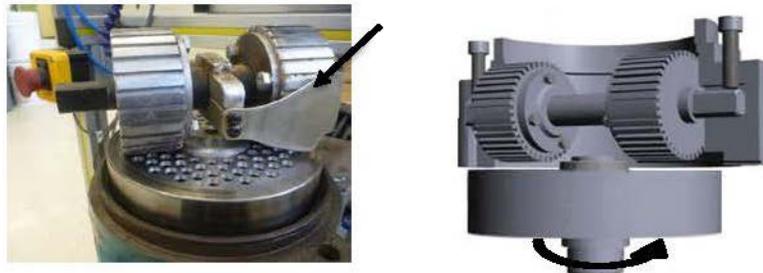


Figure 2.6 : Aperçu de l'équipage mobile de la chambre de granulation et des déflecteurs

Les éléments qui composent la chambre sont:

- un chariot comprenant l'axe et les rouleaux: il est monté en chape dans le boîtier et des vis exercent une pression aux extrémités de l'axe permettant de plaquer les rouleaux sur la filière ou de limiter un certain entrefer lors du fonctionnement en charge.
- des cales réalisées par nos soins (non représentées) pour éliminer les jeux entre l'axe et ses logements. Il s'agit de rendre l'ensemble plus rigide une fois monté.

- des déflecteurs ou racleurs. Le rôle du déflecteur est d'empêcher le blocage de la rotation des rouleaux dû au tassement de la sciure entre le flanc extérieur du rouleau et le boîtier (Figure 2.7). Il a été construit afin de favoriser un étalement homogène de la sciure à la surface de la filière. L'autre solution possible est d'envoyer régulièrement aux alentours des rouleaux des jets d'air comprimé par intervalle de quelques secondes. Cette solution est proposée par la compagnie OlioTechnologie qui commercialise des granuleuses semblables.



Figure 2.7 : Aperçu du problème d'accumulation de sciure entravant la rotation du rouleau

Le diamètre de la filière est de 150 mm et comporte 100 canaux. Le diamètre du rouleau est de 80 mm et sa largeur est de 35 mm avec une denture de 6 mm de large et espacée de 3 mm. La profondeur des rainures est de 4 mm.

2.2.4 Les filières

Les filières avec des trous de 6 mm de diamètre proposées par le constructeur GEMCO ne dépassent pas les 24 mm d'épaisseur (Figure 2.8). Cette épaisseur est

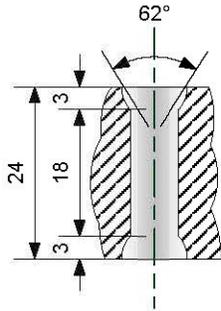
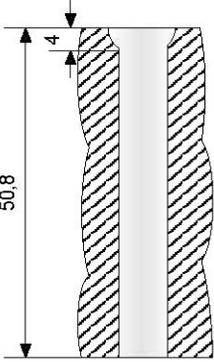
insuffisante pour produire des granules en présence de lipides. Pour nos travaux, nous avons fait usiner une filière épaisse de 2" ou 51 mm avec une rehausse pour pouvoir loger cette filière dans le boîtier. Les caractéristiques des filières sont données dans le tableau 2.1.

La filière usinée a été rodée dans la granuleuse avec un mélange de sable fin, d'huile et de sciure de bouleau (environ 10%-10%-80%) pendant au minimum de 1h.



Figure 2.8 : Vue des trois filières utilisées: à gauche, la filière standard fournie par le constructeur, au milieu, une filière standard avec une entrée élargie par nos soins, à droite, filière épaisse spécialement usinée et utilisée uniquement pour nos travaux.

Tableau 2.1 : Caractéristiques géométriques des filières à notre disposition

Géométrie / Matrice ou filière	standard (d'origine)	usinée par nos soins
Forme	recto/verso 	 Recto seulement
Hauteur (mm) x angle du chanfrein (°)	3 x 62°	4 x 52° (environ)
Diamètre Ø du canal	6.0	6.0
Longueur du canal - sans chanfrein	18	47
Nombre de canaux	100	100
Ratio de compaction Øentrée/Øcanal	8/6 = 1,33	~8/6 ~1,33
Ratio de compression L/Øcanal	18/6 = 3	48/6 = 8

2.3 Les dispositifs de contrôle-commande

2.3.1 Les commandes de la granuleuse

Bien que nous disposions d'un automate industriel programmable, les commandes des deux moteurs et du chauffage du convoyeur se font indépendamment par leur propre circuit électrique. Il s'agit de garantir une meilleure sécurité pour un

arrêt précipité ou en cas de problèmes dans la programmation de l'automate. Le rôle de l'automate est d'offrir seulement un écran de visualisation de l'évolution des différents paramètres d'opération.

Tableau 2.2 : Détails des commandes des organes de puissance de l'installation

Équipement commandé	Élément contrôleur	Commande
Moteur granuleuse 5,5 kW asynchrone de Hico (Corée) Totalement fermé et ventilé	Variateur de fréquences Schneider ATV61 208V 5,5 kW	Terminal de dialogue graphique d'origine et déporté près de la chambre de granulation
Moteur convoyeur 0,37 kW asynchrone Leeson (É.-U.)	Variateur de fréquences Schneider ATV12 208V 0,5 kW	Bouton-poussoir marche/arrêt avec témoin lumineux Potentiomètre de précision 100 graduations sur 10 tours
Bandes chauffantes 1 kW total	Régulateur PID XMT-802 (2013 - Chine) avec relai statique triphasé (SSR)	Bouton-poussoir marche/arrêt avec témoin lumineux et consigne par l'interface du régulateur
Module de surveillance de sécurité et d'arrêt d'urgence Schneider XPS-AM	Contacteur de puissance de chauffage et du moteur du convoyeur	Arrêt d'urgence et capteur- interrupteur avec tête à mvt angulaire multi-direction et tige à ressort Commande de réarmement avec témoin lumineux.

L'annexe B présente un exemple du schéma électrique de montage du câblage entre le variateur de fréquence du moteur de la granuleuse (5,5 kW) et le module de surveillance de sécurité.

2.3.2 Les capteurs de mesures installés

Le tableau 2.3 présente la liste des capteurs et leurs principales caractéristiques.

Tableau 2.3 : Détails des capteurs présents sur la granuleuse

Capteurs	Marque modèle	Type	Lieu des mesures
Température	Oméga 5TC GG-T-30-72	μ -Thermocouple T aux fils souples gainés	Au convoyeur et sur mélange chutant dans la chambre de granulation
Vibration mécanique en 1D	Measurement Specialties Inc.	déformation FEM piézo	Amplitude des vibrations sur le plan horizontal de la tête de granulation
Température avec lecture	Omega TPD40	Sonde rigide en métal	Sur le mélange préchauffé, les granules, la surface inférieure de la filière, et durant les tests de friction des canaux

Une fois le montage finalisé, tous les capteurs de température ont été vérifiés avec un thermomètre précis à 1°C (Kessler, modèle 3998CR2, USA - 2014).

Les micro-thermocouples de type T ont été retenus pour leur précision et le prix compétitif du module offert pour brancher ces thermocouples à l'automate. Pour connaître la température proche de la couche compressée de sciure à la surface de la

filière, un thermocouple est placé à environ 1 mm au-dessus de la surface métallique de la filière et à 2-3 cm après le pincement du rouleau avec la filière.

Pour mesurer de façon continu la température des granules sortant de la granuleuse, nous avons choisi d'installer un capteur infrarouge (capteur thermopile OTP-538U, 116 pixels sensibles entre 5 et 14 μm , produit de Orisystech). Au moment de nos essais préliminaires, nous avons observé que la mesure avec un tel capteur optique, est inadaptée due à la présence de poussières et de vapeur d'eau. Nous l'avons remplacé par un simple thermomètre numérique dont la sonde est une gaine métallique. L'inconvénient d'un tel thermomètre est le temps de réponse assez long, environ 20 s.

2.3.3 La collecte et traitement des données

La collecte et le traitement des données sont réalisés par un automate programmable industriel. Nous avons retenu le modèle Ultimat de chez Opto22 (2006 - USA). Il est modulaire et muni d'un microprocesseur et de mémoire pour la programmation et le stockage de données. Ce modèle est doté d'un module d'acquisition spécifique pour le branchement de thermocouples de type T (avec compensation par soudure froide) et d'un module de communication numérique pour dialoguer avec les variateurs selon le protocole industriel ModBus.

La programmation de l'automate est faite sur un ordinateur avec PAC Project d'Opto22. Une grande partie du travail de programmation a consisté à réinterpréter les fonctions de communication ModBus pour les variateurs de fréquences.

Nous cherchons à visualiser au fil de l'eau les conditions opératoires de notre essai de granulation. Cette tâche est facilitée en reliant un ordinateur à l'automate. Pour cela le constructeur fournit le logiciel PAC Display pour la conception d'Interface Homme-Machine (IHM). Des fenêtres IHM sont créées pour la conduite

de la granuleuse (Figure 2.9) et pour suivre les différentes évolutions des mesures sous forme de graphes depuis le début de la granulation

Toutes les valeurs des paramètres sont gardées en format ASCII pour faciliter l'importation par un tableur ou un logiciel de traitement statistique.

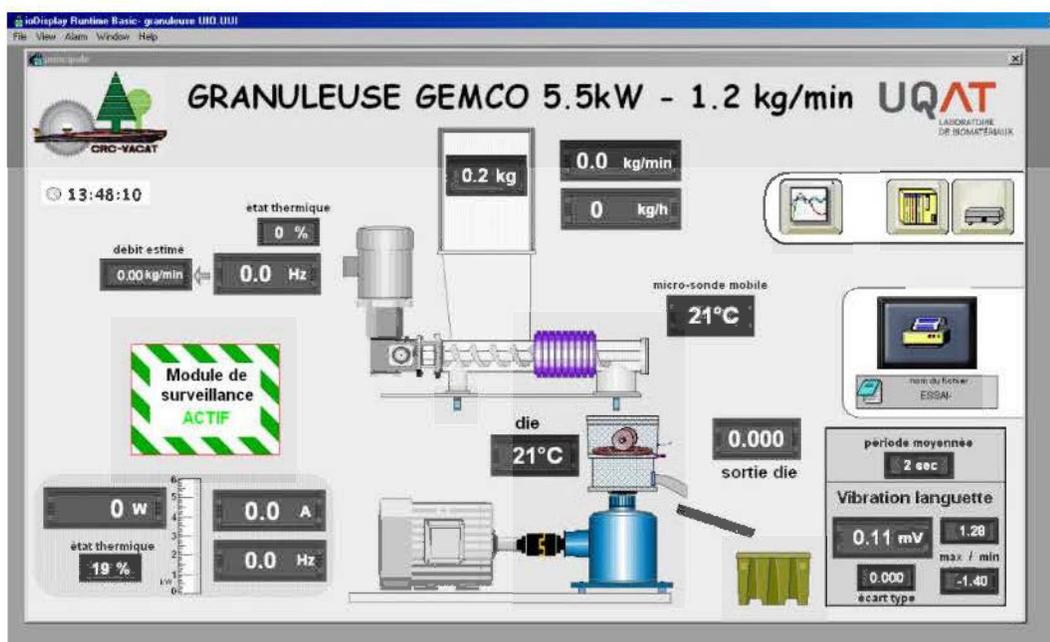


Figure 2.9 : Vue de l'interface de conduite sur l'écran de l'ordinateur placé près de la granuleuse

2.4 La mise au point de la granuleuse : phase des essais préliminaires

Nous avons procédé à des essais de granulation rapides avec environ 3 kg de mélange. Ces essais se veulent avant tout une étape pour des ajustements techniques et de capitalisation de l'expérience sur le comportement de la granuleuse avec les mélanges préparés d'après les taux d'humidité relevés durant notre recherche bibliographique.

Comme on pouvait s'y attendre, il n'a pas été possible de produire des granules consistantes avec les filières fournies avec la granuleuse. Ces filières ne génèrent pas

suffisamment de contrepression par leur faible épaisseur (taux de compression $L/d=3$). Suite à ça, nous avons conçu et usiné une filière d'épaisseur de 51 mm avec un taux de compression L/d proche de 8. Après essai, nous avons dû modifier l'entrée du canal (Figure 2.10), car nous avons observé que la sciure descendait avec difficulté.



Figure 2.10 : Modification de l'angle de chanfrein des canaux après les essais préliminaires

La figure 2.11 présente quelques granules produites durant les essais préliminaires. Nous nous sommes limités à observer le débit de granulation et l'état de la surface des granules. À gauche, la granule est friable : elle est obtenue avec de la sciure peu humide (~15% d'eau) incorporant une faible quantité de graines de canola (~11%). À droite, la granule est plus foncée et plus ferme. Cette granule est produite à partir d'un mélange de sciure relativement humide et riche en graines de canola (~25% d'eau et ~25% de graines). Au milieu, les granules présentées sont de compositions intermédiaires.



Figure 2.11 : Différents aspects de granules obtenues après les essais préliminaires.

Les granules démontrant des caractéristiques mécaniques convenables sous l'action des doigts sont récupérées pour établir par la suite les tests mécaniques présentés au chapitre suivant.

Durant ces essais, nous avons pu définir un débit optimal de granulation avec la filière usinée de 51 mm d'épaisseur. Ce débit est entre 30 et 35 kg/h pour un mélange facile à granuler, soit très humide et riche en graine (25%-25%). Il faut s'attendre à un débit maximal à la baisse dans les cas de mélanges plus secs et moins gras.

CHAPITRE 3

MATÉRIELS ET MÉTHODES

3.1 Matériels

3.1.1 Les copeaux de bouleau blanc

Les copeaux proviennent d'un stock produit spécialement pour alimenter une chaudière commerciale en Abitibi. Ces copeaux ont été produits par la Coopérative Forestière du Nord-Est (CFNO) à l'aide d'une déchiqueteuse mobile industrielle à tambour de 150 HP (marque Morbark - É.-U.). Les copeaux ont été ramassés sous un abri sur le site de l'ancienne scierie de Tembec à Taschereau en Abitibi-Ouest. Les copeaux rapportés ont été étalés en couche d'environ 5 cm pendant quelques jours dans un local aéré pour atteindre une humidité d'environ 30% (base sèche) ou moins.

3.1.2 Les graines de canola

Les graines de canola ont été fournies par la ferme avicole Paul Richard & fils à Rivière-Héva, en Abitibi. Les graines sont tirées directement d'un silo de stockage. Ces graines ont été récoltées l'année précédente et présentent un taux d'humidité d'environ 4% (base sèche).

3.2 Plan d'expérimentation

L'objectif du plan d'expérimentation est d'évaluer les conditions optimums de production donnant des granules qui devront :

- ✓ respecter la durabilité énoncée dans les normes avec des propriétés mécaniques maximales pour minimiser la dégradation en fines durant le transport et la manutention,
- ✓ avoir une masse volumique suffisamment élevée pour atteindre un coût avantageux entre le transport et le pouvoir énergétique de la granule. Cependant, la masse volumique ne doit pas être trop élevée pour permettre une combustion appropriée,
- ✓ minimiser le taux d'humidité pour un transport rentable et pour une combustion performante,
- ✓ renfermer suffisamment de graines de canola pour se rapprocher du pouvoir calorifique du bois torréfié.

Les deux premiers critères reposent en partie sur le choix de la température et la géométrie de la filière dans la granuleuse. Quant au taux d'humidité de la granule, il est influencé par le taux d'humidité initial du mélange à granuler. Ce dernier a une incidence sur les trois premiers critères par la teneur des lipides présents.

Les essais de mise au point de la granuleuse ont permis de baliser un domaine d'intérêt expérimental en fonction des teneurs en eau et en graines de canola. Nous cherchons à assouplir le plan expérimental d'optimisation pour mélange en fixant quelques facteurs en lien avec les conditions opératoires.

3.2.1 Définition des facteurs-réponses

La figure 3.1 résume les différents paramètres d'expérimentation suivis durant l'essai de granulation.

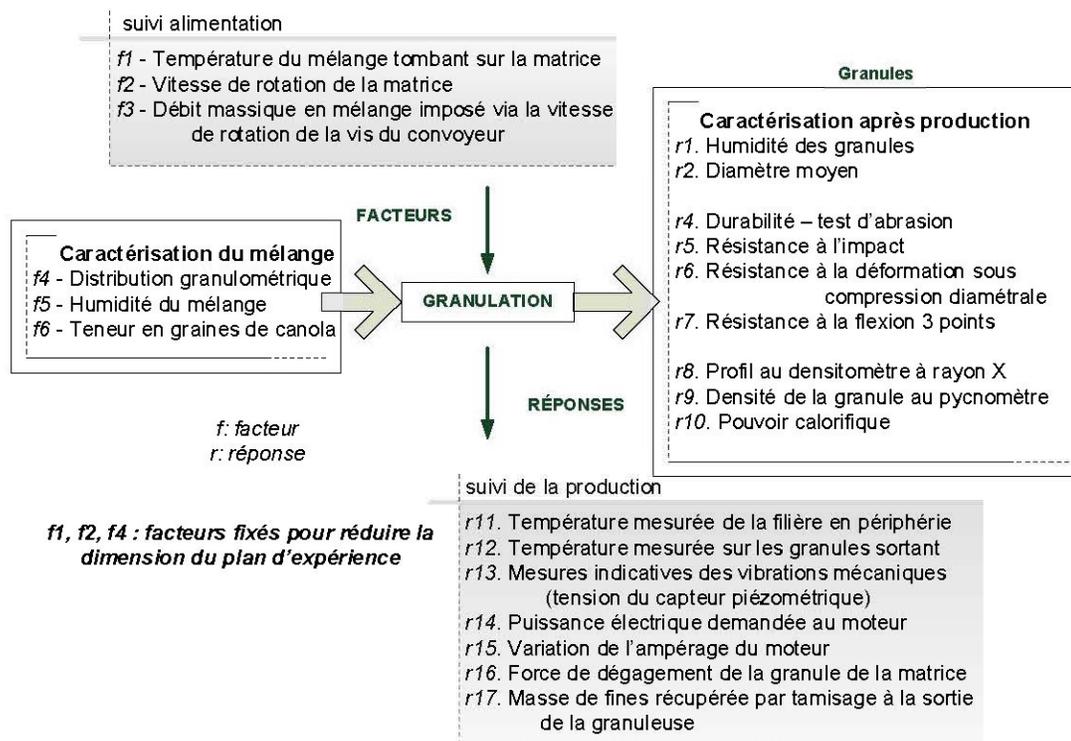


Figure 3.1 : Les facteurs et les réponses d'un essai de granulation

Les mesures sur les granules permettent de démontrer l'atteinte de notre objectif principal : obtenir des granules de qualités mécaniques convenables avec un pouvoir calorifique augmenté. Les paramètres opératoires de la granuleuse sont suivis pour nous aider à cibler les conditions de granulation optimales.

3.2.2 Les facteurs variables

Les paramètres d'entrée que nous avons choisi de faire varier sont:

- la teneur en graines broyées de canola introduite, en %_{mass} base humide du mélange à granuler,
- le taux d'humidité du mélange avant granulation, en %_{mass} base humide,
- le débit d'alimentation ou de production de la granuleuse.

3.2.3 *Les facteurs fixes*

Les variables d'entrée suivantes sont fixes en raison de la quantité de sciure disponible ou en raison de contraintes techniques. Suite aux essais préliminaires, il sera question de choisir la vitesse de rotation de la filière et de la taille de la granulométrie après avoir étudié leurs effets principalement sur la qualité mécanique de granule. Les facteurs qui sont fixés pour le plan d'optimisation sont:

- l'entrefer,
- la température du mélange tombant dans la granuleuse,
- la distribution granulométrique,
- la vitesse de rotation de la filière (en tr/s), dépendant de la vitesse du moteur électrique imposée par le variateur de fréquence.

3.2.4 *Définition du plan d'optimisation pour mélange*

L'étude quantitative repose sur un plan d'expérience pouvant établir des surfaces de réponses. Le choix s'est fixé sur un plan pour mélange à 3 niveaux. Le choix d'un plan d'expérimentation à 3 niveaux par rapport à un plan à 2 niveaux est motivé par la possibilité de savoir comment varie la réponse (forme linéaire, quadratique ou cubique...) grâce à un troisième point. Pour une modélisation cubique possible des réponses dans le plan de mélange, nous avons retenu une disposition en réseau centré des points expérimentaux. Le mélange étant composé de trois constituants, le plan représentatif du mélange est de forme triangulaire. Cette disposition est illustrée par la figure 3.2.

Les diagrammes de surfaces de réponses sont déterminés en choisissant un niveau ou un point central puis en variant les autres dans les limites expérimentales que nous avons constatées lors des essais préliminaires.

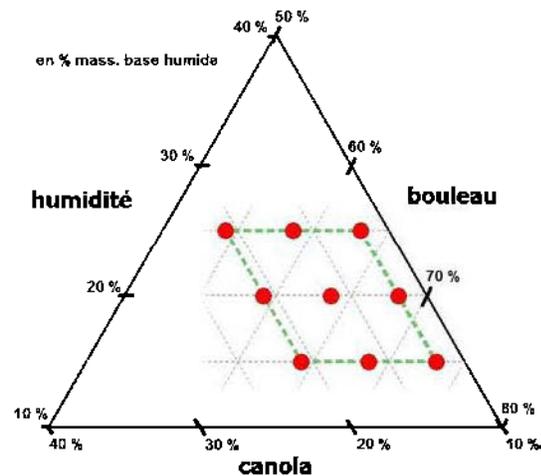


Figure 3.2 : Diagramme triangulaire du domaine d'étude - logiciel MiniTab (Minitab Inc.)

3.2.5 Détermination du domaine d'étude

Les tableaux 3.1 et 3.2 regroupent les modalités des différents facteurs. La valeur de chaque facteur représente une coordonnée du point expérimental dans le domaine d'étude (points de la figure 3.2). Une contrainte est naturellement imposée sur la variation des facteurs décrivant la composition du mélange d'alimentation : la somme des constituants dans le mélange humide est égale à 1 ou à 100 %_{mass} - base humide.

Tableau 3.1 : Valeurs considérées pour les teneurs dans le plan d'optimisation

Conditions de formulation du mélange - en %_{mass} base humide			
Facteurs	3 niveaux		
Taux d'humidité du mélange	15 %	20 %	25 %
Teneur en graines de canola	11,9 %	16,4 %	20,8 %
Contrainte sur la composition – somme égale 100 % - soit 9 combinaisons			
Sciure contenue – bouleau blanc	54,2 - 58,6 - 59,2 - 63,1 - 63,6 64,2 - 68,1 - 68,6 - 73,1 %		

Des débits différents permettent de mettre en évidence l'effet du temps de séjour. Durant les essais préliminaires, nous avons pu établir le débit maximum, qui est de l'ordre de 35-40 kg/h de granules produites. Le choix de 20-25 kg/h comme débit haut dans notre plan d'expérimentation nous assure de pouvoir granuler des mélanges moins humides et moins gras, autour de 15% d'humidité et 11,9% en graines (base humide). Cependant, le débit d'alimentation sera considéré comme un facteur qualitatif à 2 niveaux. En effet, il est difficile de contrôler avec finesse le débit du mélange convoyé vers l'entrée de la granuleuse.

Tableau 3.2 : valeurs des différents facteurs variables ou fixes du plan d'optimisation

Conditions opératoires		
Facteur	2 niveaux	
Débit d'alimentation de la granuleuse	10-15 kg/h	20-25 kg/h
Facteurs	1 niveau fixe	
Entrefer rouleau/filière	Fixe - 0 mm (rouleau touchant la filière)	
Température du mélange en alimentation	Fixe à 80-85°C	
Vitesse de rotation de la filière	à déterminer après des essais (soit 3,8 ou 5,6 tr/s)	
Granulométrie du mélange	à déterminer après des essais (soit passant une grille de 3,2 ou 9 mm)	

La température du mélange tombant dans la granuleuse correspond à la température maximale que nous pouvons obtenir avec le dispositif de chauffage électrique sur le convoyeur.

Pour explorer l'effet de la granulométrie sur la granulation, nous avons broyé avec 2 grilles comportant des tailles de trous différents: 9 mm et 3,2 mm de diamètre. Nous avons donc deux distributions de granulométries différentes pour la sciure de bouleau. Leurs distributions granulométriques sont reproduites sous forme d'histogramme en annexe C.

3.3 Processus expérimental et méthode de mesure

Pour chaque essai de granulation, nous avons suivi les étapes du diagramme illustré à la figure 3.3. Le diagramme est suivi d'une description de la méthode employée pour chaque type de réponse.

Pour notre part, nous avons voulu à être au plus près des conditions industrielles et étudier l'influence des paramètres maîtrisables. Les étapes 5 et 6 du diagramme émulent le chauffage par l'injection de vapeur d'eau se déroulant dans le conditionneur placé au-dessus d'une granuleuse industrielle. Avant le montage de la tête de la granuleuse, elle est chauffée à l'étuve à 105°C. Après son montage, la tête de granulation est isolée thermiquement par une couverture puis la filière est chauffée à environ 130-140°C par un pistolet à air chaud avant de débiter l'essai de granulation. L'annexe D détaille les différentes manipulations opérées au moment du déroulement du conditionnement et de la granulation.

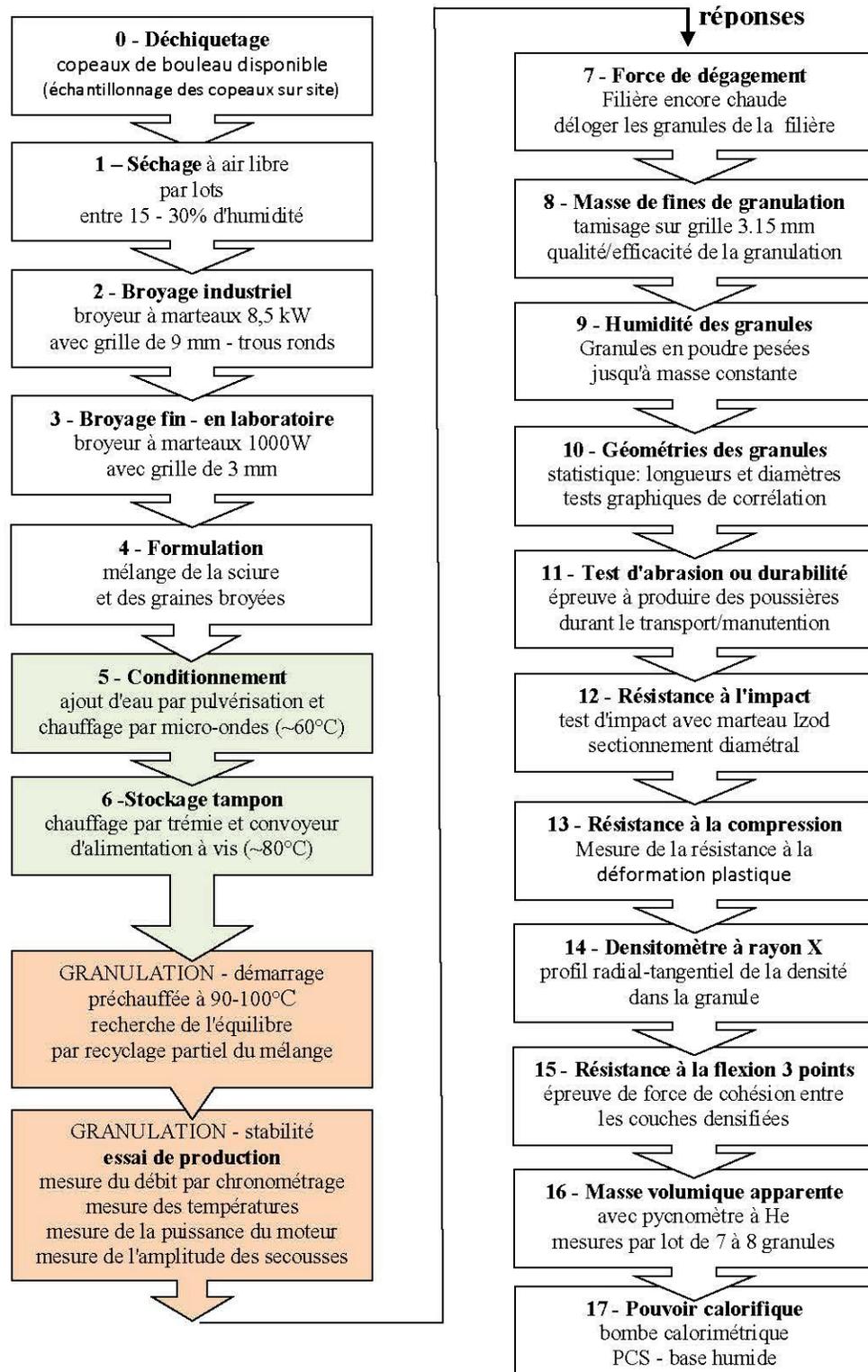


Figure 3.3 : Séquence expérimentale d'un essai de granulation

Après granulation, les granules sont placées en chambre de conditionnement à 20-25°C et à 50% ±10% d'humidité relative dans l'air. Certaines mesures sont effectuées après granulation ou/et après 7 jours. Les trois dernières caractérisations, la résistance à la flexion, la masse volumique apparente et le pouvoir calorifique sont réalisés seulement sur des granules de plus de 7 jours en raison de la disponibilité des instruments.

3.3.1 Détermination de la granulométrie après broyage (étapes 2 et 3)

Les copeaux séchés sont passés dans un petit broyeur industriel à marteaux AKRON FH-64 (Suède) de 8,5 kW, disponible au Centre de Technologie des Résidus Industriels (CTRI, Rouyn-Noranda, Québec). Pour nos besoins, il est doté d'une grille de passage comportant des trous de 9 mm de diamètre. Afin d'imposer une granulométrie plus fine à notre sciure broyée sur grille de 9 mm, nous disposons d'un broyeur à marteaux de laboratoire BSC DF-15 (2013 - Chine) traitant de 5 à 15 kg/h, de 1000 W à 20000 tr/min, avec une grille de trous 3,2 mm de diamètre.

La méthode de tamisage suivie est celle proposée par la norme ASAE S319.3 (*Method of determining and expressing finess of feed materials by sieving*). Le tamiseur de type Ro-Tap RX29 de Ws Tyler (É.-U.) est employé. Il est tamisé environ 100 g à chaque essai. Les pesées sont faites sur une balance précise au 0,01 g. La distribution est calculée après 3 essais de tamisage.

3.3.2 Mesure de la force de dégagement de la granule du canal (étape 7)

Le banc d'essai mécanique à notre disposition est le modèle BT1-FR100THW (2009) de Zwick/Roell (Allemagne). Le capteur de force monté est de 100 kN maximum avec une résolution de 1 N. La précision de déplacement de la traverse est d'environ 1 µm. Les forces et le déplacement de la traverse sont enregistrés avec le logiciel TestXpert II de Zwick/Roell. Ce logiciel permet de visualiser les courbes des

contraintes de déformation, d'effectuer des opérations graphiques (point d'inflexion, pic, etc.) et de réaliser des statistiques descriptives.

Pour ce test, une tige verticale qui fait office de poinçon est soudée sous le plateau supérieur. Pour faire sortir le mélange emprisonné dans le canal de la filière, nous imposons à l'entrée du canal ce poinçon d'un diamètre proche du diamètre du canal (Figure 3.4). L'extrémité du poinçon est légèrement chanfreinée pour permettre de corriger l'excentration au moment de son entrée dans le canal. La force de friction ou de dégagement est exprimée en N par simplification, car nous utilisons une seule filière. Dans le cas contraire, la mesure serait réduite en N/mm de longueur de canal ou en N/cm² de paroi latérale de canal pour comparer différentes épaisseurs de la filière.



Figure 3.4 : Mesure de la force de dégagement de la granule prise dans le canal, filière chaude, dans les 10 min suivant la fin de l'essai de granulation

Nos mesures sont pratiquées sur filière encore chaude, après 5 min environ de la fin de l'essai de granulation. Ce temps correspond au temps de démontage de la filière. Durant les mesures, la température dans un canal préalable débouché est

relevée (la température dans le canal débouché passe de 90-80°C à 70-60°C à la fin des mesures). Au minimum, 15 mesures sont effectuées. Pour chaque essai de granulation, les mesures sont exécutées avec les mêmes canaux et dans le même ordre pour des comparaisons canal à canal des courbes entre les essais de granulation. Après des tests préliminaires, nous avons choisi de réaliser les mesures sous une vitesse de charge contrôlée à 100 N/s. L'annexe E-1 présente un exemple de résultats obtenus.

3.3.3 Détermination du taux de fines après granulation (étape 8)

Après l'essai de la granulation, la masse totale de granules produites après stabilisation de la granulation est déterminée. Les granules sont ensuite passées sur le tamis percé de trous ronds de 3 mm. Les fines récupérées au travers du tamis sont pesées sur une balance précise à 0,01 g. Le ratio entre la masse de fine et la masse totale est ainsi calculé. Ce ratio est une des réponses du procédé nous permettant d'évaluer la qualité de la granulation (Bergström, Israelsson et *al.* 2008).

3.3.4 Détermination du taux d'humidité (étape 9)

L'humidité est mesurée par pesage et étuvage à 103°C en suivant les recommandations de la norme ASTM E871 – 1998. Les pesées sont réalisées sur une balance précise à 0,01 g près. L'humidité est déterminée jusqu'à masse constante. La masse constante est supposée atteinte si les deux dernières pesées ne diffèrent pas de plus 0,2% (d'environ 0,10 g pour un échantillon de 50 g).

3.3.5 Mesures géométriques des granules : longueur et diamètre (étape 10)

Une fois la masse de fines de production calculée, nous effectuons un tamisage pour retirer les petits morceaux de granules. Ce tamisage est réalisé en versant simplement les granules sur une plaque inclinée perforée de trous de 6 mm. Dans le

milieu industriel, le tamisage est obtenu avec des tamis vibrants en sortie du refroidisseur (voir la figure 0.1).

Pour effectuer une prise représentative, nous avons disposé deux bacs de récupération juxtaposés au pied de la plaque inclinée. Les granules qui dégringolent ont donc le choix de finir dans l'un des deux bacs. Ainsi, nous procédons à un fractionnement de façon homogène de notre échantillon en écartant un bac de récupération une fois le tout déversé. En répétant l'opération en gardant un seul bac à déverser à chaque fois, nous réduisons le volume de l'échantillon par deux. Cette division en lot par passages successifs sur la plaque est adoptée pour garantir un échantillonnage le plus représentatif possible.

L'opération est terminée lorsque nous avons à vue d'œil un échantillon d'environ 30 à 50 granules pour pratiquer des mesures de diamètre et de longueur. Lehtikangas (2000) s'est fixé un échantillon 40 granules. Les mesures sont réalisées avec un pied à coulisse numérique d'une précision de 0,01 mm.

3.3.6 Test d'abrasion ou durabilité des granules (étape 11)

La durabilité est mesurée selon la méthode Pfost (caisson tournant) décrite dans la norme ISO17831. Environ $500 \text{ g} \pm 10 \text{ g}$ ($m_{\text{introduite}}$) de granules tamisées à 3 mm sont introduits dans le caisson (Figure 3.5). Le caisson doit tourner à $50 \pm 2 \text{ tr/min}$ et effectuer 500 rotations.

Le contenu du caisson récupéré est à nouveau tamisé et pesé ($m_{\text{récupéré}}$). La différence de masse de granules correspond à la masse de fines produite par abrasion. L'indice ou le pourcentage de durabilité des granules (Pellet Durability Index - PDI) est calculé selon le simple rapport de l'équation (1.3):

$$\text{PDI} = 100 \times (m_{\text{récupérée}} / m_{\text{introduite}}) \quad (1.3)$$

La durabilité des granules et leur humidité sont mesurées dans l'heure après leur production (au jour 0 ou indice J0) et 7 jours après (J7).



Figure 3.5 : Durabilimètre avec caisson ISO construit pour notre usage avec commande automatique par compte-tour et affichage du compte à rebours

3.3.7 Test d'impact ou de choc sur les granules (étape 12)

Le test d'impact ou de choc est un test indiquant comment la granule va par exemple résister aux chocs survenant durant son aspiration dans les conduites pneumatiques ou lors de sa chute lors des transbordements aux ports. Il existe des travaux de recherche où la mesure au choc est simplement réalisée en lâchant la granule au sol (Kaliyan et Morey 2009). Dans notre cas, les essais de résistance au choc sont exécutés sur un banc de test d'impact modèle HIT 5.5 BIP-5.5COMC (2009) de Zwick/Roell (Allemagne). Ce banc détermine par la méthode pendulaire l'énergie nécessaire pour briser des éprouvettes de dimensions déterminées selon des normes ASTM et ISO. Nous effectuons des tests de résistance au choc-flexion ou de résilience conduisant au sectionnement diamétral par flexion d'une granule encastrée verticalement à une seule extrémité (montage en porte-à-faux). Ces tests sont effectués avec un mouton-pendule à 2,75 Joules de choc dont le percuteur, horizontal,

est de la forme Izod (Figure 3.6). Ce banc est semi-automatique et la mesure de l'angle du pendule atteint après choc est transmise à l'ordinateur pour y être traitée par le logiciel TestXpert II.

Pour réaliser un test d'impact sur une granule, des embases ont été spécialement construites pour fixer la granule en porte-à-faux. L'embase est pourvue d'un coulisseau pour faciliter l'éjection de la granule coincée après sectionnement. L'annexe E-2 présente la détermination de la position en porte-à-faux de la granule dans l'embase.



Figure 3.6 : Banc d'essai de résistance au choc Izod et porte-échantillons pour granule

Le test comprend un minimum de 30 impacts pour calculer une valeur moyenne et son écart-type. La mesure est donnée simplement en mJ. Le test d'impact est effectué le jour de la granulation puis après 7 jours sur des granules stockées en chambre de conditionnement.

3.3.8 Test de compression diamétrale: résistance à la déformation plastique (étape 13)

Le même banc d'essai est employé pour mesurer la force de dégagement de la granule. Il est monté des plateaux de compression représentés à la figure 3.7.

Il n'y a pas de norme sur la compression diamétrale pour des produits similaires aux granules (charbon, etc.) employant un banc d'essai mécanique. Un exemple d'usage d'un banc mécanique est décrit par Bergström, Israelsson et *al.* (2008). Pour leurs granules de pin sylvestre produites sur une granuleuse semi-industrielle, ils ont choisi une vitesse lente de 0,4 mm/min pour écraser une granule et ont divisé la force de rupture lue par la longueur de granule (mesure donnée en N/mm de longueur). Finell, Arshadi et *al.* (2009) ont plutôt choisi une vitesse de 12 mm/min, mais les granules mesuraient 12 mm de diamètre. Leurs granules ont été produites avec une simple presse. Les forces de rupture mesurées sont de l'ordre de 400 à 800 N/cm de longueur de granule et pour Bergström, Israelsson et *al.* (2008), l'écart-type est environ ± 100 N/cm.



Figure 3.7 : Mesure de la déformation sous compression diamétrale (ici avec une seule granule de 20 mm posée entre les plateaux)

Cependant les forces de rupture relevées pour nos granules présentent une aussi grande variabilité que les mesures de Bergström, Israelsson et *al.* (2008) ou de Tabil (1996), que nous avons placée entre les plateaux de compression une seule ou plusieurs granules. C'est sur cette constatation que nous privilégions plutôt l'estimation du taux de déformation diamétrale des granules (déformation entraînant

l'aplatissement de la granule). Les paramètres opératoires pour déterminer facilement et plus rapidement ce taux de déformation ont été recherchés (voir annexe E-3 présentant un exemple de courbes obtenues).

Les paramètres opératoires retenus sont une vitesse de charge contrôlée à 75 N/s après une approche lente des disques de compression et un contact assez "ferme" sur les granules (déclenchement de la charge contrôlée après une résistance mesurée au capteur de 5 N). Les mesures sont effectuées par groupe de 5 granules de 20 mm pour la rapidité et la précision du capteur vis-à-vis de la mesure (étalonnage validé entre 1000 N et 100 kN).

Généralement, nous estimons une résistance à la déformation élastique simplement en calculant la pente linéaire de la courbe entre les positions 200 μm et 500 μm , soit pour une déformation élastique de 0,3 mm. Le résultat de l'essai est représenté par la moyenne de 3 à 4 pentes calculées. La résistance à la déformation est rapportée en N par cm de longueur de granule et par mm de déformation (N/cm/mm). Le test de compression diamétrale est réalisé après la granulation puis sur des granules stockées après 7 jours.

3.3.9 Profil de la densité des granules dans le plan longitudinal radial (étape 14)

L'aspect de la densification de la granule en profondeur est apprécié par densitométrie à rayon X. L'appareil utilisé est le modèle QTRS-01X de QMS - Quintek Measurements System (2004 - États-Unis). Cet équipement détecte par variation de la densité les cernes d'un tronc d'arbre pour y calculer son âge grâce au logiciel fourni QTRS Tree Ring (v2.04). Un protocole a été établi pour adapter la mesure de la densité à une granule.

Dans notre travail, nous nous limitons à observer la régularité de la densité lors du balayage par le faisceau de rayons X d'une granule cylindrique. Le balayage est

réalisé par pas de 0,08 mm, donnant un compromis pertinent temps/précision avec un faisceau large de 0,04 mm en sortie du collimateur.

Nous plaçons sur un porte-échantillon, pour chaque essai de granulation, 10 granules à balayer. En première et dernière position, nous plaçons une référence taillée à partir d'une bûche de bouleau. La première référence est de section carrée de 6,0 mm par 6,0 mm, tandis que la deuxième référence est de section circulaire avec un diamètre d'environ 6,0 mm. La première référence donnera au balayage un signal en forme de plateau, plus facile pour fournir une valeur référentielle. La dernière référence agira comme comparateur de profil ou de contrôle au moment des comparaisons des profils pour chaque essai. Le principe de la densitométrie et les détails sur le calcul pour tracer les profils (normalisation par rapport à la référence) sont donnés en annexe F. La figure 3.8 présente le résultat d'un balayage d'une rangée de granules délimitée par les deux références.

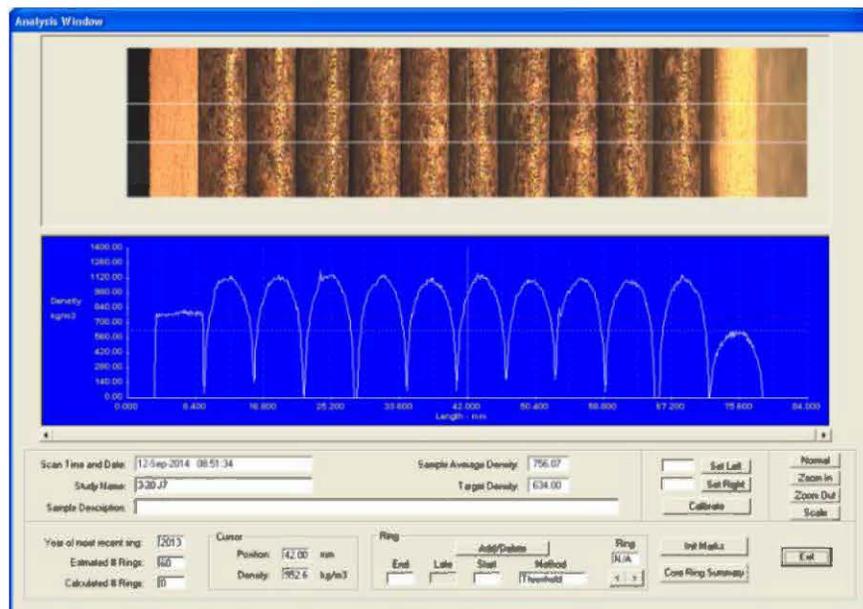


Figure 3.8 : Aperçu des résultats d'un test de balayage à l'aide du densitomètre à rayons X et les données fournies par le logiciel d'analyse (QTRS Tree Ring).

3.3.10 Test de résistance à la flexion 3 points sur la granule (étape 15)

Le test de flexion est effectué sur un banc d'essai mécanique Zwick/Roell modèle BT1-FR020TN (2009 - Allemagne) piloté avec le logiciel TestXpert. Pour les faibles forces nécessaires pour briser la granule en deux, nous avons employé une cellule de charge de 50 N précis à $\pm 0,1$ N (Figure 3.9). La précision de déplacement de la traverse est inférieure à $1\mu\text{m}$.

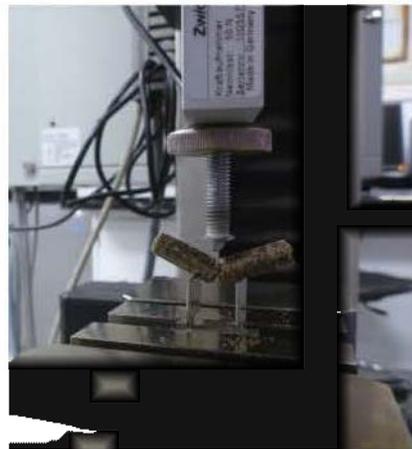


Figure 3.9 : Test de flexion 3 points d'une granule sur le banc d'essai avec une cellule de charge de 50 N.

Les appuis sont écartés de 10 mm. Les bords des appuis et de la charge font 1 mm d'épaisseur. Leurs bords sont arrondis pour supprimer toutes arêtes vives. La vitesse d'approche est de $0,05$ mm/s et après contact la vitesse de la charge est contrôlée à 10 N/s.

Pour chaque essai de granulation, une série d'au moins 30 essais de flexion est réalisée. L'annexe E-4 présente un exemple de courbes obtenues entre la force de déformation appliquée et la déflexion de la granule. La force maximum est rapportée simplement en N et la flèche relevée à la force maximum est mesurée en mm.

3.3.11 Détermination de la densité apparente au pycnomètre à hélium (étape 16)

Le pycnomètre à hélium modèle AccuPyc 1330 détermine le volume précis occupé par les granules dans une cellule cylindrique de volume connu (12,08 cm³) dans laquelle est introduit de l'hélium à une température connue (Figure 3.10). Le principe repose sur la loi des gaz parfaits dont l'hélium a un comportement très proche des gaz parfaits et possède l'avantage de s'introduire facilement dans les pores.



Figure 3.10 : Aperçu du pycnomètre et de la chambre de mesure avec des granules

Le résultat est affiché directement par l'appareil après avoir saisi la masse de granule ou de sciure. Chaque échantillon, encore humide, est la moyenne de plusieurs mesures (3 mesures pour les granules et 5 pour les broyats), avec au préalable un cycle de purges pour chasser l'air et les vapeurs (eau) en surface.

3.3.12 Mesure du pouvoir calorifique massique supérieure (étape 17)

Nos mesures sont effectuées avec un calorimètre automatique isopéribolique à volume constant, modèle 6400 de chez Parr Instrument (USA - 2010), disponible au Centre de Technologie des Résidus Industriels (CTRI, Rouyn-Noranda, Québec). La quantité d'énergie dégagée est obtenue par l'évolution de la température dans la bombe dont la température extérieure est maintenue constante (condition isopéribole) grâce à une jaquette ou une double enveloppe remplie d'eau agitée dont la paroi vers

l'extérieur est isolée (condition adiabatique). L'étalonnage et les contrôles sont réalisés avec de l'acide benzoïque certifié. Seule la correction de l'énergie pour le système de mise à feu est prise en compte dans le calcul par l'appareil.

Environ $1 \text{ g} \pm 0,0001 \text{ g}$ de granule prise humide est déposé dans une coupelle adaptée au calorimètre. La coupelle est ensuite enfermée dans la bombe. Cette bombe est remplie d'oxygène jusqu'à 30 bars environ et équilibrée avec précision vers 30°C . La combustion est enclenchée par le chauffage d'un filament métallique auquel est pendu et torsadé un fil de coton faisant office de mèche.

Toutes les analyses ont été faites en duplicata, avec un contrôle après le passage de 10 échantillons. Le pouvoir calorifique de l'échantillon est validé si la différence des mesures est inférieure à 120 J/g (limite de répétabilité donnée par la norme). Le calorimètre affiche le pouvoir calorifique supérieur (PCS) des granules, sur base humide. Il n'est pas apporté de correction sur la valeur du PCS due à la formation de l'acide nitrique et de l'acide sulfurique. Le PCS sur base sèche peut être estimé par la formule (1.4) de la norme EN14918 (2009) :

$$PCS_{\text{base_sec}} = PCS_{\text{base_humide}} \times \left(\frac{100}{100 - M_{\text{base_humide}}} \right) \quad (1.4)$$

Le pouvoir calorifique inférieure (PCI) sur base humide ou sèche peut être estimé par calcul à partir du PCS (ASTM D2015 pour les biomasses solides). Il est par contre nécessaire de connaître la teneur en hydrogène au minimum. L'annexe (H) de la norme EN14918 (2009) fournit des teneurs en hydrogène, en oxygène et en azote par défaut: pour le bois, il est de $6,2\%_{\text{mass}}$ en hydrogène et pour les graines de colza, de $7,5\%_{\text{mass}}$.

3.4 Construction de la matrice d'expérience

La matrice d'expérience est construite à l'aide du logiciel MiniTab Statistical Software (MiniTab Inc.). Le tableau 3.3 représente les combinaisons d'expériences à réaliser pour établir les conditions optimums.

Tableau 3.3 : Matrice d'expérience - pour 3 facteurs

Essai n°	Composition sur base humide			Composition sur base sèche		Facteur production débit d'alim. en mélange
	humidité du mélange	graines de canola	sciure	graines	sciure	
1	15	11,9	73,1	15	85	10-15 kg/h
2	15	20,8	64,2	25	75	
3	25	11,9	63,1	15	85	
4	25	20,8	54,2	25	75	
5	15	16,35	68,65	20	80	
6	20	11,9	68,1	15	85	
7	25	16,35	58,65	20	80	
8	20	20,8	59,2	25	75	
9	20	16,35	63,65	20	80	
10	15	11,9	73,1	15	85	20-25 kg/h
11	15	20,8	64,2	25	75	
12	25	11,9	63,1	15	85	
13	25	20,8	54,2	25	75	
14	15	16,35	68,65	20	80	
15	20	11,9	68,1	15	85	
16	25	16,35	58,65	20	80	
17	20	20,8	59,2	25	75	
18	20	16,35	63,65	20	80	

Pour une meilleure estimation, nous avons opté simplement pour la duplication des essais en raison de la quantité de sciure de bouleau à notre disposition. Il faut savoir que l'écart entre le point modélisé et le point expérimental dépend du nombre d'expériences. Ces écarts entrent dans le calcul du modèle et de sa précision. Au total, c'est donc 36 essais qui sont prévus. L'ordre des essais est réalisé aléatoirement.

3.5 Élaboration du plan d'expérience

3.5.1 Modélisation mathématique des réponses

Pour chaque réponse, il s'agit d'établir un modèle mathématique avec les facteurs. Le modèle repose sur l'utilisation d'un polynôme d'interpolation. Des modèles polynomiaux vont interpolés le point réponse obtenue de chaque essai du plan d'expérience. Ensuite, il consiste à estimer, à partir des points une régression par la méthode des moindres carrées, les coefficients du modèle polynomial. Nous testons plusieurs modèles, du modèle linéaire aux différents modèles cubiques, proposés par le logiciel dédié aux plans d'expérience, MiniTab Statistical Software. L'annexe G-1 détaille les équations des différents modèles employés.

Avant de retenir un modèle, il faut conclure à l'aide d'outils statistiques sur la légitimité de ce modèle pour la modélisation des réponses mesurées.

3.5.2 Analyse statistique de la modélisation de la réponse

L'analyse statistique permet de justifier la modélisation et de comparer les modèles mathématiques entre eux : il faut savoir si les variations des facteurs caractérisent vraiment la réponse et si le modèle polynomial retenu offre une qualité d'ajustement pertinente entre les points expérimentaux et calculés. L'analyse statistique va considérer les critères suivants :

- l'analyse de la variance (ANOVA) teste l'influence absolue des facteurs sur les variations d'une réponse. Le facteur de probabilité p-value obtenu d'après

l'analyse de la variance représente la probabilité que le modèle soit représentatif des points expérimentaux,

- le calcul du coefficient de corrélation ajusté $R^2_{\text{ajustée}}$ évalue la qualité de la modélisation du modèle. Cette qualité est jugée sur les résidus. Ce coefficient $R^2_{\text{ajustée}}$, par rapport au coefficient populaire R^2 , tient compte de l'influence des autres réponses et du nombre d'essais ou de points utilisés dans le modèle,
- le coefficient de corrélation prédictif $R^2_{\text{prédictif}}$ ou Q^2 , évoque la prédiction valable du modèle aux points ailleurs qu'aux points expérimentaux dans le domaine d'études des facteurs. L'annexe G-2 fournit quelques précisions sur ses coefficients R.

Une analyse de variance a été effectuée afin de connaître le niveau de signification des effets des variables indépendantes et modéliser la réponse (humidité, résistance à la flexion...) des variables indépendantes. L'analyse de variance teste la validité du modèle choisi en calculant la différence entre une probabilité réelle et une probabilité hypothétique calculée à l'aide des tables de test statistique de Fisher-Snedecor.

La probabilité du modèle pour avoir une signification entre la réponse et les facteurs est exprimée couramment par la probabilité p-value dans un tableau d'analyse de la variance. Nous considérons généralement qu'il y a une signification pour des valeurs p-value inférieure à un risque fixé de se tromper à 5% ou bien si nous sommes exigeants à un risque fixé à 1%.

3.5.3 Analyse statistique des coefficients du modèle

Chaque coefficient d'un modèle polynomial est analysé statistiquement en se basant sur la variance résiduelle de l'expérimentation. D'une façon similaire à l'analyse statistique de la modélisation, à chaque coefficient du modèle est attribué une signification selon une probabilité similaire au coefficient p-value du modèle.

Une valeur faible de la valeur de p-value du coefficient indique son influence sensible dans le modèle polynomial (p-value < 0,05 ou 0,01). Pour une valeur de p élevée, le coefficient peut être supprimé du modèle.

3.6 Analyse graphique des résultats du plan d'expérimentation

3.6.1 Représentation des valeurs résiduelles de l'interpolation

Pour s'assurer que le modèle restitue bien les résultats expérimentaux, il est possible de tracer plusieurs graphiques sur les valeurs résiduelles : histogramme pour repérer les valeurs aberrantes et la symétrie des résidus, le diagramme en fonction des valeurs estimées, puis la droite de Henry pour observer la distribution normale des valeurs résiduelles afin de vérifier l'hypothèse sur l'emploi de la méthode des moindres carrées.

3.6.2 Représentation de l'effet des coefficients de modélisation

À partir d'une représentation graphique de type Pareto, il est facile de faire ressortir l'importance de l'effet de chaque facteur sur la réponse en les classant d'importants à négligeables. La présence du signe indique si le facteur a un effet positif (signe +) ou négatif sur la réponse.

3.6.3 Représentation des effets moyens et des interactions des facteurs

Il est possible de figurer les effets des facteurs et leurs interactions d'ordre 2 (produits des facteurs $C_i.C_j$) par des segments de droite. Les effets d'un facteur sont représentés sur un graphe par un segment alors que les interactions entre deux facteurs sont décrites par deux segments. Des histogrammes sont employés pour présenter à la fois les effets et les interactions des facteurs.

3.6.4 Représentation des courbes isoréponses

La variation de la réponse est affichée en fonction de 2 ou 3 facteurs dans un graphe à deux dimensions. Dans le cas d'un mélange à 3 constituants, nous avons eu recours au graphe triangulaire ou ternaire. Les autres facteurs sont alors fixés, en l'occurrence le débit de production de granules. Il est alors possible de décrire la globalité d'une réponse par deux graphes ternaires correspondant chacun à un débit de granulation.

Les résultats estimés peuvent être aussi représentés sur des graphes en trois dimensions. Des coupes donnant des surfaces de réponses sont définies en fixant à un niveau donné certains facteurs. L'évaluation de la réponse par ce genre de graphe est parfois difficile, c'est pourquoi nous n'accorderons pas une attention particulière dans la présentation des résultats obtenus dans cette recherche.

3.7 Recherche des conditions optimales du plan d'optimisation

La recherche d'un optimum entre plusieurs réponses est possible en calculant les fonctions de désirabilité. Chaque réponse est transformée en une fonction de désirabilité qui est simplement un changement d'échelle, variant de 0 (inacceptable) à 1 (satisfaction maximale). La transformation de la réponse dépend des critères recherchés sur la réponse: s'agit-il de respecter une valeur minimale ou maximale de la réponse avec une valeur cible ou un encadrement d'une valeur cible avec un minimum et un maximum comme contraintes. Ensuite, les fonctions de désirabilité de chaque réponse sont associées pour composer une fonction de désirabilité globale qui est une moyenne géométrique avec au besoin des poids de pondération pour certaines réponses. À partir de cette fonction de désirabilité globale, le logiciel détermine la combinaison des facteurs en fonction des critères imposés aux réponses. La combinaison des facteurs est optimale lorsque la fonction de désirabilité globale est maximum.

CHAPITRE 4

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Afin de réduire la complexité du plan d'expérimentation, nous effectuons une étude qualitative de l'influence de la vitesse de rotation de la filière et de la granulométrie sur l'opération de granulation. Les résultats de cette étude nous permettent d'élaborer la modélisation des résultats du plan d'expérimentation et de réaliser l'optimisation à l'aide des fonctions de désirabilité. Celles-ci vont donc nous aider à trouver les conditions opératoires satisfaisantes pour une granule de qualité optimale. Ensuite nous évaluons certaines interactions entre les facteurs et les réponses. Nous estimons quantitativement l'effet de l'addition des protéines. Pour terminer, nous examinons le profil radial de la densité obtenue par densitomètre à rayon X dans les différentes granules.

4.1 Réduction du plan d'expérience

Pour simplifier l'étude d'optimisation par le plan d'expérimentation, nous fixons deux facteurs de procédé : la vitesse de rotation de la filière et la distribution granulométrique.

4.1.1 Effet et choix de la vitesse de rotation de la filière

Afin de savoir de quelle manière la vitesse de rotation de la filière peut influencer les réponses obtenues dans notre plan d'expérience, nous avons mis en œuvre une simple comparaison de deux essais conduits avec les mêmes conditions sauf pour la vitesse de rotation de la filière. Cette comparaison nous révèle quelle est la vitesse la plus adéquate pour notre plan d'expérience d'optimisation.

Des résultats intéressants, suite à la diminution de vitesse de rotation par rapport à la vitesse nominale ressortent dans le tableau 4.1. Un tableau compilant les résultats de l'ensemble des mesures réalisées est disponible en annexe H.

Tableau 4.1 : Comparaison des résultats pour deux essais - à vitesse réduite de 30 % et à vitesse nominale – débit de sciure entre 10 et 15 kg/h

Mélange testé : granulométrie sur grille 9 mm				
humidité: 20% teneur en graine: 11.9% - en base humide				
Réponse	nominale 60 Hz ~5.6 tr/s	réduite 40 Hz ~3.8 tr/s	par rapport à la vitesse nominale	
Humidité des granules juste après granulation (J0) - en % _{mass.} base humide	9,3	10,0	+ 7,5%	
Efficacité énergétique Énergie consommée au moteur par masse de granules	W.h/kg MJ/t	193 695	168 605	- 13,0%
Coefficient de Variation (CV) de la puissance électrique - rapport de puissance entre l'écart-type et la moyenne	1,4	1,2	- 17,1%	
Mesure de la force de dégagement de la granule du canal – en N	1917 [300]	2115 [406]	+ 10,3 %	
Taux de fines de production - en g fine/kg	0,9	0,7	- 22,2%	
Température latérale moyenne de la filière - en °C	86	76	-12%	
Densité de la granule	1,4123	1,4088	- 0,1%	
Diamètre de la granule - en mm	6,05 [0,06]	6,03 [0,04]	-0,3%	

entre crochets la valeur de l'écart-type de population des mesures

Nous observons un écart sensible pour la température de la filière, bien que les temps de séjour ou de formation d'une granule dans la filière soient très proches du fait que les débits d'alimentation sont quasi-identiques. Les passages plus fréquents sur les canaux fournissent davantage de travail à la couche comprimée, ce qui entraîne une puissance consommée plus importante et une température plus élevée de 10°C. Les granules produites sont alors plus foncées. Avec la hausse de la température de filière, elles sortent plus chaudes, pouvant favoriser davantage l'évaporation de l'eau lors de leurs refroidissements.

Avec un passage des rouleaux plus fréquent, il faut s'attendre à une réduction du volume de mélange à comprimer devant les rouleaux, donc à une quantité moindre de sciures résistant à l'avancement des rouleaux : le coefficient de variation de puissance s'en trouve diminué. La mesure de celle-ci est effectuée par le variateur de fréquence. Le rendement réel du moteur n'est pas pris en compte pour des vitesses hors du régime nominal et selon le couple résistant. La puissance obtenue est alors à considérer comme propre à nos conditions d'essais et à nos équipements. La présence d'un couplemètre sur l'axe du moteur mesurant la force mécanique permet de quantifier adéquatement les énergies de granulation et du fonctionnement à vide.

La force de dégagement d'une granule de la filière s'en trouve augmentée : il est possible que le passage plus lent du rouleau sur la couche comprimée fournisse un meilleur tassement de la sciure vers l'entrée du canal. Il a été détecté dans la suite de nos travaux, une faible corrélation linéaire entre la force nécessaire pour dégager la granule et sa densité (voir l'annexe I).

Les quantités de fines particules sortant de la granuleuse restent faibles. Cette diminution s'explique par la rotation plus lente de la filière produisant des chocs moins violents pour les granules lorsqu'elles se dirigent vers la sortie, sous la filière.

Globalement, pour notre installation, une vitesse réduite d'environ 30% n'apporte pas une grande différence dans les propriétés mécaniques de la granule. Pour étayer cette observation, Tumuluru (2014) a granulé des tiges de maïs et utilisé une granuleuse très similaire à la nôtre. Il a fait des essais pour trois vitesses de rotation en assignant les fréquences de 40, 50 et 60 Hz au moteur électrique. Il annonce qu'il obtient des granules supérieures à haute vitesse (entre 56 et 60 Hz) avec un mélange préchauffé à 70°C et humidifié à 28-34% (base humide): il constate que la durabilité et la densité des granules sont augmentées tandis que l'expansion diamétrale de la granule est diminuée du fait qu'elle sort plus rapidement de la filière. D'autre part, il nous avise de sa recherche infructueuse de publications étudiant les effets de la vitesse sur la qualité des granules lignocellulosiques.

→ Une plus grande vitesse des rouleaux va augmenter le débit de production de granules, mais ne réduira pas pour autant leur qualité mécanique. Donc, par la suite, nous procédons à des essais de granulation à la vitesse nominale du moteur seulement.

4.1.2 Effet et choix de la distribution granulométrique

Il est possible de choisir entre deux distributions granulométriques de mélange de sciure et de graines broyées sans avoir à recourir à des moyens de tamisage et de broyage successifs. Les deux distributions obtenues sont représentées à la figure 4.1. À titre de comparaison, la distribution avec laquelle Bergström, Israelsson et *al.* (2008) ont travaillé sur leur granuleuse semi-industrielle et la distribution populaire de Payne (1978) ont été ajoutées.

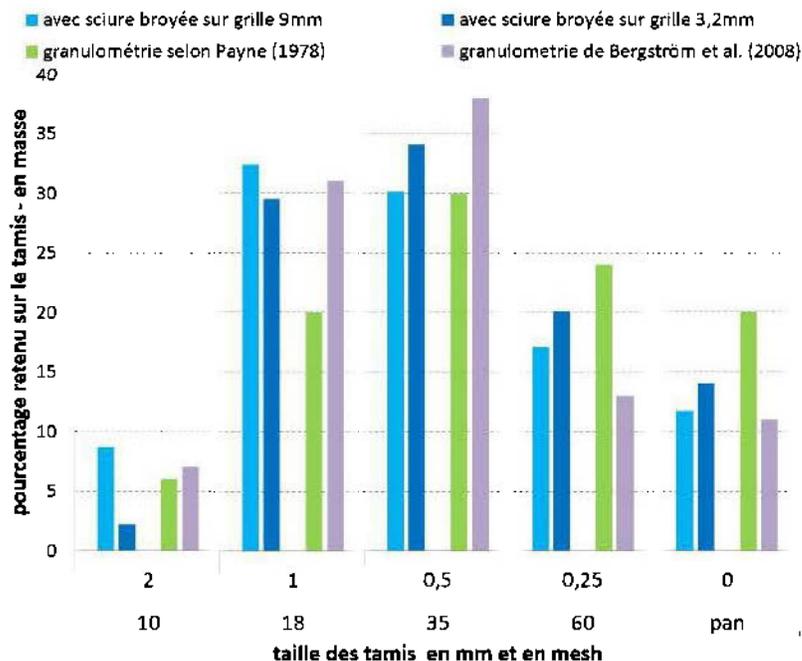


Figure 4.1 : Comparaison des distributions granulométriques de sciures de bouleau avec 20,8%_{mass.} de graines, de Payne (1978) et de Bergström, Israelsson *et al.* (2008) granulant le pin sylvestre

En étudiant si une présence plus importante de grosses particules peut avoir un effet majeur sur certaines réponses, nous pouvons statuer sur la pertinence de travailler avec une ou deux distributions de la granulométrie à notre disposition. L'analyse de l'effet de la distribution granulométrique est basée sur une comparaison qualitative entre deux teneurs en graine de canola (11,9 et 20,8% base humide) et deux distributions granulométriques (broyat obtenu avec une grille 9 mm et 3,2 mm). Ainsi les résultats de 4 essais distincts peuvent être comparés numériquement entre eux (Tableau 4.2). Une vue d'ensemble des résultats est donné en annexe J.

À l'analyse des résultats, nous constatons que le passage d'une distribution plus fine diminue la durabilité, particulièrement pour des broyats riches en graines de canola et que la présence de grosses particules favorise la formation de granules plus longues.

Tableau 4.2 : Influence de la granulométrie et de la teneur en graines sur les propriétés des granules

Facteurs	20% d'humidité et 10-15 kg/h			
	Modalité des facteurs et résultats (Res)			
	broyat - grille 9 mm		broyat - grille 3,2 mm	
Granulométrie (y)				
Teneur en graine - % (x)	11,9	20,8	11,9	20,8
Durabilité en % _{mass} granules récupérées	98,0	97,8	98,1	96,7
Humidité à J0 en % _{mass} base humide	10,1	8,4	10,2	11,0
Densité de la granule (pycno. à He)	1,412	1,374	1,410	1,375
Longueur - en mm	17,6	18,2	14,1	15,2
Résistance à la déformation sous compression diamétrale en N/mm déformation/cm	794	573	878	380
Résistance au choc - en mJ	35,5	29,6	33,9	34,4
Déflexion sous flexion - en mm	0,22	0,28	0,20	0,31
Force de flexion - en N	8,8	13,1	9,3	10,4
Efficacité en kWh/t (puissance moteur/débit)	172	196	173	205
Taux de fines de production en % _{mass} totale des granules	1,4%	0,4%	3,6%	0,6%

Si nous nous limitons à une teneur basse en graines de canola, la durabilité, l'humidité et la densité de la granule varient faiblement entre les deux distributions granulométriques. Bergström, Israelsson et *al.* (2008) observent les mêmes résultats lors de la granulation de la sciure de pin sylvestre. Quant à Lehtikangas (2000), il n'a pas constaté d'effets de la granulométrie sur la densité uniquement.

Payne (1978) conclue aussi que les fines dans le mélange à granuler diminuent le rendement de la granulation. Ce qui implique une plus grande quantité de fines de production à recycler. Par contre, l'efficacité électrique reste presque identique (172-173 kg de granules produites par kWh consommé).

D'après le tableau 4.2, pour des mélanges riches en graines de canola, il y a une perte de plus de 1% pour la durabilité en choisissant une distribution granulométrique fine. La durabilité est un paramètre très important dans la caractérisation de la qualité des granules et une baisse d'un point est jugée conséquente, pouvant entraîner le dépassement de la limite de durabilité minimale fixée par les normes.

→ La perte de 1% de durabilité nous conduit à réaliser nos essais seulement avec la distribution granulométrique obtenue par broyage avec une grille de passage à trous ronds de 9 mm.

Finalement nous n'avons pas cherché à étendre nos distributions granulométriques à la distribution recommandée de Payne, comportant une plus grande proportion des particules fines.

4.2 Plan d'expérience et optimisation des conditions d'essai

Compte tenu du nombre d'essais et de réponses, quelques commentaires sur la moyenne des mesures de chaque réponse et de chaque essai du plan d'expérience sont donnés en annexe K. L'examen des mesures du mouvement vibratoire de la granuleuse sont en annexe L.

4.2.1 *Modélisation des réponses du plan d'expérience*

Le tableau 4.3 fournit le modèle polynomial le plus fidèle pour chaque réponse, le résultat du test F de l'ANOVA et les coefficients $R^2_{\text{ajusté}}$ et $Q^2_{\text{prédélition}}$. Les coefficients des modèles sont reproduits en annexe M.

Pour certaines réponses, il n'a pas pu être obtenu une modélisation de qualité satisfaisante ($R^2_{\text{ajusté}}$ et $Q^2_{\text{prédélition}} < 80\%$). Aucun lien entre les facteurs considérés et la force nécessaire en moyenne pour dégager les granules de la filière n'a pu être établi. Il faut garder à l'esprit que les modélisations des résultats sont empiriques et que l'idée est de fournir des approximations convenables. La qualité de prévision des modèles est convenable à proximité et entre les points expérimentaux, par contre, elle devient moins satisfaisante lorsque nous nous écartons du domaine expérimental défini par le réseau des points.

Pour porter un jugement sur la qualité de la modélisation, nous traçons les graphiques d'adéquation des valeurs résiduelles compte tenu du nombre important de réponses, nous exposons seulement les graphiques utiles, celui pour la durabilité (Figure 4.2) et celui pour l'humidité (Figure 4.3) des granules que nous considérons comme des réponses critiques pour notre recherche des conditions optimales.

Nous pouvons constater que quelques points estimés ont une valeur résiduelle élevée. Ces points expérimentaux correspondent aux essais dont les granules sont de qualité mécanique médiocre et qui sont obtenus à partir de mélanges peu humides et pauvres en graines de canola de notre domaine expérimental. Néanmoins ces points expérimentaux fournissent une tendance dans cette région extrême du domaine expérimental où la durabilité des granules s'avère bien faible. Sinon la faible dispersion des points autour de la droite de Henry confirme la normalité de la distribution des valeurs résiduelles, condition attendue pour effectuer une ANOVA.

Tableau 4.3 : Types de modèles retenus pour chaque réponse avec sa signification selon l'ANOVA et leur coefficient de régression $R^2_{\text{ajusté}}$ et $Q^2_{\text{prédiction}}$.

Réponse modélisée	Modèle	ANOVA	R^2	Q^2
	polynomial	$F_{\text{observé}}$	en %	en %
Durabilité à J0 - en % _{mass.}	Cubique	23,46**	89,3	81,32
Humidité à J0 en % _{mass.} base humide	Cubique tronqué	31,65**	91,25	85,66
Compression à J7 en N/mm/cm	Cubique	29,42**	91,35	85,17
Énergie au choc absorbée - en mJ	Quadratique tronqué	21,79**	84,20	77,92
Force de flexion avant rupture - en N	Cubique	3,78**	50,79	10,68
Déflexion avant rupture - en mm	Linéaire	21,05**	69,62	63,63
Densité de la granule	Cubique	13,16**	83,9	68,19
Diamètre de la granule - en mm	Cubique	15,75**	84,56	74,67
Longueur de la granule - en mm	Quadratique	6,38**	51,81	37,13
Puissance élect. consommée - en W	Linéaire	17,05**	69,63	62,94
CV – Coefficient de variation en % de la puissance moyenne	Cubique tronqué	7,59**	53,06	37,32
Efficacité électrique - en kWh/t	Cubique tronqué	36,69**	91,07	85,02
Température de la couche comprimée en °C	Quadratique tronqué	12,06**	65,46	57,17
Taux de fines - en g/kg	Cubique tronqué	39,55**	93,65	87,61
Force de dégagement de la granule dans la filière - en N	Cubique tronqué	ns	17,98	0,00

* Significatif à $\alpha=0,05$ ** Significatif à $\alpha=0,01$ ns non significatif

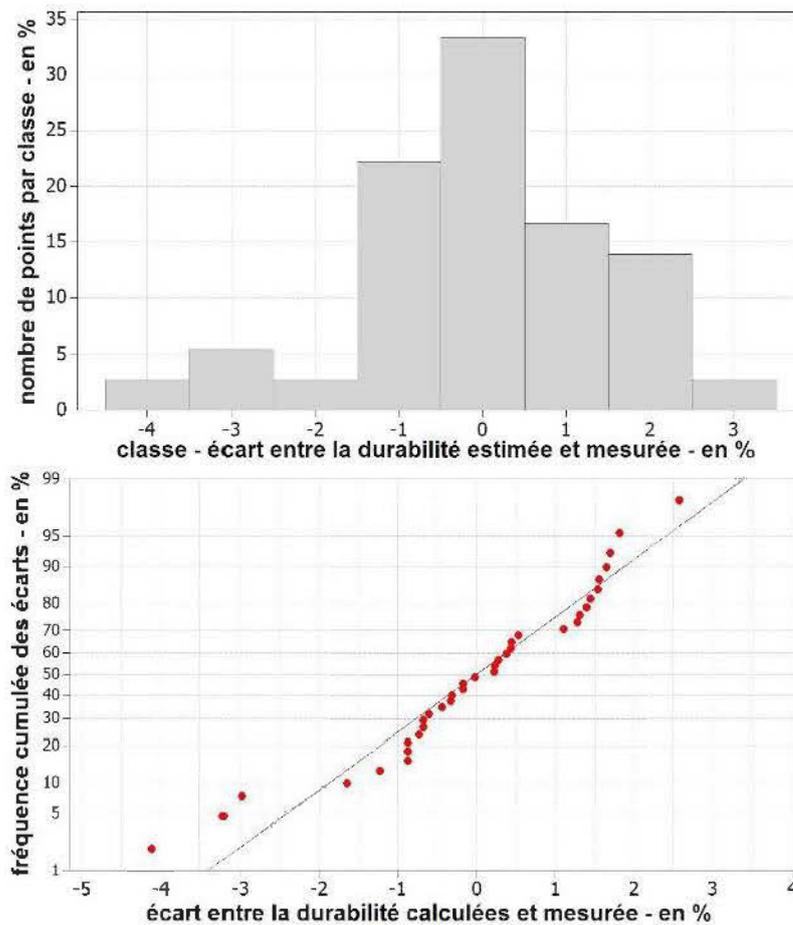


Figure 4.2 : Graphes d'adéquation des valeurs résiduelles pour la durabilité des granules

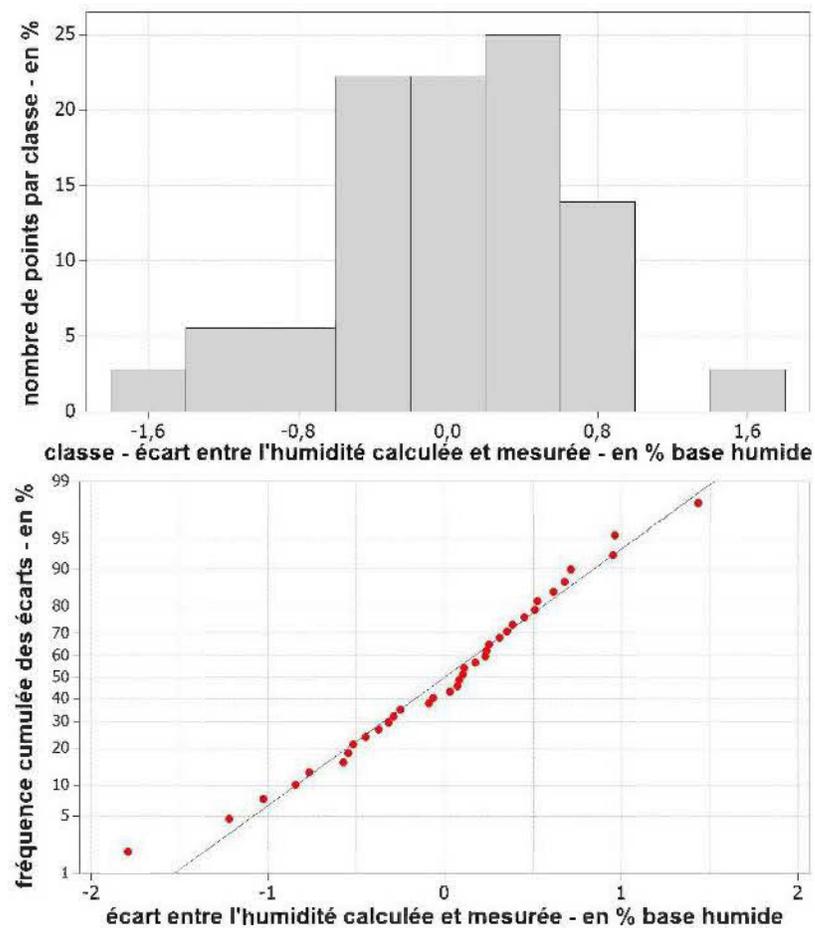


Figure 4.3 : Graphes d'adéquation des valeurs résiduelles pour l'humidité des granules

→ La qualité descriptive des modèles dans le domaine expérimental reste convenable. Cependant, la modélisation globale de la durabilité aux points expérimentaux est passable au regard de la marge de tolérance des normes (par exemple la tolérance sur durabilité des granules industrielle est de 95 à 100%). L'écart résiduel d'environ 80% des points se situe à $\pm 1\%$ et devient grand pour des mélanges dont l'humidité et la teneur en graines sont basses.

4.2.2 Recherche des conditions optimales

Afin de visualiser les compositions de mélanges à considérer, nous avons produits les diagrammes des isocourbes pour la durabilité et pour l'humidité des granules (Figure 4.4). En diminuant le débit d'alimentation en mélange ou en augmentant le temps de séjour dans la filière, la zone de durabilité acceptable pour des granules de qualité industrielle PFI au seuil de 95 %, se situe plus du côté des mélanges riches en graines de canola. Ces conditions produisent avec un faible débit d'alimentation des granules de qualité industrielle avec un pouvoir calorifique un peu plus élevé au détriment du rendement énergétique de la granulation. En fait, pour s'assurer d'obtenir une granule respectant l'humidité maximale de 10% imposée par les normes, la plage de composition diminue de beaucoup pour un débit d'alimentation de 20-25 kg/h. En conséquence, l'humidité de la granule est un facteur critique dans le choix de la composition du mélange à granuler.

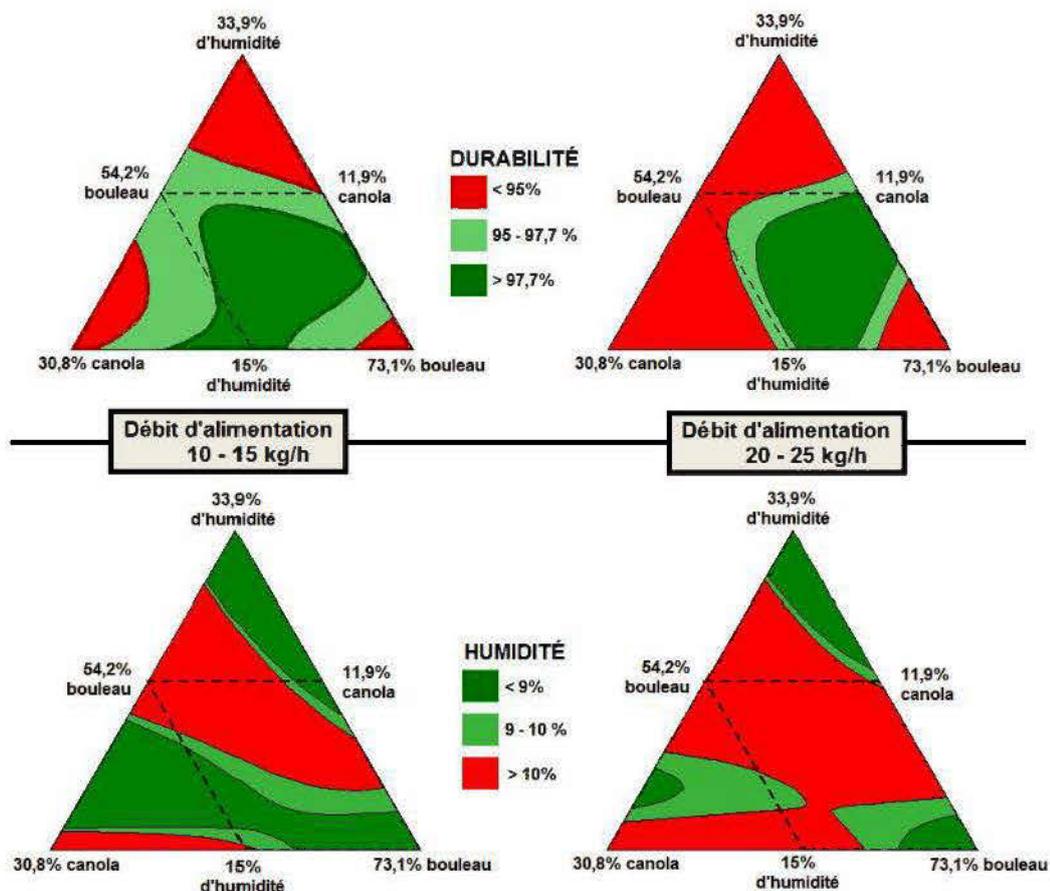


Figure 4.4 : Diagrammes des isocourbes pour la durabilité et l'humidité de la granule en fonction de la composition du mélange préparé avant granulation

Notre étude porte ensuite sur les facteurs donnant une granule possédant les propriétés mécaniques supérieures. Un exemple de résultat d'un choix de facteurs est proposé dans le tableau 4.4, en visant une durabilité supérieure à 97,7 % (limite de la norme DIN-plus), une humidité dans la granule ne dépassant pas la limite de 10 % base humide et pour une efficacité électrique <100 kWh/t. Le tableau 4.5 présente la composition du mélange qui respecte les critères de désirabilité définis dans le tableau 4.4. Le tableau 4.6 fournit une simple analyse de sensibilité de chacun des facteurs autour de la composition du mélange optimum donnée par le tableau 4.5.

Tableau 4.4 : Estimations des facteurs pour des propriétés de granule et une production optimums

Réponse considérée	Débit 20-25 kg/h	
	Critère de désirabilité	Valeur prédite
Humidité de la granule à J0	< 10,0 %	9,5 %
Durabilité à J0	> 97,7 % (DIN-plus)	98,4 %
Efficacité électrique	< 100 kWh/t	118 kWh/t
Densité de la granule	-	1,389
Résistance à la déformation sous compression diam.	-	604 N/mm/cm
Résistance au choc IZOD	-	36,5 mJ
Diamètre de la granule	-	6,08 mm
Taux de fines de production	-	3,86 g/kg

Tableau 4.5 : Composition du mélange optimal en respectant les critères recherchés

Facteurs optimaux du mélange à granuler – par calculs teneurs en masse et sur base humide – à 20-25 kg/h		
16,3 % d'humidité	16,0 % de graines de canola	67,7 % de sciures de bouleau

Tableau 4.6 : effets des facteurs sur l'humidité et la durabilité des granules

Effets des facteurs: variation sur l'humidité et la durabilité des granules à 20-25 kg/h				
Variations sur les facteurs			Variation prédite des réponses	
Humidité	Canola	Bouleau	Durabilité à J0	Humidité à J0
1,0%	-0,5%	-0,5%	+0,35%	+0,5%
-0,5%	1,0%	-0,5%	+0,2%	+0,2%
-0,5%	-0,5%	1,0%	-0,8%	-0,4%
0,0%	1,0%	-1,0%	+0,5%	+0,3%
1,0%	0,0%	-1,0%	+0,6%	+0,5%
1,0%	-1,0%	0,0%	+0,05%	+0,4%
2,0%	0,0%	-2,0%	+1,0%	+0,9%
2,0%	-2,0%	0,0%	0,0%	+0,9%

Une augmentation de l'humidité dans le mélange à granuler a généralement une conséquence néfaste sur l'humidité des granules produites, sans que les graines de canola puissent faire contrepoids. Un gain de plus de 1% en humidité du mélange provoque le dépassement de la limite normative fixée à 10% d'humidité dans les granules.

→ Si nous tenons compte des écarts résiduels observés sur les valeurs estimées, les prédictions pour la durabilité et l'humidité laissent une certaine marge de couverture par rapport aux exigences des normes exigeantes comme la DIN-plus.

4.2.3 Comparaison avec les granules commerciales de qualité supérieure

En regroupant les principales caractéristiques physiques des granules dans le tableau 4.7, nous comparons les résultats obtenus expérimentalement à ceux proches des facteurs optimums évalués par le plan expérimental. La plage de débit considéré est 20-25 kg/h, ce choix allant dans le sens d'une production industrielle. La composition optimale du mélange est alors d'environ 16% d'humidité et 16% de graines de canola.

Les granules du commerce Trebio ont des propriétés mécaniques nettement supérieures aux meilleurs de nos granules. De qualité premium, la durabilité et la densité attendues sont donc élevées, reflétant alors des propriétés mécaniques tout aussi élevées. Nos granules sont nettement plus fragiles du point de vue de l'énergie absorbée au choc et des mesures sur la flexion 3 points, mais elles restent cependant tout aussi durables sous abrasion bien qu'elles contiennent environ 10% d'eau et 10% d'huile (base humide), désavantageant la densité de la granule si elle était constituée seulement de bouleau blanc.

Tableau 4.7 : Comparaison des propriétés entre des granules avec des graines de canola et des granules EN-plus A1 ou CAN-plus A1 du producteur Trebio, à Portage-du-Fort, Québec.

Propriétés des granules	15% eau et 16% graines	Commerciale (CAN-A1)	Norme (CAN-B)	Sciure	Graine canola	Huile canola	Torréfiée*
Durabilité à J7, en % _{mass.}	98,4	98,9	>96,5				
Humidité à J7, base humide	8,7	5,3	< 10	14,2	4,2	0	1 à 5
Densité (pycno. He)	1,382	1,460	-	1,562	1,17	0,924	-
Compression, N/mm/cm	602 [63]	694 [66]	-	-	-	-	-
Énergie au choc, mJ	33 [9]	64 [19]	-	-	-	-	-
Force de flexion 3 points, N	7,5 [2.3]	26,7 [10.3]	-	-	-	-	-
Déflexion avant rupture, mm	0,26 [0.08]	0,39 [0.10]	-	-	-	-	-
PCS net, MJ/t humide	19759	20282	> 18000	17404	26429	39497	20000 à 24000
PCS brut, MJ/t sec	22102	21417	-	20284	27588	39497	-
Taux de cendre, % base humide	1,2	0,7	<0,5**	0,6	3,2	0	-

* de Kleinschmidt (2011); Base sèche - entre crochets l'écart-type de population des mesures

4.3 Analyses et commentaires des résultats du plan

4.3.1 Évolution de la performance du pouvoir calorifique des granules avec le canola

Le tableau 4.8 regroupe en fonction de la teneur en huile de canola, les pouvoirs calorifiques supérieures anhydres de nos granules et des mélanges préparés par Koubaa et Migneault (2012). Pour les graines, la quantité d'huile renfermée est estimée par défaut à 41% de la graine (voir Tableau 1.9). Le pouvoir calorifique supérieur attendu est calculé par un bilan énergétique et selon la règle de mélange. Son calcul est effectué à partir des pouvoirs calorifiques supérieurs mesurés à l'état brut du bouleau blanc.

Tableau 4.8 : Pouvoirs calorifiques supérieurs (PCS) mesurés et PCS calculés selon la règle de mélange

Mélanges avec les graines de canola (contient par supposition 41% d'huile)			Mélanges avec de l'huile de canola (Koubaa et Migneault 2012)		
Teneur en huile % base sèche	PCS en MJ/kg sec		Teneur en huile % base sèche	PCS en MJ/kg sec	
	moy. mesurée	attendu		moy. mesurée	attendu
0	20,23 [0,01]	-	0	19,35 [0,15]	-
4,9	21,67 [0,09]	21,17	5	20,24 [0,17]	20,38
6,7	22,26 [0,07]	21,52	10	20,93 [0,45]	21,41
8,5	22,41 [0,11]	20,87	15	21,68 [0,19]	22,44
100 (filtrée 1µm)	39,50 [0,01]	-	100	39,98	-

entre crochets, la valeur de l'écart-type de la moyenne des mesures

Afin de contrôler que le pouvoir calorifique mesuré est bien proportionnelle à la quantité d'huile et de bouleau blanc constituant le mélange, il est représenté à la figure 4.5 les variations relatives du pouvoir calorifique supérieur mesuré et attendu par calculs en se rapportant au pouvoir calorifique supérieur du bouleau brut mesuré.

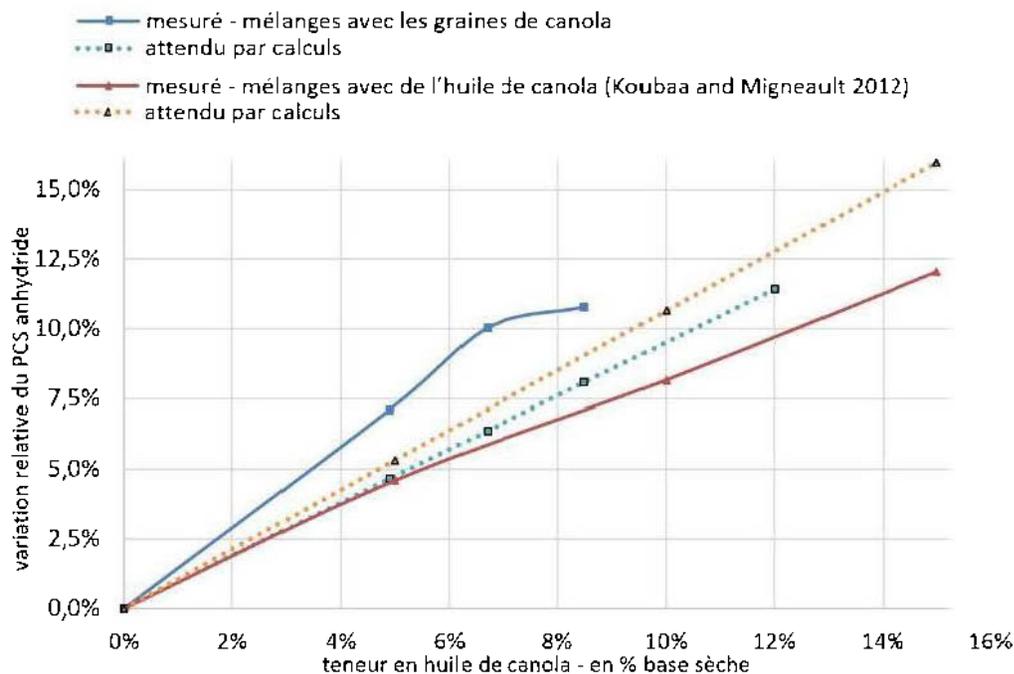


Figure 4.5 : variation relative du PCS anhydre en fonction de la teneur d'huile, pour nos granules et pour des mélanges produits par Koubaa et Migneault (2012)

Il est trouvé dans les deux cas une tendance presque linéaire entre le pouvoir calorifique mesuré et la quantité d'huile ajoutée. Par rapport aux pouvoirs calorifiques supérieurs attendus par calculs, nos mesures sont surévaluées alors que les mesures de Koubaa et Migneault (2012) sont sous-évaluées. Les mesures du pouvoir calorifique ont été réalisées avec le même modèle d'appareil, un Parr Instruments 6400. La différence peut provenir de la compacité de l'échantillon introduit dans la bombe (Singh et Kostecy 1986; Parr Instrument Co. 2014): Koubaa et Migneault (2012) ont effectué la mesure sur un échantillon de sciure pressée en

forme de pastille avec la presse fournie du calorimètre. Le taux d'humidité de leur sciure était de 7,2%, base sèche. Pour nos analyses, nous avons simplement gardé l'échantillon à l'état de granule et avec un taux d'humidité variant de 7,5 et 9,0% d'humidité, base sèche. Bien que les graines renferment 5 % massique d'azote (voir Tableau 1.11), il n'est pas apporté de correction à la baisse du PCS mesuré due à la formation exothermique de l'acide nitrique avec l'eau saturant l'intérieur de la bombe calorimétrique.

4.3.2 Influence du débit d'alimentation

Le tableau 4.9 fournit la tendance entre les deux plages de débit de granulation. Il affiche la moyenne calculée des réponses pour chaque plage de débit. La tendance est établie en comparant les deux moyennes. Pour illustrer cette tendance, des diagrammes de Tukey pour certaines réponses sont donnés en annexe N.

En comparant les essais réalisés avec un débit 10-15 kg/h et 20-25 kg/h, nous observons :

- l'effet du débit d'alimentation reste faible sur la durabilité,
- la température de la filière ne chute que de quelques degrés Celsius lorsque le débit d'alimentation est augmenté de 10-15 kg/h à 20-25 kg/h. Cette chute est attendue, car nous alimentons davantage la filière avec un mélange un peu plus froid. Par contre la température mesurée proche de la couche comprimée reste pratiquement inchangée.
- un taux de fines de production en baisse, probablement dû au passage plus rapide et plus fréquent des rouleaux. Cependant, pour un mélange très humide (25% base humide) et très riche en graines (20.8% base humide) à haut débit, la force nécessaire pour dégager les granules dans les canaux se trouve nettement diminuée, entraînant une augmentation du taux de fines de production par rapport aux autres essais.

- une efficacité énergétique du moteur supérieure avec un haut débit d'alimentation élevé et une demande de puissance plus importante. Les fluctuations de la puissance (CV) au moteur durant la granulation à 20-25 kg/h restent toutefois petites.
- des granules moins longues et plus faciles à déformer sous compression diamétrale à des débits de 20-25 kg/h. Un séjour moindre dans la filière peut expliquer une déficience des effets des protéines et de la lignine.
- des granules généralement plus courbées avec une surface visuellement moins lisse lorsque le débit d'alimentation est haut.

Bergström, Israelsson *et al.* (2008) et Segerström et Larsson (2014), qui ont travaillé avec la même granuleuse (à Swedish University of Agricultural Sciences de Umeå) donnent des taux de fines de production d'environ de 1 à 2 g/kg de granules produites à une température à la sortie de la filière entre 70° et 100°C. Leurs valeurs sont obtenues à partir de résineux (de pin sylvestre et d'épinette de Norvège) sur une granuleuse de 300 kg/h – 30 kW. Les taux de fines mesurés durant nos essais sont nettement plus importants. La filière de la granuleuse est immobile : les granules sortent de la filière puis chutent par gravité vers la sortie. Quant à notre granuleuse, la filière est tournante ce qui génère un mouvement des granules au moment de quitter la filière. Si nous supposons que la granuleuse fonctionne sous une tension de 3x 380 V, l'efficacité électrique de leurs essais est estimée entre 90 et 95 Wh/kg de granules (170-180 kg/h, courant de 25-29 A, moteur asynchrone et une charge du moteur de l'ordre de 50% de la puissance nominale durant leurs essais). L'efficacité mesurée de nos essais avec un débit de 20-25 kg/h est assez proche à ceux des auteurs, malgré le facteur d'échelle entre les deux installations (inertie des équipements, etc.).

Tableau 4.9 : Comparaison des réponses entre les deux plages de débits de granulation

Réponse	Moy. 10-15 kg/h	Moy. 20-25 kg/h	variation par rapport à 10-15 kg/h
Durabilité à J0 - en % _{mass.}	97,2	96,8	-0,4%
Humidité à J0 - en % _{mass.} base humide	10,3	11,3	10,1%
Durabilité à J7 - en % _{mass.}	97,2	96,8	-0,5%
Humidité à J7 - en % _{mass.} base humide	9,3	9,9	7,0%
Densité au pycnomètre He	1,388	1,390	0,2%
Puissance électrique moy. - en W	2339	2700	15,4%
CV de la puissance - en %	2,17	3,29	51,7%
Efficacité électrique - en Wh/kg	181	112	-38,0%
Température de la filière - en °C	83	81	-2,6%
Température au niveau de la couche densifiée - en °C	100,0	100,4	0,4%
Taux de fines de production en g/kg de granules	7,6	6,7	-15,1%
Compression diamétrale en N/mm/cm	628	486	-22,5%
Énergie absorbée au choc - en mJ	32,6	31,3	-4,0%
Force de flexion 3 points avant rupture - en N	10,2	8,9	-12,6%
Déflexion avant rupture - en mm	0,26	0,29	11,2%
Diamètre des granules - en mm	6,06	6,12	1,0%
Longueur des granules - en mm	16,37	14,06	-14,1%
Force de dégagement de la granule à chaud - en N	1613	1652	2,7%

4.3.3 Influence des graines de canola sur la relaxation du diamètre de la granule

La présence importante de graines et d'eau produit des granules de diamètres bien supérieurs au diamètre du canal usiné de la filière: l'expansion de la granule en est favorisée (Figure 4.6). Cette expansion est surtout prononcée avec un débit 20-25 kg/h, soit pour un temps de séjour plutôt court (voir le diagramme de Tukey correspondant en annexe N).

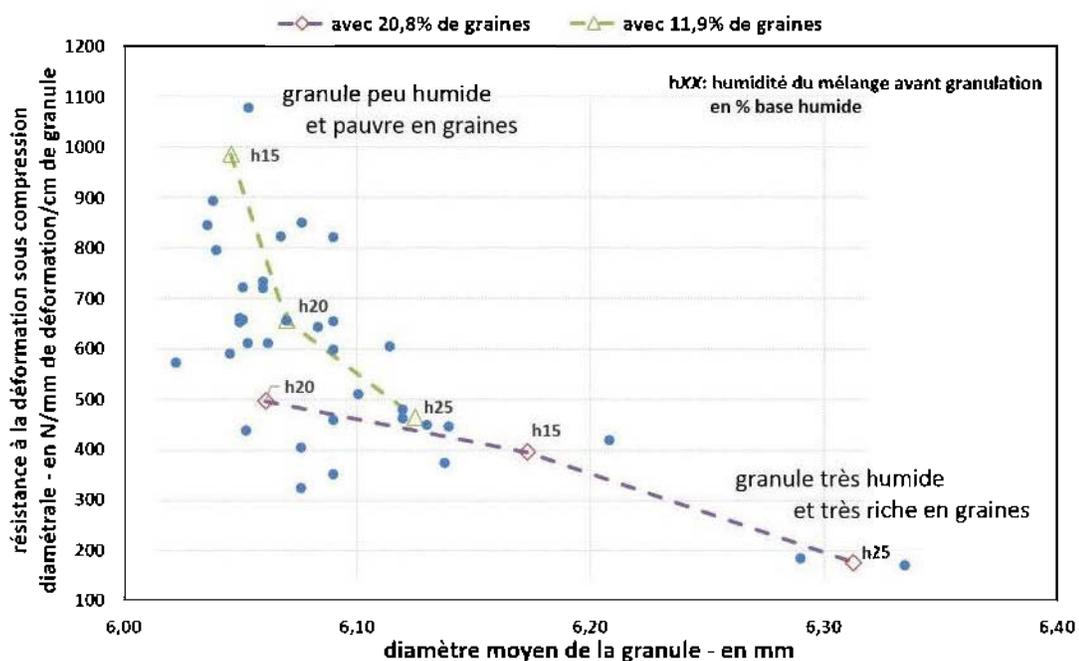


Figure 4.6 : Rapport entre le diamètre moyen de la granule et la résistance à la déformation sous compression – pour chaque essai du plan d'expérience.

Pour des granules pauvres en graines, nous notons que l'humidité contribue essentiellement à la baisse de la résistance à la déformation sous compression diamétrale. Davantage de graines accentuent particulièrement l'expansion diamétrale de la granule tout en contribuant à la diminution de la résistance à la déformation. Cette expansion va donc avoir une incidence indirecte sur la densité de la granule.

4.3.4 Relation entre l'humidité de la granule et sa longueur

Lehtikangas (2001) a constaté une tendance entre l'humidité des granules et leur longueur moyenne (Figure 4.7) et suggère d'utiliser le taux d'humidité comme un indicateur de cohésion.

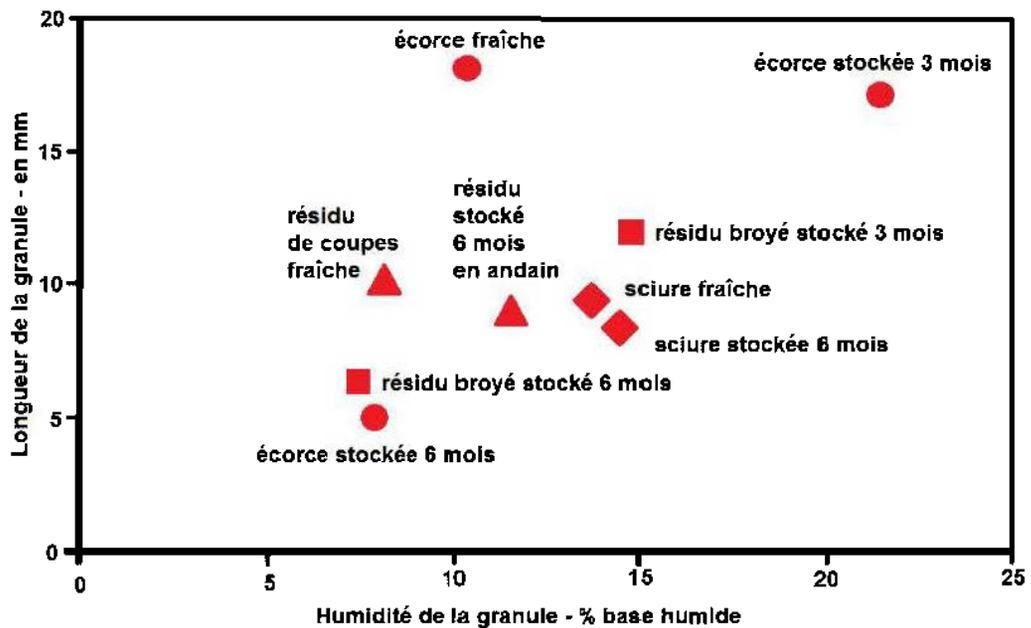


Figure 4.7 : Effet de l'humidité des granules de pin et d'épinette sur leur longueur moyenne (adapté de Lehtikangas 2001)

Cette tendance n'a pas été observée pour nos résultats (Figure 4.8). Les points affichés représentant chaque essai ou groupe selon leur teneur en graines, leur humidité et le débit d'alimentation employé.

Il est observé un développement de moisissures après quelques semaines sur des granules très humides produites durant les essais préliminaires. La surface des granules était recouverte d'une pellicule vert blanchâtre de moisissures (Figure 4.9 et Figure 4.10).

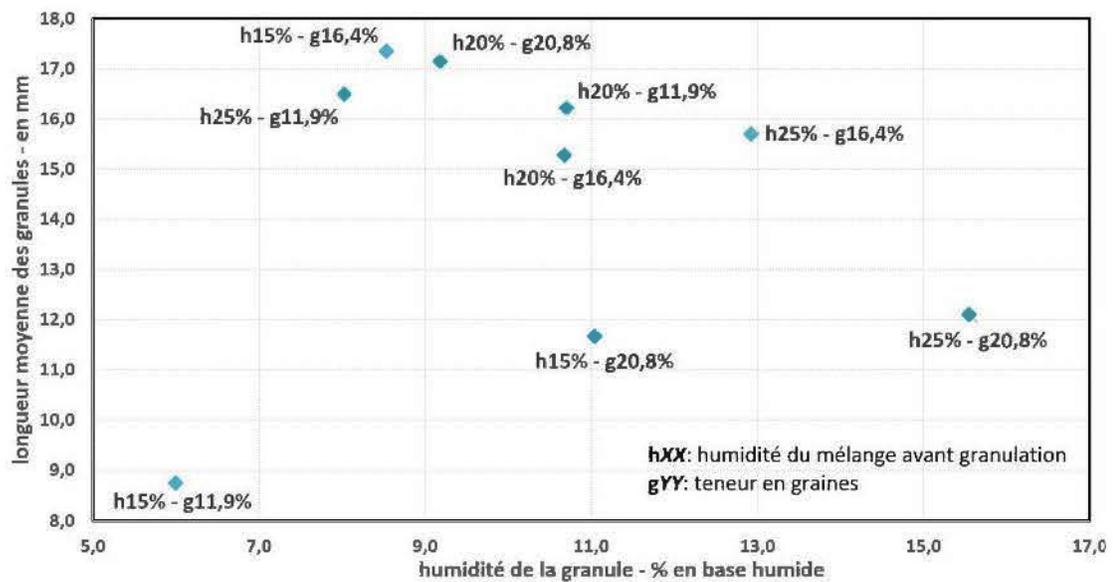


Figure 4.8 : Effet de l'humidité des granules sur leur longueur moyenne – moyenne sur les débits d'alimentation



Figure 4.9 : Observation de moisissures sur des granules très humides (>20% d'humidité), aspect entre un tas de granules moisies (à gauche) et un tas de granules sains



Figure 4.10 : Comparaison entre une surface brossée pour retirer les moisissures de la granule et une surface moisie laissée intacte (à droite)

Au microscope, avec une magnification de 6,3, il est possible d'observer de très nombreux globules collés à des filaments et sur les parois de la granule (Figure 4.11).

Le taux d'humidité de ces granules était d'environ 22% (base humide). Lehtikangas (2000) avait constaté ce problème de moisissures avec une humidité supérieure à 19%.

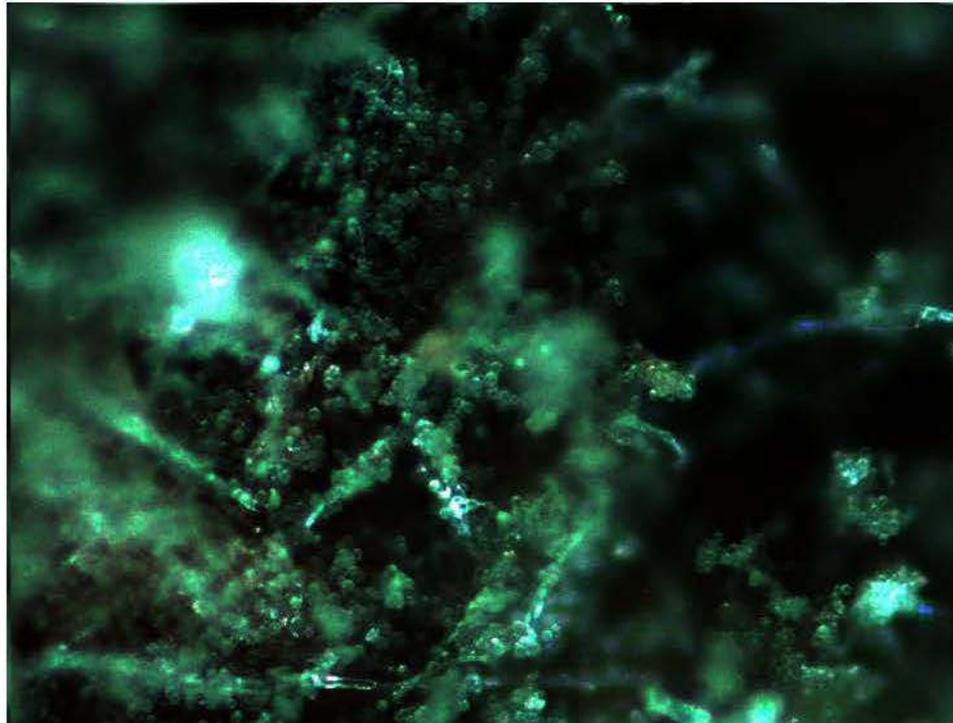


Figure 4.11 : Aperçu au microscope des globules de moisissures, avec une magnification de 6,3

4.3.5 Influence de l'humidité du mélange sur la durabilité des granules

La figure 4.12 compare les résultats de notre plan d'expérimentation avec les résultats de Samuelsson, Larsson *et al.* (2012) et Segerström et Larsson (2014) qui ont employé de la sciure de résineux.

Nous constatons une tendance semblable entre les courbes. Samuelsson, Larsson *et al.* (2012) et Segerström et Larsson (2014) ont travaillé sur la même granuleuse, la filière montée produisait des granules de diamètre de 8 mm avec un ratio de compression de 6.6 (52,5 mm / 8 mm). Dans notre cas, les granules sont de 6 mm de diamètre avec un ratio de compression de 8 (48 mm / 6 mm). Les conditions de granulation sont plus exigeantes du fait du ratio de compression plus élevé qui nécessite un mélange à l'entrée de la filière plus humide pour obtenir des granules en

sortie. D'après Tabil (1996), durant la granulation, l'eau présente dans le mélange agit comme un plastifiant, à l'instar des protéines. Cette eau va faciliter le passage du mélange au travers de la filière et à la formation de granules.

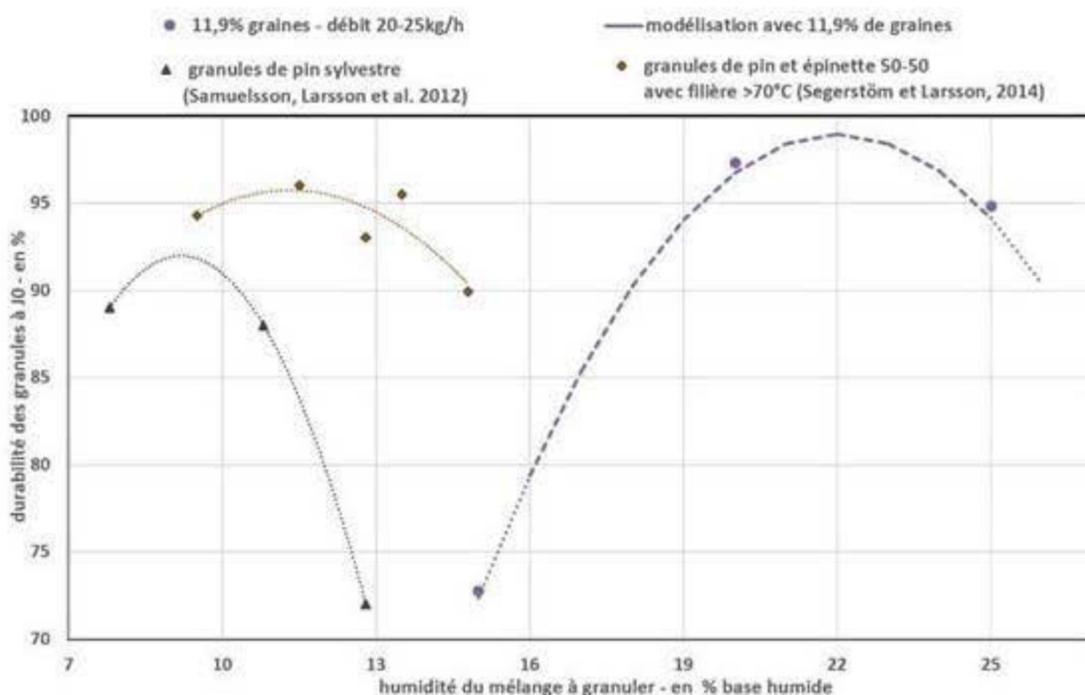


Figure 4.12 : Relation entre l'humidité du mélange et de la durabilité des granules produites – comparaison avec des mélanges de résineux

4.3.6 Influence des lipides et des protéines du mélange à granuler sur la durabilité des granules

Ayant dans nos mélanges des protéines et des lipides, la figure 4.13 présente des résultats avec de la biomasse contenant des protéines et des lipides ajoutés. La paille de seigle renferme environ 18% (base sèche) de lignine, 3,3% de protéines, 2,0% de cires alors que la paille d'orge en contient environ 16% de lignine, 2,6% de protéines et 2,6% de cires (Lee, Owens et al. 2007, Sun 2010).

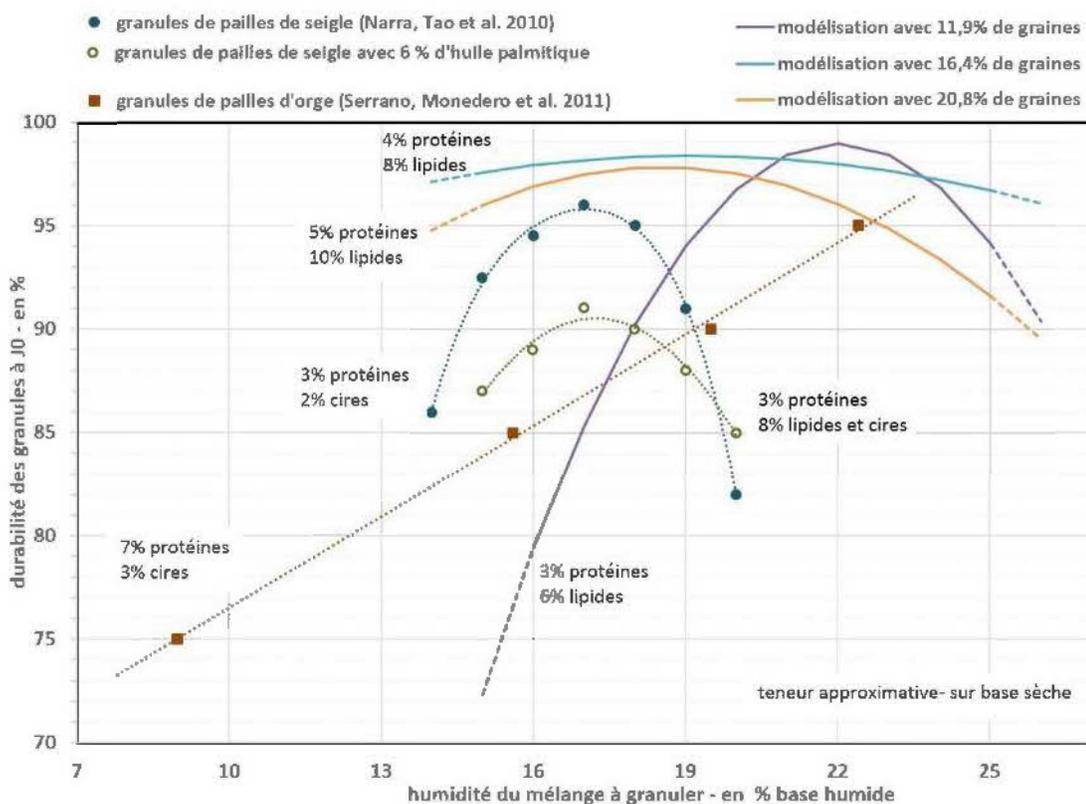


Figure 4.13 : Relation entre l'humidité des granules et leur durabilité – comparaison avec des pailles fourragères contenant des protéines, des lipides et des cires

Nous retrouvons la même allure de courbe sauf pour les granules produites à partir de pailles d'orge. La présence des graines de canola à une certaine proportion dans nos mélanges permet d'élargir la plage de l'humidité du mélange à granuler tout en donnant une granule de durabilité satisfaisante. Cette particularité est intéressante pour le producteur de granules, car elle autorise une plus grande variabilité du taux d'humidité de la sciure à la sortie du sécheur sans porter préjudice à la granulation.

En ajoutant 4% de lipides apportés par les graines dans un mélange gardé à 22% d'humidité, il est perdu environ 3% de durabilité sur les granules produites. Quant aux granules de seigles de Narra, Tao et al. (2010), leur durabilité chute de 5% en ajoutant 6% d'huile palmitique, en plus des 2% de cires déjà présent. Dans ces deux

cas, il est intéressant de constater que le rapport entre la perte de durabilité et l'addition de lipides est analogue ($\sim 1,2-1,3\%_{\text{durabilité}}/\%_{\text{lipides}}$) en présence de protéines.

4.4 Étude de l'effet des protéines des graines sur la granule

Afin d'avoir des éléments sur l'effet des protéines des graines de canola, des essais de granulation sont entrepris avec seulement de l'huile de canola provenant de ces mêmes graines. L'humidité du mélange est fixée à 20% (base humide) et le débit de production est choisi entre 10-15 kg/h. Deux teneurs en huile sont considérées: environ 7,5% et 9,5% d'huile, correspondant respectivement à la quantité d'huile contenue dans un mélange d'environ 16,4% et 20,8% de graines (chaque graine contient environ 45% d'huile et 20% de protéines). L'effet calculé des protéines est à titre indicatif, car on présume que les effets entre l'huile et les protéines sont indépendants et sommables. La comparaison des résultats entre un mélange de graines et un mélange d'huile de canola est fournie dans le tableau 4.9. L'annexe O présente une version détaillée du tableau 4.9.

Les mélanges avec une teneur d'huile inférieure à environ 7,5% n'ont pas pu être granulés. Le mélange descend difficilement dans les canaux de la filière. Les forces élevées pour les dégager révèlent des difficultés de passage dans le canal: la géométrie de la filière employée n'est pas appropriée.

En observant les variations dues aux protéines, nous tirons la conclusion que la présence des protéines a pour conséquence:

Tableau 4.10 : Propriétés des granules obtenues avec de l'huile de canola et avec des graines de canola

Propriétés	Addition de 1% env. de protéines Effets déduits à partir des mélanges avec de l'huile et/ou des graines
Densité au pycnomètre He	-0,1%
Humidité J0 - en % _{mass.} humide	-3,6%
Humidité J7 - en % _{mass.} humide	-8,8%
Puissance électrique moy. - en W	-3,0%
CV de la puissance - en %	-5,2%
Efficacité électrique - en Wh/kg	3,5%
Température de la filière - en °C	-2,2%
Température au niveau de la couche - en °C	-3,9%
Fines produites en g/kg	-34,1%
Durabilité J0 - en % _{mass.}	9,6%
Durabilité J7 en % _{mass.}	8,5%
Compression diamétrale à J7 - en N/mm/cm	-20,4%
Énergie absorbée au choc - en mJ	15,1%
Force de flexion 3 points - en N	13,8%
Déflexion avant rupture - en mm	39,9%
Diamètre moy. - en mm	-1,1%
Longueur moy. - en mm	41,0%
Force de dégagement de la granule de la filière, à chaud - en N	43,9%

- Une granulation facilitée et régulière, par la baisse du coefficient de variation (CV) de puissance et par la production de granules plus longues. Les vibrations relevées de la granuleuse sont moins importantes.
- Une cohésion supérieure entre particules: le taux de fines sortant de la filière est diminué et les propriétés de durabilité, de flexion mécanique et de résistance au choc sont en hausses.
- Une déformation de la granule plus élevée avant rupture par une plus grande déflexion durant le test de flexion ou une diminution à la résistance en compression diamétrale (déformation plus facile sous compression): les protéines augmentent la plasticité de la granule.

Les granules subissent des chocs et des accrochages sous la filière tournante en cherchant la sortie vers l'extérieur de la granuleuse. Une aptitude à la déformation plus importante peut expliquer que les granules soient plus longues et qu'il y ait moins de fines de production.

Concernant l'aspect de leur surface, les granules produites avec l'huile ont tendance à présenter une peau rugueuse. Il suffit de glisser simplement le bout de l'ongle du doigt pour écorcher et détacher des bouts de particules. Par contre, avec les graines broyées dans le mélange, la surface des granules devient bien plus ferme et lisse.

Il a été observé le suintement de l'huile des graines et même de minuscules geysers à la surface des granules piégées dans la filière (Figure 4.14). Une languette de papier a été appliquée sur les surfaces des granules pour absorber ce liquide afin de confirmer son caractère gras.



Figure 4.14 : Suintement de liquide à la surface de certaines granules à l'entrée des canaux de compression, dans les 15 secondes et après aspiration du mélange en sciure.

Ce phénomène est aussi observé durant la mesure de la force de dégagement de la granule. Au moment où le poinçon entre dans le canal, un léger bourrelet de sciure gras se forme sur son périphérique.

- ☞ **La présence des protéines améliore la cohésion de la granule tout en augmentant sa capacité à se déformer sous une charge (sous une flexion 3 points ou par une compression diamétrale).**

4.5 Observation du profil densitométrique des granules

Pour chaque essai de granulation, une rangée de 10 granules ne présentant pas de défauts à l'œil nu est balayée d'un trait dans le plan radial tangentiel par le faisceau. La figure 4.15 regroupe le profil de chaque granule et une moyenne des profils. Le profil théorique correspond à un balayage d'une granule de densité homogène et est estimée par l'équation $d = 2 \times \sin(x)$, avec d la densité homogène correspondant à épaisseur traversée par le rayon X en position de balayage x .

Si on se fie à l'allure théorique pour une granule ayant une densité homogène, nous pouvons observer que près de la surface de la granule, la densité croît rapidement. Cette importante densité au niveau de la surface est la conséquence des frottements avec la paroi du canal. Ces frottements sont la source d'un échauffement qui aide à ramollir la lignine et les protéines, favorisant le glissement et l'agglomération des particules. Par ailleurs, l'allure de la courbe de densité est similaire à la courbe de champs de température dans des cylindres dont la solution est approchée par une équation logarithmique dont les constantes dépendent des conditions limites, comme la température à la paroi et au centre de la granule.

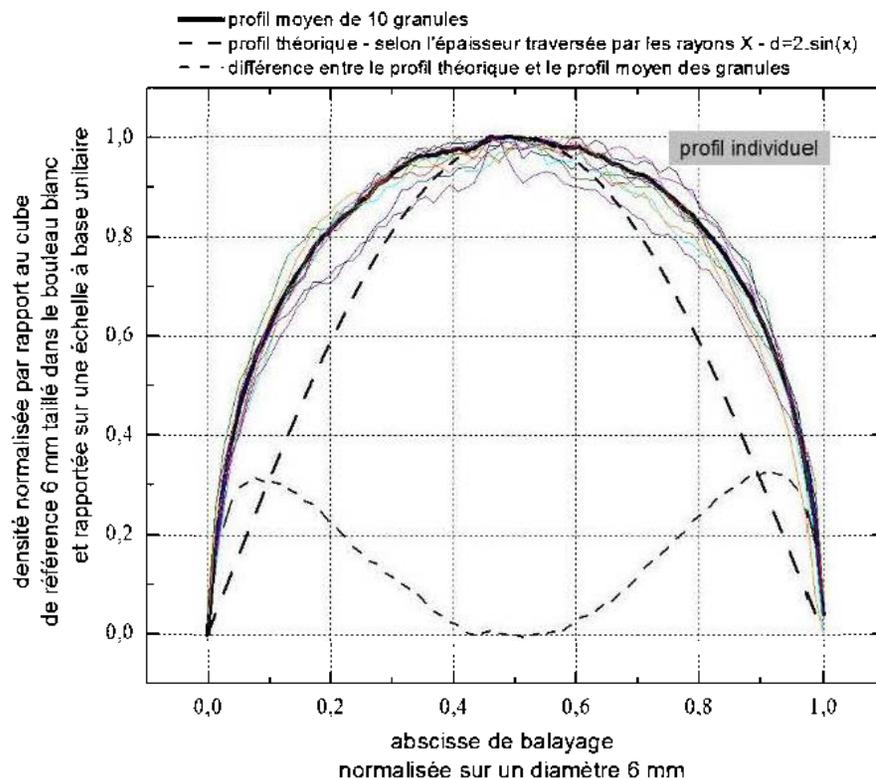


Figure 4.15 : Balayage par rayon X radial-tangentiel de 10 granules provenant d'un essai

Un profil moyen de l'essai est calculé à partir des 10 profils. Les profils moyens des différents essais sont ensuite superposés (Figure 4.16). Les profils sont

accompagnés du profil de la référence et du profil d'une granule de bois brut introduite à chaque balayage comme élément de contrôle.

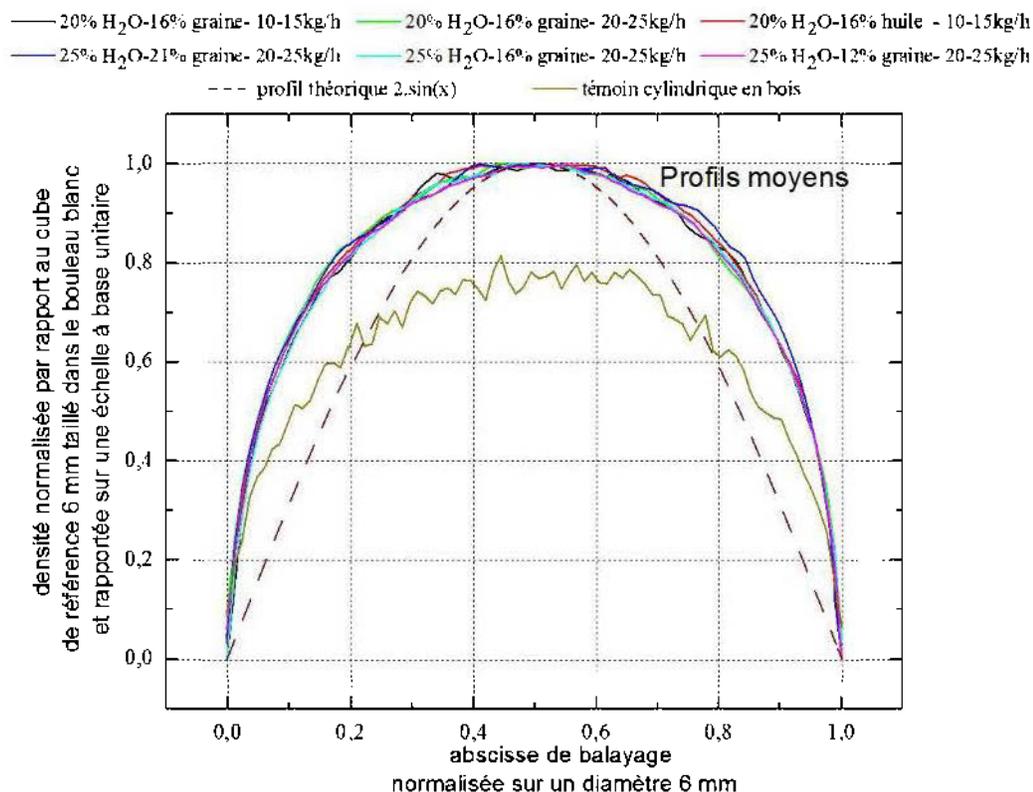


Figure 4.16 : Balayage par rayon X radial-tangential des granules: profil moyen calculé pour quelques essais

Le profil des granules entre les différents essais ne présente pas de différences particulières. Tous les essais sont réalisés avec la même filière dont la température est comprise entre 80° et 90°C. L'huile, l'eau et les protéines ne semblent pas avoir d'effet sur les frottements entre la granule et la paroi du canal de la filière. D'après l'ANOVA, aucun lien significatif n'a été établi entre la composition du mélange et la force nécessaire pour chasser la granule piégée hors la filière. Ces profils similaires entre les essais peuvent aussi expliquer la faible variation des densités constatées lors des mesures au pycnomètre (entre environ 1,370 à 1,424).

Pour confirmer la présence de cette enveloppe de surface de densité plus importante, nous avons humecté la surface de la granule et l'avons reposé au moins une trentaine de minutes afin que l'eau absorbée s'évapore (la granule reprend sa teinte d'origine, plus claire) avant de faire une nouvelle lecture au densitomètre à rayons X. L'eau va s'intercaler dans la lignine (groupes phénoliques) et hémicellulose (sites hydroxyles OH) pour bouleverser les liaisons intermoléculaires et intramoléculaires faibles. Ces molécules d'eau absorbées vont faciliter le glissement entre particules (Hatakeyama et Hatakeyama 2010). Les contraintes mécaniques internes proches de la surface vont être atténuées. Par contre, si trop d'eau est absorbée, la surface prend un aspect poudreux et se lamine facilement : les particules à la surface ne collent plus et le diamètre augmente sensiblement. La figure 4.17 présente un exemple des profils relevés d'une granule, avant et après humectage de sa surface.

Le profil renseigne un peu plus sur l'aspect mécanique de granulation. La densité au centre du canal est moins élevée qu'au niveau de la paroi. Cette densité est en lien direct avec la pression. Les frottements de la paroi freinent la matière et diminuent donc la vitesse d'écoulement près de la paroi pour une augmentation de pression: cette enveloppe de matière freinée peut être assimilée à une couche limite ayant une certaine épaisseur. Ce phénomène explique pourquoi la granule se compose d'une structure de couches convexes collées dans la direction de l'écoulement que nous pouvons observer généralement à une extrémité de la granule une fois brisée (Figure 4.18).

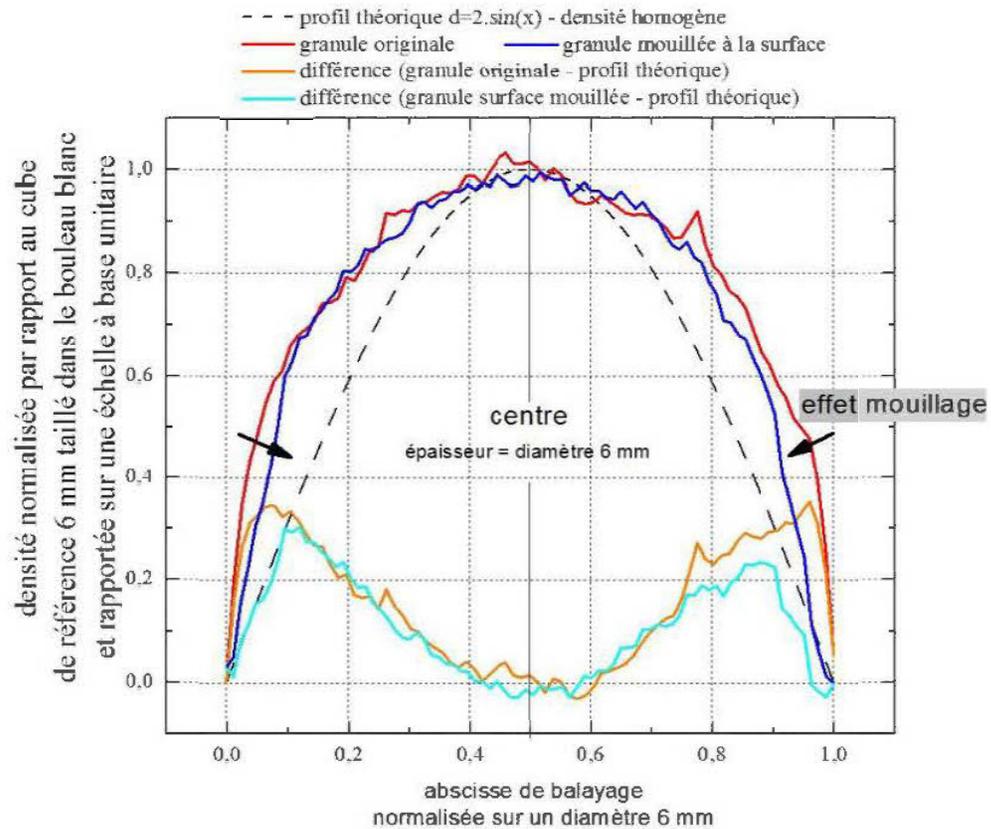


Figure 4.17 : Balayage par rayon X radial-tangentiel d'une granule avant et après humectage



Figure 4.18 : Aperçu de la forme prise généralement aux extrémités des granules la rangée inférieure est la forme de l'extrémité visible des granules sortant de la filière.

CONCLUSION

Il est possible de produire des granules avec des graines de canola en respectant le principal critère de qualité exigé par les différentes normes qui est la durabilité. Le but est de trouver les conditions de production optimale des granules avec une augmentation sensible du pouvoir calorifique. Notre démarche expérimentale indique qu'un mélange de 16% de graines et de 16% d'humidité (base humide) offre des propriétés mécaniques supérieures pour nos granules. Le ratio de compression de la filière est près de 8 avec un temps de séjour théorique d'environ 30 secondes. Le pouvoir calorifique (PCS anhydre) est majoré d'un peu moins de 10% par rapport à une granule constituée de bouleau uniquement: de 20300 kJ/kg mesuré pour notre sciure de bouleau à 22100 kJ/kg pour les granules obtenues selon les conditions optimales.

Quant à l'humidité des granules produites, nous constatons généralement qu'elle a tendance à se stabiliser vers 10% (base humide). Lehtikangas (2000) a aussi observé une tendance similaire pour les granules de pin sylvestre et d'épinette, lesquelles s'équilibrent vers 11% (base humide). L'humidité limite inscrite dans la plupart des normes est de 10%. Il est probable que les protéines et les lipides participent à cet équilibre hygroscopique. Il est nécessaire d'élaborer un procédé afin de baisser ce taux d'humidité pour augmenter le pouvoir calorifique net à la chaudière, c'est ce qui rendrait ces granules agro-forestières bien plus attractives.

L'ANOVA des données du plan d'expérience pour le mélange démontre l'influence de la composition et du temps de séjour dans la filière sur les propriétés mécaniques. Par contre, la force nécessaire pour dégager les granules piégées hors de la filière et qui traduit en quelque sorte le degré de friction dans le canal n'a pu être corrélée avec les facteurs choisis. Il est possible que cette force soit reliée au ratio de compression plutôt qu'à la teneur d'huile et de protéines.

L'exactitude de la modélisation avec la réalité peut être appréciée. Nos résultats offrent une visibilité intéressante sur l'importance des facteurs et aident à bien cerner la zone optimale de production. Pour une meilleure exactitude, le plan d'expérience demande d'autres points disposés ailleurs sur le domaine d'étude et les résidus d'interpolation issus de la modélisation devront être alors plus faibles.

Nous avons pu mettre en évidence l'effet du temps de séjour dans la filière en modifiant le débit d'alimentation en mélange chutant sur la filière. Pour un débit important, nous avons une diminution des propriétés mécaniques de la granule.

La distribution granulométrique de notre mélange doit être bien choisie. Des grosses particules (> 2 mm dans notre cas) dans le mélange à granuler diminuent sensible le risque de patinage des rouleaux sur la couche compactée. Ce phénomène a été observé occasionnellement avec la distribution obtenue par broyage sur une grille comportant des trous ronds de 3,2 mm de diamètre.

Par contre, nous ne pouvons pas statuer si l'introduction de graine réduit la consommation électrique bien qu'il y a une contrepartie due à l'utilisation d'une filière présentant un fort ratio en compression. Nous n'avons pas clairement une base pour comparer, c'est-à-dire en réalisant des essais avec des filières aux ratios de compression différents. Faute de pouvoir nous prononcer sur cet aspect, nous nous gardons donc de conclure à la viabilité économique de produire des granules de bois avec des graines de canola (environ 500 \$CAN/t de graines de qualité, non impropre à la consommation humaine ou animale).

Les mesures de profils densitométriques par balayage de rayon X entre les essais de granulation ne présentent pas de différences. Cette constatation est applicable aussi pour la densité des granules.

Pour aller plus loin dans notre objectif de produire une granule supérieure avec les meilleures conditions, il serait intéressant d'évaluer l'effet du ratio de compression

du canal et plus particulièrement sa forme d'entrée: l'angle, la profondeur et le profil d'entrée de forme conique, bombée ou autre. Les publications se concentrent essentiellement sur la variation du ratio de compression.

Poursuites et prospectives :

Il reste à considérer plusieurs points: l'oxydation dans la granule des acides gras et l'auto-échauffement. L'oxydation et plus particulièrement l'oxydation des acides gras insaturés produit du monoxyde de carbone (CO) et des composés organiques volatils (COV) comme des aldéhydes (hexanal) qui sont souvent responsables des odeurs (Granström 2014). La présence d'un surplus d'acides gras apportés par les graines de canola risquent d'être problématique pour la sécurité lors du transport (Svedberg, Högberg et al. 2004, Arshadi et Gref 2005). Les gaz dégagés peuvent entraîner la mort si la ventilation est mal assurée. Svedberg, Samuelsson et al. (2008) rapportent la mort par le monoxyde de carbone d'un marin en Suède circulant dans les escaliers de service entre les soutes d'un bateau remplies de granules et d'un manutentionnaire lors d'un déchargement d'un bateau au port de Rotterdam.

L'autre point à examiner est l'émission d'oxyde d'azote (NO_x) au moment de la combustion des granules. Les protéines (acides aminés) peuvent contribuer à sa génération. Ce gaz est responsable de la formation de smog et de l'acidification de la pluie en plus de sa participation à la corrosion des chaudières. Deux types de solutions existent pour limiter l'émission de NO_x : la combustion étagée, largement appliquée (introduction d'air à différents niveaux de la chambre de combustion) et l'utilisation de catalyseur de réduction. Houshfar, Lovas et al. (2012) donnent des estimations de la concentration en NO_x dégagée en fonction de la teneur en azote de plusieurs biocombustibles, dont les granules de bois.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Agblevor, F. A. et S. Besler (1996). *Inorganic compounds in biomass feedstocks. 1. Effect on the quality of fast pyrolysis oils*. *Energy & Fuels* 10(2): 293-298.
- Alakangas, E. (2005). *Properties of wood fuels used in Finland, Technical Research Centre of Finland, VTT Processes*. Project Report Pro2/P2030/05 (Project C5SU00800).
- Amandus-Kahl. (2015). *Pilot Plant*. Consulté le 3 janvier 2015, de <https://www.akahl.de/en/service/pilot-plant/>.
- Anyang GEMCO Energy Machinery (2014). *Professional Small Pellet Mill Handbook*. Anyang Henan China: 21.
- Armstrong, J. (2009). *course materials wood science 340 - water in wood*. Consulté le 28 dec 2015, de http://jim_armstrong.forestry.wvu.edu/r/download/79474.
- Arshadi, M. et R. Gref (2005). *Emission of volatile organic compounds from softwood pellets during storage*. *Forest products journal* 55(12): 132.
- Aslaksen, M. A., O. H. Romarheim, T. Storebakken et A. Skrede (2006). *Evaluation of content and digestibility of disulfide bonds and free thiols in unextruded and extruded diets containing fish meal and soybean protein sources*. *Animal Feed Science and Technology* 128(3-4): 320-330.
- Baxter, L. (2005). *Biomass-coal co-combustion: opportunity for affordable renewable energy*. *Fuel* 84(10): 1295-1302.
- Behnke, K. C. (1996). *Feed manufacturing technology: current issues and challenges*. *Animal Feed Science and Technology* 62(1): 49-57.

- Berghel, J., S. Frodeson, K. Granström, R. Renström, M. Ståhl, D. Nordgren et P. Tomani (2013). *The effects of kraft lignin additives on wood fuel pellet quality, energy use and shelf life*. *Fuel Processing Technology* 112(0): 64-69.
- Bergström, D., S. Israelsson, M. Öhman, S.-A. Dahlqvist, R. Gref, C. Boman et I. Wästerlund (2008). *Effects of raw material particle size distribution on the characteristics of Scots pine sawdust fuel pellets*. *Fuel Processing Technology* 89(12): 1324-1329.
- Berner, R. A. (2003). *The long-term carbon cycle, fossil fuels and atmospheric composition*. *Nature* 426(6964): 323-326.
- Brière, J. (1992). *Critères techniques d'utilisation du bouleau blanc*. Maîtrise, Université de Laval.
- Briggs, J. L., D. E. Maier, B. A. Watkins et K. C. Behnke (1999). *Effect of ingredients and processing parameters on pellet quality*. *Poultry Science* 78(10): 1464-1471.
- Browning, B. L. (1975). *The chemistry of wood*. Huntington, NY, Robert E. Krieger Publishing Company.
- CanolaCouncil.org. (2015). *Current Canola oil, meal, and seed prices*. Consulté le 2 mai 2015, de <http://www.canolacouncil.org/markets-stats/statistics/current-canola-oil,-meal,-and-seed-prices>.
- Cech, M. et F. Pfaff (1980). *Manuel de l'opérateur de séchoir à bois pour l'Est du Canada*. Forintek Canada Corporation, Laboratoire des produits forestiers de l'Est.
- CETIOM (1996). *Le point sur le tourteau de colza pour bovins. I. d. l'élevage*. Angers, France: 56.

- Chalhoub, B. (2014). *Le génome du colza séquencé*. Consulté le 12 septembre 2014, de <http://presse.inra.fr/Ressources/Communiqués-de-presse/genome-du-colza-sequence>.
- Chalhoub, B., F. Denoeud, S. Liu, I. A. Parkin, H. Tang, X. Wang, J. Chiquet, H. Belcram, C. Tong et B. Samans (2014). *Early allopolyploid evolution in the post-Neolithic Brassica napus oilseed genome*. *Science* 345(6199): 950-953.
- Citech-Systems. (2009). *Dies*. Consulté le 2 janvier 2016, de http://www.citech-systems.com/Language/EN/Matrizen_EN.html.
- Comoglu, T. (2007). *An overview of compaction equations*. *Journal of Faculty of Pharmacy* 36: 123-133.
- Cordeiro, N., P. Aurenty, M. N. Belgacem, A. Gandini et C. Pascoal Neto (1997). *Surface properties of suberin*. *Journal of Colloid and Interface Science* 187(2): 498-508.
- Cornell, J. A. (2011). *Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixture data*. John Wiley & Sons, New York.
- CPVQ (1996). *Feuille technique - Oléoprotéagineux - Canola*. Québec, Bibliothèque nationale du Québec.
- Demirbaş, A. (2001). *Relationships between lignin contents and heating values of biomass*. *Energy Conversion and Management* 42(2): 183-188.
- Downey, R. K. et J. M. Bell (1990). *New developments in canola research*. Canola and Rapeseed, Springer: 37-46.
- Duca, D., G. Riva, E. Foppa Pedretti et G. Toscano (2014). *Wood pellet quality with respect to EN 14961-2 standard and certifications*. *Fuel* 135(0): 9-14.
- Duchesne, I. R., V. (2005). *Towards an increased and optimized utilization of white birch across Canada - Literature review and recommendations for future research*. Ville de Québec, Forintek Canada Corp. FCC 28.

- EPC (2013). *Handbook for the certification of Wood Pellets for heating purposes v2*.
Bruxelle, European Pellet Council (EPC) - European Biomass Association.
- Fengel, D. et G. Wegener (1983). *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter.
- Fenning, T. M. et J. Gershenzon (2002). *Where will the wood come from? Plantation forests and the role of biotechnology*. *TRENDS in Biotechnology* 20(7): 291-296.
- Finell, M., M. Arshadi, R. Gref, T. Scherzer, W. Knolle et T. Lestander (2009). *Laboratory-scale production of biofuel pellets from electron beam treated Scots pine (Pinus silvestris L.) sawdust*. *Radiation Physics and Chemistry* 78(4): 281-287.
- Fortin, Y. (1986). *Notes de cours de séchage et de préservation du bois*. Foresterie et géomatique, Université Laval, Québec.
- García-Maraver, A., V. Popov et M. Zamorano (2011). *A review of European standards for pellet quality*. *Renewable Energy* 36(12): 3537-3540.
- Gerward, L., N. Guilbert, K. B. Jensen et H. Levring (2001). *X-ray absorption in matter. Reengineering XCOM*. *Radiation Physics and Chemistry* 60(1): 23-24.
- Goh, C. S., M. Junginger, M. Cocchi, D. Marchal, D. Thrän, C. Hennig, J. Heinimö, L. Nikolaisen, P. P. Schouwenberg et D. Bradley (2013). *Wood pellet market and trade: A global perspective*. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining* 7(1): 24-42.
- Gonçalves, N., J. Vioque, A. Clemente, R. Sánchez Vioque, J. Bautista-Gallego et F. Millán (1997). *Obtención y caracterización de aislados proteicos de colza*. *Grasas y aceites* 48(5): 282-289.
- Goulet, M., (1985). *Note de cours de physique et mécanique du bois*. Faculté de Foresterie et Géomatique, Université Laval, Québec

- Granada, E., L. L. González, J. Míguez et J. Moran (2002). *Fuel lignocellulosic briquettes, die design and products study*. *Renewable energy* 27(4): 561-573.
- Granström, K. M. (2014). *Sawdust age affect aldehyde emissions in wood pellets*. *Fuel* 126(0): 219-223.
- Hatakeyama, H. et T. Hatakeyama (2010). *Lignin structure, properties, and applications*. *Biopolymers*, Springer: 1-63.
- Hawkins Wright (2014). *The Outlook for Wood Pellets Demand, Supply, Costs and Prices*. Market Report, Londres: 155.
- Haykiri-Acma, H. et S. Yaman (2008). *Thermal reactivity of rapeseed (Brassica napus L.) under different gas atmospheres*. *Bioresource technology* 99(2): 237-242.
- Heitner, C., D. Dimmel et J. Schmidt (2010). *Lignin and Lignans: Advances in Chemistry*. CRC Press.
- Hill, B. et D. A. Pulkinen (1988). *Study of factors affecting pellet durability and pelleting efficiency in the production of dehydrated alfalfa pellets*. A special report, Tisdale, Saskatchewan: Saskatchewan Dehydrators Association.
- Hill, C. et A. Papadopoulos (2001). *A review of methods used to determine the size of the cell wall microvoids of wood*. *Journal-institute of wood science* 15(6; ISSU 90): 337-345.
- Hill, M. (2009). *Chemical product engineering—the third paradigm*. *Computers & Chemical Engineering* 33(5): 947-953.
- Hoffmann, P., M. A. Jones, R. Rowell et R. Barbour (1990). *Structure and degradation process for waterlogged archaeological wood*. Dans *Archaeological wood: properties, chemistry, and preservation*. American Chemical Society, Washington D. C., pp 35-65.

- Holm, J. K., W. Stelte, D. Posselt, J. Ahrenfeldt et U. B. Henriksen (2011). *Optimization of a Multiparameter Model for Biomass Pelletization to Investigate Temperature Dependence and to Facilitate Fast Testing of Pelletization Behavior*. *Energy & Fuels* 25(8): 3706-3711.
- Hoover, A. N., J. S. Tumuluru, F. Teymouri, J. Moore et G. Gresham (2014). *Effect of pelleting process variables on physical properties and sugar yields of ammonia fiber expansion pretreated corn stover*. *Bioresource Technology* 164(0): 128-135.
- Houshfar, E., T. Lovas et O. Skreiberg (2012). *Experimental investigation on NOx reduction by primary measures in biomass combustion: Straw, peat, sewage sludge, forest residues and wood pellets*. *Energies* 5(2): 270-290.
- Hyvarinen, M. J. (1968). *Paper Birch: its characteristics, properties, and uses. A review of recent literature*. Research Papers NC-22. North Central Forest Experiment Station, U.S. Forest Service, St Paul, Minnesota: 12.
- ITERG. (s.d.). *Composition en acides gras des principales huiles végétales*. Consulté le 15 avrile 2015, de http://iterg.com/spip.php?page=itergCont&id_rubrique=26&id_article=39.
- Jessome, A. P. (1977). *Strength and related properties of woods grown in Canada*. Forestry Technical Report Eastern Forest Products Laboratory (Canada). no 21.
- Jodin, P. (1994). *Le bois matériau d'ingénierie*. Nancy, Arbolor:433
- Johansson, L. S., C. Tullin, B. Leckner et P. Sjövall (2003). *Particle emissions from biomass combustion in small combustors*. *Biomass and Bioenergy* 25(4): 435-446.
- Junginger, M., J. Van Dam, S. Zarrilli, F. A. Mohamed, D. Marchal et A. Faaij (2011). *Opportunities and barriers for international bioenergy trade*. *Energy Policy* 39(4): 2028-2042.

- Kaliyan, N. et R. V. Morey (2009). *Factors affecting strength and durability of densified biomass products*. *Biomass and Bioenergy* 33(3): 337-359.
- Katavic, V., G. K. Agrawal, M. Hajdich, S. L. Harris et J. J. Thelen (2006). *Protein and lipid composition analysis of oil bodies from two Brassica napus cultivars*. *Proteomics* 6(16): 4586-4598.
- Kelley, S. S., T. G. Rials et W. G. Glasser (1987). *Relaxation behaviour of the amorphous components of wood*. *Journal of Materials Science* 22(2): 617-624.
- Kleinschmidt, C. P. (2011). *Overview of international developments in torrefaction*. Torrefaction Workshop. Central European Biomass Conference 2011, Graz, Austria (2011, Graz, Austria. disponible à <http://www.bioenergytrade.org/downloads/grazkleinschmidtpaper2011.pdf>
- Koubaa, A. et S. Migneault (2012). *Évaluation du potentiel des feuillus nordiques pour la production de composites bois-polymère et d'énergie renouvelable*. Plan de développement intégré des ressources et du territoire (PRDIRT) de La Baie-James - Programme d'acquisition de connaissances. Rouyn-Noranda, CRRNTBJ et CRC-VACAT de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue: 37.
- Kramer, P. J. et T. T. Kozlowski (1979). *Physiology of woody plants*. New York, Academic Press.
- Krasutsky, P. A. (2006). *Birch bark research and development*. *Natural Product Reports* 23(6): 919-942.
- Kryla, J. M. (1984). *Determination of available heat of combustion data for Canadian woody species*. J.M. Canadian Forestry Service, Headquarters, Ottawa: 89.
- Krzyzewski, J. R., C.; Spicer, B. (1980). *Performance of preservative-treated fence posts after 43 years of tests*. Forintek Canada Corp.: 34.

- Larsson, S. H. et M. Rudolfsson (2012). *Temperature control in energy grass pellet production—Effects on process stability and pellet quality*. *Applied Energy* 97: 24-29.
- Larsson, S. H., M. Thyrel, P. Geladi et T. A. Lestander (2008). *High quality biofuel pellet production from pre-compacted low density raw materials*. *Bioresource technology* 99(15): 7176-7182.
- Leaver, R. H. (1982). *The Pelleting Process*. Muncy, PA, Andritz Sprout.
- Leban, J. M., A. Pizzi, S. Wieland, M. Zanetti, M. Properzi and F. Pichelin (2004). *X-ray microdensitometry analysis of vibration-welded wood*. *Journal of Adhesion Science & Technology* 18(6): 673-685.
- Lee, D., V. Owens, A. Boe et P. Jeranyama (2007). *Composition of Herbaceous Biomass Feedstocks, Report SGINC1-07*. Plant Science Department, North Central Sun Grant Center, South Dakota State University, Box C 2140.
- Lehtikangas, P. (2000). *Storage effects on pelletised sawdust, logging residues and bark*. *Biomass and Bioenergy* 19(5): 287-293.
- Lehtikangas, P. (2001). *Quality properties of pelletised sawdust, logging residues and bark*. *Biomass and bioenergy* 20(5): 351-360.
- Lerouxel, O., D. M. Cavalier, A. H. Liepman et K. Keegstra (2006). *Biosynthesis of plant cell wall polysaccharides— a complex process*. *Current opinion in plant biology* 9(6): 621-630.
- MacBain, R. (1966). *Pelleting animal feed*. Arlington, VA: American Feed Manufactures Association.
- Magelli, F., K. Boucher, H. T. Bi, S. Melin et A. Bonoli (2009). *An environmental impact assessment of exported wood pellets from Canada to Europe*. *Biomass and Bioenergy* 33(3): 434-441.

- Manamperi, W. A. R., S. K. C. Chang, C. A. Ulven and S. W. Pryor (2010). *Plastics from an Improved Canola Protein Isolate: Preparation and Properties*. Journal of the American Oil Chemists' Society 87(8): 909-915
- Mani, S., S. Sokhansanj, X. Bi et A. Turhollow (2006). *Economics of producing fuel pellets from biomass*. Applied Engineering in Agriculture 22(3): 421.
- Mani, S., L. G. Tabil et S. Sokhansanj (2003). *An overview of compaction of biomass grinds*. Powder, handlings and processing 15(2): 9.
- Mani, S., L. G. Tabil et S. Sokhansanj (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.
- McMillan, J. D. (1994). *Pretreatment of lignocellulosic biomass*. Enzymatic Conversion of Biomass Fuels Production: 292-324.
- Mediavilla, I., L. S. Esteban et M. J. Fernández (2012). *Optimisation of pelletisation conditions for poplar energy crop*. Fuel Processing Technology 104: 7-15.
- Melcion, J. P. (1995). *Emploi des liants pour le pressage des aliments des animaux: aspects technologiques et nutritionnels*. INRA Productions animales 8(2): 83-96.
- Miles, P. D. et W. B. Smith (2009). *Specific gravity and other properties of wood and bark for 156 tree species found in North America*. Newtown Square, US Department of Agriculture, Forest Service, Northern Research Station. 38: 35.
- Miquel, M., N. Nesi, N. Paris, C. Larré, A. Quinsac, R. Savoie, J.-L. Lanoisellé, P. Jolivet et T. Chardot (2011). *A continuum of research projects to improve extraction of oil and proteins in oilseed plants*. Oléagineux, Corps Gras, Lipides 18(3): 168-172.
- Misra, M. K., K. W. Ragland et A. J. Baker (1993). *Wood ash composition as a function of furnace temperature*. Biomass and Bioenergy 4(2): 103-116.

- Morin, G. (2006). *Bulletin terminologique de l'industrie pharmaceutique*.
Manufacturers, Pharmaceuticai. L. c. d. r. p. d. Canada, Groupe Traduction 17:
6.
- Musselman, K. and H. W. Hocker Jr (1981). *Calorie values of eight New Hampshire forest tree species*. Canadian Journal of Forest Research 11(2): 410-413
- Narra, S., Y. Tao, C. Glaser, H.-J. r. Gusovius et P. Ay (2010). *Increasing the calorific value of rye straw pellets with biogenous and fossil fuel additives*. Energy & Fuels 24(9): 5228-5234.
- Natterer, J., J. L. Sandoz et M. Rey (2004). *Construction en bois: matériau, technologie et dimensionnement*. PPUR presses polytechniques.
- Nicholls, D. L. (2002). *Evaluation of the retail market potential for locally produced paper birch lumber in Alaska*. General Technical Report PNW-GTR-493, Pacific Northwest Research Station, Forest Service, United States Department of Agriculture:8.
- Nielsen, N. P. K., J. K. Holm et C. Felby (2009). *Effect of fiber orientation on compression and frictional properties of sawdust particles in fuel pellet production*. Energy & Fuels 23(6): 3211-3216.
- Nilsson, P. O. (1983). *Energy from the forest*. Swedish Board of Energy Production Research Results NE 1983:9.
- Obernberger, I. et G. Thek (2004). *Physical characterisation and chemical composition of densified biomass fuels with regard to their combustion behaviour*. Biomass and bioenergy 27(6): 653-669.
- Pa, A., J. Craven, X. Bi, S. Melin et S. Sokhansanj (2012). *Environmental footprints of British Columbia wood pellets from a simplified life cycle analysis*. The International Journal of Life Cycle Assessment 17(2): 220-231.

- Parikh, D. M. (2009). *Handbook of pharmaceutical granulation technology*, CRC Press.
- Parr Instrument Co (2014). *Automatic Isoperibol Calorimeter 6400 - Operating Instruction Manual*. 587M rév.3., Moline Il. USA: 110.
- Payne, J. D. (1978). *Improving quality of pellet feeds*. *Milling Feed and Fertilizer* 162: 34-41
- Payne, J. D. (2009). *Troubleshooting the pelleting process*. Feed technology technical report series, American soybean association international marketing Southeast Asia, Singapore: 17-23
- Pedieu, R. (2008). *Properties of particleboards based on inner bark of white birch (Betula papyrifera) and reinforced with wood fibres*. Thèse de doctorat, Université Laval.
- Pedieu, R., B. Riedl et A. Pichette (2008). *Properties of white birch (Betula papyrifera) outer bark particleboards with reinforcement of coarse wood particles in the core layer*. *Annals of Forest Science* 65(7): 701-701.
- Pedieu, R., B. Riedl et A. Pichette (2009). *Properties of birch outer bark panels reinforced with wood strands in the surface layers*. *BioResources* 4(2): 771-788.
- Perez, E. (n.d.). *Module - Pellet press Components (rolls, dies, knives, feeder)*. Consulté le 3 janvier 2016, de <http://www.mataminc.com/pdfs/How%20Pellets%20are%20Made.pdf>.
- Pettersen, R. C. (1984). *The chemical composition of wood*. *The chemistry of solid wood* 207: 57-126.
- Pietsch, W. (2008). *Agglomeration processes: phenomena, technologies, equipment*. John Wiley & Sons.

- Placet, V., J. Passard et P. Perré (2008). *Viscoelastic properties of wood across the grain measured under water-saturated conditions up to 135 C: evidence of thermal degradation*. *Journal of Materials Science* 43(9): 3210-3217.
- Ploteau, C. (2015). *Les différents types de perçages des filières*. Consulté le juillet 2015, de <http://ferotec.eu/nos-produits/>.
- QMS (1999). *Tree ring analysis - Users Guide, model QTRS-01X*. Knoxville TN USA: 54.
- Rabemanolontsoa, H. et S. Saka (2012). *Holocellulose Determination in Biomass*. Zero-Carbon Energy Kyoto 2011. T. Yao, Springer Japan: 135-140.
- Rafter, F. et C. Stearns (2011). *Pellet Plant Optimization and Efficiency*. PFI Annual Conference 2011, Ponte Vedra Beach, FL.
- Reza, M. T., M. H. Uddin, J. G. Lynam et C. J. Coronella (2014). *Engineered pellets from dry torrefied and HTC biochar blends*. *Biomass and Bioenergy* 63(0): 229-238.
- Rhén, C., R. Gref, M. Sjöström et I. Wästerlund (2005). *Effects of raw material moisture content, densification pressure and temperature on some properties of Norway spruce pellets*. *Fuel Processing Technology* 87(1): 11-16.
- Rowell, R. M. (2012). *Handbook of wood chemistry and wood composites*, CRC press.
- Ruel, D. (2010). *Projet pilote de la culture de canola au centre du Québec*. INPACQ. Nicolet, QC: 34.
- Safford, L. O., J. C. Bjorkbom et J. C. Zasada (1990). *Betula papyrifera Marsh. paper birch*. *Silvics of North America* 2(654): 158.
- Salas-Bringas, C., N. Mišljenović, O.-I. Lekang et R. B. Schüller (2011). *Comparison between diametral and uniaxial compression tests of pelleted feed*. *Annual Transactions of the Nordic Rheology Society* 19: 287-291.

- Samuelsson, R., S. H. Larsson, M. Thyrel et T. A. Lestander (2012). *Moisture content and storage time influence the binding mechanisms in biofuel wood pellets*. *Applied Energy* 99(0): 109-115.
- Samuelsson, R., S. H. Larsson, M. Thyrel et T. A. Lestander (2012). *Moisture content and storage time influence the binding mechanisms in biofuel wood pellets*. *Applied Energy* 99: 109-115.
- Saranpää, P. (2009). *Wood density and growth chapitre 4*, John Wiley & Sons.
- Sarkar, M., A. Kumar, J. S. Tumuluru, K. N. Patil et D. D. Bellmer (2014). *Gasification performance of switchgrass pretreated with torrefaction and densification*. *Applied Energy* 127(0): 194-201.
- Scheller, H. V. et P. Ulvskov (2010). *Hemicelluloses*. *Plant Biology* 61(1): 263.
- Schmitt, V. E. M. et M. Kaltschmitt (2012). *Pelletizing of wheat straw: how to influence mechanical–physical properties*. *Biofuels* 3(1): 35-46.
- Schwanghart, H. (1969). *Messung und Berechnung von Druckverhältnissen und Durchsatz in einer Ringkoller-Strangpresse*. Verlag für Aufbereitung.
- Segerström, M. et S. H. Larsson (2014). *Clarifying sub-processes in continuous ring die pelletizing through die temperature control*. *Fuel Processing Technology* 123(0): 122-126.
- Şensöz, S., D. Angin et S. Yorgun (2000). *Influence of particle size on the pyrolysis of rapeseed (Brassica napus L.): fuel properties of bio-oil*. *Biomass and Bioenergy* 19(4): 271-279.
- Serrano, C., E. Monedero, M. Lapuerta et H. Portero (2011). *Effect of moisture content, particle size and pine addition on quality parameters of barley straw pellets*. *Fuel Processing Technology* 92(3): 699-706.

- Sheng, C. and J. L. T. Azevedo (2005). *Estimating the higher heating value of biomass fuels from basic analysis data*. Biomass and Bioenergy 28(5): 499-507.
- Shafizadeh, F. (1981). *Basic Principles of Direct Combustion*. Biomass Conversion Processes for Energy and Fuels. S. Sofer and O. Zaborsky, Springer US: 103-124.
- Shang, L., N. Nielsen, W. Stelte, J. Dahl, J. Ahrenfeldt, J. Holm, M. Arnavat, L. Bach et U. Henriksen (2014). *Lab and Bench-Scale Pelletization of Torrefied Wood Chips—Process Optimization and Pellet Quality*. BioEnergy Research 7(1): 87-94.
- Shaw, M. (2008). *Feedstock and process variables influencing*. University of Saskatchewan Saskatoon.
- Sikkema, R., M. Steiner, M. Junginger, W. Hiegl, M. T. Hansen et A. Faaij (2011). *The European wood pellet markets: current status and prospects for 2020*. Biofuels, Bioproducts and Biorefining 5(3): 250-278.
- Singh, T., & Kostecy, M. M. (1986). *Calorific value variations in components of 10 Canadian tree species*. Canadian Journal of Forest Research 16(6): 1378-1381.
- Sjostrom, E. (1993). *Wood chemistry: fundamentals and applications*. Elsevier.
- Skoch, L. V. et K. E. Pike (1983). *Pellet die*. US4413016A Patent.
- Sokhansanj, S., S. Mani, X. Bi, P. Zaini and L. Tabil (2005). *Binderless pelletization of biomass*. ASAE Annual International Meeting, Tampa Convention Centre, Tampa, Florida.
- Springer, E. et L. Zoch (1968). *Hydrolysis of xylan in different species of hardwoods*. Tappi 51(5): 214.

- Ståhl, M., J. Berghel, S. Frodeson, K. Granström et R. Renström (2012). *Effects on pellet properties and energy use when starch is added in the wood-fuel pelletizing process*. *Energy & Fuels* 26(3): 1937-1945.
- Stegelmeier, M., V. E. Schmitt et M. Kaltschmitt (2011). *Pelletizing of autumn leaves—possibilities and limits*. *Biomass Conversion and Biorefinery* 1(3): 173-187.
- Stelte, W., J. K. Holm, A. R. Sanadi, S. Barsberg, J. Ahrenfeldt and U. B. Henriksen (2011). *Fuel pellets from biomass: The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions*. *Fuel* 90(11): 3285-3290.
- Stelte, W., A. R. Sanadi, L. Shang, J. K. Holm, J. Ahrenfeldt et U. B. Henriksen (2012). *Recent developments in biomass pelletization—A review*. *BioResources* 7(3): 4451-4490.
- Stevens, C. and R. C. Brown (2011). *Thermochemical processing of biomass: conversion into fuels, chemicals and power*. John Wiley & Sons.
- St-Pierre, F., A. Achim and T. Stevanovic (2013). *Composition of ethanolic extracts of wood and bark from *Acer saccharum* and *Betula alleghaniensis* trees of different vigor classes*. *Industrial Crops and Products* 41: 179-187.
- Sun, R. (2010). *Cereal straw as a resource for sustainable biomaterials and biofuels: chemistry, extractives, lignins, hemicelluloses and cellulose*. Elsevier.
- Svedberg, U., J. Samuelsson et S. Melin (2008). *Hazardous off-gassing of carbon monoxide and oxygen depletion during ocean transportation of wood pellets*. *Annals of occupational hygiene* 52(4): 259-266.
- Svedberg, U. R. A., H.-E. Högberg, J. Högberg et B. O. Galle (2004). *Emission of hexanal and carbon monoxide from storage of wood pellets, a potential occupational and domestic health hazard*. *Annals of Occupational Hygiene* 48(4): 339-349.

- Tabil, J., L.G. et S. Sokhansanj. (1996). *Compression and compaction behavior of alfalfa grinds – part 2: compaction behavior*. Powder Handling & Processing 8(2): 117-122.
- Tabil, L. G. (1996). *Binding and pelleting characteristics of alfalfa*. Thèse de doctorat, Agricultural and Bioresource Engineering, University of Saskatchewan
- Tarasov, D., C. Shahi et M. Leitch (2013). *Effect of Additives on Wood Pellet Physical and Thermal Characteristics: A Review*. ISRN Forestry 2013: 6.
- Temmerman, M., F. Rabier, P. D. Jensen, H. Hartmann et T. Böhm (2006). *Comparative study of durability test methods for pellets and briquettes*. Biomass and Bioenergy 30(11): 964-972.
- Thomas, M. (1998). *Physical quality of pelleted feed, a feed model study*. Wageningen.
- Thomas, M., D. J. Van Zuilichem et A. F. B. Van der Poel (1997). *Physical quality of pelleted animal feed. 2. Contribution of processes and its conditions*. Animal Feed Science and Technology 64(2): 173-192.
- Tumuluru, J. S. (2014). *Effect of process variables on the density and durability of the pellets made from high moisture corn stover*. Biosystems Engineering 119(0): 44-57.
- Tumuluru, J. S., C. T. Wright, J. R. Hess et K. L. Kenney (2011). *A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application*. Biofuels, Bioproducts and Biorefining 5(6): 683-707.
- Tzen, J. T., Y. Cao, P. Laurent, C. Ratnayake et A. H. Huang (1993). *Lipids, proteins, and structure of seed oil bodies from diverse species*. Plant Physiology 101(1): 267-276.

- Unal, H., M. Sincik et N. Izli (2009). *Comparison of some engineering properties of rapeseed cultivars*. *Industrial Crops and Products* 30(1): 131-136.
- USDA (2010). *Wood Handbook, Wood as an Engineering Material*. Madison WI, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.
- Vassilev, S. V., D. Baxter, L. K. Andersen et C. G. Vassileva (2010). *An overview of the chemical composition of biomass*. *Fuel* 89(5): 913-933.
- Vassilev, S. V., D. Baxter, L. K. Andersen, C. G. Vassileva et T. J. Morgan (2012). *An overview of the organic and inorganic phase composition of biomass*. *Fuel* 94: 1-33.
- Wilkes, K. E. (1979). *Thermophysical properties data base activities at Owens-Corning Fiberglas*. Proceedings of the ASHRAE/DOE-ORNL Conference, Thermal Performance of the Exterior Envelopes of Buildings, ASHRAE SP.
- WPAC (2013). *CANplus handbook for the certification of wood Pellets for Heating Purposes v2*, Wood Pellet Association of Canada.
- Wu, J. et A. D. Muir (2008). *Comparative structural, emulsifying, and biological properties of 2 major canola proteins, cruciferin and napin*. *Journal of food science* 73(3): C210-C216.
- Yancey, N. A., J. S. Tumuluru et C. T. Wright (2013). *Drying, Grinding and Pelletization Studies on Raw and Formulated Biomass Feedstock's for Bioenergy Applications*. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* 7(5): 549-558.

ANNEXE A : DIAPORAMA SUR LE FUSIONNEMENT À L'ENTRÉE DES
CANAUX DE LA MATRICE



Figure A.1 : aperçu de la couche fusionnée sur la matrice



Figure A.2 : aperçu de la couche fusionnée selon l'empreinte du rouleau



Figure A.3 : aperçu de la couche fusionnée et collée au rouleau



Figure A.4 : granules extraites par l'entrée des canaux de la matrice

ANNEXE B : EXEMPLE DE PLAN DE MONTAGE DU CONTRÔLE-COMMANDE DE LA GRANULEUSE

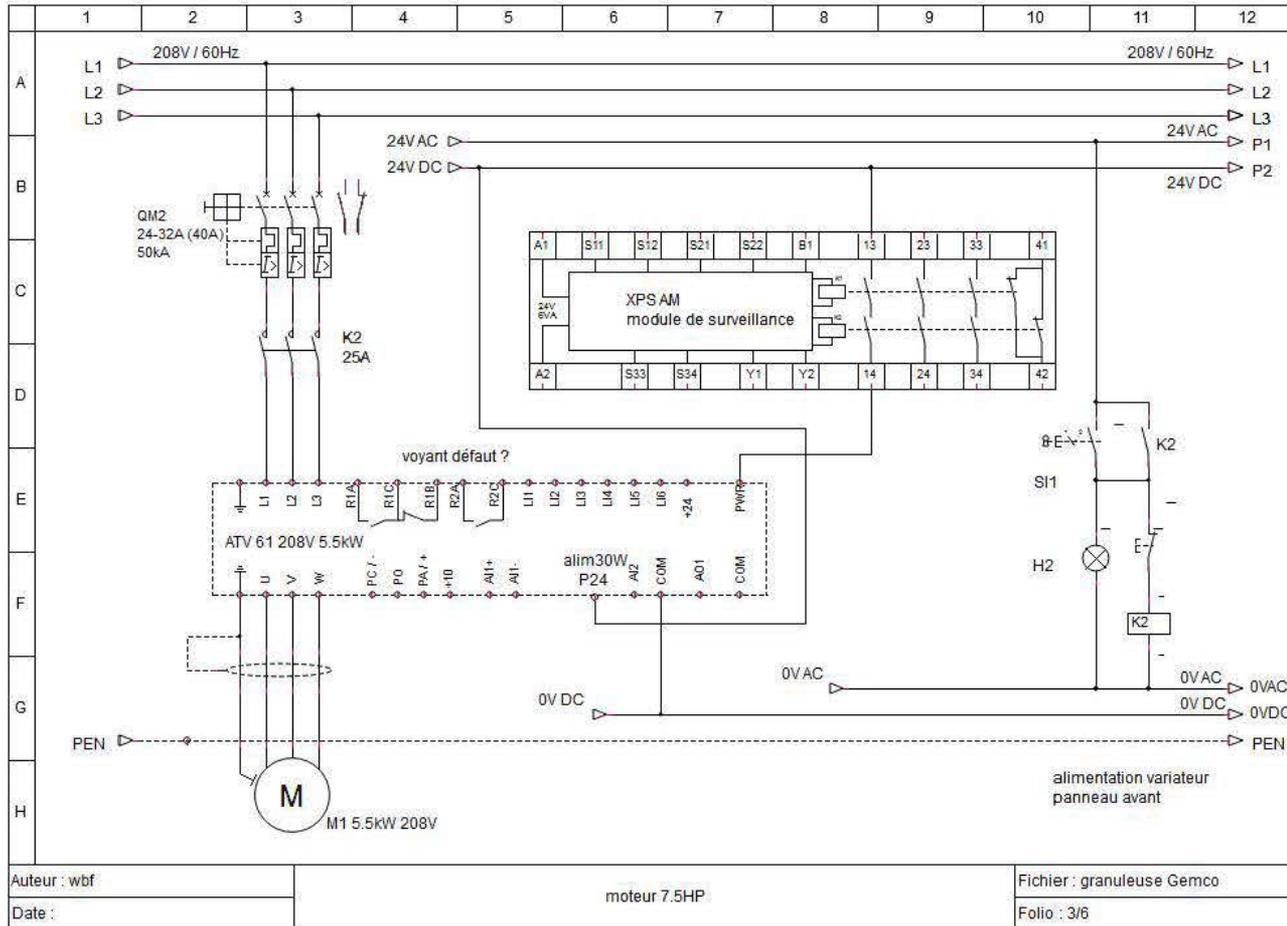


Figure B.1: schéma de câblage entre le variateur 5,5 kW et le module de sécurité

ANNEXE C : DISTRIBUTIONS GRANULOMETRIQUES ET MASSES
VOLUMIQUES

Les caractéristiques des mélanges broyés et les distributions granulométriques présentées sont obtenues selon les recommandations de la norme ASAE S319-3 (Tableau C.1 et Figure C.1).

Tableau C.1: Diamètre géométrique moyen de la sciure de bouleau blanc et des graines broyées (selon la norme ASAE S319-3)

Formulation	Diamètre moyen géométrique par masse - en mm	Écart-type géométrique en mm
Sciure - broyat sur grille 9 mm	0,805	0,754
Sciure - broyat sur grille 3,2 mm	0,666	0,629
Graines de canola broyées broyage sans grille	0,464	0,367
Distribution "préconisée" selon Payne	0,550	0,400

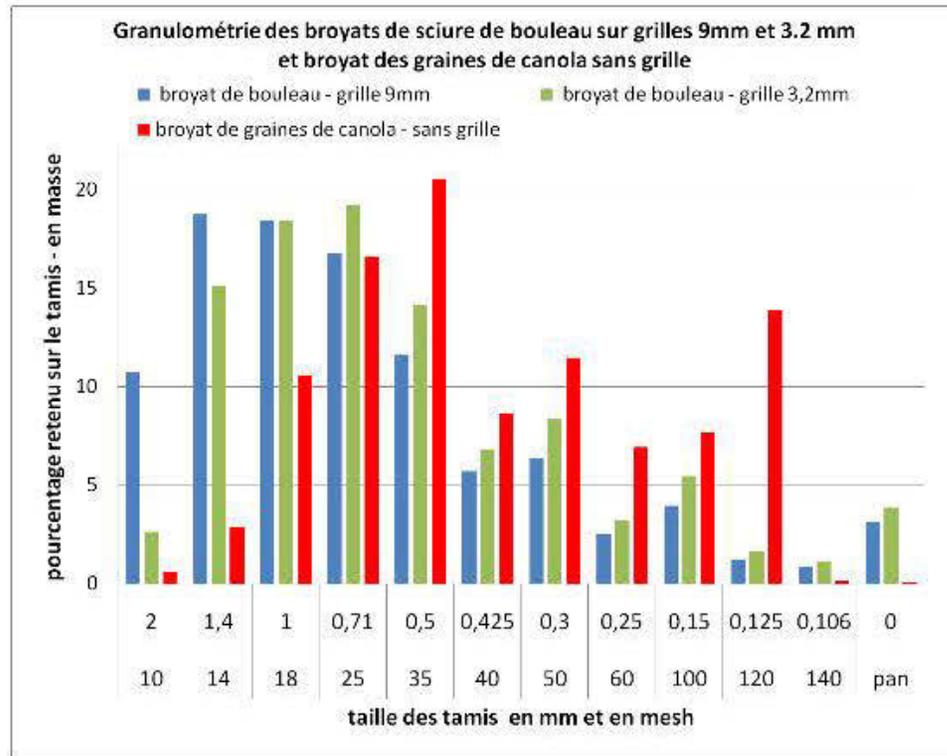


Figure C.1 : Distributions granulométriques des constituants du mélange à granuler

La principale différence entre les deux distributions granulométriques de nos mélanges est une variation d'environ 10% en masse dans la proportion de grosses particules, mesurant entre 1 et 2 mm et plus

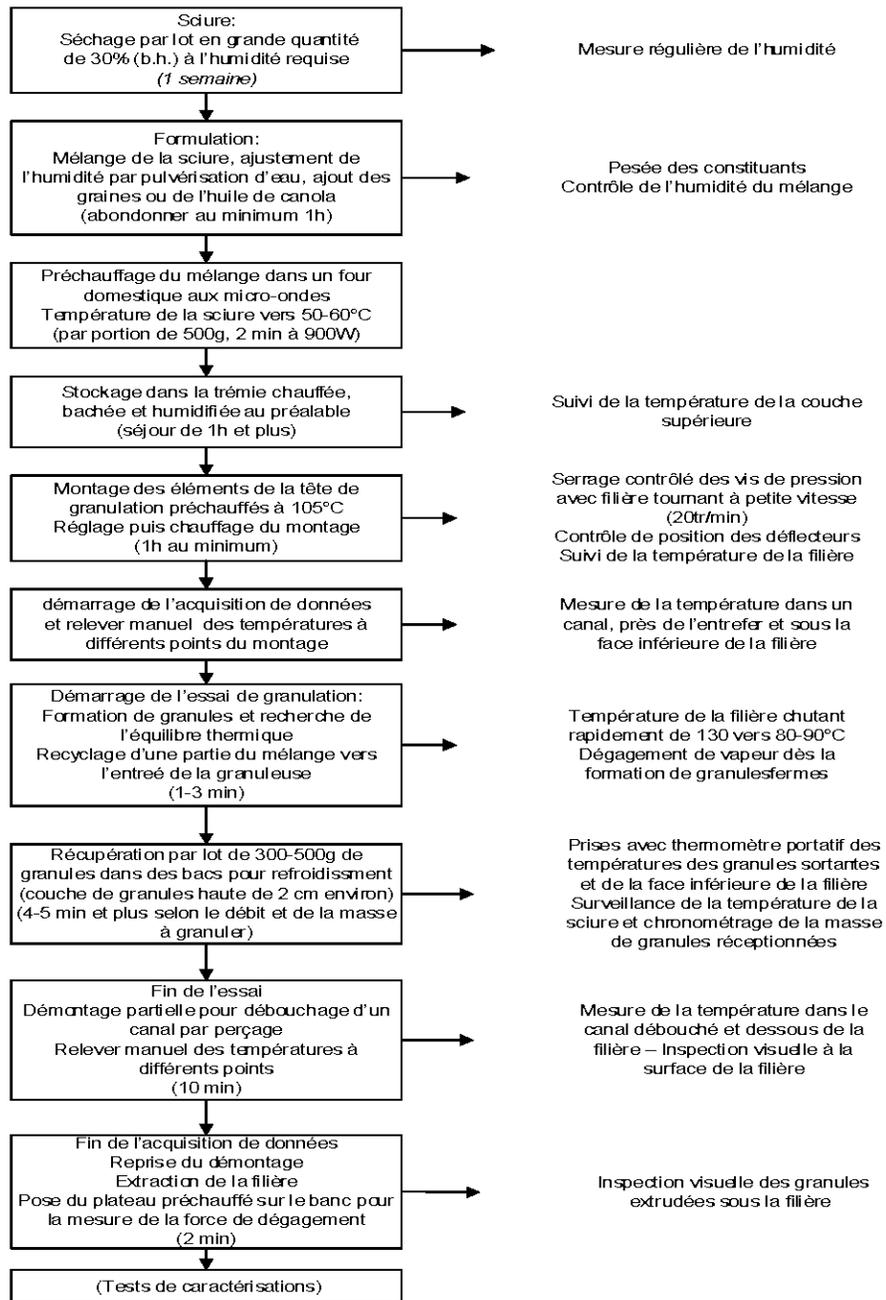
La masse volumique mesurée des matériaux non tassé avec un pycnomètre à He est donnée dans le tableau C.2.

Tableau C.2 : Masse volumique vraie des broyats et leur taux d'humidité au moment de leur pesée.

Matériau	Granulométrie	Masse volumique en kg/dm³ et écart-type	Taux d'humidité en % (base humide)
Sciure de bouleau	Broyage - grille 9 mm	1562 ± 6 1687 (estimé)	18,3 0
	Broyage - grille 3.2 mm	1504 ± 1 1647 (estimé)	22,1 0
Graines broyées	Broyage sans grille	1170,1 ± 0,3	4,2

ANNEXE D : PROCÉDURE DÉTAILLÉE D'UN ESSAI DE GRANULATION

Figure D.1 : Procédure suivie pour l'essai de granulation d'un mélange



ANNEXE E : DÉVELOPPEMENT DES MÉTHODES DE TESTS MÉCANIQUES SUR LES GRANULES

Les mesures sont réalisées à partir d'un même lot homogène de granules. Il faut s'accorder à ce que nous recherchons est que les réglages choisis garantissent une spécificité de la mesure en fonction du caractère mesuré sur la granule, avec peu d'interférences qui engendrent des valeurs aberrantes ou par des facteurs inconnus responsables d'erreur.

E-1 Force de dégagement de la granule piégée dans la filière

La démarche pour trouver les paramètres opératoires satisfaisants est similaire à celle décrite pour le test de compression. Nos mesures sont pratiquées sur filière encore chaude, après 5 min environ de la fin de l'essai de granulation.

Nous présentons ci-après les conditions opératoires du poinçon qui ont été testées pour forcer à mouvoir la granule formée dans un canal de la filière:

- Poussée avec une force contrôlée et en augmentation constante : 25 N/s, 50 N/s, et 100 N/s,
- Poussée avec une vitesse constante de descente du poinçon : 0,02 mm/min, 0,1 mm/min et 0,5 mm/min.

Suite à ces tests préliminaires, nous avons choisi de réaliser les mesures sous une charge contrôlée du poinçon à 100 N/s. La figure E1.1 présente quelques courbes obtenues sous cette charge. Nous avons un tassement de la sciure à l'entrée du canal jusqu'à une force telle que la granule se met en mouvement. Le frottement ou la friction statique est alors vaincu. Dès que la granule se déplace, la force appliquée diminue jusqu'à une valeur seuil qui peut correspondre à la friction dynamique.

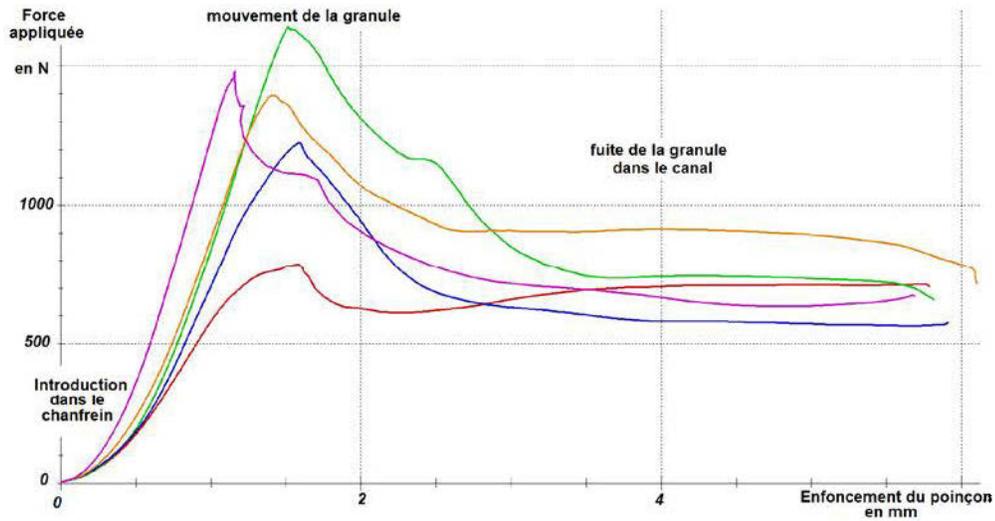


Figure E1.1 : Exemple de quelques courbes de mesures de la force de friction en fonction de la position du poinçon sous une charge contrôlée à 100 N/s

La profondeur du poinçon au moment où la granule se déplace dépend du niveau de remplissage en sciure compactée dans le chanfrein. Après balayage de la sciure à la surface de la filière, certains chanfreins se vident partiellement.

Avec une force contrôlée du poinçon à 100 N/s, la détermination graphique du moment où la granule glisse brusquement dans canal est aisée (Figure E1.2). Le dégagement de la granule est généralement rapide et se déroule souvent d'un trait. Des mesures rapides permettent d'avoir un refroidissement limité de l'ordre de 20 °C après 15 à 20 mesures.

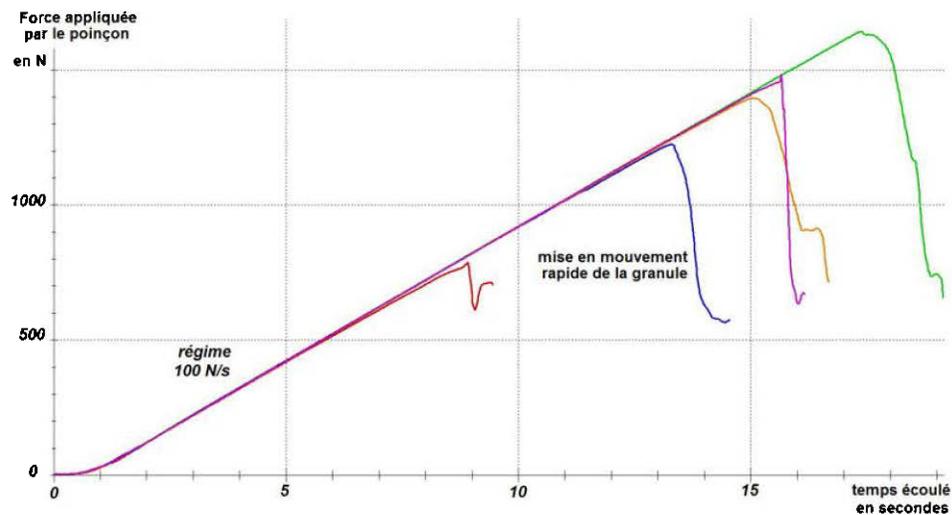


Figure E1.2 : Exemple d'évolutions de la force du poinçon sous une charge contrôlée à 100 N/s

E-2 Test d'impact ou de choc sur les granules

Des essais d'impact sont réalisés pour observer la réception du choc sur la granule. Trois paramètres ont été étudiés (Figure E2.1) :

- le diamètre du trou (D) comparativement au diamètre de la granule.
- la longueur (p) de la granule confinée dans l'embase, avec p variant de 6 à 10 mm.
- la hauteur de frappe (h) entre l'embase et le percuteur, avec h variant de 0,1 mm à 6 mm.

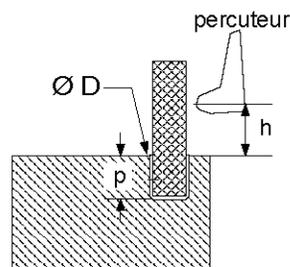


Figure E2.1 : Géométrie retenue du trou de l'embase pour le test de résistance au choc d'une granule

La configuration retenue est une hauteur de frappe (h) à 6 mm avec une profondeur (p) de 6 mm. Le diamètre du trou (D) doit être tel que la granule insérée doit être étroitement serrée. Plusieurs porte-échantillons ou embases sont fabriqués avec chacun un diamètre (D) légèrement différent pour s'adapter parfaitement au diamètre de la granule à insérer (trou de diamètre d'environ 6,0 – 6,1 – 6,2 mm). Les mesures d'impact se limitent à des granules de 20 mm \pm 2 mm de long. Des granules trop longues augmentent les chances que l'extrémité cassée rebondisse sur le pendule et fausse la mesure.

E-3 Test de compression diamétrale des granules

Les paramètres du test de compression à déterminer sont dans notre cas:

- le mode de compression à choisir : soit à vitesse constante (déplacement des disques de compression en mm/s) ou soit par un contrôle de la force appliquée (déplacement des disques en respectant une augmentation linéaire de la force, spécifiée en N/s),
- La valeur de la vitesse de déplacement ou l'augmentation de la force à considérer pour une représentativité des mesures adéquate.

Le choix tient compte du temps nécessaire pour réaliser le test de compression, des limites opératoires du banc et de l'étendue de la compression avant rupture pour établir le coefficient de déformation plastique de la granule, rapporté en longueur de granule (sur 1 cm).

Pour chaque cas, soit un mode de compression et une valeur, nous avons effectué au minimum une dizaine de mesures. À chaque mesure, nous plaçons sur le plateau une ou plusieurs granules de 20 mm de longueur

Liste des conditions opératoires de compression qui ont été testées :

- Compression avec une force contrôlée et en augmentation constante : 10 N/s, 25 N/s, 50 N/s, 75 N/s et 100 N/s,

- Compression avec une vitesse constante de descente du plateau : 0,5 mm/min, 1 mm/min, 5 mm/min, 10 mm/min et 20 mm/min.

La figure E3.1 présente un exemple de courbes obtenues avec des groupes de 5 granules. Ainsi après 4 compressions, nous avons déformé puis brisé 20 granules.

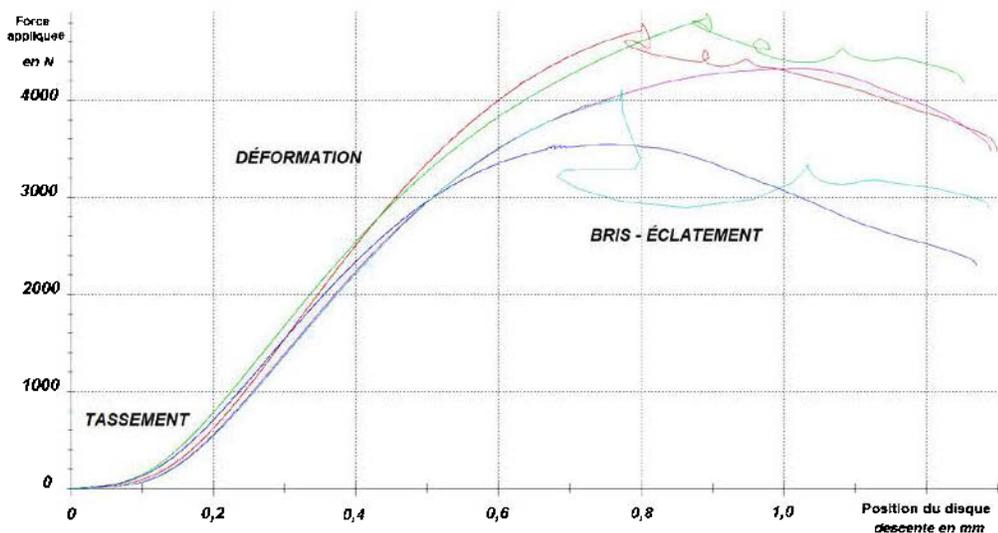


Figure E3.1 : Exemple de courbes présentant la force de compression en fonction de la position du plateau mobile – mesures effectuées par groupe de 5 granules de 20 mm sous une charge de 75 N/s

Au moment où les granules brisent soudainement, l'asservissement du banc essaye de maintenir ou de rattraper la consigne sur le régime de force à appliquer (75 N/s). Par conséquent, le tracé de la force devient alors parfois erratique. Une vitesse de 100 N/s est difficile pour l'asservissement du banc après une rupture soudaine des granules, entraînant parfois le dépassement de la position limite de sécurité de descente.

Entre 0 et environ 200 μm , la variation est progressive due au tassement des granules. Ensuite les granules résistent de manière linéaire. La rupture survient généralement entre 500 et 700 μm durant nos travaux de granulation.

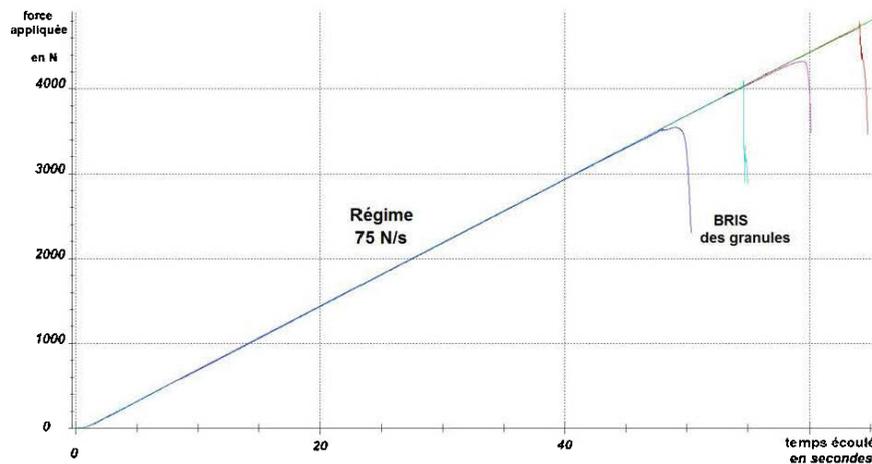


Figure E3.2 : Exemple d'évolutions de la force de compression– mesures effectuées par groupe 5 granules de 20 mm

Ce graphe de la figure E3.2 permet de déterminer clairement la force à laquelle les granules se brisent entre les plateaux de compression du banc. Pour des variations élevées de vitesse ou de force, la rupture des granules s'inscrit souvent de façon nette sur les diagrammes.

E-4 Test de résistance à la flexion 3 points sur la granule

La figure E4.1 présente un exemple d'allure de courbes obtenues après l'essai de flexion avec une vitesse de la charge contrôlée à 10 N/s. La force maximum est rapportée simplement en N et la flèche relevée à la force maximum est mesurée en mm.

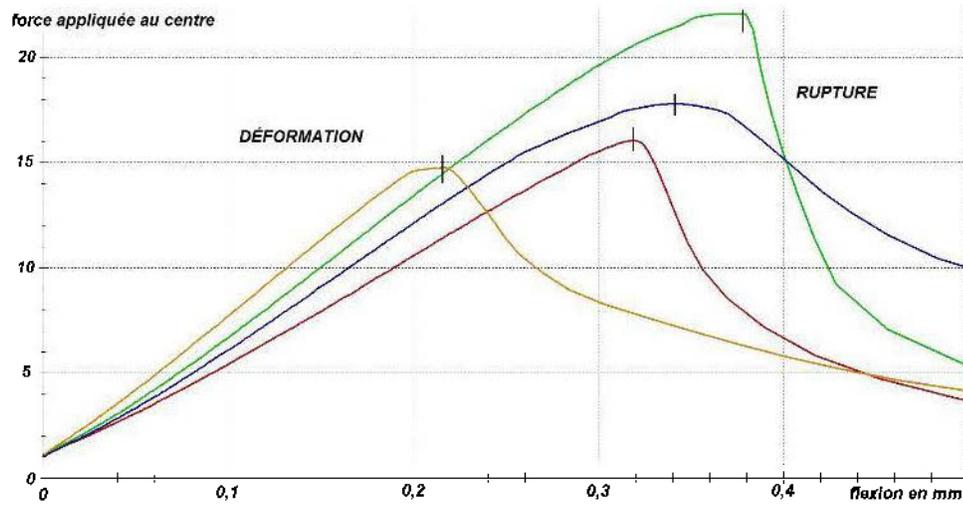


Figure E.1 : Exemple de courbes de la force de déformation en fonction de la position de l'appui centrale

ANNEXE F : DÉTERMINATION DES PROFILS DE DENSITÉ PAR DENSITOMÈTRE À RAYON X

Le principe du densitomètre est la mesure du flux de rayon X absorbé ou transmis au travers d'un échantillon. Le principe est détaillé à la figure F.1. La sensibilité du capteur est réglable en agissant sur un gain d'amplification électrique.

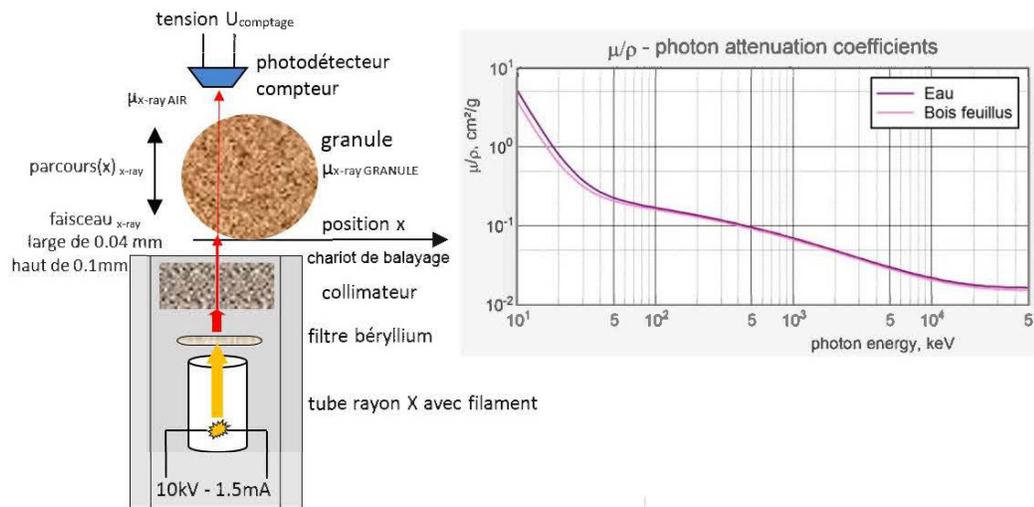


Figure F.1 : Schéma de principe du densitomètre et allure des coefficients d'atténuation massique sous rayon X du bois et de l'eau (Gerward, Guilbert et *al.* 2001)

Pour estimer la densité durant le balayage d'un échantillon, il est nécessaire de fournir des constantes au logiciel QTRS Tree Ring. L'utilisateur doit saisir ces constantes, soit la masse volumique ou la densité nominale et le coefficient d'absorption de l'échantillon. Le logiciel peut alors convertir directement la tension mesurée aux bornes du capteur en masse volumique.

L'estimation de la densité par le faisceau est donnée selon l'équation (F.1.1) (QMS 1999).

$$\ln \frac{U_{\text{position}.x.GRANULE}^{\text{détecteur}}}{U_{\text{AIR}}^{\text{détecteur}}} = \mu_{x\text{-ray}.GRANULE} \times \text{parcours}(x)_{x\text{-ray}} \times \left(\frac{1}{\rho_{granule}} \right)$$

$$\mu_{x\text{-ray}.AIR} \ll \left[\mu_{x\text{-ray}.EAU} \sim \mu_{x\text{-ray}.GRANULE} \right] \quad (\text{F1.1})$$

$$\mu_{x\text{-ray}.GRANULE} \sim \mu_{x\text{-ray}.C} \sim \mu_{x\text{-ray}.O} \approx \mu_{x\text{-ray}.H}$$

La densité est simplement un rapport entre le flux transmis ou absorbé et le flux sans échantillon (dans l'air). En connaissant le coefficient d'absorption linéaire de l'échantillon ou en se basant sur un étalon ayant la même composition (même atome et même proportion en nombre d'atomes ou en moles), il est possible d'estimer la masse volumique de l'échantillon. Le coefficient d'atténuation massique d'un échantillon est parfois donné par le rapport de son coefficient d'absorption linéaire sur sa masse volumique ($\mu_{x\text{-ray}}/\rho$).

Après le balayage d'une granule compressée, le profil affiché est d'allure parabolique. Pour une appréhension juste, nous effectuons des calculs à l'aide d'un tableur pour obtenir des profils normalisés par rapport à la référence qui est placée toujours de la même façon dans le porte-échantillon. Un exemple de calculs est donné en ci-après, dans le tableau F.1.

Tableau F.1 : Exemple d'un calcul à l'aide un tableur de la normalisation de la densité de la granule par rapport à la référence.

Position x lors du balayage en mm	Densité mesurée (mes) sur la granule en position x : d_{mes}^x	Standardisation par rapport à la moyenne (moy) de la référence* (réf) : $d_{mes/réf}^x = \frac{d_{mes}^x}{d_{réf}^{moy}}$	Normalisation de la densité sur le diamètre de la granule : $\frac{d_{mes/réf}^x - d_{mes/réf}^{min}}{d_{mes/réf}^{max} - d_{mes/réf}^{min}}$
...
9,52	0,72303	0,943501	0,66717
9,6	0,75033	0,017671	0,69683
9,68	0,80932	1,07182	0,72443
9,76	0,93858	1,18021	0,75934
9,84	0,94946	1,19390	0,78410
9,92	0,94409	1,18714	0,80476
10,00	0,94677	1,19051	0,82711
...

* référence : cube de bouleau brut de 6 mm de côté et d'environ 10% d'humidité

Cube de référence : $d_{réf}^{moy} = 0,77142$ $d_{mes/réf}^{max} = 1,43491$ $d_{mes/réf}^{min} = 0,00726$

ANNEXE G : MODÉLISATION DES RÉPONSES DU PLAN D'EXPÉRIENCE

G-1 Modélisation mathématique des réponses et estimation des coefficients des modèles d'interpolation des réponses

Des modèles polynomiaux testés par le logiciel MiniTab Statistical sont données dans le tableau G.1. Les coefficients du modèle polynomial (b_i) sont calculés par régression selon la méthode des moindres carrés.

Tableau G.1 : modèles d'interpolation employés pour les réponses du plan d'expérience (source : Minilab v16.1, fichier help de Methods and Formulas)

Modèle	Équations C1 : Constituant 1 C2 : Constituant 2 C3 : Constituant 3 Facteur Process : FP
Linéaire	$y_{linéaire} = b_1.C1 + b_2.C2 + b_3.C3$ $+FP \times (b_4.C1 + b_5.C2 + b_6.C3)$
Quadratique	$y_{quadratique} = y_{linéaire}$ $+b_7.C1.C2 + b_8.C1.C3 + b_9.C2.C3$ $+FP \times (b_{10}.C1.C2 + b_{11}.C1.C3 + b_{12}.C2.C3)$
Cubique (spécial)	$y_{cubique-spécial} = y_{quadratique}$ $+b_{13}.C1.C2.C3$ $+FP \times (b_{14}.C1.C2.C3)$

Il n'y a aucun terme constant (b_0) dans les modèles proposés pour les plans d'expérience traitant les mélanges. Cette absence est due à la restriction que la somme des constituants ($C1+C2+C3$) vaut toujours 100% ou 1 (Cornell 2011). D'autres modèles prenant en compte des interactions complexes sont aussi disponibles, mais le calcul de tous les monômes n'est pas envisageable du fait du nombre de points expérimentaux qui faut avoir (saturation du plan): modèle inverse

(si aucun facteur ne devient nul), modèle cubique complet, modèle quartique spécial et quartique complet (quatrième ordre).

Il est possible de simplifier le modèle en excluant certains monômes qui ont peu d'influence sur la réponse sans que la qualité d'interpolation et la prédilection de la modélisation soient affectées.

En approchant la réponse par un modèle pour chaque point (coordonnées) du plan d'expérience, nous avons, par exemple pour le modèle linéaire comprenant un facteur de procédé (FP) à 2 niveaux, le système d'équations polynomiales (G1.1) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \hat{y}^{essai1} = b_1.C1^{essai1} + b_2.C2^{essai1} + b_3.C3^{essai1} + \\ \qquad \qquad \qquad b_4.FP.C1^{essai1} + b_5.FP.C2^{essai1} + b_6.FP.C3^{essai1} \\ \hat{y}^{essai2} = b_1.C1^{essai2} + b_2.C2^{essai2} + b_3.C3^{essai2} + \\ \qquad \qquad \qquad b_4.FP.C1^{essai2} + b_5.FP.C2^{essai2} + b_6.FP.C3^{essai2} \\ \qquad \qquad \qquad \vdots \\ \hat{y}^{essai n} = b_1.C1^{essai n} + b_2.C2^{essai n} + b_3.C3^{essai n} + \\ \qquad \qquad \qquad b_4.FP.C1^{essai n} + b_5.FP.C2^{essai n} + b_6.FP.C3^{essai n} \\ \qquad \qquad \qquad \vdots \\ \hat{y}^{essai N} = b_1.C1^{essai N} + b_2.C2^{essai N} + b_3.C3^{essai N} + \\ \qquad \qquad \qquad b_4.FP.C1^{essai N} + b_5.FP.C2^{essai N} + b_6.FP.C3^{essai N} \end{array} \right. \quad (G1.1)$$

Où N est le nombre total d'essais ou de points du plan d'expérience (N= 36 essais dans notre cas) et \hat{y} la réponse estimée de la réponse mesurée y_{mes} .

Pour un essai n du plan, l'écart ou le résidu de modélisation $e^{essai n}$ entre la réponse mesurée et estimée est défini par l'équation (G1.2):

$$e^{essai n} = y_{mes}^{essai n} - \hat{y}^{essai n} \quad (G1.2)$$

Nous pouvons récrire le système d'équations (G1.1) sous une forme matricielle (G1.3) :

$$\underline{Y}_{mes} = \underline{C} \cdot \underline{B} + \underline{e} \quad (G1.3)$$

avec \underline{Y}_{mes} vecteur des réponses mesurées

\underline{C} matrice des constituants et du facteur process ($C1$, ($C1 \times FP$), etc.)

\underline{B} vecteur des coefficients estimés (b_1 , b_2 , etc.)

\underline{e} vecteur des résidus

Le calcul des coefficients du modèle à partir de la méthode des moindres carrés est obtenu en résolvant l'équation matricielle (G1.4) :

$$\underline{B} = (\underline{C}^t \underline{C})^{-1} \cdot \underline{C}^t \underline{Y}_{mes} \quad (G1.4)$$

Pour une estimation correcte des coefficients b_i , le critère d'optimalité D est appliqué. Il s'agit de minimiser la variance globale du modèle de la réponse en améliorant le conditionnement de la matrice $\left[(\underline{C}^t \underline{C})^{-1} \right]$ (Minilab v16.1, fichier help de Methods and Formulas). Un arrangement dans l'ordre des équations du système d'équations (G1.1), est recherché pour que les éléments diagonaux de cette matrice soient petits (ou que son déterminant soit maximal).

Les réponses estimées par la modélisation sont finalement calculées par l'équation (G1.5) :

$$\hat{\underline{Y}} = \underline{C} \cdot \underline{B} \quad (G1.5)$$

G-2 Remarques sur l'analyse statistique de la modélisation

- Le coefficient ajusté $R^2_{\text{ajusté}}$ et le coefficient $R^2_{\text{prédicatif}}$ sont similaires au coefficient R^2 . Par contre, ils peuvent être inférieurs à 0. Plus leur valeur est proche de 1, plus les points de réponses calculés par le modèle sont proches des points expérimentaux. Autrement, le coefficient $R^2_{\text{ajustée}}$ est toujours inférieur au coefficient R^2 . Dans notre choix du modèle pour chaque réponse (linéaire, quadratique, etc.), nous nous basons en partie sur les valeurs des coefficients de corrélation $R^2_{\text{ajustée}}$ et $R^2_{\text{prédicatif}}$.
- L'emploi des tables de Fisher-Snedecor suppose que les perturbations dans les réponses sont aléatoires et suivent une distribution normale avec une variance constante entre les essais.
- Le ratio F_{obs} est comparé à la probabilité F_{table} . Il faut que la valeur de F_{obs} soit élevée, signe que les résidus sont petits. La valeur du facteur de probabilité p-value est estimée au moment où nous avons $F_{\text{table}} > F_{\text{obs}}$.

ANNEXE H : VARIATION DES RÉSULTATS ENTRE DEUX ESSAIS – PASSAGE DE LA VITESSE NOMINALE À
UNE VITESSE RÉDUITE DE 30%

Tableau H.1 : Résultats des essais à la vitesse nominale et à vitesse réduite de 30%

Mélange de Granulométrie sur grille 9 mm- humidité: 20% base humide - teneur en graine: 15% base sèche					
Réponse	unité	Échantillon n	nominale 60 Hz- 5.6 tr/s	réduite 40 Hz- 3.8 tr/s	par rapport à la vitesse nominale
Test de durabilité après 7 jours	%mass. de granules érodées	1 ou 2	98,0	98,1	+ 0,1%
Humidité des granules juste après granulation	%mass. base humide	3	9,3	10,0	+ 7,5%
Densité de la granule	sans	1	1,4123	1,4088	- 0,1%
Mesure de la force de dégagement	N	15	1917 [300]	2115 [406]	+ 10,3 %
Test de résistance en compression diamétrale	N/mm déformation /cm	3 (15 granules)	757 [74]	762 [63]	+ 0,6%
Test de résistance à l'impact	J	>30	35,3 [6,3]	36,6 [7,9]	+ 3,5%
Test de résistance à la flexion - distance de déflexion	mm	30	0,23 [0,06]	0,23 [0,07]	- 0,5%
Test de résistance à la flexion - force de rupture	N		10,4 [4,4]	10,3 [3,7]	- 0,6%
Longueur moyenne des granules	mm		16,5 [5,8]	16,9 [4,8]	+ 2,6%
Diamètre de la granule	mm	>30	6,05 [0,06]	6,03 [0,04]	-0,3%
Efficacité énergétique	Wh/kg MJ/t		193 695	168 605	- 13,0%
Puissance appelée au moteur	W	-	2280	2055	-
Débit massique de granules produites	kg/h		11,8	12,2	-
Coefficient de variation de la puissance électrique	rapport de puissance		1,4	1,2	- 17,1%
Taux de fines de production	g fine/kg de granules	-	0,9	0,7	- 22,2%
Sombre/Clarté L*	sans unité	3	37,4	41,2	plus sombre
Caractéristique de production					
Température moy. au voisinage de la couche densifiée	°C	-	99	95	- 4,0%
Température latérale moyenne de la filière	°C	-	86	76	-12%
Nombre de passage de rouleaux sur un canal par seconde	passages/s	-	11,3	7,5	-34%
Hauteur de la couche comprimée – Approx. théorique	mm de granule/passage	-	0,072	0,114	+55%

ANNEXE I : ANALYSE MULTIDIMENSIONNELLE DE CERTAINES RÉPONSES DU PLAN D'OPTIMISATION

L'analyse multidimensionnelle sert à déterminer des relations entre les différentes mesures. Les relations ou les corrélations peuvent être évaluées par des calculs analytiques (coefficient de corrélation...) et par des outils graphiques. Dans nos travaux, nous utiliserons de préférence la méthode graphique, plus rapide à interpréter.

Recherche de corrélations entre propriétés mécaniques et physiques

Nous allons nous intéresser à établir des corrélations linéaires entre les réponses des mesures faites sur les granules et les paramètres de granulation suivis. L'analyse de corrélation repose sur l'observation d'une matrice de graphiques représentant des nuages de points.

La figure I.1 présente seulement les réponses ayant une corrélation.

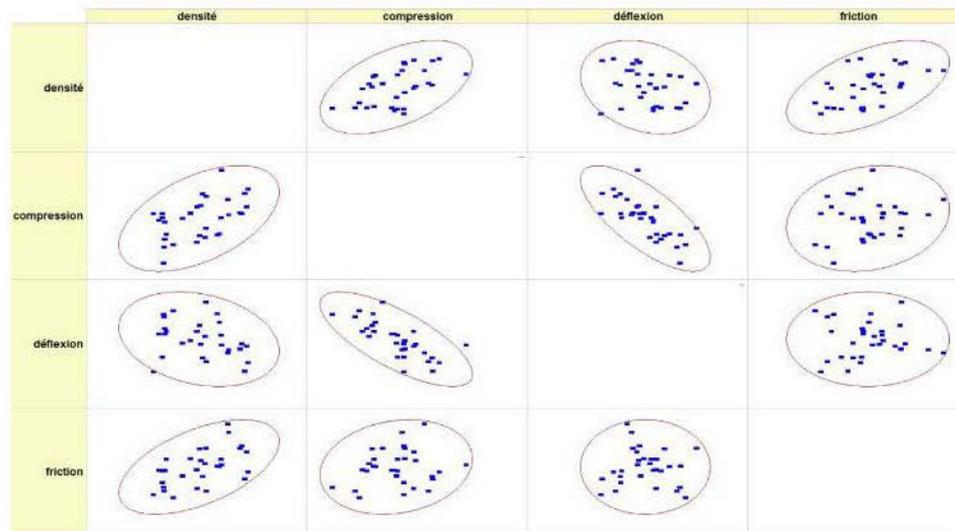


Figure I.1: Matrice XY de nuage de points - comparaison des propriétés mécaniques et physiques

Le tableau I.1 répertorie les coefficients de corrélation de détermination ajustée ($R^2_{\text{ajusté}}$) entre les quatre réponses. Les valeurs en gras sont les coefficients significatifs. Plus la valeur est élevée, plus un lien de relation entre les deux réponses est probable.

Tableau I.1 : Coefficients de corrélations de détermination linéaire entre les mesures des propriétés mécaniques et physiques

Réponses / ($R^2_{\text{ajusté}}$)	Densité	Compression	Déflexion	Friction
Densité	1	0.228	-0.005	0.269
Compression	0.228	1	0.528	0.029
Déflexion	-0.005	0.528	1	-0.034
Force de dégagement de la granule de la filière (friction)	0.269	0.029	-0.034	1

Il est apparent qu'il y ait un certain lien entre la densité et la résistance à la déformation sous compression diamétrale, la densité et la force de dégagement de la granule dans le canal (friction) puis entre la résistance à la déformation sous compression et la déflexion. La déformation sous compression peut traduire la souplesse de la granule ou l'aptitude à s'aplatir sans se briser. Une granule offrant une résistance intéressante à la déformation sous compression diamétrale se rompt sous une faible déflexion au test de flexion 3 points. Sachant qu'il a été constaté que les granules riches en graine de canola peuvent subir une plus grande déflexion et s'aplatissent facilement avant de se briser, il est possible de déduire que les graines de canola agissent sur le caractère plastique ou la ténacité des granules.

La force pour dégager la granule hors de la filière peut exprimer la friction entre la granule et les parois du canal. Cette friction provoque une certaine contre-pression causant la densification plus ou moins forte de la couche de matériau sur la filière. La force à exercer est ainsi dire reliée indirectement à la densité de la granule.

ANNEXE J : INFLUENCES DE LA GRANULOMÉTRIE ET DE LA TENEUR EN GRAINES

Les résultats du tableau J.1 sont obtenus en réalisant sur un simple plan factoriel 2^2 (2 facteurs à 2 modalités). Les deux facteurs intervenants sont la teneur en graine de canola et la distribution granulométrique. Les calculs sont effectués avec le logiciel MiniTab (MiniTab Inc.).

Durant les essais avec un broyat comportant plus de fines (obtenu sur une grille de 3,2 mm), nous avons vu et entendu les rouleaux patiner par instants sur la couche compactée. Avec la présence de particules plus grosses dans le broyat, particulièrement supérieure à 2 mm, prises dans la couche entre le rouleau et la filière, le patinage n'est plus observé. En employant des surfaces de rouleaux plus adaptées dans le cas d'un broyat riche en fines, il est possible de réduire cette perte d'adhérence.

En se basant sur les coefficients linéaires A et B de la modélisation, les graines de canola ont un effet néfaste sur l'efficacité énergétique: la présence de canola et aussi de fines dans le broyat favorisent le patinage des rouleaux, ce qui est donc contre-productif. L'action de l'humidité sur la résistance à la déformation sous compression diamétrale est deux fois plus défavorable que pour les graines de canola. Les protéines des graines pourraient jouer un rôle.

Tableau J.1 : Influences de la granulométrie et de la teneur en graines sur la granule et la granulation

Facteurs	Modalité des facteurs et résultats (Res)				Modélisation du résultat: Res=K + A.x+ B.y + C.(x.y)			
	15	25	15	25	Cste K	Coeff. A (graines)	(granulo) Coeff. B	Coeff. C (interaction)
Granulométrie (y)	Broyat grille 9 mm		Broyat grille 3,2 mm					
Teneur en graine (x) % base sèche								
Durabilité en % _{mass}	98,0	97,8	98,1	96,7	97,7	-0,39	-0,26	-0,29
Humidité à J0 % _{mass} base humide	10,1	8,4	10,2	11	9,92	-0,23	0,68	0,63
Densité mesurée au pycnomètre He	1,404	1,374	1,410	1,375	1,390	-0,016	0,002	-0,001
Force de dégagement en N	1607	1539	1715	1502	1590	-70	17	-36
Résistance à la compression diam. N/mm déformatio/cm	794	573	878	380	656	-179	-27	-69
Résistance au choc en mJ	35,5	29,6	33,9	34,4	33,4	-1,4	0,8	1,6
Déflexion sous flexion - en mm	0,22	0,28	0,20	0,31	0,25	0,042	0,001	0,012
Force de flexion en N	8,8	13,1	10,4	9,3	10,4	0,77	-0,56	-1,36
Longueur - en mm	15,4	18,2	14,1	15,2	15,7	0,99	-1,08	-0,42
Puissance électrique au moteur - en W	2406	2295	2337	2242	-	-	-	-
Débit moyen en sortie en kg/h	14,0	11,7	13,5	10,9	-	-	-	-
Efficacité puissance/débit moyen - en kWh/t	172	196	173	205	186	14,0	2,5	1,9
CV puissance élect. en % (moy/écart-type)	1,2	1,7	2,2	1,0	1,53	-0,17	0,08	-0,44
Taux de fines de production – en % _{mass} total des granules	1,4	0,4	3,6	0,6	1,5	-1,0	0,6	-0,5

Codage : (x) Teneur 15% : -1 Teneur 25% : +1
(y) Broyat 9 mm : -1 Broyat 3.2 mm : +1

ANNEXE K : RÉSULTATS DU PLAN D'EXPÉRIENCE D'OPTIMISATION

Les paramètres de production sont moyennés sur le temps d'essai, une fois la granulation stabilisée. Les mesures de caractérisation après chaque essai de granulation sont aussi des moyennes. Les écarts-types de population sont en italique.

Deux réponses ne sont pas intégrées dans la modélisation du plan d'expérience: la clarté mesurée par colorimètre et l'amplitude de vibration de la granuleuse. Des mesures n'ont pu être effectuées pour certains essais.

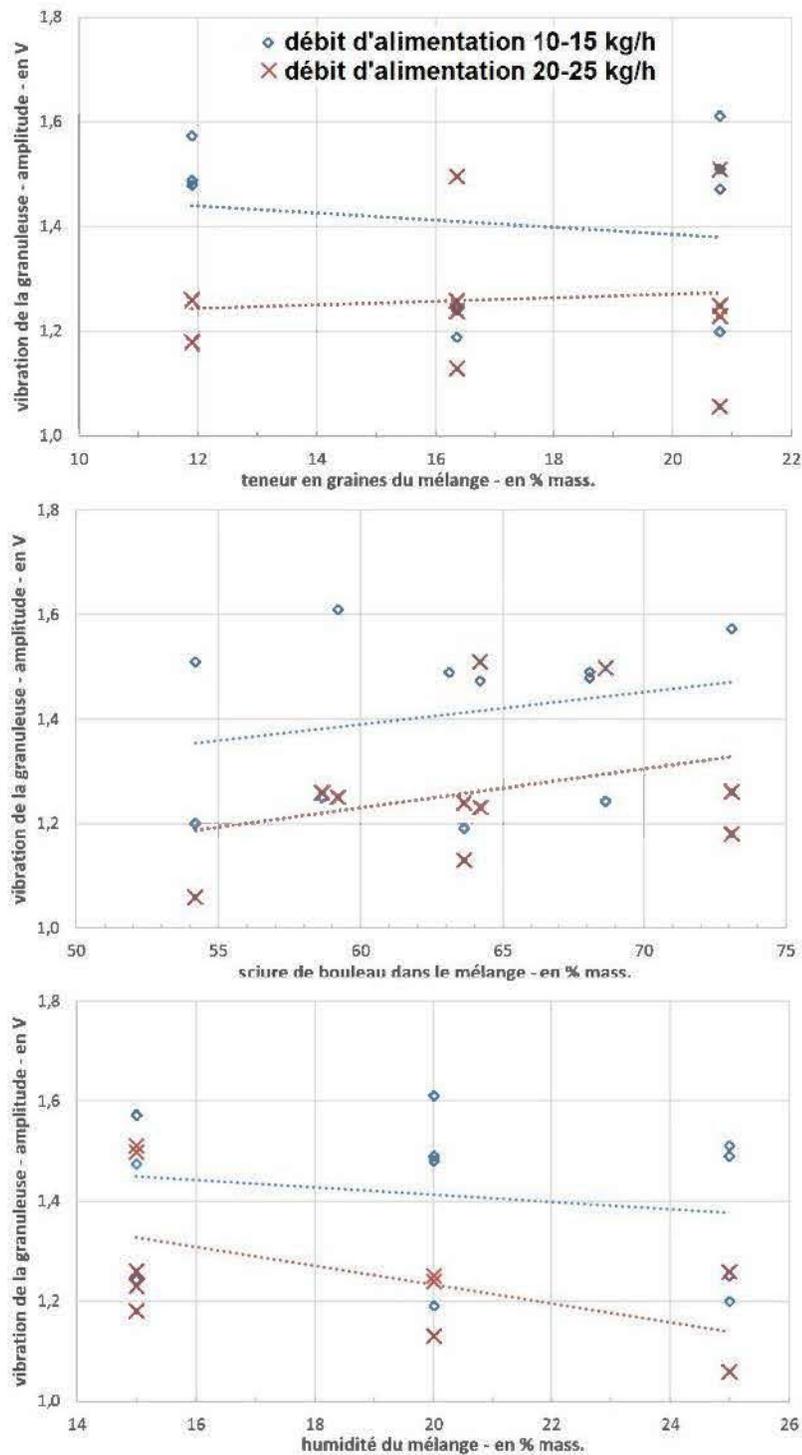
Certaines réponses ont une variabilité peu marquée dans le domaine d'étude, comme la température de la filière ou le coefficient de variation (CV) de la puissance électrique. Et d'autres réponses restent discutables pour leur contribution dans l'étude d'optimisation : par exemple une variation de la masse volumique vraie de 30 kg/m^3 (densité $1,37\sim 1,40$) est négligeable si nous la rapportons à la masse volumique en vrac, qui est de l'ordre de 650 kg/m^3 pour des granules 6 mm

ANNEXE L : ANALYSE DES MOUVEMENTS VIBRATOIRES DE LA GRANULEUSE

L'amplitude des vibrations de la granuleuse est traduite par une languette piézométrique montée sur la paroi extérieure de la chambre de granulation. Durant l'essai de granulation, les tensions générées par les fléchissements de la languette sont mesurées à ses bornes. À chaque seconde, une trentaine de mesures de tensions sont acquises et la moyenne quadratique est calculée par l'automate et enregistrée. Une moyenne arithmétique sur la durée de l'essai est ensuite estimée à partir des moyennes quadratiques. Les graphes suivants présentent la tension moyenne de chaque essai et en fonction de la composition du mélange et du débit d'alimentation.

Les graphes de la figure L.1 ne démontrent pas une tendance marquée de l'effet de la composition sur l'amplitude des vibrations générées. Si nous effectuons une comparaison entre les deux débits d'alimentation, nous constatons une moyenne globale plus élevée pour les essais menés à bas débit : $1,41 \pm 0,16$ V pour 10-15 kg/h et $1,26 \pm 0,14$ V pour 20-25 kg/h (moyenne et écart-type standard).

Figure L.1 : Amplitude des vibrations mesurée traduit en V pour chaque essai en fonction de la composition du mélange et du débit d'alimentation.



ANNEXE M : COEFFICIENTS DU MODÈLE POLYNOMIAL DES RÉPONSES

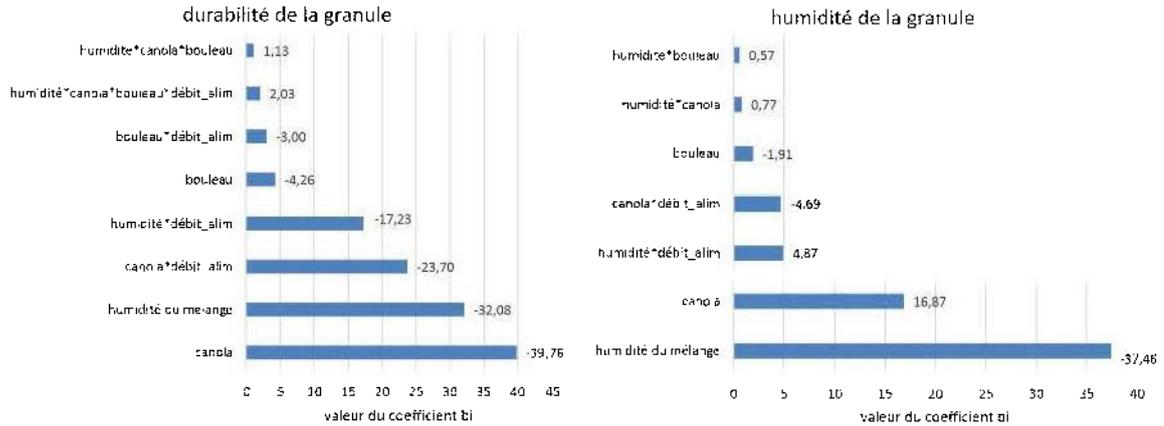


Figure M.1 : Diagrammes de Pareto pour la durabilité et l'humidité des granules après production

Tableau M.1 : Estimation des coefficients pour les différents modèles des différentes réponses

Durabilité à J0 – en % de granules récupérées		Humidité à J0 - % base humide	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	-32,0793	humidité	-37,4623
canola	-39,7556	canola	16,8694
bouleau	-4,25649	bouleau	-1,91274
humidité*canola	2,02553	humidité*canola	0,766195
humidité*bouleau	0,648282	humidité*bouleau	0,566977
canola*bouleau	0,761107	canola*bouleau	-0,0814502
humidité*canola*bouleau	-0,0296441	humidité*canola*bouleau	-0,0147054
humidité*débit alim	-17,2300	humidité*canola*(-)	0,0203676
canola*débit alim	-23,7022	humidité*débit alim	4,86685
bouleau*débit alim	-2,99631	canola*débit alim	-4,68593
humidité*canola*débit alim	1,13162	humidité*bouleau*débit alim	-0,0579790
humidité*bouleau*débit alim	0,349874	canola*bouleau*débit alim	0,0556389
canola*bouleau*débit alim	0,446454	humidité*canola*(-)*débit alim	-0,00375900
humidité*canola*bouleau*débit alim	-0,0171013		

Efficacité énergétique en Wh électrique/kg de granule		Énergie absorbée au choc, en mJ	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	438,675	humidité	-13,2242
canola	552,256	canola	-19,2956
bouleau	69,5135	bouleau	-1,66658
humidité*canola	-29,1931	humidité*canola	0,384667
humidité*bouleau	-8,63578	humidité*bouleau	0,226698
canola*bouleau	-10,3290	canola*bouleau	0,298174
humidité*canola*bouleau	0,441276	humidité*débit alim	-5,59442
canola*débit alim	10,4285	bouleau*débit alim	-0,967389
bouleau*débit alim	1,44169	humidité*bouleau*débit alim	0,116924
humidité*bouleau*débit alim	-0,0603149	canola*bouleau*débit alim	0,0241189
canola*bouleau*débit alim	-0,213866		

Résistance à la déformation sous compression diamétrale – en N/mm de déformation/ cm granule		Taux de fines de production en g/kg de granules	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	322,024	humidité	148,891
canola	536,293	canola	200,763
bouleau	76,8691	bouleau	24,6390
humidité*canola	-33,8327	humidité*canola	-10,0504
humidité*bouleau	-7,41940	humidité*bouleau	-2,97297
canola*bouleau	-11,0396	canola*bouleau	-3,76446
humidité*canola*bouleau	0,602457	humidité*canola*bouleau	0,151718
humidité*débit alim	495,517	humidité*débit alim	74,3810
canola*débit alim	659,498	canola*débit alim	99,1965
bouleau*débit alim	79,3111	bouleau*débit alim	12,1573
humidité*canola*débit alim	-36,6206	humidité*canola*débit alim	-4,97343
humidité*bouleau*débit alim	-10,0657	humidité*bouleau*débit alim	-1,48740
canola*bouleau*débit alim	-12,7788	canola*bouleau*débit alim	-1,86462
humidité*canola*bouleau*débit alim	0,589272	humidité*canola*bouleau*débit alim	0,0755158
Force de flexion 3 points avant rupture, en N		Déflexion sous flexion 3 points, en mm	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	8,83126	humidité	0,0147931
canola	12,2875	canola	-0,00763835
bouleau	1,45772	bouleau	0,00713281
humidité*canola	-0,941349	1/canola	-5,53695
humidité*bouleau	-0,193510	bouleau*débit alim	0,000272471
canola*bouleau	-0,256943		
humidité*canola*bouleau	0,0174591		
humidité*débit alim	8,90280		
canola*débit alim	14,8645		
bouleau*débit alim	1,43777		
humidité*canola*débit alim	-0,752061		
humidité*bouleau*débit alim	-0,176696		
canola*bouleau*débit alim	-0,271205		
humidité*canola*bouleau*débit alim	0,0115121		
Densité de la granule ou masse volumique en kg/dm³		Température de la couche comprimée – en °C	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	-0,171588	humidité	7,43080
canola	0,308016	canola	-1,13840
bouleau	0,0158249	bouleau	2,20975
humidité*canola	-0,00348620	humidité*bouleau	-0,134430
humidité*bouleau	0,00221473	humidité*débit alim	-0,102243
canola*bouleau	-0,00368430	canola*débit alim	-0,0526049
humidité*canola*bouleau	3,57712E-05	humidité*canola*débit alim	0,00965492
humidité*canola*(-)	0,000163970		
humidité*débit alim	-0,00798035		
canola*débit alim	0,0851773		
bouleau*débit alim	0,00342577		
humidité*canola*débit alim	-0,00268480		
humidité*bouleau*débit alim	-9,25325E-05		
canola*bouleau*débit alim	-0,00126218		
humidité*canola*bouleau*débit alim	3,96383E-05		
humidité*canola*(-)*débit alim	3,08642E-05		
Puissance électrique consommée, en W		Coefficient de variation de la puissance électrique au moteur – en % de la puissance	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	-3,32452	humidité	17,5596
canola	20,2604	canola	20,0099
bouleau	35,8446	bouleau	2,79634
humidité*débit alim	-8,84234	humidité*canola	-1,11549
canola*débit alim	11,1880	humidité*bouleau	-0,351672
bouleau*débit alim	2,29838	canola*bouleau	-0,390423
		humidité*canola*bouleau	0,0175064

Diamètre des granules – en mm		Longueur des granules – en mm	
Term	Coef	Term	Coef
humidité	-0,0489918	humidité	-5,38417
canola	-0,190619	canola	-7,32395
bouleau	0,0384748	bouleau	-0,858387
humidité*canola	0,0158007	humidité*canola	0,139466
humidité*bouleau	0,00258105	humidité*bouleau	0,101468
canola*bouleau	0,00493766	canola*bouleau	0,120207
humidité*canola*bouleau	-2,83223E-04	canola*débit alim	-0,745942
humidité*débit alim	-0,191460	canola*bouleau*débit alim	0,0108968
canola*débit alim	-0,282618		
bouleau*débit alim	-0,0306708		
humidité*canola*débit alim	0,0183747		
humidité*bouleau*débit alim	0,00404293		
canola*bouleau*débit alim	0,00558695		
humidité*canola*bouleau*débit alim	-3,15465E-04		

Remarque : humidité*canola*(-)*débit alim => humidité*canola*(humidité-canola)*débit alim

ANNEXE N : ANALYSE UNIDIMENSIONNELLE DE CERTAINES RÉPONSES

Il s'agit d'une manière générale de vérifier la variation significative des mesures d'une réponse parmi les essais et de détecter des mesures suspectes. Le plus simple des analyses est un traitement à l'aide du diagramme graphique de Tukey, présenté à la figure N.1. Le trait dans la boîte représente la médiane. Souvent la boîte définit les limites du premier et du troisième quartile, indiquant qu'il y a 50% des mesures dans cette boîte. Les traits d'extrémité désignent la fourchette regroupant 90% des mesures. La représentation des traits et des limites peuvent être définies autrement.

Les réponses atypiques proviennent essentiellement des essais de granulation à partir de formulations "peu fluides", soit de faible humidité avec une faible teneur de graine de canola. De telles formulations ne se tassent simplement pas dans la paume de la main une fois serrée et le bruit produit par la granuleuse est plus fort.

Des écarts-types sont également fournis pour les caractérisations mesurées en grand nombre. L'écart-type est utile pour interpréter la caractéristique de la granule: cette caractérisation est-elle sous contrôle ou pas selon les conditions de granulation de l'essai.

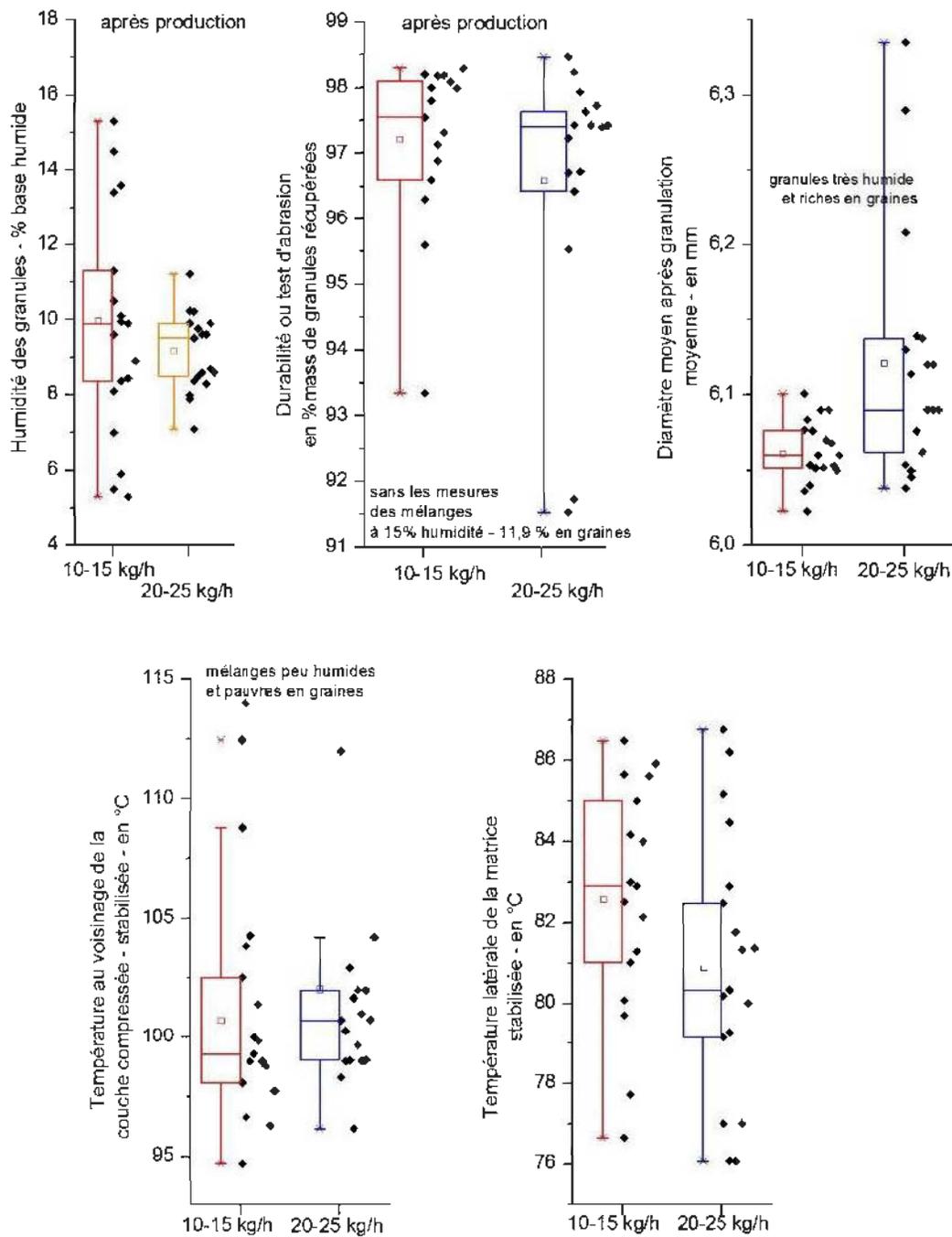


Figure N.1: diagrammes de Tukey pour les résultats des essais du plan d'optimisation

ANNEXE O : RÉSULTATS DES ESSAIS DE GRANULATION AVEC DE
L'HUILE OU DES GRAINES DE CANOLA

Il est difficile de se prononcer sur l'effet de lubrification des protéines en observant les forces de dégagement des granules hors de la filière. L'effet des protéines et de l'huile semble fortement antagoniste: l'effet est de 2 pour 1 entre les protéines et l'huile (+43,9% pour 1% de protéines et -42,9% pour 2% d'huile).

Tableau O.1 : Résultats des essais avec de l'huile ou/et des graines de canola
(tableau à la page suivante)

propriétés et paramètres										effets estimés de l'huile et protéines		
Mélange en % massique - base humide	avec graines				variation	avec graine				variation entre les mélanges avec graines seulement et entre les mélanges avec l'huile seule		
	avec huile					avec huile				addition de 1% de protéine et de 2% d'huile	addition de 2% d'huile	addition de 1% de protéines
Humidité du mélange	20,0					20,0						
Teneur en graine	16,4					20,8						
Teneur en protéines estimée	3,3					4,4						
Teneur en huile	7,4		7,5			9,4		9,5				
Teneur en sciure de bouleau	63,7		72,5			59,2		70,5				
Densité pycnomètre He	1,392	1,390	1,381	1,387	-0,5%	1,375	1,374	1,369	-0,4%	-1,2%	-1,1%	-0,1%
Humidité J0 - en % _{mass.} base humide	9,6	9,9	10,3	10,1	5%	8,4	8,9	9,4	9%	-11,4%	-7,8%	-3,6%
Humidité J7 - en % _{mass.} base humide	9,5	9,9	9,9	9,9	2,1%	8,3	8,6	9,5	12%	-12,9%	-4,0%	-8,8%
Puissance moyenne - en W	2371	2242	2254	2285	-1,6%	2295	2345	2350	1,3%	0,6%	3,6%	-3,0%
CV puissance - en %	1,4	1,1	3,5	3,1	163%	1,7	1,3	4,1	174%	19,1%	24,2%	-5,2%
Efficacité électrique - en Wh/kg	191	155	201	206	18%	196	152	197	13%	0,6%	-3,0%	3,5%
Température de la matrice - en °C	85,0	87,7	83,6	84,7	-2,6%	81,0	85,9	83,2	-0,3%	-3,4%	-1,1%	-2,2%
Température au niveau de la couche densifiée - en °C	99,0	94,7	102,0	100,6	5%	99,9	101,4	109,2	9%	3,9%	7,8%	-3,9%
Fines produites en g/kg	8,2	5,2	12,0	13,0	87%	5,2	7,6	16,2	153%	-4,5%	29,6%	-34,1%
Durabilité J0 - en % _{mass.}	98,2	98,3	95,0	95,5	-3,0%	97,8	98,0	85,8	-12%	-0,3%	-9,9%	9,6%
Durabilité J7 - en % _{mass.}	98,3	98,5	95,4	95,61	-2,9%	98,1	98,1	87,1	-11%	-0,3%	-8,8%	8,5%
Compression diamétrale - en N/mm/cm	732	719	522	514	-29%	573	653	543	-11%	-15,5%	4,9%	-20,4%
Énergie au choc absorbée - en mJ	36,0	40,2	25,0	30,0	-28%	29,6	31,7	18,0	-41%	-19,4%	-34,5%	15,1%
Force de flexion - en N	13,4	12,5	3,8	4,0	-70%	13,1	7,9	2,6	-75%	-19,0%	-32,7%	13,8%
Déflexion avant rupture - en mm	0,25	0,29	0,17	0,18	-35%	0,28	0,21	0,09	-64%	-8,6%	-48,6%	39,9%
Diamètre - en mm	6,06	6,06	6,02	6,01	-0,8%	6,02	6,05	6,06	0,4%	-0,4%	0,7%	-1,1%
Longueur - en mm	16,2	16,9	10,89	11,99	-31%	18,2	18,2	7,92	-57%	10,3%	-30,7%	41,0%
Force de dégagement - en N	1667	1274	2094	1914	36%	1539	1433	1145	-23%	1,1%	-42,9%	43,9%