

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

**EFFET DU MODE DE DÉFIBRAGE DU BOIS DE BOULEAU BLANC SUR LES PROPRIÉTÉS DES
GRANULES ÉNERGÉTIQUES ET DES COMPOSITES BOIS-POLYMÈRE**

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

FEDI BOUKHRIS

MARS 2018



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

Au terme de ce mémoire, je tiens à exprimer mes vifs remerciements à monsieur Ahmed KOUBAA, professeur titulaire à l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue et directeur scientifique du laboratoire de biomatériaux, pour la confiance qu'il m'a accordée, pour son soutien et ses encouragements, et pour m'avoir donné la chance de travailler dans le cadre de ce projet. Je remercie également monsieur Sébastien MIGNEAULT, professeur chercheur à l'Institut de Recherche sur les Forêts (IRF) pour son aide et son soutien.

Je dois aussi énormément à Mme Besma Bouslimi, agente de recherche au laboratoire Biomateriaux à l'université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, pour ses conseils judicieux et ses suggestions très pertinentes.

Je tiens à exprimer aussi ma profonde gratitude à monsieur Williams BELHADEF, technicien au Laboratoire de biomatériaux, pour toute l'aide qu'il m'a apporté pour me familiariser avec l'équipement du laboratoire et pour ses conseils pertinents.

Je tiens également à remercier le professeur Robert Lanouette et son équipe du Centre de Recherche sur les Matériaux Lignocellulosiques (CRML) pour avoir préparé et fournis les pâtes TMP et CTMP.

Mes remerciements vont finalement à tous mes collègues ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet ainsi qu'à mes parents, ma famille et mes amis pour leur support moral, qui a contribué grandement à ma réussite.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	ii
TABLE DES MATIERES	iii
LISTE DES FIGURES.....	viii
LISTE DES TABLEAUX.....	xi
RÉSUMÉ	xiii
ABSTRACT.....	xv
LISTE DES ACRONYMES	xvii
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I.....	3
REVUE DE LITTÉRATURE.....	3
1.1. Caractéristiques du bois de bouleau blanc	3
1.1.1. Généralités	3
1.1.2. Écorce de bouleau blanc	3
1.1.3. Propriétés des billes	4
1.1.4. Chimie et anatomie de bouleau blanc.....	5
1.1.4.1. Anatomie macroscopique.....	5
1.1.4.2. Chimie et anatomie microscopique du bois de bouleau blanc.....	5
1.1.5. Propriétés physiques et mécaniques du bouleau blanc.....	10
1.1.5.1 Propriétés mécaniques.....	10
1.1.5.2 Propriétés physiques	13
1.2. Modes de séparation des fibres	16

1.2.1	Défibrage mécanique	16
1.2.1.1	Défibrage mécanique à la meule	17
1.2.1.2	Défibrage mécanique par raffinage	17
1.2.2	Défibrage thermomécanique TMP	19
1.2.3	Défibrage chimico-thermomécanique CTMP	19
1.2.4	Défibrage par explosion à la vapeur	20
1.2.4.1	Définition et procédé	20
1.2.4.2	Effet du défibrage par explosion à la vapeur	22
1.3	Pistes de valorisation du bouleau blanc de trituration	24
1.3.1	Granules énergétiques	25
1.3.1.1	Généralités	25
1.3.1.2	Procédé de fabrication	26
1.3.1.3	Propriétés des granules énergétiques	27
1.3.1.4	Effet du mode de défibrage sur les granules énergétiques	28
1.3.2	Composites bois-polymère	30
1.3.2.1	Généralités	30
1.3.2.2	Matière première	30
1.3.2.3	Procédé de fabrication	31
1.3.2.4	Propriétés des composites bois-polymère à base de bouleau blanc	33
CHAPITRE II		37
MATÉRIEL ET MÉTHODES		37
2.1	Objectifs et hypothèses	37
2.2	Méthodologie	38

2.3	Matériel	38
2.3.1	Préparation de la matière première	38
2.3.1.1	Fibres TMP et CTMP	38
2.3.1.2	Fibres d'explosion à la vapeur (SEP).....	39
2.3.2	Formation des composites bois-polymère	42
2.3.2.1	Fibres de bois	42
2.3.2.2	Polymères et additifs	45
2.3.2.3	Fabrication des granules et des éprouvettes	45
2.3.3	Production des granules énergétiques.....	47
2.3.3.1	Fibres de bois	47
2.3.3.2	Granuleuse Pilote	48
2.3.3.3	Procédés de granulation	48
2.4	Méthodologie	50
2.4.1	Caractérisation des fibres de bois	50
2.4.1.1	Caractérisation anatomique.....	50
2.4.1.2	Caractérisation de la chimie de surface des fibres	51
2.4.1.3	Caractérisation thermique	52
2.4.2	Caractérisation des composites bois-polymère.....	53
2.4.2.1	Caractérisation thermique	53
2.4.2.2	Caractérisation mécanique	55
2.4.2.3	Test d'immersion dans l'eau	59
2.4.2.4	Analyse statistique :	60
2.4.3	Caractérisation des granules énergétiques	61

2.4.3.1	Caractérisation thermique	61
2.4.3.2	Caractérisation mécanique des granules	62
2.4.3.3	Mesure de la masse volumique réelle	64
CHAPITRE III		65
RÉSULTATS ET DISCUSSIONS		65
3.1	Caractérisation des fibres de bouleau blanc	65
3.1.1	Propriétés morphologiques	65
3.1.2	Chimie de surface	67
3.1.3	Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique (TGA).....	71
3.2	Caractérisation des composites bois polymère	74
3.2.1	Analyse de la variance	74
3.2.2	Caractérisation thermique : Calorimètre différentiel à balayage (DSC)...	74
3.2.3	Effet du mode de défibrage sur les propriétés physiques et mécaniques des CBP.....	79
3.2.3.1	Propriétés en traction.....	79
3.2.3.2	Propriétés en flexion	80
3.2.3.3	Énergie d'impact	80
3.2.3.4	Discussion des résultats des propriétés mécaniques	82
3.2.3.5	Stabilité dimensionnelle.....	83
3.3	Propriétés des granules énergétiques	87
3.3.1	Propriétés thermiques : Pouvoir calorifique	88
3.3.2	Propriétés physiques : Densité réelle.....	90
3.3.3	Propriétés mécaniques : Durabilité des granules	91

CONCLUSIONS.....	93
RÉFÉRENCES.....	95

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Schéma de l'ultrastructure de la paroi cellulaire de bois, montrant la lamelle moyenne (ML), Paroi cellulaire primaire (P) et les parois cellulaires secondaires (S1, S2, S3). (Lam, 2011).....	7
Figure 1.2: Diagramme schématique d'une section représentative de la structure moléculaire de la cellulose (Pandey, 1999).....	9
Figure 1.3: Diagramme schématique d'une section représentative de la structure moléculaire de l'hémicellulose (Pandey, 1999).....	9
Figure 1.4: Précurseurs de la lignine (Montplaisir, 2006)	9
Figure 1.5: Schéma des principales étapes de la fabrication des pâtes TMP, CTMP et mécanique (Thiebaud-Roux, 1995).....	18
Figure 1.6: Schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur (Jacquet et al., 2010)	22
Figure 1.7: Schéma des effets de l'explosion à la vapeur sur la matière lignocellulosique (Hsu et al, 1988)	23
Figure 1.8: Coût effectif des combustibles pour le chauffage au Québec en mars 2015 (Bourque, 2015).	25
Figure 1.9: Schéma typique du procédé de granulation de biomasse (Mani et al., 2006)	26
Figure 1.10: Schéma typique d'une extrudeuse monovis (Agassant et al., 1996).....	32
Figure 1.11: Module d'élasticité en traction des composites bois-polymère faits de fibres de bois et d'écorce de peuplier faux-tremble, de bois de bouleau blanc et de sciure de résineux (Koubaa et Migneault, 2012).....	34
Figure 2.1: Protocole expérimental de la production des composites bois-polymère	40
Figure 2.2: Protocole expérimental de la production des granules énergétiques.....	41
Figure 2.3: Dispositif utilisé pour l'explosion à la vapeur des fibres de bouleau blanc	42

Figure 2.4: Tamiseur vibrant de laboratoire (M.S.Tyler)	43
Figure 2.5: Broyeur à couteaux rotatifs (Thomas Willey, modèle 4)	43
Figure 2.6: Granulométrie des fibres (a : TMP, b : CTMP, c : SEP).....	44
Figure 2.7: Extrudeuse bi-vis du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT	46
Figure 2.8: Aperçu de la granuleuse utilisée pour la production des granules	48
Figure 2.9: Analyseur de la qualité des fibres Metso FS300	51
Figure 2.10: Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) le Shimadzu IR Tracer-100	52
Figure 2.11: Appareil d'analyse thermogravimétrique, modèle Q50, TA Instrument	53
Figure 2.12: Appareil de calorimétrie différentielle à balayage, modèle Q20, TA Instrument	54
Figure 2.13: Machine d'essais Universelle Zwick/Roell Z020 utilisée pour les tests de traction et de flexion.....	57
Figure 2.14: Dispositif d'essai d'impact modèle HIT, Zwick/Rowell.....	59
Figure 2.15: Bombe calorimétrique, Parr, modèle 6400.....	62
Figure 2.16: Durabilimètre avec caisson ISO	63
Figure 2.17: Aperçu du pycnomètre et de la chambre de mesure avec des granules.	64
Figure 3.1: Longueur moyenne arithmétique (L_n) des fibres selon le type de défibrage	66
Figure 3.2: Distribution de la population des fibres.....	66
Figure 3.3: a) Spectre d'absorption IR du bois de bouleau blanc b) Spectre d'absorption IR des fibres de bouleau blanc non traitées, TMP, CTMP et SEP	69
Figure 3.4: Analyses thermogravimétriques (TGA) des fibres de bois de bouleau blanc; CTMP, TMP et SEP et des échantillons en polyéthylène haute densité (HDPE).	73
Figure 3.5: Courbes des dérivées thermogravimétriques (DTG) des fibres de bois de bouleau blanc ; CTMP, TMP et SEP et des échantillons en polyéthylène haute densité (HDPE).....	73

Figure 3.6: Courbe typique de l'analyse calorimétrique à balayage (DSC) des CBP- Cas des CBP à base de 50% de fibres TMP.....	77
Figure 3.7: Énergie d'impact des CBP en fonction de la teneur en fibres	80
Figure 3.8: Variation du gonflement en épaisseur en fonction de la teneur en fibres et du mode de défibrage.....	86
Figure 3.9: Variation du gain massique en fonction de la teneur en fibres et du mode de défibrage.....	86
Figure 3.10: PCS base humide des granules en fonction du type de fibres utilisées .	90

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Distribution du volume par essence et par qualité (Infor Inc, 2000)	5
Tableau 1.2: Propriétés chimiques du bois de bouleau blanc (Sjöström, 1993; Springer et Zoch, 1968)	10
Tableau 1.3: Propriétés mécaniques du bouleau blanc et d'autres essences de bois feuillu (Jessome, 1977; Kretschmann, 2010).....	11
Tableau 1.4: Propriétés mécaniques du bois de bouleau blanc (Jessome, 1977; Ross, 2010)	12
Tableau 1.5: Pouvoir calorifique supérieur (PCS) (moyenne avec écart type entre parenthèses) des essences du nord du Québec (Koubaa et Migneault, 2012).....	14
Tableau 1.6: Conductivité thermique du bouleau blanc du l'érable et du pin austral (Wilkes, 1979).....	14
Tableau 1.7: Masse volumique (kg/m^3) du bouleau blanc et d'autres essences de bois (Glass et Zelinka, 2010; Jessome, 1977; Miles et Smith, 2009).....	15
Tableau 1.8: Comparaison entre les paramètres des procédés TMP, CTMP et SEP, (Kokta et Ahmed, 1998; Paulsson et Ragauskas, 1998; Richard et al., 1998; Zhang et Koubaa, 2009).....	21
Tableau 1.9: Propriétés de composites bois-polymère de peuplier faux-tremble et de bouleau blanc (Koubaa et Migneault 2012).....	35
Tableau 1.10: Gain en masse et gain en épaisseur et densité apparente des échantillons en immersion dans l'eau de CBP réalisés avec trois proportions de fibres (Migneault et al., 2014).....	36
Tableau 2.1: Paramètres d'injection des éprouvettes au CTMP.....	47
Tableau 2.2: Caractéristiques et détails du procédé de granulation.....	49
Tableau 2.3: Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage	55

Tableau 2.4: Essais normalisés utilisés pour la caractérisation des composites bois-polymère.....	56
Tableau 3.1: Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées (Pavia et al., 1979, Pandey et Theagarajan 1997, Bouafif et al., 2008).....	70
Tableau 3.2: Analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs de F et leur signification pour chaque source de variation pour les propriétés mécaniques et physiques	75
Tableau 3.3: Analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs de F et leur signification pour chaque source de variation pour les propriétés thermiques	75
Tableau 3.4: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des enthalpies de fusion et de cristallisation, des températures de fusion et de cristallisation et du taux de cristallinité des CBP à base des fibres TMP, CTMP et SEP.....	78
Tableau 3.5: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des propriétés mécaniques en traction, en flexion et à l'impact.....	81
Tableau 3.6: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des gains en masse et en épaisseur des CBP et test de comparaisons multiples (Test de Tukey) entre les moyennes en fonction du type et de la proportion des fibres. Les moyennes suivies par la même lettre ne sont pas statistiquement différentes.....	85
Tableau 3.7: Exigence de qualité des granules énergétiques de bois (Alakangas et al., 2006 ; Lehtikangas, 2001).....	87
Tableau 3.8: Pouvoir calorifique supérieure à base sèche et écart type (entre parenthèse) des granules énergétiques	89
Tableau 3.9: Variation de la masse volumique des granules énergétiques selon la fréquence de granulation et le type des fibres.....	91
Tableau 3.10: Durabilité des granules énergétiques produites	92

RÉSUMÉ

Le bouleau blanc (*Betula papyrifera* March.) est une des essences de bois les plus abondantes des forêts québécoises. Cependant, elle est peu utilisée à cause de la mauvaise qualité de ses billes. Ce projet vise à évaluer le potentiel du bouleau blanc pour de nouvelles applications, telles que la conception des composites bois-polymère (CBP) et la production de biocombustibles solides. Plus spécifiquement, le projet vise à étudier l'effet du mode de défibrage sur les propriétés des granules énergétiques et des CBP. Le matériel expérimental consiste en copeaux de bois qui sont défibrés selon trois modes de séparation soit les procédés de mise en pâte thermomécanique (TMP), chimico-thermomécanique (CTMP) et par explosion à la vapeur (SEP). Les fibres TMP et CTMP ont été produites au centre de recherche des matériaux lignocellulosiques (CRML), alors que les fibres SEP ont été préparées au laboratoire des biomatériaux à l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue à une température de 190 °C et une pression comprise entre 10 et 11 bars. Les granules énergétiques ont été produits à l'aide d'une granuleuse pilote en faisant varier l'humidité des fibres et la fréquence du moteur pour optimiser leur qualité. Quant aux CBP, ils ont été fabriqués selon un procédé en deux étapes, l'extrusion (bi-vis) de 30, 40 et 50% des fibres de bois avec du polyéthylène haute densité (PEHD) et un agent de couplage (3% du polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE)), et l'injection des éprouvettes d'essais. Les fibres utilisées ont été classifiées par tamisage et caractérisées en termes de chimie de surface par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, de morphologie à l'aide d'un analyseur de la qualité des fibres et de stabilité thermique par analyse thermogravimétrique. Les granules énergétiques ont été caractérisés en termes de pouvoir calorifique, de densité et de durabilité tandis que les CBP sont évalués en termes de propriétés mécaniques (flexion, traction et impact), de stabilité thermique (analyse calorimétrique différentielle à balayage) et de stabilité dimensionnelle (gonflement en épaisseur et absorption d'eau). Les résultats montrent que les procédés de défibrage CTMP et TMP ont peu d'impact sur la chimie de surface des fibres, contrairement au procédé SEP qui a une influence marquée en montrant une présence plus importante de la lignine en surface qui s'explique par les températures élevées utilisées dans ce procédé. La caractérisation de la morphologie des fibres montre que le procédé SEP aboutit à des fibres plus longues de 27 et 38% par rapport aux fibres CTMP et TMP, respectivement. La modification chimique de la lignine au niveau des fibres SEP a entraîné une diminution d'environ 28% de la résistance en traction et 20% en flexion des CBP à base des fibres SEP par rapport au CBP produits à partir des fibres CTMP. Cependant, on a enregistré une amélioration de la résistance à l'absorption d'eau pour les éprouvettes à base de fibres SEP; en effet leur gain en épaisseur pour des composites à 30% de fibres est d'environ 0,50% par rapport à 0,75% et 0,93% des éprouvettes à base de fibres TMP et CTMP. L'étude des propriétés des granules

énergétiques montre que le procédé SEP a contribué à produire des granules énergétiques avec des meilleures caractéristiques calorifiques, un pouvoir calorifique supérieur à base sèche d'environ 22,11 MJ/kg, tout en assurant un indice de durabilité qui atteint 98,7%.

Mots clés : Bouleau blanc, Pâte thermomécanique, Pâte chimico-thermomécanique, Explosion à la vapeur, Composites bois-polymère, Granules énergétiques, Biomatériaux, Biomasse forestière.

ABSTRACT

White birch species is one of the most abundant wood species found in Quebec's forests. However, it is generally not desired by the wood industry because of the poor quality of its logs. This research aims to evaluate the potential of white birch for new applications, such as wood-polymer composite (WPC) and the production of solid biofuels. More specifically, the purpose of the project is to study the effect of defibration process on the properties of wood pellets and WPC. The experimental material consists of wood chips that were defibrated using three pulping processes: thermomechanical (TMP), chemi-thermomechanical (CTMP) and steam explosion (SEP). The TMP and CTMP fibers were produced in the Lignocellulosic materials Research Centre (CRML), while the SEP fibers were prepared in the biomaterials laboratory at the *Université de Québec en Abitibi Témiscamingue* under a temperature of 190 °C and a pressure between 10 and 11 bars. The wood pellets were produced using a pilot granulator by varying two basic parameters; the moisture of the fibers and the engine speed for quality optimization. The WPC were manufactured according to a two-stage process, the extrusion (twin screw) of 30, 40 and 50% of the wood fibers with high density polyethylene (HDPE), and a 3% coupling agent, the maleic anhydride modified polyethylene (MAPE) and the injection molding of test specimens. The wood fibers were classified by sieving and characterized in terms of surface chemistry (Fourier transform infrared spectroscopy), morphology (fiber quality analyzer) and thermal stability (thermogravimetric analysis). Wood pellets were characterized in terms of calorific value, density and durability while WPC are evaluated for their mechanical (bending, traction and impact), thermal (differential scanning calorimetric analysis) properties and dimensional stability (thickness swell and water absorption). The results show that the CTMP and TMP processes have a low impact on the surface chemistry of fibers, while the SEP process has a marked influence on the presence of lignin on the fiber surface due to the high temperatures used in this process. The SEP process results in longer fibers than those from the CTMP (27%) and TMP (38%) processes. The chemical modification of the SEP fibers surface resulted in a decrease of about 28% and 20% in the WPC tensile and flexural strengths, respectively. On the other hand, an important improvement in the dimensional stability of the SEP composites is observed compared the CTMP and TMP composites. In fact, the thickness swell of 30% SEP WPC is about 0.50% compared to 0.75% and 0.93% of the TMP WPC and CTMP WPC, respectively. The decrease in water absorption and thickness swell of the SEP WPC compared to TMP WPC reached 40% and 25%, respectively. The SEP fibers produced pellets with a higher calorific value and durability compared to those from TMP and CTMP. The SEP calorific value and durability index were 22.11 MJ / kg and 98.7%, respectively.

Key words: White birch, Thermomechanical pulp, Chemi-thermomechanical pulp, Steam explosion Pulp, Wood-Plastic composites, Wood pellets, Biomaterials, Forest biomass.

LISTE DES ACRONYMES

ANOVA: Analyse de variance

ASTM: American society For Testing and Materials

A%: Taux d'absorption

b : Largueur de l'échantillon

CTMP: Pâte chimico-thermomécanique

CBP: Composite bois-polymère

DSC: Calorimétrie différentielle à balayage

Déf. max : Déformation maximale

E : Module d'élasticité en traction

E_c : Énergie absorbée par le choc en joules

E_{imp} : Énergie d'impact

E_{rup} : Énergie de rupture

E_p : Épaisseur du composite à l'instant du prélèvement de la mesure après immersion dans l'eau

E₀ : Épaisseur du composite à l'état initial

F_m : Force maximale

F_p: Force mesurée à la limite proportionnelle

FTIR: Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

GM : Gain en masse

GE : Gain en épaisseur

h : Épaisseur de l'échantillon

ISO : Organisation internationale de normalisation

L₀ : Longueur initiale

L_r: Longueur entre appuis

ML : Lamelle moyenne

MOE : Module d'élasticité

MOR : Module de la rupture

Meau : Masse de l'eau

M_0 : Masse du composite à l'état initial

M_p : Masse du composite à l'instant du prélèvement de la mesure après immersion dans l'eau

P: Paroi primaire

PP: Polypropylène

PEHD: Polyéthylène haute densité

PVC : Chlorure de polyvinyle

PEMA: Polyéthylène greffé à l'anhydride maléique

Rm : Résistance à la traction

Rmf : Résistance en flexion

SEP : Steam Explosion Pulp

T : Température

Tc: Température de cristallisation

Tf : Température de fusion

TMP : Pâte thermomécanique

WPC : Wood plastic composite

Xc : Taux de cristallinité

ϵ_T : Allongement

ΔH_f : Enthalpie de fusion spécifique du polymère utilisé,

ΔH_f° : Enthalpie de fusion du polymère 100% cristallin à la température d'équilibre thermodynamique

w : Fraction massique du PEHD dans le composite

INTRODUCTION

La capacité québécoise de production de bois de trituration de feuillus dépasse les dix millions de m³. Depuis 2004, uniquement le quart de ce potentiel est exploité (CRIQ, 2013). Le bouleau blanc (*Betula papyrifera* March.) occupe 10,8% du territoire québécois, il est parmi les feuillus les plus abondants, il est omniprésent dans les principales forêts du Québec, la forêt boréale, la forêt mixte et la forêt feuillue au sud de la province, mais reste peu utilisé par l'industrie forestière. Auparavant, la récolte forestière au Québec s'est concentrée sur les espèces ayant une valeur marchande élevée tel que les épinettes, de manière que les arbres de faible qualité sont rendus les populations les plus dominantes sur pied (St-Pierre, 2012). En effet, les régions riches en bouleau blanc voient leurs possibilités forestières diminuer pour toutes les essences faute de preneurs pour le bouleau. La mauvaise qualité d'une importante proportion de ce bois disponible sur pied rend son utilisation réduite aux pâtes et papiers, panneaux et quelques autres produits à base de fibres. Le marché du bois de trituration est marqué par une différence flagrante entre l'offre et la demande, caractérisée par une sous-consommation de ce bois. Cette conjoncture exige des solutions efficaces pour valoriser cette espèce.

À l'échelle mondiale, en particulier au Canada, l'industrie forestière et ses dérivées souffrent de plusieurs difficultés, en relation avec la chute de la consommation du papier, suite au développement technologique, et à l'invasion des tablettes tactiles, des factures et des documents électroniques, qui facilitent les tâches quotidiennes. D'après les chiffres du ministère fédéral des ressources naturelles du Canada, la consommation intérieure en bois pour les industries des pâtes et papiers passent de 18 254 448 m³ en 2005 à 8 566 391 m³ en 2015, soit une chute qui dépasse les 53% pendant une dizaine d'année.

Dans le but de lutter contre la chute de consommation de bois avec une stratégie académique bien structurée, une politique de valorisation de bois de trituration de feuillus s'est établie. Une étude de marché élaborée par le centre de recherche industrielle du Québec en 2013 (CRIQ, 2013), a mentionné dix alternatives de valorisation consommant plus de 100 000 m³ de bois par année, parmi lesquelles, on distingue les composites bois-polymère (CBP) et les granules énergétiques de chauffage, qui représentent des solutions concrètes à la transformation du bois, dans des domaines autres que la production du papier.

Ce travail consiste à étudier les effets de trois modes de séparation (défibrage) des fibres de bois de bouleau blanc, soient; les défibrages thermomécanique, chimico-thermomécanique et par explosion à la vapeur dans le but d'étudier leurs impacts sur les propriétés morphologiques et chimiques des fibres et sur la production et le développement des propriétés de biocombustibles solides et de CBP.

Le projet s'intéresse également à produire des CBP injectés à haute teneur en fibres de bois (jusqu'à 50%) en réduisant l'utilisation du plastique dans plusieurs applications telles que les matériaux de construction et de transport, le matériel militaire et des meubles à usage domestique. En second lieu, le projet s'intéresse à la valorisation du bouleau blanc pour la production de bioénergie visant à remplacer les combustibles fossiles à travers l'optimisation de la production des granules énergétiques.

Ce projet permet de valoriser le bois de trituration de bouleau blanc, une ressource sous utilisée au Québec. Il permet aussi le développement de nouvelles connaissances sur les effets des propriétés des fibres sur les propriétés des CBP et sur la qualité des granules énergétiques.

Cette étude sert également à développer des connaissances et une expertise sur les procédés de défibrage et de granulation et sur la caractérisation du bois et des matériaux lignocellulosiques.

CHAPITRE I

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1. Caractéristiques du bois de bouleau blanc

1.1.1. Généralités

Le bouleau blanc est un arbre feuillu de la famille des bétulacées. Partout dans le monde, environ cinquante espèces de bouleau existent sur une large superficie, et se concentrent en particulier dans le cercle polaire arctique ainsi que dans la zone tempérée de l'hémisphère nord. Le bouleau blanc, aussi appelé communément bouleau à papier ou bouleau argenté, est une variété qui pousse dans toutes les régions du Canada. Dans les forêts de l'Est du Canada, le bouleau bourgeonne la plupart du temps avec d'autres essences telles que le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides*), les épinettes (*Picea*) avec ses différents types, les érables (*Acer*) et le pin gris (*Pinus banksiana*) (Duchesne et Rancourt, 2005). Le bouleau blanc n'est pas un arbre d'ombrage, mais il tolère plus la lumière pour garantir une bonne croissance qui atteint généralement une hauteur de 25 m et un tronc de diamètre d'environ 40 cm. Le bouleau blanc est considéré comme une essence de taille moyenne avec une croissance rapide. Il peut atteindre un diamètre d'environ 20 à 25 cm après 30 ans. Cette croissance devient de plus en plus lente en avançant en âge. Le bois de bouleau blanc présente beaucoup de nœuds vers son centre comparativement à d'autres essences telles que le bouleau jaune (*Betula alleghaniensis*).

1.1.2. Écorce de bouleau blanc

La diversité anatomique et chimique des parties internes et externes de l'écorce influence d'une manière remarquable les différentes propriétés mécaniques et physiques du bouleau. On peut considérer que la partie interne de l'écorce est caractérisée par sa masse volumique plus importante par rapport à celle externe, qui,

avec son contact continu avec le milieu extérieur, perd ses capacités fonctionnelles et se limite au rôle du protecteur contre le climat et les champignons. Concernant la composition chimique, la couche externe se caractérise par des teneurs faibles de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, ce qui influence négativement les propriétés mécaniques (Lundqvist et Back, 1976). Cependant, elle possède un pourcentage assez élevé des composants gras hydrophobes, tels que la subérine, qui peut atteindre 40% de sa masse. Les polyphénols et les polyaliphatiques, constituant la subérine, servent à améliorer l'hydrophobicité de la surface externe de l'arbre (Pedieu, 2008). Ils permettent à la fois de protéger le bois de l'humidité et de lutter contre le développement des caries. Par ailleurs, la subérine peut causer des effets négatifs d'un point de vue industriel, surtout sur l'adhésion de la colle lors de la production des panneaux de bois (Pedieu, 2008).

La couche externe de l'écorce représente une matière très intéressante dans le domaine de la biologie et l'industrie pharmaceutique ou cosmétique. C'est l'acide bétulinique qui est responsable de la couleur foncée de l'écorce (Krasutsky, 2006).

1.1.3. Propriétés des billes

La faible qualité des grumes disponibles sur pieds est l'un des facteurs principaux qui entravent l'exploitation du bois de bouleau blanc. La plupart du volume de la tige, environ 97%, représente une qualité de sciage F3, c'est-à-dire, une bille de sciage de faible qualité dont les dimensions sont au moins 2,4 m de long et 20 cm de diamètre au fin bout sous l'écorce. Cette classe est consacrée généralement pour la production des palettes. Infor Inc (2000) montre une comparaison du bouleau blanc avec d'autres feuillus, soient le bouleau jaune, le peuplier et l'érable, au niveau du pourcentage du volume de la tige par rapport à la classe de sciage (Tableau 1.1). Les valeurs indiquées donnent une idée sur la faible proportion du bois à haute-qualité, chez le bouleau blanc et le peuplier comparativement à celle de l'érable à sucre. Le bouleau blanc est classé en tant qu'essence pesante et d'une dureté considérable, cependant, sa faible résistance

à l'humidité favorise l'apparition des caries et des champignons dans les différents niveaux du tronc, même le cœur de l'arbre.

Tableau 1.1: Distribution du volume par essence et par qualité (Infor Inc, 2000)

Qualité (%)	Bouleau blanc	Bouleau jaune	Érables	Peupliers
Déroutage	0%	2%	0%	1,5%
Sciage F-1	0%	0%	2%	-
Sciage F-2	2%	16%	21%	2,5%
Sciage F-3	97%	82%	77%	96%

1.1.4. Chimie et anatomie de bouleau blanc

1.1.4.1. Anatomie macroscopique

De la moelle à l'écorce, la couleur du bois varie du blanc jaunâtre au brun-rougeâtre clair pour les jeunes tiges vers un brun rougeâtre sombre. C'est un bois présentant des pores diffus où chaque cerne de croissance n'est pas toujours visible à l'œil nu. Le cerne est constitué du bois initial qui est de couleur pâle avec de petits vaisseaux et du bois final caractérisé par une fine couche dense et uniforme de fibres, qui se forme en fin de saison de croissance. La densité et la dureté de chaque cerne augmentent progressivement, de l'intérieur vers l'extérieur. La transition du bois initial au bois final est donc graduelle. Les vaisseaux apparaissent comme de petits points blanchâtres à l'œil nu. Quant aux rayons ligneux, visibles seulement à la loupe, ils sont fins et plus petits que les plus grands vaisseaux (Panshin et Zeeuw, 1980)

1.1.4.2. Chimie et anatomie microscopique du bois de bouleau blanc

Le bouleau blanc, étant une espèce de bois feuillus, est formé d'une majorité de fibres qui atteint une moyenne de 76% du volume du cerne, entre lesquelles passent des vaisseaux et des rayons de parenchymes. Les fibres disposent généralement d'un

diamètre qui varie entre 20 μm à 36 μm , et une longueur qui peut aller de 0,8 jusqu'à 2,7 mm (Fergus et Goring, 1970). Les fibres sont de forme cylindrique avec des extrémités pointues, elles ont également une paroi mince. Les vaisseaux occupent environ 11% du volume du cerne, et leur nombre, comparativement aux autres essences, est considéré comme faible à moyen, soit entre 50 et 100 vaisseaux/ mm^2 . Ces vaisseaux sont de taille assez uniforme et distribués dans le cerne de manière homogène. Les vaisseaux sont, soit accolés par 2, 3, ou 4, ou isolés individuellement. Les plus gros vaisseaux, ayant environ 1 mm de longueur et 6 à 16 μm de diamètre, peuvent être plus grands que les rayons ligneux. Les parenchymes longitudinaux sont dispersés et occupent 2 à 3% du cerne. Les rayons ligneux occupent environ 12% du cerne. Ces rayons sont en groupe de 2, 3 ou 4 rayons, ou isolés. L'ultrastructure principale d'une fibre lignocellulosique est représentée sur la figure 1.1. Elle est composée de différentes couches : la paroi primaire (P), la paroi secondaire (S1, S2, S3) et la lamelle moyenne (ML). La paroi cellulaire à l'intérieur de ces structures est constituée de trois composants principaux : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. La cellulose et les hémicelluloses sont incorporées à l'intérieur de la lignine fortement concentrée dans la lamelle moyenne (Lam, 2011). La composition chimique du bois de bouleau blanc est présentée dans le tableau 1.2 (Sjöström, 1993; Springer et Zoch, 1968).

- La cellulose

La cellulose représente le principal constituant de la paroi de la cellule structurelle et fonctionnelle de la matière lignocellulosique. Elle a une structure cristalline et constitue plus de 40% de la masse anhydre du bois (Dinwoodie, 2000; Kettunen, 2009). La cellobiose est l'unité de base de la cellulose, formée par deux glucides, suite à une réaction enzymatique stéréospécifique appelée β (1-4), (Rowell, 2012). La cellulose est une chaîne linéaire de molécules glucides avec un degré de polymérisation de l'ordre de 15 000 qui sont liées entre elles avec des liaisons glycosuriques (Figure 1.2). Par

l'intermédiaire de liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires, les chaînes moléculaires construisent un ensemble de microfibrilles élémentaires qui s'agglomèrent pour former par la suite des fibres de bois. La cellulose est l'élément qui assure la stabilité chimique de la matière tout en garantissant un support mécanique de la paroi cellulaire de la fibre (Pettersen, 1984).

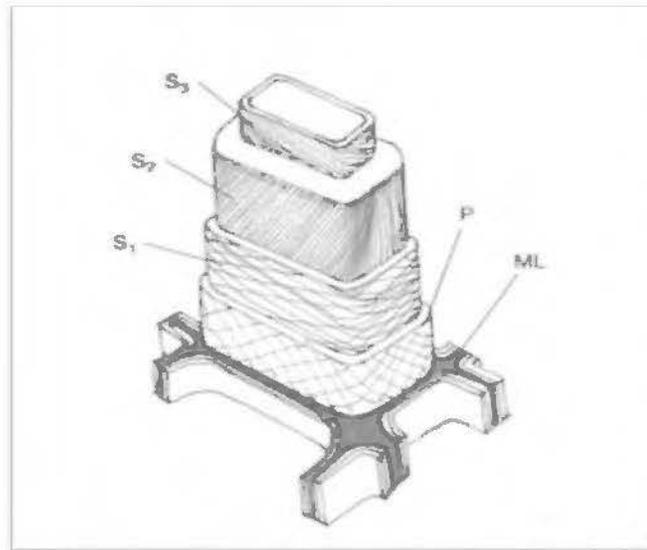


Figure 1.1 : Schéma de l'ultrastructure de la paroi cellulaire de bois, montrant la lamelle moyenne (ML), Paroi cellulaire primaire (P) et les parois cellulaires secondaires (S1, S2, S3). (Lam, 2011)

Il est également prouvé que la cellulose est plus stable thermiquement que les hémicelluloses (Nguyen, 2016). En effet, les analyses thermogravimétriques montrent que la cellulose commence à se dégrader à des températures supérieures à 200 °C (Amidon et al., 2008; Kim et al., 2001)

- Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des chaînes plus ou moins courtes de polymères présentées sur la figure 1.3. Elles sont composées par différents types de sucres (galactose, glucose, xylose, etc.) enchaînés par des liaisons glycosidiques, dont le degré de polymérisation

est d'environ 150 unités de polysaccharides. Les hémicelluloses forment des polymères sensibles aux attaques chimiques et fragiles sur le plan mécanique à cause de la présence de plusieurs ramifications (Panshin et Zeeuw, 1980). Les hémicelluloses forment une structure semi-cristalline, de même que la cellulose, mais avec dominance de la partie amorphe (Nguyen, 2016). Les hémicelluloses sont caractérisées par une capacité élevée d'enchaîner des liaisons chimiques et enzymatiques avec d'autres molécules. Ceci est expliqué par la disponibilité de plusieurs groupes hydroxyles et de liaisons glycosidiques tels que les arabinogalactanes hautement ramifiés qui représentent un exemple d'hémicelluloses hydrosolubles (Barnett et Jeronimidis, 2003). Les hémicelluloses sont moins stables thermiquement que la cellulose et la lignine puisqu'elles commencent à se dégrader à partir de 160 °C (Amidon et al., 2008).

- La lignine

La lignine est une chaîne de polymères réticulés polyphénoliques, caractérisée par une structure complexe et de masse moléculaire très élevée. Elle est formée à partir de trois alcools (Figure 1.4), coumarylique, coniférylique et sinapylique. La lignine acquit son caractère hydrophobe et rigide par la nature aromatique de l'unité phénolique. Le rôle fondamental de la lignine est de joindre les fibres de bois entre elles, elle contribue par conséquent à la résistance mécanique du bois ainsi qu'elle présente un élément protecteur de la fibre contre les attaques microbiennes (Rowell, 2012). La proportion de la lignine du bois de bouleau blanc est d'environ 18% (Kocaefe et al., 2008). La lignine avec une densité d'environ 1400 kg/m³ est le composant le plus hydrophobe dans les parois cellulaires du bois (Smith et al., 2003, Kettunen, 2009). Elle est également un facteur principal à la détermination de la valeur calorifique d'un combustible à base de bois (Hartmann, 2013). La dégradation de la lignine commence à 280 °C et peut continuer jusqu'à 500 °C.

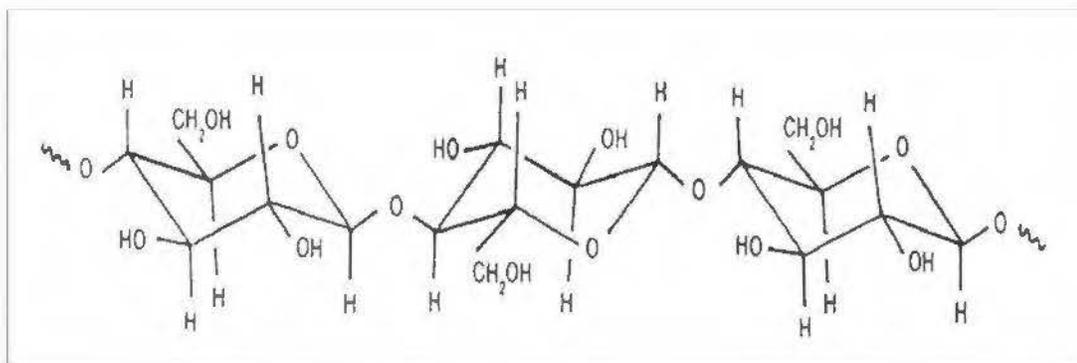


Figure 1.2: Diagramme schématique d'une section représentative de la structure moléculaire de la cellulose (Pandey, 1999)

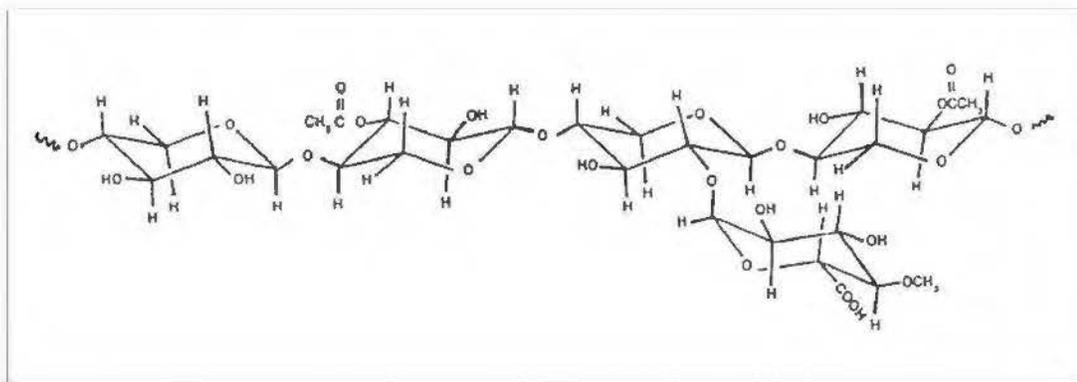


Figure 1.3: Diagramme schématique d'une section représentative de la structure moléculaire de l'hémicellulose (Pandey, 1999)

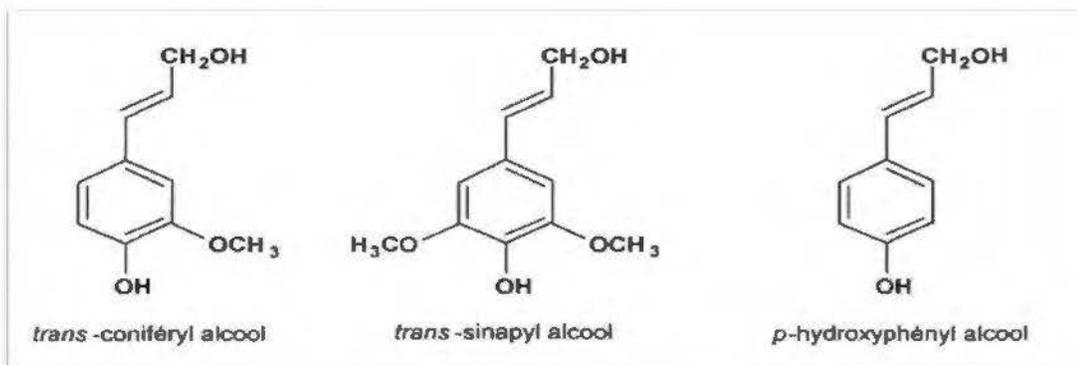


Figure 1.4: Précurseurs de la lignine (Montplaisir, 2006)

Tableau 1.2: Propriétés chimiques du bois de bouleau blanc (Sjöström, 1993; Springer et Zoch, 1968)

Composant	Proportion (%)
Lignine	17,1-21,04
α -cellulose	39,4-41,2
Hémicellulose	27,25
Mannose	1,4-2,7
Xylose	22,7-29,7
Glucose	43,6-44
Autres sucres	3,4
Pentoses	22,0-22,6
Groupe acétyle	4,94
Groupe méthoxyle	5,93
Taux de cendre	0,29-0,35

1.1.5. Propriétés physiques et mécaniques du bouleau blanc

1.1.5.1 Propriétés mécaniques

Le tableau 1.3 présente une étude détaillée des propriétés mécaniques du bois de bouleau blanc en Amérique du Nord (Jessome, 1977; Ross, 2010). Les valeurs présentées sont obtenues à partir de petites éprouvettes sans défauts, extraites du bois de cœur. Par conséquent, les valeurs indiquées peuvent nous donner une idée des caractéristiques mécaniques du bois de bouleau blanc. Cependant, il faut prévoir des valeurs plus faibles si les essais mécaniques sont réalisés avec des éprouvettes représentatives d'éléments de bois d'œuvre, par exemple.

Le tableau 1.4 dresse une comparaison des propriétés mécaniques du bouleau blanc par rapport à d'autres essences feuillues, soit; le peuplier faux-tremble, le bouleau jaune et le frêne blanc (Jessome, 1977; Kretschmann, 2010). Les résultats montrent que le

bouleau blanc, ainsi que le peuplier faux-tremble, ont pour avantage d'être résistant au choc (Hyvarinen, 1968). On peut conclure que le bouleau blanc convient pour des sollicitations mécaniques: il est moyennement résistant à la flexion, il présente une raideur ainsi qu'une faiblesse modérée de la compression, mais il comporte un grand retrait et une forte résistance aux chocs (Markwardt et Wilson, 1935).

Tableau 1.3: Propriétés mécaniques du bouleau blanc et d'autres essences de bois feuillu (Jessome, 1977; Kretschmann, 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
Énergie de déformation (kJ/m^3)	1,43	0,71	1,43	1,58

Tableau 1.4: Propriétés mécaniques du bois de bouleau blanc (Jessome, 1977; Ross, 2010)

Essai	Propriété	Jessome (1977)		(Ross, 2010)	
		État vert	Sec à l'air	État vert	Sec à l'air
Masse volumique	(kg/m ³)	506	571	480	550
Flexion statique	Module de rupture (MOR) (MPa)	47,2	94,8	44,1	84,8
	Module d'élasticité (MOE) (MPa)	10000	12900	8070	10960
	Énergie à charge maximum (kJ/m ³)	101	143	112	110
Compression perpendiculaire	Contrainte à la limite de proportionnalité (MPa)	2,47	6,87	1,86	4,14
Dureté Janka	Face latérale (N)	2760	4320	2491	4048
	Face extrémité (N)	2500	4350	-	-
Cisaillement parallèle	Contrainte maximum (MPa)	6,51	11,27	5,79	8,34

1.1.5.2 Propriétés physiques

- Propriétés thermiques

Parmi les propriétés thermiques du bouleau blanc, on s'intéresse principalement au pouvoir calorifique supérieur (PCS) ainsi qu'à la conductivité thermique du bois de bouleau blanc. En effet, le pouvoir calorifique indique la quantité d'énergie dégagée par un matériau au cours d'une réaction de combustion. La valeur moyenne du PCS pour le bouleau blanc est d'environ 22 MJ/kg anhydre (Kryla, 1984). Cette valeur montre une capacité calorifique intéressante comparée au peuplier faux-tremble (Tableau 1.5), ce qui favorise son utilisation dans la production de l'énergie. De façon général, la valeur calorifique du bois augmente avec l'augmentation du taux de carbone et d'hydrogène tandis qu'une diminution est observée avec des degrés d'oxydation élevés (Nguyen, 2016). Le pouvoir calorifique dépend également du taux de cellulose, d'hémicellulose et de lignine dans la structure du bois. Parmi les constituants de la structure lignocellulosique de bois, la lignine procure le PCS le plus élevé, contrairement aux hémicelluloses qui génèrent le PCS le plus faible compte tenu de son haut degré d'oxydation (Lu et Baxter, 2011; Moya et Tenorio, 2013).

L'évaluation thermique du bouleau passe également par l'étude de la conductivité thermique du bois de bouleau, qui concrétise la capacité de propagation de la chaleur à travers la matière lignocellulosiques. Le tableau 1.6 illustre sur une comparaison entre les valeurs de la conductivité thermique à 12% d'humidité du bois de bouleau blanc par rapport à l'érable et le pin, où on note une meilleure conductivité thermique chez le bois du bouleau blanc qui peut atteindre 0.175 W/m°C (Wilkes, 1979).

Tableau 1.5: Pouvoir calorifique supérieur (PCS) (moyenne avec écart type entre parenthèses) des essences du nord du Québec (Koubaa et Migneault, 2012)

Type de biomasse	Pouvoir calorifique supérieur (MJ/kg)		
	Teneur en humidité d'équilibre (%)	À la teneur en humidité d'équilibre	Granule sec (0%)
Bouleau blanc	7,2 (0,17)	18,05 (0,14)	19,35 (0,15)
Peuplier faux-tremble	7,2 (0,12)	17,99 (0,06)	19,29 (0,06)
Écorce peuplier faux-tremble	6,5 (0,15)	18,71 (0,04)	19,92 (0,04)
Sciure résineux	8,2 (0,0)	18,52 (0,10)	20,04 (0,11)

Tableau 1.6: Conductivité thermique du bouleau blanc du l'érable et du pin austral (Wilkes, 1979)

Essence	Conductivité thermique - en W/m°C
Bouleau blanc	0,167 - 0,175
Érable	0,157 - 0,171
Pin austral	0,144 - 0,161

- Masse volumique

Le tableau 1.7 présente une comparaison entre les valeurs de la masse volumique du bouleau blanc et d'autres essences de l'Est du Canada (Peuplier faux-tremble, bouleau jaune), en tenant compte de la teneur d'humidité (Glass et Zelinka, 2010; Jessome, 1977; Miles et Smith, 2009). De façon général, la masse volumique du bouleau blanc est élevée. Elle est d'environ 640 kg/m^3 à 12% d'humidité. Cette valeur est très élevée par rapport à celle du peuplier faux-tremble (460 kg/m^3) et très proche à celle du bouleau jaune (680 kg/m^3).

- Perméabilité

La perméabilité représente un paramètre décisif pour l'évaluation des traitements de préservation, du séchage ou de la trituration. Elle décrit la capacité d'un fluide à se propager aux différentes parois cellulaires des fibres. En comparaison avec d'autres essences, le bouleau blanc possède une perméabilité moyenne (Fortin, 1986).

Tableau 1.7: Masse volumique (kg/m^3) du bouleau blanc et d'autres essences de bois (Glass et Zelinka, 2010; Jessome, 1977; Miles et Smith, 2009)

Essence	État vert (basale)	Sec à l'air (12% d'humidité)	Anhydre (0%)
Bouleau blanc	510	640	590
Peuplier faux-tremble	370	460	420
Bouleau jaune	560	680	650

1.2. Modes de séparation des fibres

Selon l'étude de la structure anatomique du bois de bouleau, les fibres sont liées entre elles par une interaction entre la lignine et les hémicelluloses. En effet, la lignine joue le rôle d'une jonction pour les fibres de bois entre elles, alors que les hémicelluloses assurent la liaison de la cellulose avec les lignines. La méthode de séparation des fibres a un effet direct sur la composition chimique de la pâte et donc sur les propriétés des fibres (Clark, 1978; Smook, 2002). La matière première utilisée dans ce projet est le bois de bouleau blanc et plus spécifiquement, des fibres de bouleau blanc qui ont subi différents modes de défibrage, afin d'étudier l'effet de la variation des caractéristiques des fibres sur les propriétés des produits de bois. Dans cette partie, quatre modes de défibrage sont examinés : le défibrage mécanique, thermomécanique (TMP), chimico-thermomécanique (CTMP) et le défibrage par explosion à la vapeur (SEP). Le schéma de la figure 1.5 montre une brève comparaison entre les procédés mécanique, TMP et CTMP de la fabrication des pâtes (Thiebaud-Roux, 1995).

1.2.1 Défibrage mécanique

Le défibrage mécanique du bois est la mise en pâte des copeaux de bois, en utilisant des équipements mécaniques, tels que le broyeur, la meule ou encore les disques tournants. Le défibrage mécanique est considéré comme énergivore, vu la consommation élevée d'énergie lors de la séparation des fibres. La longueur des fibres et les propriétés mécaniques des pâtes sont généralement faibles, mais le rendement obtenu après cette opération est très élevé, il peut atteindre jusqu'à 95% (Garceau, 1989). Le défibrage mécanique à la meule et par raffinage sont les deux procédures les plus utilisées à l'échelle industrielle. L'utilisation du NaOH et du Na₂SO₃ facilite généralement le défibrage mécanique et peut améliorer les propriétés de la pâte produite.

1.2.1.1 Défibrage mécanique à la meule

Le principe du défibrage à la meule consiste à presser les billes contre une meule tournante en pierre. Les forces de frottement exercées entre la meule et le bois provoquent la disjonction des fibres. En premier lieu, cette procédure assure un produit opaque, ainsi qu'une haute qualité de surface, avec un rapport élevé, entre le rendement et le coût. En second lieu, le blanchiment de la matière produite est limité à cause de la présence de lignine, qui persiste entre les fibres, et les propriétés mécaniques sont faibles. La production du papier journal et d'impression est un exemple d'application de cette méthode qui est basée sur un mélange de bois de bouleau blanc avec des résineux, défibrés mécaniquement sur une meule (Hyvarinen, 1968).

1.2.1.2 Défibrage mécanique par raffinage

Le défibrage mécanique par raffinage consiste à passer les copeaux entre deux plaques tournantes (disques) qui appliquent une pression sur les copeaux. Des canaux gravés dans les disques permettent la circulation des copeaux; les forces entraînent la scission des morceaux de bois en deux, puis encore une fois en deux, jusqu'à l'obtention d'une fibre. Ce principe nous permet de faciliter la formation de papier et d'obtenir des fibres avec un rendement élevé (entre 85 et 90%), tout en assurant une bonne opacité et une excellente qualité de surface du produit. Pour les inconvénients, de même que la meule, les fibres raffinées sont peu résistantes et blanchies et nécessitent une quantité d'énergie importante (Hyvarinen, 1968).

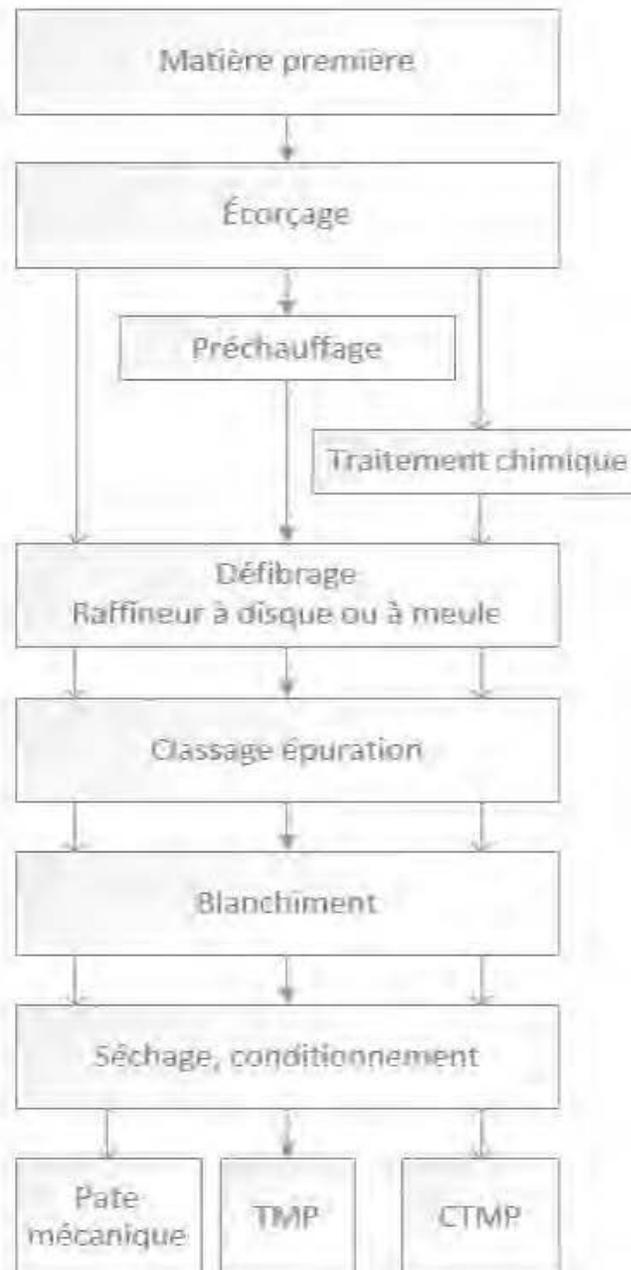


Figure 1.5: Schéma des principales étapes de la fabrication des pâtes TMP, CTMP et mécanique (Thiebaud-Roux, 1995)

1.2.2 Défibrage thermomécanique TMP

Le bois de bouleau blanc peut se transformer en pâte par un procédé thermomécanique (TMP) (Valade et al., 1993). Il s'agit d'utiliser des copeaux exposés à une température de l'ordre de 100 °C sous la vapeur pour obtenir des fibres ramollies, ensuite, on passe par un défibrage par raffinage à grande vitesse dans le but d'obtenir des fibres avec une longueur importante (Garceau, 1989). Le rendement des pâtes TMP peut dépasser celui du défibrage mécanique ; il est d'environ 96%. Cependant, la pâte TMP de bouleau blanc produit des propriétés de résistance plus faibles par rapport à celle de l'épinette et du sapin. Ces résultats sont attribués aux différences morphologiques entre les résineux et les feuillus (Zohan Koran, 2007). On peut améliorer les propriétés de la pâte TMP de bouleau comme pour les autres essences de bois en appliquant un traitement chimique avec l'hydroxyde de sodium (NaOH) et le sulfite de sodium (Na₂SO₃) (Koran, 1988). L'utilisation partielle des copeaux de bouleau avec ceux de résineux permet de baisser jusqu'à 30% de la consommation énergétique du (Valade et al., 1992). La composition chimique des fibres provenant du procédé TMP est très semblable à celle des fibres de bois non traité, contrairement au procédé Kraft, qui élimine la majorité de la lignine de la paroi cellulaire (Migneault et al., 2010). Cela permet de produire des fibres riches en cellulose de haute qualité utilisées souvent dans la fabrication des papiers de qualité supérieure avec de meilleures propriétés physiques et mécaniques. En ce qui concerne les propriétés thermiques, le défibrage thermomécanique procure des fibres de bois avec un meilleur pouvoir calorifique et une meilleure durabilité, comparativement au procédé de défibrage mécanique (Esteves et Pereira, 2008).

1.2.3 Défibrage chimico-thermomécanique CTMP

Le procédé chimico-thermomécanique (CTMP) est un procédé de mise en pâte à haut rendement qui combine le procédé TMP et la sulfonation. La sulfonation est une imprégnation chimique du bois, réalisée dans une tour d'imprégnation où les copeaux

sont trempés dans une solution chimique alcaline. Pour les résineux, on utilise généralement le sulfite de sodium (Na_2SO_3) avec une concentration de 4 à 12% sous une température qui peut aller de 120 °C à 160 °C, selon l'essence traitée, alors que pour les bois feuillus, l'imprégnation se fait dans une solution de peroxyde alcalin (Garceau, 1989). À la suite du traitement chimique, il est recommandé de préchauffer les copeaux de bois dans des raffineurs en un ou deux étapes, puisque l'augmentation de la température facilite la dissolution de la lignine et la libération des fibres. Le prétraitement chimique des copeaux dans le procédé du CTMP facilite d'une manière significative l'opération de séparation des fibres, ce qui engendre de meilleures fibres en termes de longueur et de flexibilité. Cependant, le rendement obtenu est plus bas soit environ (82-89%) par rapport aux procédés mécaniques et TMP (Zhang et Koubaa, 2009).

1.2.4 Défilage par explosion à la vapeur

1.2.4.1 Définition et procédé

De nombreuses recherches ont été réalisées, depuis la fin des années 1800, étudiant l'explosion à la vapeur en tant que méthode de valorisation de la biomasse forestière. Cependant, elle n'est considérée comme un procédé pour la production économique de produits chimiques, d'aliments pour animaux, de carburant et de polymères qu'à partir des années 1980 (Avellar et Glasser, 1998). L'explosion de vapeur permet la récupération de tous les composants constitutifs du bois sans la dégradation d'une composante en faveur d'une autre. Elle assure un bon rendement en hémicelluloses avec des sous-produits faiblement dégradés, tout en minimisant le taux de corrosion de l'équipement en raison d'un pH moins acide du milieu de la réaction par rapport au pH dû à l'utilisation de l'hydrolyse acide (Garrote et al., 1999).

Le tableau 1.8 montre une comparaison entre les différents procédés de mise en pâte de bois. Le procédé d'explosion à la vapeur procure une multitude d'avantages par

rapport aux autres types de défibrage, tels que la faible consommation d'énergie et le rendement relativement élevé.

Tableau 1.8 : Comparaison entre les paramètres des procédés TMP, CTMP et SEP, (Kokta et Ahmed, 1998; Paulsson et Ragauskas, 1998; Richard et al., 1998; Zhang et Koubaa, 2009)

Paramètre	CTMP	TMP	SEP
Température du procédé (°C)	110 – 140	110 - 140	170
Raffinage (CSF)	740	680	470
Brillance (%)	83.2	58.5	44.4
Rendement (%)	82-89	92-96	90

L'explosion à la vapeur, également appelée technologie Masonite (DeLong, 1981), est un procédé thermomécanochimique qui permet la décomposition des structures lignocellulosiques du bois par la chaleur de la vapeur, une hydrolyse des liaisons glycosidiques se manifeste à l'aide de l'acide organique formé durant le procédé, et les forces de cisaillement qui résultent de la chute brusque en pression. Le processus se déroule en deux étapes : le vapocraquage et la décompression explosive. Les deux phases mènent en premier lieu à modifier les propriétés physiques du matériau telles que la surface spécifique, la capacité de rétention d'eau, la couleur et le taux de cristallinité cellulosique. En second lieu, le processus permet d'hydrolyser des composants hémicellulosiques (mono et oligosaccharides libérés) et de modifier la structure chimique de la lignine. Ces effets facilitent l'accès aux structures lignocellulosiques et augmentent la vitesse d'hydrolyse enzymatique des composants cellulosiques dans le but d'obtenir des sucres fermentescibles utilisés dans des biocarburants de deuxième génération ou des procédés à forte valeur ajoutée (Jacquet

et al., 2010). La figure 1.6 montre le schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur, qui se base sur un réacteur relié d'une part avec un générateur de vapeur pour monter en pression, et d'autre part d'un éclateur qui sert à la récupération de la matière produite. Dans certains cas, l'utilisation des gaz acides comme catalyseur, par exemple le SO_2 ou le H_2SO_4 , est utile pour améliorer le taux d'hydrolyse des hémicelluloses lors du traitement de l'explosion à la vapeur (Boussaid et al., 2000; Bura et al., 2002; Shevchenko et al., 2001).

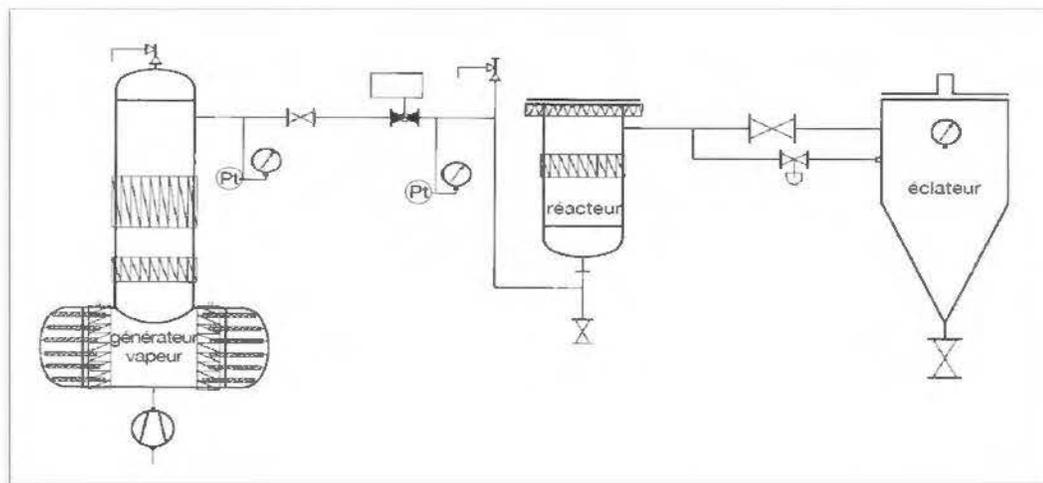


Figure 1.6: Schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur (Jacquet et al., 2010)

1.2.4.2 *Effet du défibrage par explosion à la vapeur*

Le traitement de l'explosion à la vapeur engendre des modifications physiques, chimiques et mécaniques sur la structure des copeaux. Le caractère rigide du bois peut être éliminé par le traitement de vapo-craquage : l'effet du procédé est bien décrit par la figure 1.7 (Hsu et al., 1988). Les faisceaux de fibres commencent à se séparer principalement au niveau de la lamelle mitoyenne comme conséquence de ramollissement de la lignine sous des températures qui dépassent les 135 °C en présence d'eau (Goring, 1963). Les fibres commencent à se fragmenter avec l'augmentation de la sévérité du procédé. La séparation des fibres au niveau de la

lamelle mitoyenne du feuillu est suivie par une formation de perles de lignine uniformément réparties à la surface des fibres après l'explosion à la vapeur (Anglès et al., 2001; Biermann et al., 1987).

Le développement du procédé de l'explosion à la vapeur est basé sur l'utilisation des produits chimiques comme prétraitement. En effet, Kokta et al. (1989) ont prouvé que l'imprégnation des copeaux du peuplier faux-tremble (*Populus trumeloides* Michx.), avec une solution de Na_2SO_3 de concentration 8%, peut fournir un rendement de pâte relativement élevé, soit environ 90% à une température de 170 °C (Kokta et Ahmed, 1998). La combinaison de NaOH et de Na_2SO_3 en tant qu'un prétraitement chimique a influencé considérablement le rendement de la pâte, l'énergie de raffinage spécifique ainsi que les propriétés optiques et mécaniques des pâtes produites (Bengtsson et Simonson, 1990; Kokta et al., 1991). Selon Carrasco et al (1994) L'effet de l'addition d'un deuxième produit chimique, soit une imprégnation secondaire avec une solution de NaHCO_3 à une concentration de 1%, était positif sur la qualité des fibres. Le NaHCO_3 est un produit efficace pour protéger les fibres contre l'hydrolyse et la dégradation.

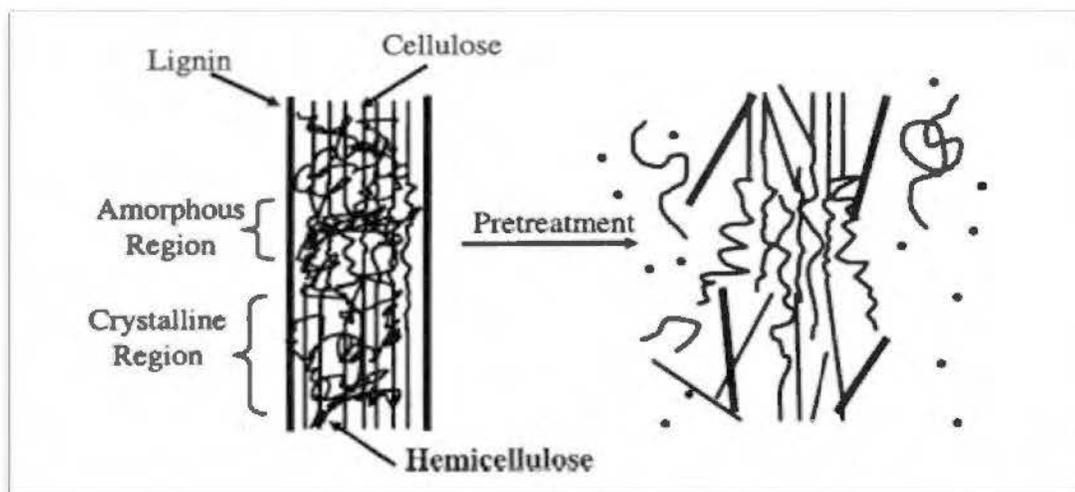


Figure 1.7: Schéma des effets de l'explosion à la vapeur sur la matière lignocellulosique (Hsu et al, 1988)

1.3 Pistes de valorisation du bouleau blanc de trituration

Au Québec, l'utilisation du bois de qualité inférieure est de plus en plus faible, surtout dans la région du nord du fleuve de St-Laurent, un facteur qui touche le secteur forestier et influence négativement les capacités de consommation. Par exemple, dans la région des Laurentides, l'exploitation des forêts est limitée, faute de preneurs qui évitent l'aménagement de ce grand potentiel à faible qualité de bois. Le développement des produits qui mettent en valeur le potentiel du bois de faible qualité dépend de plusieurs facteurs, non seulement de la région, des essences et des quantités sur pieds, mais également de la nature des industries et de la main-d'œuvre déjà disponible aux alentours.

Le centre de recherche industrielle du Québec a effectué une étude approfondie publiée en 2013 (CRIQ, 2013), consacrée à l'identification des pistes de valorisation du bois de trituration de feuillus durs. Cette étude propose 10 alternatives mettent en valeur le potentiel du bois de trituration, à savoir; les panneaux Scrimtec, les produits à base de laine de bois, les panneaux isolants, les composites bois polymère, le biosuccinique, les granules énergétiques, le bois lamellé-collé, le charbon de bois, le biochar, les produits moulés en bois aggloméré, les produits fabriqués à partir de placages et contreplaqués.

Le présent projet vise l'optimisation de la production des granules énergétiques et le développement des matériaux renouvelables à partir des composites bois-polymère en utilisant le bois de bouleau blanc. De façon plus spécifique, il étudie l'effet de l'utilisation des différents types de fibres de bouleau blanc, soient des fibres thermomécaniques (TMP), chimico-thermomécaniques (CTMP) et par explosion à la vapeur (SEP), pour la production des granules énergétiques ainsi que des composites bois-polymère dans le but de comparer les caractéristiques thermiques, chimiques et mécaniques de ces deux produits.

1.3.1 Granules énergétiques

1.3.1.1 Généralités

La consommation mondiale des granules énergétiques ne cesse d'augmenter de façon exponentielle, elle était d'environ 20 millions de tonnes en 2016, et il est prévu qu'elle dépasse les 50 millions de tonnes en 2020 (Nguyen, 2016). De même, le marché canadien est en plein essor, suite à la propagation des installations de chauffage entièrement automatique qui fournissent une forte valeur énergétique avec un simple mode d'emploi. En effet, la production a passé de 1,1 millions de tonnes à 2 millions de tonnes entre 2006 et 2014 (Aguilar et al. 2015). Les granules de bois sont des combustibles écologiques, issues du recyclage des déchets de l'industrie du bois et de la menuiserie. Cette énergie est considérée comme respectueuse de l'environnement autant sur le plan de la production que celui de la consommation. La figure 1.8 montre un histogramme qui illustre une comparaison du coût effectif des combustibles pour le chauffage au Québec en 2015 (Bourque, 2015). Parmi les avantages les plus intéressants des granules énergétiques, on note leur coût concurrentiel par rapport aux autres sources d'énergie utilisées pour le chauffage.

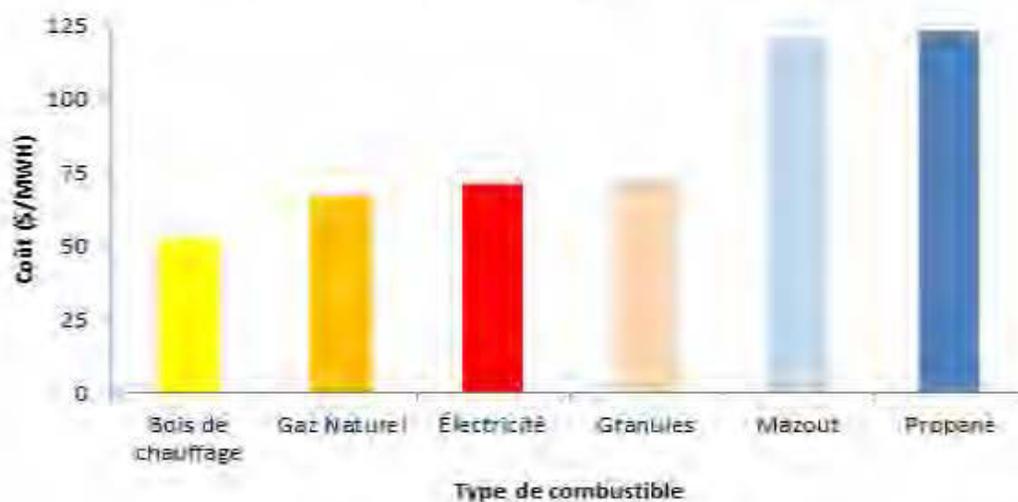


Figure 1.8: Coût effectif des combustibles pour le chauffage au Québec en mars 2015 (Bourque, 2015).

1.3.1.2 Procédé de fabrication

La fabrication se base essentiellement sur une matière première renouvelable, soient des fibres ou de la sciure de bois, broyées selon une granulométrie convenable, puis séchées avant de passer par une granuleuse pour compression jusqu'à 100 bars, pour obtenir enfin un produit à haute densité avec un pouvoir calorifique élevé. Selon Di Giacomo et Taglieri (2009), ce procédé comprend plusieurs étapes, soit la purification et le broyage de la matière première, le séchage, la granulation, le refroidissement, le tamisage et l'emballage. La figure 1.9 montre un schéma détaillé des différentes étapes de granulation. La matière de la zone de stockage est d'abord purifiée, puis séché jusqu'à une teneur en humidité finale du mélange inférieure à 10%, et enfin broyée par un broyeur à marteaux. Les particules sont alors alimentées par un convoyeur à une presse à granuler, où les granulés sont fabriqués par l'action exercée par des rouleaux sur une perforée matrice. Le procédé d'extrusion produit des granulés qui sont très chauds à la sortie de la filière, ayant une température entre 90 et 100 °C. Ces granulés sont immédiatement mis à l'air à 25 °C pour refroidissement et élimination de tout danger d'incendie. Enfin, dans le but d'obtenir le produit final, il est nécessaire de séparer les particules résiduelles qui sont généralement remises en circulation vers le processus de granulation (Di Giacomo et Taglieri, 2009).

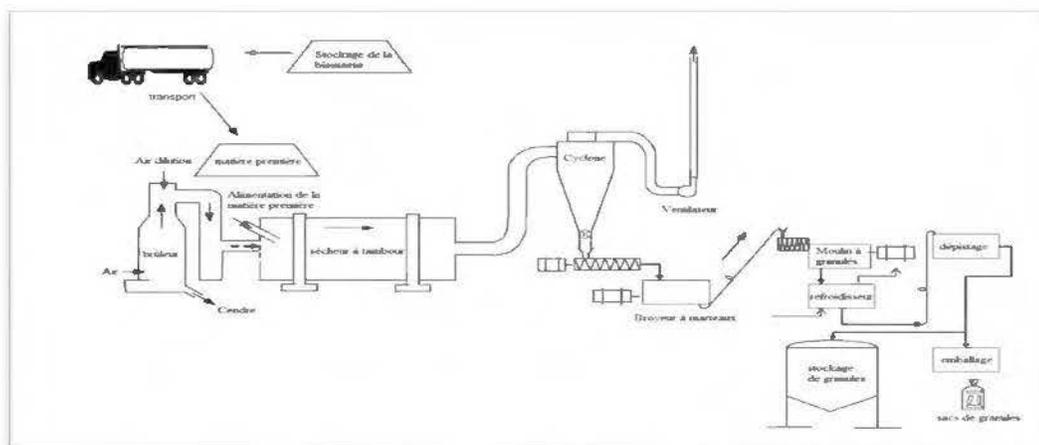


Figure 1.9: Schéma typique du procédé de granulation de biomasse (Mami et al., 2006)

1.3.1.3 *Propriétés des granules énergétiques*

- **Pouvoir calorifique**

La capacité calorifique du bois de bouleau blanc est plus élevée que celle du bouleau jaune et de l'érable à sucre. En effet, le pouvoir calorifique rapporté pour le bois de bouleau blanc est de 11,5 MJ/kg pour le bois vert et de 19 à 22,0 MJ/kg pour le bois sec (Kryla, 1984). Alors que selon les résultats des recherches de St-Pierre (2012), la valeur calorifique du bouleau jaune et de l'érable à sucre sans traitement est de 18,6 et 18,8 MJ/kg, respectivement.

Dans le cadre des travaux de recherche du laboratoire de biomatériaux, des études ont été réalisées pour évaluer le potentiel du bouleau blanc pour la fabrication des granules énergétiques. Un des objectifs visés était d'augmenter le pouvoir calorifique par l'addition d'une faible proportion d'huile végétale. Les résultats ont montré que le pouvoir calorifique des granules à base du bouleau blanc est comparable à celui du peuplier faux-tremble mais il est légèrement inférieur à celui du bois résineux. L'ajout d'huile végétale a amélioré le pouvoir calorifique des granules de toutes les fibres et l'a amené à un niveau comparable à celui des granules torréfiés (Belhadef, 2016). D'autres procédés peuvent améliorer davantage le pouvoir calorifique des granules, les travaux de Nguyen (2016) montrent qu'un traitement du bois avec de l'eau chaude à 200 °C permet d'avoir des granules avec un pouvoir calorifique supérieur égale à 20,8 et 21,4 MJ/kg pour le bouleau jaune et le l'érable à sucre, respectivement.

- **Durabilité des granules**

Le test de la durabilité, appelée également test de la résistance à l'abrasion permet la détermination des propriétés mécanique des granules, ainsi que l'évaluation de la poussière dégagée pendant la manutention et le transport. Les émissions de poussières représentent en premier lieu une perte de matière, et influence négativement le rendement calorifique des chaudières à granules. En second lieu, elles augmentent les risques de déclenchement d'un incendie durant l'expédition et le stockage

(Obermberger et Thek, 2010). L'utilisation d'un caisson rectangulaire rotatif pour effectuer le test de la durabilité des granules à durabilité élevée assure une meilleure répétabilité et reproductivité (Temmerman et al., 2006).

- Densité des granules

La densité des granules dépend principalement de leur teneur en humidité qui varie généralement entre 5% et 12%, avec une teneur optimale de 8% (Li et Liu, 2000). En effet, l'humidité fait diminuer le frottement des fibres lors du passage par la filière de compression de la granuleuse. Par conséquent, une élévation de la teneur en humidité sert à affaiblir la friction et la contre pression, ce qui entraîne une faible densité des granules (Samuelsson et al., 2009). Les travaux de Mani et al. (2006) ont montré qu'une diminution de l'humidité de la biomasse de 15% à 12% ainsi qu'une réduction de la matrice du broyeur à marteaux peuvent augmenter la densité des granules.

1.3.1.4 *Effet du mode de défibrage sur les granules énergétiques*

La biomasse forestière, à son état brut, ne satisfait pas toujours les exigences environnementales et économiques pour son exploitation. Il est indispensable de développer des procédés de traitement de la matière lignocellulosique, tel que les transformations thermochimiques (torréfaction, traitement hydrothermique, gazéification) et biochimiques (fermentation anaérobique), dans le but d'améliorer le rendement des combustibles écologiques (Billig et al., 2015).

Parmi les prétraitements possibles pour améliorer la qualité des granules énergétiques à base de la biomasse forestière, on peut citer, la torréfaction, l'extraction à l'eau chaude et l'extraction à l'éthanol.

- Torréfaction

La torréfaction est un procédé de prétraitement thermique, à des températures comprises entre 200 °C et 300 °C, pour la production des biocombustibles solides. La

décomposition thermique des composants de la matière lignocellulosiques dépend principalement de la température et de la taille des particules (Klemm et al., 2013). La torréfaction provoque la dégradation des hémicelluloses (Hillis 1984) et la dépolymérisation partielle des celluloses et de la lignine (Tumuluru et al., 2011). Les propriétés physicochimiques des biocombustibles sont améliorées suite à un procédé de torréfaction (Nguyen, 2016). Plus précisément, on enregistre une meilleure densification de l'énergie, une meilleure broyabilité, ainsi qu'un caractère hydrophobe prononcé des granules énergétiques à base d'une biomasse torréfiée.

- Extraction à l'eau chaude

L'extraction à l'eau chaude, appelée également torréfaction humide, un procédé de prétraitement de la biomasse forestière utilisant des températures entre 100 °C et 374 °C. La pression est un paramètre important dans ce procédé pour garder l'eau à l'état liquide.

Parmi les avantages de l'extraction à l'eau chaude par rapport à la torréfaction qu'elle provoque la dissolution des composants inorganiques de la matière première. Ceci permet de produire des granules plus propres en termes de contenu inorganique, ce qui est bénéfique pour la réaction de combustion (Nguyen, 2016). L'extraction à l'eau chaude peut produire des granules avec un pouvoir calorifique supérieur, un rendement énergétique plus élevé et une meilleure hydrophobie (Bach et al., 2013).

- Extraction à l'éthanol

Il s'agit de placer les fibres de bois dans une solution d'éthanol, sous l'effet d'un agitateur pendant 24 heures. Suivie par une étape de filtration sous vide. Les extraits subissent ensuite une évaporation complète dans un bain de 40 °C. Les fibres obtenues sont finalement chauffées dans un four sous vide à 40 °C pendant 36 heures, jusqu'à ce que la masse des fibres ne varie plus (St-pierre 2012).

D'après l'étude de St-pierre (2012), le procédé de l'extraction à l'éthanol n'a influencé ni le pouvoir calorifique de la biomasse ni sa teneur en cendres pour le bouleau jaune et l'érable à sucre. Ainsi, on peut conclure que le procédé de l'extraction à l'éthanol n'a pas provoqué une amélioration marquée des caractéristiques des granules énergétiques.

1.3.2 Composites bois-polymère

1.3.2.1 Généralités

Le composite bois-polymère est un matériau partiellement biosourcé qui connaît un développement remarquable. Actuellement, les CBP peuvent être introduits partout dans la vie quotidienne: les terrasses résidentielles, l'infrastructure municipale et même les intérieurs de portières des voitures modernes. Il s'agit d'un mélange entre des fibres de bois et du plastique avec un certain pourcentage d'équilibre entre les deux. Cette piste de valorisation représente une solution qui apporte plusieurs avantages: en effet, à l'échelle environnemental, l'introduction d'une proportion de bois avec du plastique va diminuer l'utilisation du plastique dans notre quotidien, ce qui aide à la lutte contre l'un des facteurs principaux qui mène à la pollution de la planète. De plus, les composites favorisent la consommation des produits à base naturelle qui ne nuisent pas à l'environnement et à la santé des êtres vivants. En effet la présence des fibres de bois, même si elle complique le recyclage de ces matériaux renouvelables, s'intègre parfaitement dans le processus de fabrication des produits en plastique tout en respectant les différentes normes de protection de l'environnement. D'un point de vue économique, le prix du plastique est beaucoup plus cher que le bois sur le marché international, ce qui implique que l'incorporation du bois dans les matériaux plastiques entraînerait une baisse du coût de production de ces matériaux.

1.3.2.2 Matière première

- Fibres de bois

Les fibres de bois utilisées doivent être tamisées selon une granulométrie précise, et choisi selon les propriétés désirées, ensuite séchées à une teneur en humidité généralement inférieure à 8%. L'addition de la matière lignocellulosique au plastique présente beaucoup d'avantages pour les composites notamment l'amélioration des propriétés mécaniques (Koubaa et Migneault, 2012). Cependant, il existe des inconvénients, à savoir; la forte rétention d'humidité ainsi que l'hétérogénéité entre le bois et le polymère (Clemons, 2002)

- Matrice polymère

Les polymères peuvent être classés en deux types selon leur comportement vis-à-vis la température : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les thermoplastiques sont des chaînes de polymères linéaires ou ramifiés, ils changent d'état physique selon la variation de la température, ils passent par une fusion sous l'effet de la chaleur, et une solidification en cas de refroidissement (polypropylène (PP), polyéthylène (PE), polychlorure de vinyle (PVC), etc.).

Les thermodurcissables (époxy, polyuréthane, phénoliques, etc.) sont des résines à base de polymères de structures réticules, caractérisés par des liaisons covalentes pour garantir l'adhésion entre les chaînes. Une fois moulés, ils prennent la forme d'une manière relativement définitive, puisqu'ils sont infusibles et insolubles (Trotignon, 1991).

1.3.2.3 *Procédé de fabrication*

Le procédé de fabrication de composites bois-polymère passe par trois étapes essentielles soit: l'extrusion, la mise en granules et la mise en forme des éprouvettes par injection. Les fibres de bois devront être extraites par un procédé de fragmentation, puis classifiées selon la longueur. Les polymères utilisés pour la fabrication des composites sont généralement le polyéthylène haute densité (PEHD) et le polypropylène (PP). Plusieurs additifs sont utilisés dans la formulation des CBP pour optimiser la qualité du produit, l'addition d'un agent de couplage, avec un pourcentage

d'environ 3% du poids total des CBP, aide à créer plus d'homogénéité et de cohésion entre le bois et le plastique pendant l'extrusion. (Migneault et al., 2014).

- Extrusion

L'extrusion est le procédé le plus adopté pour la fabrication des granules de composites et la production des matériaux à base de plastique. Les principaux produits commerciaux à base de CBP, les planches de patio par exemple, sont fabriqués suite à un procédé d'extrusion. Deux types d'extrudeuses sont généralement utilisés dans la production de polymères: extrudeuses monovis et extrudeuses bivis.

Les extrudeuses monovis (Figure 1.10) se composent d'un barillet à l'intérieur duquel s'insère une vis, un moteur pour la rotation de la vis et un système de commande pour les radiateurs de refroidissement et la vitesse du moteur ainsi qu'une trémie attachée à l'extrémité d'entrée de la vis. Généralement, plusieurs matières premières sont ajoutées à la trémie, telles que des granules de polymères, des agents de couplage, des fibres de bois, des matières recyclées, des additifs et des pigments de couleur. Souvent, la matière première doit être séchée et mélangée avant l'extrusion. Ensuite, elle s'écoule par gravité à partir de la trémie à travers la gorge d'alimentation et dans la section de transport de la vis (Campbell et Spalding, 2013).

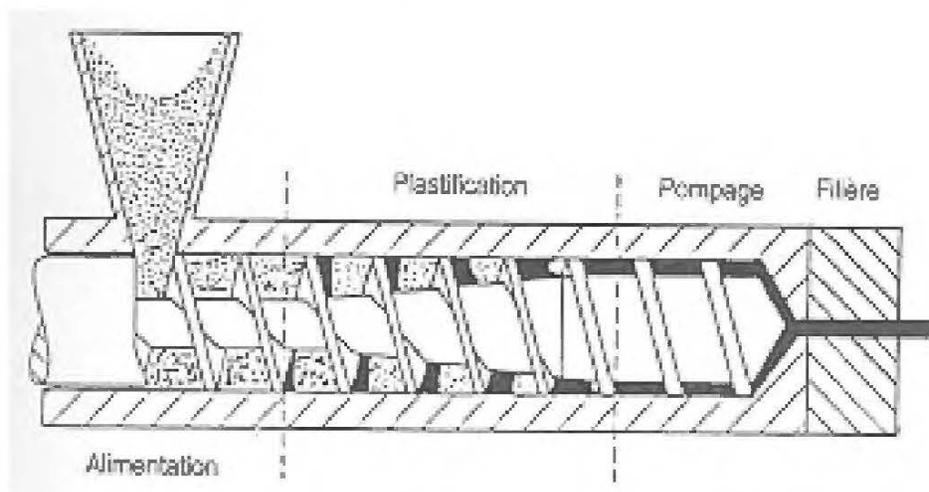


Figure 1.10: Schéma typique d'une extrudeuse monovis (Agassant et al., 1996)

Les extrudeuses baxis s'inspirent largement de celles des monovis, mais avec plus d'avantages. En premier lieu, elles assurent le transport, la compression du mélange avec une grande flexibilité. En second lieu, elles sont caractérisées par leurs capacités de bien mélanger la matière qui confère plus d'homogénéité aux produits extrudés tout en garantissant plus de contrôle de la qualité du produit (Campbell et Spalding, 2013).

- Moulage par injection

L'injection par moulage est un procédé qui ressemble grandement à l'extrusion en principe, bien qu'elle nous permette d'obtenir des pièces moulées plus complexes tel que les éprouvettes des essais de laboratoire. Elle procure des produits injectés avec un meilleur caractère isotrope. Elle comprend des zones d'alimentation, de compression et d'homogénéisation, cependant, le refroidissement de la matière produite se déroule au sein de la moule. Les différentes étapes à suivre du procédé d'injection par moulage sont (Soucy, 2007);

- Intégration de la matière sous forme de granulés dans la zone d'alimentation ;
- Fusion de la matière sous l'effet de la chaleur et du cisaillement ;
- Homogénéisation de la matière à travers les mouvements de la vis ;
- Injection de la matière dans le moule ;
- Refroidissement de la pièce ;
- Éjection de l'objet ;
- Fermeture du moule.

1.3.2.4 *Propriétés des composites bois-polymère à base de bouleau blanc*

- Propriétés mécaniques

Les courbes de la figure 1.11 (Koubaa et Migneault, 2012) montrent en premier lieu, que le module d'élasticité augmente avec l'augmentation du taux de fibres dans le composite, et confirment l'effet positif de la matière lignocellulosique sur les propriétés mécaniques des CBP. En second lieu, on peut conclure que l'utilisation du bouleau

blanc, comme toute autre essence de bois, contribue à l'amélioration du module d'élasticité en flexion et en traction, mais son impact reste toujours moins efficace que celui du bois de peuplier faux-tremble et de la sciure des résineux quel que soit la proportion de la biomasse dans le composite (Tableau 1.9). La biomasse utilisée pour obtenir ces valeurs a été broyée et tamisée selon un intervalle de granulométrie entre 150 et 710 μm .

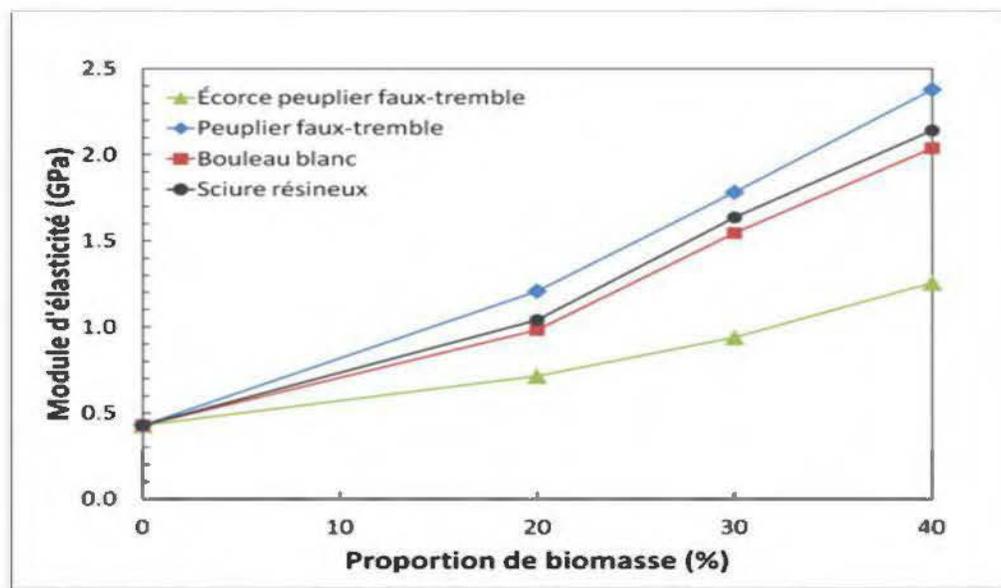


Figure 1.11: Module d'élasticité en traction des composites bois-polymère faits de fibres de bois et d'écorce de peuplier faux-tremble, de bois de bouleau blanc et de sciure de résineux (Koubaa et Migneault, 2012)

- Propriétés physiques

Le pourcentage des fibres dans les CBP influence directement leurs propriétés physiques. À partir du tableau 1.10 on remarque que la densité, le gain massique et le gonflement en épaisseur augmentent linéairement avec l'augmentation de la proportion des fibres. L'augmentation de la densité des CBP est expliquée par le fait que les lumens des fibres de bois ont été chargé de HDPE (Migneault et al., 2014). Concernant

l'augmentation du gain en masse et en épaisseur (GE), elle est dû au caractère hydrophile des fibres de bois contrairement aux polymères qui disposent une structure chimique résistante à l'absorption d'eau (Slama, 2008)

Tableau 1.9: Propriétés de composites bois-polymère de peuplier faux-tremble et de bouleau blanc (Koubaa et Migneault 2012)

Type	Fibre (%)	Propriétés en flexion		Propriétés en traction		
		MOE (GPa)	Résistance maximale (MPa)	MOE (GPa)	R max (MPa)	Énergie déf. (kJ)
Peuplier faux-tremble	20	1,46	43,6	1,2	27	546
	30	2,27	53,6	1,7	35	530
	40	3,12	64,9	2,4	39	397
Bouleau blanc	20	1,30	40,6	1,0	25	705
	30	1,86	49,6	1,5	30	453
	40	2,53	57,4	1,9	31	284
PEHD	0	0,603	22,2	0,5	21	17063

Tableau 1.10: Gain en masse et gain en épaisseur et densité apparente des échantillons en immersion dans l'eau de CBP réalisés avec trois proportions de fibres (Migneault et al., 2014)

Proportion des fibres	Type de fibre	Densité (kg/m³)	Gain en masse (%)	Gain en épaisseur (%)
20%	Peuplier	1015	0.86	0.25
	Bouleau	1012	1.01	0.79
	Épinette	1008	0.96	0.67
30%	Peuplier	1038	1.24	0.66
	Bouleau	1045	1.56	1.51
	Épinette	1044	1.37	0.93
40%	Peuplier	1079	2.02	1.07
	Bouleau	1080	2.31	2.17
	Épinette	1085	2.07	1.27

CHAPITRE II

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1 Objectifs et hypothèses

L'objectif général de ce projet est de développer les pistes de valorisation du bois de bouleau blanc qui s'intéressent à la production des énergies vertes, sous forme de granules énergétiques à base de biomasse forestière, et au développement des matériaux renouvelables, à travers les composites bois-polymère (CBP). Les objectifs spécifiques de cette étude sont :

- Etudier l'effet du procédé de défibrage sur les caractéristiques des fibres de bouleau blanc;
- Etudier l'impact du pourcentage des fibres et du type de défibrage sur les propriétés des CBP;
- Etudier l'impact du type de défibrage sur les propriétés des granules énergétiques.

Les hypothèses sur lesquelles cette étude se base sont :

- Les modes de défibrage (TMP, CTMP et SEP) affectent la taille et la chimie de surface des fibres de bois;
- Les fibres SEP améliorent les propriétés mécaniques et physiques des CBP, en particulier le module d'élasticité, le module de rupture et la stabilité dimensionnelle;
- Les fibres SEP améliorent significativement la durabilité et le pouvoir calorifique des granules énergétiques.

2.2 Méthodologie

Les diagrammes de la figure 2.1 et 2.2 présentent les opérations expérimentales suivies pour la production et la caractérisation des CBP ainsi que les granules énergétiques.

2.3 Matériel

2.3.1 Préparation de la matière première

2.3.1.1 *Fibres TMP et CTMP*

Les fibres TMP et CTMP ont été produites à partir de copeaux de bouleau blanc dans le centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques (CRML) de l'université de Québec à Trois rivières. Les copeaux de bouleau sont d'abord réchauffés à la vapeur durant 5 minutes. Ensuite, ils passent par une vis de compression avant d'arriver au lessiveur pour 5 minutes. Par la suite, les copeaux sont transportés par une vis vers les plaques du raffineur et la pâte est expulsée vers un cyclone qui sépare les fibres à vapeur. L'unité pilote utilisé dans le procédé est le défibreur d'Asplund, dédié à la recherche sur la mise en pâte à haut rendement. Le défibreur est conçu pour permettre l'ajout d'eau et de produits chimiques dans les zones de raffinage.

- Pâte TMP

Les fibres TMP ont été séparées, et sont classifiées selon différents intervalles de granulométrie allant de 100 μm jusqu'à 2 mm, le débit de production est d'environ 0,506 kg/min avec une énergie spécifique moyenne de 1243 kWh/T.

- Pâte CTMP

Pour le traitement chimique des fibres CTMP, on a utilisé 1,5% de soude caustique (NaOH) et 3% de sulfite de sodium (Na_2SO_3), le débit de production était d'environ 0,417 kg/min et la consommation moyenne de l'énergie était de 1970 kWh/Tm. Les fibres CTMP étaient attachées entre elles, sous forme de nœuds, il était indispensable

d'éviter cette anomalie, avant de passer à l'étape de l'extrusion pour la formation des CBP. À cet effet, on a effectué un procédé de désintégration dans l'eau, qui sert à dissocier les fibres collées sans les endommager avec les lames d'un broyeur.

2.3.1.2 *Fibres d'explosion à la vapeur (SEP)*

On a réalisé le procédé de défibrage par explosion à la vapeur au sein du laboratoire biomatériaux de l'UQAT. Le réacteur est le cœur du processus de fabrication des fibres par explosion à la vapeur, il assure l'utilisation de haute pression pendant le chauffage des copeaux de bois (Kokta et Ahmed, 1998). Pour produire les fibres destinées aux CBP et des granules énergétiques, on a utilisé un dispositif composé d'un réacteur en acier inoxydable T316 de la compagnie Parr Instrument, États Unis, d'un volume de 450 ml qui peut supporter jusqu'à 41 bars de pression en toute sécurité. Il est équipé d'un manomètre de pression avec une capacité de mesure entre 0 et 200 bars ainsi qu'une enceinte chauffante électrique qui peut atteindre une température de 600 °C. L'unité de production complète est illustrée à la figure 2.3.

On s'est basé dans notre démarche sur le brevet de Kokta (1992) qui a conçu un procédé d'extraction des fibres par l'explosion à la vapeur pour la fabrication de la pâte à papier. Il met en évidence trois paramètres primordiaux à maîtriser pour établir l'opération avec succès. En effet, il a recommandé l'utilisation des températures entre 130 °C et 250 °C, des pressions allant de 2,75 bars jusqu'à 27,9 bars avec un temps de réaction qui varie entre 0,1 min et 30 min. Il est également préférable d'introduire dans le réacteur des copeaux de bois qui ont été trempés dans l'eau jusqu'à la saturation.

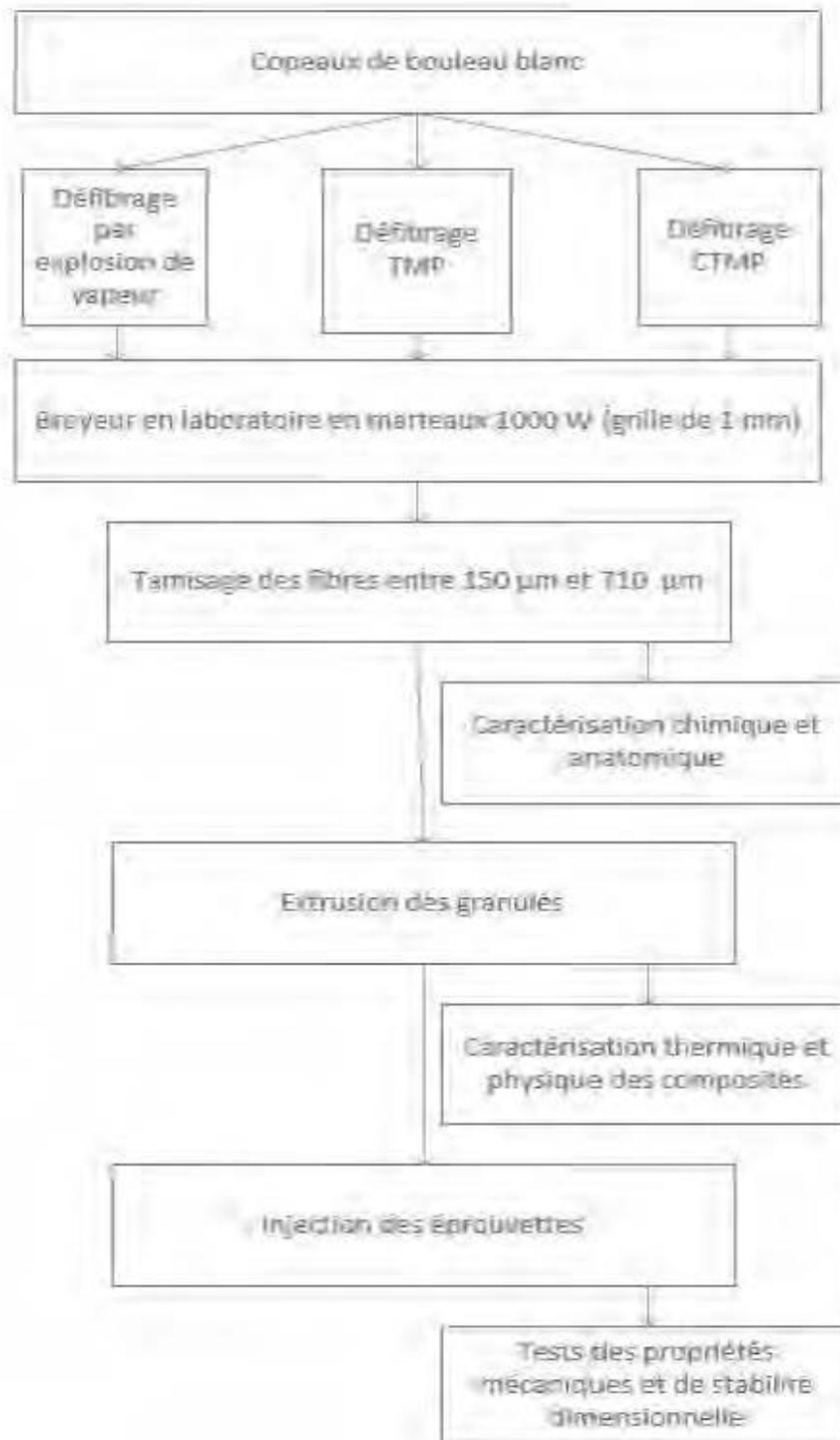


Figure 2.1: Protocole expérimental de la production des composites bois-polymère

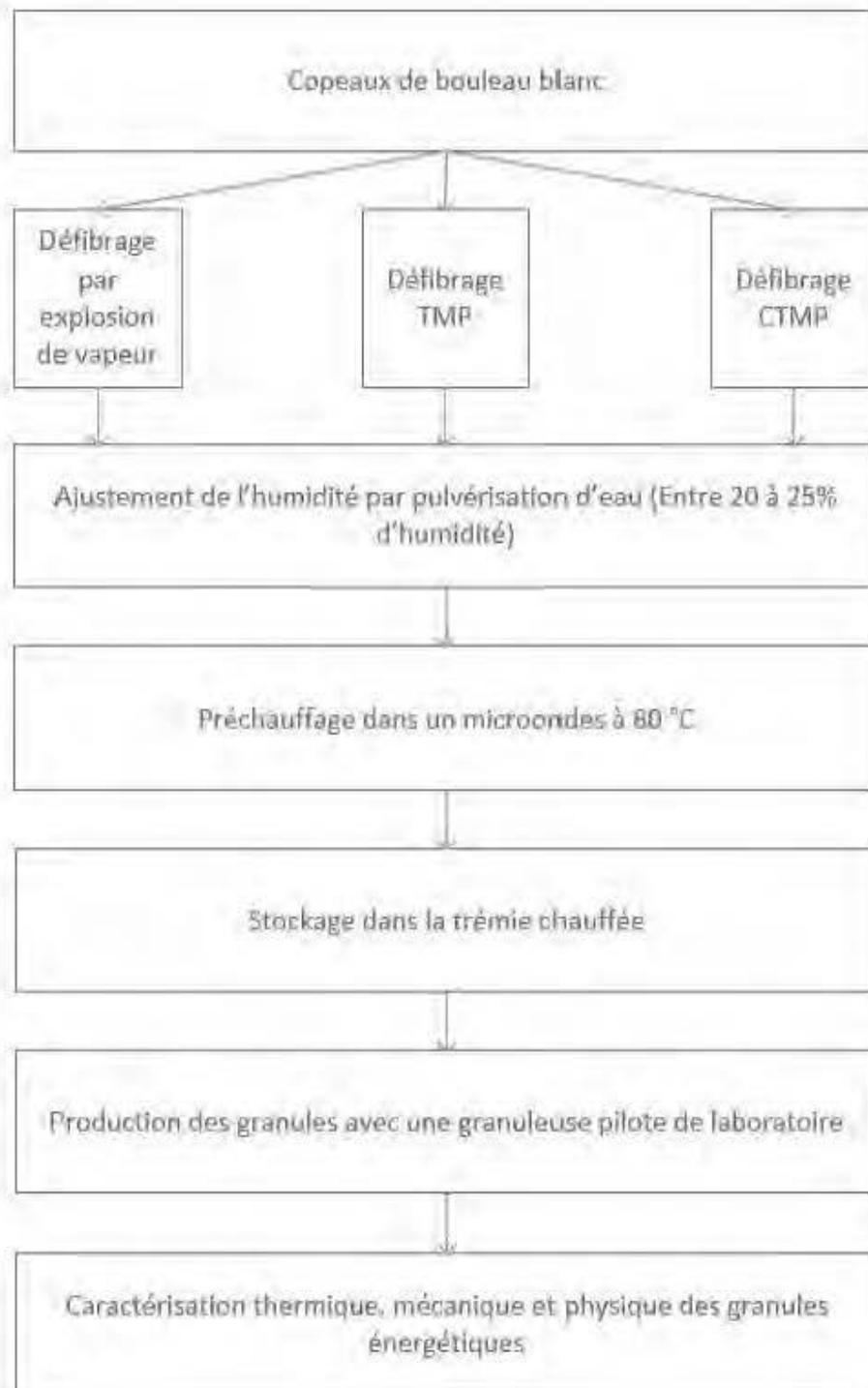


Figure 2.2: Protocole expérimental de la production des granules énergétiques

La première étape consiste à tremper les copeaux de bouleau blanc dans l'eau, sous vide, jusqu'à la saturation, ensuite, environ 100 g à 120 g de copeaux sont introduits dans le réacteur. Les morceaux de bois ne doivent pas être comprimés dans le fond du récipient pour ne pas empêcher la détente rapide à la fin de la réaction. Une fois le réservoir est plein à 80%, il faut bien fermer le réacteur et les soupapes, tout en vérifiant le branchement du manomètre et des thermocouples. Le réacteur est préchauffé à une température cible de 190 °C, avec une pression qui varie entre 9 et 11 bars. Ces conditions sont maintenues durant une vingtaine de minutes avant d'ouvrir les soupapes et provoquer la dépression. Après refroidissement des équipements, les fibres de bouleau explosées sont récupérées.



Figure 2.3: Dispositif utilisé pour l'explosion à la vapeur des fibres de bouleau blanc

2.3.2 Formation des composites bois-polymère

2.3.2.1 Fibres de bois

Pour chaque type de défibrage, une opération de tamisage est effectuée. Elle consiste à mettre une quantité d'environ 100 g de fibres dans une série de tamis comprise entre

150 μm et 710 μm , tel qu'illustrée dans la figure 2.4. Lorsque la quantité récupérée est insuffisante, les fibres dont la granulométrie est supérieure à 710 μm ont été broyées avec un broyeur à couteaux rotatifs (Figure 2.5). Ensuite, un deuxième tamisage est effectué. La granulométrie utilisée pour la production des CBP, est présentée sous forme de diagrammes, pour chaque type de défibrage sur la figure 2.6.



Figure 2.4: Tamiseur vibrant de laboratoire (M.S.Tyler)



Figure 2.5: Broyeur à couteaux rotatifs (Thomas Willey, modèle 4)

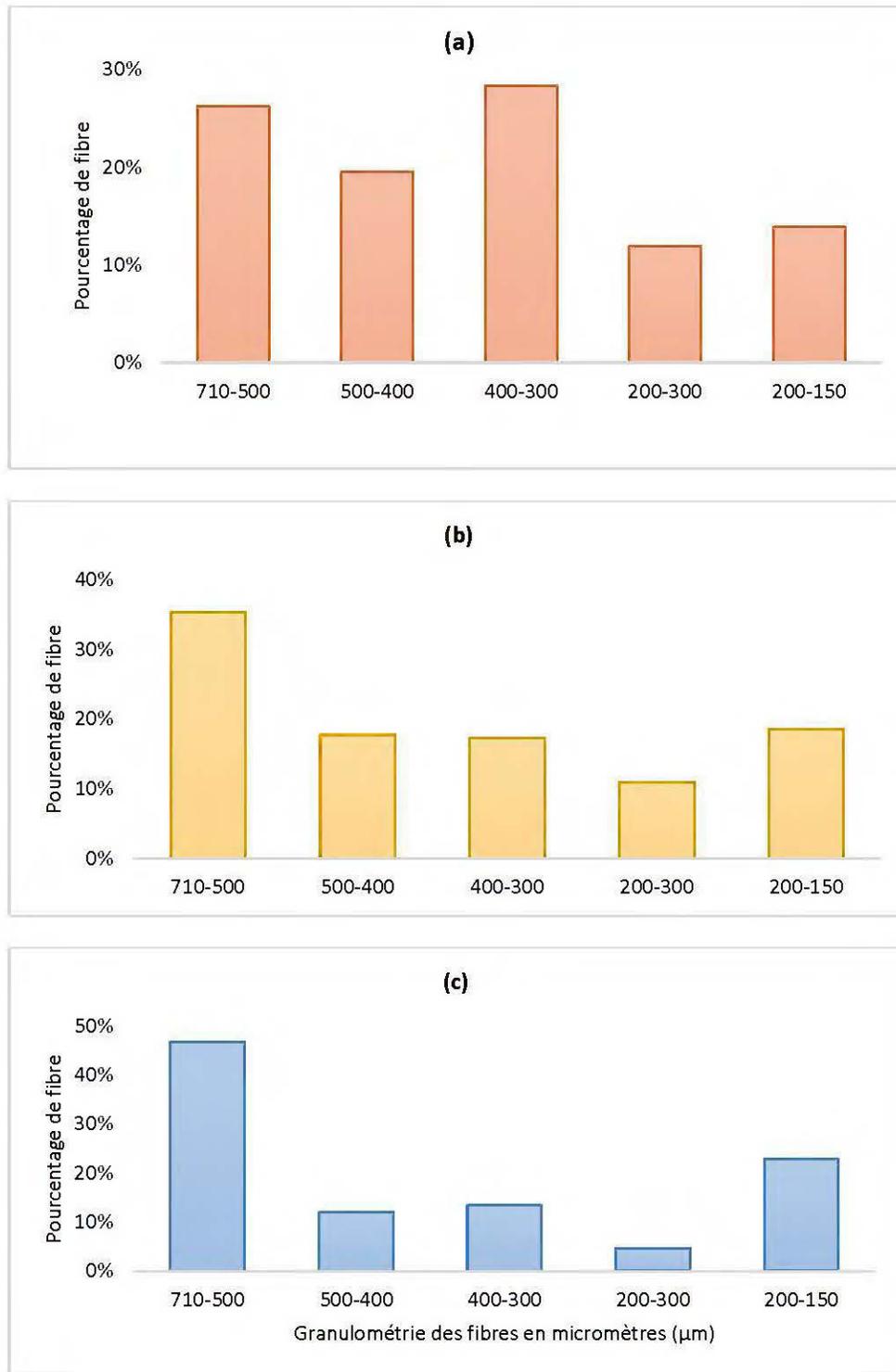


Figure 2.6: Granulométrie des fibres (a : TMP, b : CTMP, c : SEP)

2.3.2.2 *Polymères et additifs*

Le polymère thermoplastique utilisé dans notre projet est le polyéthylène haute densité (PEHD) Sclair 2907 fourni par la compagnie *SNova Chemicals*. Il est disponible sous forme de granules, caractérisé par une masse volumique de $0,96 \text{ g/cm}^3$ et d'un indice de fluidité de $4,9 \text{ g/10min}$. Dans le but d'améliorer l'homogénéité entre la matrice polymère et les fibres de bois, on a introduit 3% du polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE) Fusabond 226DE, qui joue le rôle d'un agent de couplage et contribue à l'optimisation des propriétés des composites à concevoir. Le polyéthylène maléique utilisé dans l'extrusion est caractérisé par un indice de fluidité à chaud de 10 g/10min , la température de fusion est de $167 \text{ }^\circ\text{C}$ et le point de ramollissement est de $147 \text{ }^\circ\text{C}$. L'allongement élastique du MAPE est d'environ 14% avec une température de fragilisation inférieure à $-50 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.3.2.3 *Fabrication des granules et des éprouvettes*

Dans ce projet, l'étude concerne la variation du taux des fibres dans le mélange ainsi que l'effet du mode de séparation des fibres sur les propriétés des composites. Dix formulations ont été préparés, la première est la référence à base de 100% PEHD, afin d'étudier l'influence apporté par l'ajout de bois. Pour le reste des mélanges, les deux paramètres, soit le type de fibres et le pourcentage de fibres ont été variés. Trois types de fibres ont été utilisé pour la formation des composites, les fibres TMP, CTMP et SEP. Chaque type de fibres a été introduit avec un pourcentage de 30, 40 et 50% dans les composites préparés. Une quantité de 3% de MAPE par rapport le poids des CBP a été ajouté à chaque formule. La première partie consiste à préparer des composites sous forme de granules, afin de réaliser les différents tests physiques planifiés. À cet effet, les mélanges ont été extrudés avec les différents types de fibres à l'aide d'une extrudeuse bi-vis (HAAKE Rheomex OS) installée au laboratoire des biomatériaux de l'UQAT (Figure 2.7) avant de les mouler par injection. Les deux vis sont de 30 mm de diamètre et de 340 mm de longueur sont montés à une filière de diamètre égale à 3 mm

pour fabriquer le composite désiré (Soucy et al., 2014). L'étape de l'extrusion est réalisée sous une température de 160 °C tout le long du processus pour assurer une certaine fluidité du polymère et éviter la dégradation des fibres. Le débit d'alimentation a été varié entre 200 et 500 g/h selon la nature du mélange et la vitesse de rotation était de 30 rpm. En sortant de la filière, la matière produite a passé par un bac d'eau sous forme d'un fil tendu pour se refroidir avant de passer au niveau du broyeur à disques rotatifs pour fabriquer des CBP sous forme de granules. La deuxième étape, c'est le moulage par injection avec une presse, pour former des éprouvettes destinées à la réalisation des essais mécaniques et physiques des composites. L'injection des éprouvettes a été réalisée au centre de technologie minérale et de plasturgie (CTMP) à Thetford Mines, au Québec, à l'aide d'une machine de marque Arbug 370A, les différents paramètres d'injection sont indiqués dans le tableau 2.1.



Figure 2.7: Extrudeuse bi-vis du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT

Tableau 2.1: Paramètres d'injection des éprouvettes au CTMP

Paramètres	Valeur/Étendue
Température du module (°C)	20
Pression d'injection (bar)	1325/1400
Pression du maintien (bar)	600-700
Contre-pression (bar)	100
Temps d'injection (s)	2
Temps de maintien (s)	11
Temps de refroidissement (s)	17
Temps de cycle total (s)	35,7
Volume de dosage (cm ³)	18/28/34/41
Volume de décompression (cm ³)	5
Vitesse de rotation de la vis (Rpm)	215
Coussin (cm ³)	1 à 3,6

2.3.3 Production des granules énergétiques

2.3.3.1 Fibres de bois

Les fibres de bois ont été classés selon le type de défibrage (TMP, CTMP et SEP) et le taux d'humidité. Pour varier ce dernier, les fibres préparées sont réparties dans des sacs de plastique, et sont purgées avec de l'eau, pour obtenir trois différents taux d'humidité, soit; 15%, 25% et 35% sur base sèche.

2.3.3.2 *Granuleuse Pilote*

L'essai de granulation a été réalisé au laboratoire biomatériaux de l'UQAT, à l'aide d'une granuleuse pilote fabriquée par la compagnie chinoise Gemco du groupe Agico, le modèle de la granuleuse est la Gemco LSP-150B avec filière tournante. La figure 2.8 illustre les différentes composantes du dispositif de granulation.



Figure 2.8: Aperçu de la granuleuse utilisée pour la production des granules

2.3.3.3 *Procédés de granulation*

- Essais préliminaires :

Des essais préliminaires de granulation sont réalisés en se basant sur la variation de l'humidité et du débit de vitesse de granulation. Pour se faire, trois taux d'humidité (15, 25 et 35%) et deux débits de vitesse ont été utilisés, il s'agit du 30 et 50% de la vitesse maximale de la vis d'alimentation, avec un nombre de tour de moteur égale à 2400 rpm. Les résultats préliminaires ont montré que quel que soit le débit de vitesse de granulation, les fibres ayant 15% d'humidité ont donné des granules friables avec un rendement très faible, alors que les fibres ayant 35% d'humidité ont produit des

granules avec des fissures diamétrales. En contrepartie, les fibres avec 25% d'humidité ont donné des granules bien finis avec une structure cohérente et consistante avec les deux débits de vitesse. Ainsi, le rendement a été meilleur avec un débit de vitesse égale à 50% par rapport à 30%, par exemple, pour les fibres CTMP, le débit massique passe de 10 kg/h avec un débit de vitesse 30% à 16 kg/h avec un débit de vitesse égale à 50%.

- Paramètres finaux :

Selon les essais préliminaires effectués, il était décidé de produire des granules énergétiques à partir des fibres ayant une humidité de 25% avec un débit de vitesse égale à 50% pour assurer une meilleure qualité des granules avec le rendement le plus élevé. Le tableau 2.2 montre les différentes caractéristiques et détails du procédé de granulation réalisé. La granulation des fibres CTMP et TMP était difficile vue la nature des fibres assez légère et le faible débit massique qui n'a pas dépassé 16 et 18 kg/h, respectivement. Contrairement aux fibres SEP qui ont été facilement densifié avec un débit massique d'environ 53 kg/h.

Tableau 2.2: Caractéristiques et détails du procédé de granulation

	CTMP	TMP	SEP
Humidité (%)	25	25	25
Taux de compression	3	3	3
Débit de vitesse (%)	50	50	50
Convoyeur	16,2	18,2	53,1
Débit massique (kg/h)	16	18	53
Température matrice - coté latéral (°C)	90	86	79
Température couche supérieure - sur matrice (°C)	100	95	84
Puissance moteur - W	3300	2800	2600
Vitesse moteur - Hz	40	40	40

2.4 Méthodologie

2.4.1 Caractérisation des fibres de bois

2.4.1.1 *Caractérisation anatomique*

Les mesures des propriétés morphologiques des fibres ont été assurées par l'analyseur de la qualité des fibres Metso FS300 selon la norme TAPPI 271, la technique se base sur l'analyse des fibres diluées dans l'eau à une concentration d'environ 3%. C'est un appareil de mesure automatique. Il permet, à partir du traitement d'images, le calcul de plusieurs paramètres qui servent à l'identification des caractéristiques anatomiques des fibres de bois. Parmi les paramètres les plus influents ; la longueur arithmétique (L_n), la longueur pondérée (L_l) ainsi que la distribution des longueurs des fibres (L_w).

- Longueur moyenne arithmétique (L_n)

L_n : c'est la longueur moyenne des fibres détectées dans un échantillon donné. La présence des courtes fibres affectera significativement cette valeur. L_n est calculée selon la formule suivante (Bousslimi, 2014):

$$L_n = \frac{\sum n_i L_i}{\sum n_i} \quad (2.1)$$

- Longueur pondérée (L_l)

L_l : c'est la moyenne pondérée en longueur des fibres détectées. Elle est souvent utilisée pour comparer les différences entre les échantillons. Les fibres courtes n'ont pas d'effet significatif sur sa valeur. L_l est largement exploitée dans l'industrie des pâtes et papiers car elle réduit l'impact des fibres courtes sur la mesure de la longueur et elle est calculée selon la formule suivante :

$$L_l = \frac{\sum n_i L_i^2}{\sum n_i L_i} \quad (2.2)$$

- Longueur pesée pondérée (L_w)

L_w : c'est la longueur pesée pondérée. Cette valeur tient en compte des fibres les plus longues qui ont un impact significatif sur le résultat calculé suivant la formule :

$$L_w = \frac{\sum n_i L_i^3}{\sum n_i L_i^2} \quad (2.3)$$

Dans la présente étude, les fibres utilisées ont une longueur qui varie entre 150 μm et 710 μm et, par conséquent, c'est la valeur de L_n qui est adoptée pour désigner et comparer la longueur des fibres puisqu'elle tient en compte davantage des fibres courtes et des fines. La figure 2.9 présente l'analyseur des fibres Metso utilisé pour la mesure des longueurs.



Figure 2.9: Analyseur de la qualité des fibres Metso FS300

2.4.1.2 *Caractérisation de la chimie de surface des fibres*

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR a été utilisée pour la caractérisation de la chimie de surface des fibres issues des différents modes de défibrage. Cette technique permet l'identification des groupements moléculaires sur la

surface des fibres de bouleau blanc et l'étude des changements de la structure chimique qui sont dus aux différents procédés de défibrage. Cette technique se base sur l'adsorption des rayons infrarouges par les molécules chimiques caractéristiques des fibres. Le test réalisé en utilisant un appareil FTIR « Shimadzu IR Tracer-100, Kyoto, Japon » de l'UQAT (Figure 2.10), un dispositif caractérisé par une grande précision dans l'interféromètre et la conception du détecteur, il offre également une sensibilité élevée avec un ratio S/N égale à 60 000/1. Il est équipé d'un prisme à réflectance totale atténuée (ATR), conçu pour l'analyse spectroscopique des échantillons en utilisant un prisme diamant à haut débit. L'intervalle de la longueur d'onde utilisée varie entre 400 cm^{-1} et 4000 cm^{-1} , ce qui correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules. Le traitement des données obtenues est assuré par le logiciel LabSolutions qui permet un traitement simple, rapide et précis.



Figure 2.10: Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) le Shimadzu IR Tracer-100

2.4.1.3 *Caractérisation thermique*

La caractérisation thermique des fibres de bois est réalisée à travers l'analyse thermogravimétrique (TGA). Le principe est de mesurer la variation de la masse d'un

échantillon en fonction de la température du four. Elle est effectuée en utilisant un analyseur Q50 fabriqué par TA Instruments, New Castle, États-Unis (Figure 2.11). La TGA permet la détermination de la sensibilité thermique des différentes fibres de bois, du polymère pur ou des CBP, ainsi que leur comportement vis-à-vis d'une dégradation thermique sous haute température. La masse initiale des échantillons est d'environ 20 mg, ils sont chauffés de 30 °C jusqu'à 650 °C avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min (Migneault et al., 2014), dans une atmosphère riche en azote pour empêcher la réaction de combustion.



Figure 2.11: Appareil d'analyse thermogravimétrique, modèle Q50, TA Instrument

2.4.2 Caractérisation des composites bois-polymère

2.4.2.1 *Caractérisation thermique*

Les propriétés thermiques des composites bois-polymères à base des fibres de bouleau blanc TMP, CTMP et SEP sont évaluées en utilisant la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Elle permet d'étudier d'un point de vue calorifique, les transitions exothermiques et endothermiques des matériaux à base de polymères lors d'un

chauffage ou d'un refroidissement. Plus spécifiquement, elle sert à évaluer le taux de cristallinité des polymères ou des composites et leur enthalpie de fusion, de cristallisation et de transition vitreuse ainsi que la température correspondante à chaque transition (Sturtevant, 1987). Le principe de mesure se base sur le calcul de la différence de température entre un creuset contenant l'échantillon à étudier et un creuset référence dans un four, sous un flux de chaleur. L'analyse s'est faite suivant la méthode décrite par Bouafif et al. (2009b), les étapes suivies sont détaillées dans le tableau 2.3. Les analyses de DSC sont réalisées avec l'appareil TA instrument Q20 (Figure 2.12) selon la norme ASTM D 3417 (Tableau 2.4). La masse des échantillons varie entre 20 et 30 mg et le taux de cristallinité est calculé suivant la formule suivante (Bouafif et al., 2009b) :

$$\chi_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^\circ} \times \frac{100}{\omega} \quad (2.4)$$

Où,

ΔH_f : l'enthalpie de fusion spécifique du polymère utilisé

ΔH_f° : l'enthalpie de fusion du polymère

ω : la fraction massique du PEHD dans le composite



Figure 2.12: Appareil de calorimétrie différentielle à balayage, modèle Q20, TA Instrument

Tableau 2.3: Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage

Diminuer à 10 °C/min jusqu'à -30 °C
Isotherme pendant 5 min
Monter à 10 °C/min jusqu'à 220 °C
Isotherme pendant 5 min
Diminuer à 10 °C/min jusqu'à 30 °C
Isotherme pendant 5 min.
Remonter à 10 °C/min jusqu'à 220 °C
Isotherme pendant 5 min.
Diminuer à 5 °C/min jusqu'à 30 °C

2.4.2.2 *Caractérisation mécanique*

À l'échelle mécanique, plusieurs tests ont été planifiés dans le but de découvrir les propriétés mécaniques des différents CBP, et par conséquent, de déterminer le mode de défibrage qui mène aux meilleures performances mécaniques. Les essais ont été réalisés au laboratoire de l'UQAT selon les normes utilisées dans le tableau 2.4 et les mesures des dimensions des éprouvettes ont été prises avec un pied à coulisse de résolution 0,01 mm et un micromètre de résolution $\pm 0,001$ mm alors que les masses ont été mesurées par une balance de laboratoire d'une résolution de $\pm 0,005$ g.

Tableau 2.4: Essais normalisés utilisés pour la caractérisation des composites bois-polymère.

Tests	Nombre de répétitions	Normes	Dimensions (mm)
Traction	5	ASTM D 638	142 x (19 à l'extrémité, 6 au centre)
Flexion trois-points	5	ASTM D 790	126 x 12
Impact	15	ASTM D 4812	64 x 12
Immersion dans l'eau	3	ASTM D 1037	Diamètre 50
Calorimètre différentiel à balayage	3	ASTM D 3417	-

- Essais de traction

L'essai de traction permet la détermination de certaines propriétés mécaniques suite à l'application d'une charge avec une vitesse prédéfinie. Le test permet de déterminer le module d'Young E (GPa) qui reflète la rigidité du matériau, la résistance à la traction R_m (MPa) et l'allongement à la rupture ε_T . D'après Baïlon et Dorlot (2000), ces paramètres sont calculés à l'aide des équations suivantes :

$$E = \frac{F_p}{b \cdot h \cdot \varepsilon_T} \quad (2.5)$$

$$R_m = \frac{F_m}{b \cdot h} \quad (2.6)$$

$$\varepsilon_T = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.7)$$

F_p : Force mesurée à la limite proportionnelle (N) ;

L_0 : Longueur initiale (mm);

b : Largeur de l'échantillon (mm);

h : Épaisseur de l'échantillon (mm);

ΔL : Allongement (mm).

Le test de traction est réalisé selon la norme ASTM D 638, avec une vitesse de 5 mm/min et en utilisant des échantillons moulés. Les tests sont effectués sur une machine d'essais universelle, Zwick/Roell Z020 de capacité 20 kN (Figure 2.13), avec 5 éprouvettes pour chaque formulation de composites.



Figure 2.13: Machine d'essais Universelle Zwick/Roell Z020 utilisée pour les tests de traction et de flexion

- Essais de flexion trois-points

L'essai de flexion trois-points est réalisé suivant la norme ASTM D 790 à l'aide de la même machine utilisée pour la traction, la Zwick/Roell Z020. Le module d'élasticité E (GPa), la résistance à la flexion R_{mf} (MPa) et la déformation maximale en flexion (%) sont calculés selon les équations suivantes (Baïlon et Dorlot, 2000).

$$E_f = \frac{F_p \cdot L_f^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \quad (2.8)$$

$$R_{mf} = \frac{3 \cdot F_m \cdot L_f}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (2.9)$$

$$\varepsilon_T(\%) = \frac{6 \cdot R_{mf} \cdot h}{L_f^2} \times 100 \quad (2.10)$$

Où,

L_f : Longueur entre appuis (mm);

b : Largeur (mm);

F_p : Force mesurée à la limite proportionnelle (N);

h : Épaisseur (mm);

F_m : Force maximale mesurée (N)

- Test d'impact

L'évaluation de la capacité d'un matériel à résister au choc et l'estimation de sa ténacité est assurée à travers le test d'impact. L'idée consiste à libérer un pendule d'une hauteur précise, pour descendre et rompre l'éprouvette fixée dans la partie inférieure du dispositif, ainsi, on peut mesurer la résilience du matériau (kJ/m) selon l'équation ci-dessous :

$$a_\omega = \frac{E_c}{b \cdot h} \times 1000 \quad (2.11)$$

Où,

a_w : Résistance au choc d' éprouvettes en kJ/m^2 ;

b : Largeur de l'éprouvette (mm) ;

h : Épaisseur de l'éprouvette (mm) ;

E_c : Énergie absorbée par le choc (J).

Quinze éprouvettes ont été utilisées pour chaque formulation de CBP, le test est réalisé suivant la norme ASTM D 790 (Tableau 2.4) avec la machine Zwick/Roell modèle HIT, Allemagne (Figure 2.14).



Figure 2.14: Dispositif d'essai d'impact modèle HIT, Zwick/Rowell

2.4.2.3 *Test d'immersion dans l'eau*

Le test d'immersion dans l'eau permet l'étude de l'hygroscopicité des CBP et leur stabilité dimensionnelle, en mesurant le pourcentage d'absorption d'eau (gain en masse), ainsi que le test du gonflement en épaisseur.

Le test de gonflement par immersion dans l'eau est réalisé au laboratoire de l'UQAT selon la norme ASTM D 570 (Tableau 2.3). Il consiste à immerger des éprouvettes sous

formes de disque dans l'eau distillée, et à mesurer à trois points de l'éprouvettes, l'épaisseur et la masse à des intervalles de temps bien précis (Jour 0, J2, J7, J14, J21 et J28). Trois éprouvettes sont mesurées par chaque formulation de CBP, dans le but de calculer le gain en épaisseur et en masse selon les équations suivantes :

$$GM(\%) = \frac{M_p - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2.12)$$

$$GE(\%) = \frac{E_p - E_0}{E_0} \times 100 \quad (2.13)$$

Où,

GM : Gain en masse;

GE : Gain en épaisseur

M_0 : Masse du composite à l'état initial ;

M_p : Masse du composite à l'instant du prélèvement de la mesure après immersion dans l'eau;

E_0 : Épaisseur du composite à l'état initial;

E_p : Épaisseur du composite juste après l'immersion dans l'eau;

2.4.2.4 Analyse statistique :

Des analyses de variance (ANOVA) sont réalisées pour déterminer les effets des variables indépendantes étudiés dans le projet (la proportion de fibres dans les CBP et le mode de défibrage) sur les propriétés physiques et mécaniques. Le modèle utilisé est présenté dans l'équation (2.14).

$$Y_i = A + B + A \times B \quad (2.14)$$

Où,

Y_i : Variables dépendantes ou explicatives (module d'élasticité en traction, module de rupture en traction, déformation maximale en traction, énergie de rupture, énergie d'impact, module d'élasticité en flexion, module de rupture en flexion, déformation maximale en flexion, gain en épaisseur, gain massique, température de fusion, température de cristallisation, enthalpie de fusion, enthalpie de cristallisation et taux de cristallinité)

A : Effet du type de fibres

B : Effet de la proportion de fibres

A x B : Effet de l'interaction du type et de la proportion de fibres

Toutes les analyses statistiques sont considérées significative à un seuil de $\alpha = 0,01$ et sont exécutés avec le logiciel R (R version 2.15.0, R Development Core Team, 2012). Le logiciel se base sur la méthode de la régression linéaire par les moindres carrés qui sert à minimiser l'écart entre les différences significatives et les moyennes (Monino et al.,2007)

2.4.3 Caractérisation des granules énergétiques

2.4.3.1 Caractérisation thermique

Le pouvoir calorifique est défini par la quantité d'énergie produite par un matériau lors d'une réaction de combustion. Le pouvoir calorifique est mesuré à l'aide d'un calorimètre automatique isopéribolique à volume constant (Figure 2.15), modèle 6400, Parr Instrument (USA- 2010). Cette mesure permet, en premier lieu, la comparaison du pouvoir calorifique supérieur (PCS) des granules produits à base des fibres TMP, CTMP et SEP, et les fibres de bouleau non traitées. En second lieu, elle permet de comparer les granules SEP avec les granules de chauffage qui existaient sur le marché à usage domestique standard. Le principe de la bombe calorimétrique est de placer environ 1 g de granules humides dans la coupelle du calorimètre, qui est enfermé dans la bombe. Ensuite, la bombe est remplie avec de l'oxygène jusqu'à atteindre une pression de 30 bars sous une température de 30 °C. Si toutes les conditions sont

respectées, un filament métallique, qui joue le rôle d'une bougie d'allumage, déclenche la combustion. Le calorimètre permet d'obtenir le PCS à base humide, il est possible d'estimer la valeur du PCS sur base sèche par la formule (2.11) selon la norme EN14918 (2009).

$$PCS_{base-sec} = PCS_{base-humide} \times \frac{100}{100 - H} \quad (2.14)$$

Où,

$PCS_{base-sec}$: Pouvoir calorifique supérieur sur base sèche ;

$PCS_{base-humide}$: Pouvoir calorifique supérieur sur base humide ;

H : Humidité des granules.



Figure 2.15: Bombe calorimétrique, Parr, modèle 6400

2.4.3.2 *Caractérisation mécanique des granules*

La caractérisation mécanique des granules énergétiques se base sur le test de durabilité ou d'abrasion selon la norme ISO17831. Ces tests permettent l'évaluation de la capacité des granules à maintenir leur intégrité sous des conditions du transport et de

manutention. La durabilité des granules est définie comme étant le pourcentage de la masse de granules qui gardent l'intégrité de leurs morphologies initiales après le test d'abrasion, divisé par la masse de granules introduites au début de l'essai (Lam, 2011). Le test est réalisé à l'aide d'un durabilimètre avec caisson ISO, avec commande automatique par compte-tours. Il s'agit d'introduire environ 500 g de granules tamisés à 3 mm dans le caisson (Figure 2.16). Le caisson est mis en rotation avec une vitesse de 50 tr/min pour faire 500 tours durant 10 min. Le contenu du caisson est tamisé de nouveau avec le même tamis de 3 mm et pesé. À partir de la différence de poids entre la masse initiale et la masse obtenue après le test, on peut déduire l'indice de durabilité des granules (Pellet Durability Index-PDI) qui est calculé selon l'équation (2.15).

$$PDI = \left(\frac{M_r}{M_i} \right) \times 100 \quad (2.15)$$

PDI : Indice de durabilité des granules ;

M_r : Masse des granules récupérés après le test d'abrasion ;

M_i : Masse des granules introduites dans le caisson.



Figure 2.16: Durabilimètre avec caisson ISO

2.4.3.3 *Mesure de la masse volumique réelle*

La détermination de la masse volumique réelle s'inscrit dans la caractérisation physique des granules énergétiques. L'évaluation de la masse volumique a été effectuée à l'aide d'un pycnomètre à hélium (Figure 2.17) modèle AccuPyc 1330 de la marque Micromeritics Instrument Corporation (USA). Il est composé d'une cellule cylindrique de volume $12,08 \text{ cm}^3$, où les granules sont introduits, avant l'injection de l'hélium qui a une grande capacité de se propager dans les pores, pour définir la masse volumique. Le dispositif d'analyse demande de saisir la masse des granules introduits, avant de calculer et afficher la densité réelle de l'échantillon. Trois essais sont effectués pour chaque type de granules.



Figure 2.17: Aperçu du pycnomètre et de la chambre de mesure avec des granules

CHAPITRE III

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Dans ce chapitre, on présente les résultats : de caractérisation morphologique et chimique des fibres de bois de bouleau blanc après les traitements TMP, CTMP et SEP ; des propriétés thermiques, physiques et mécaniques des CBP fabriqués à partir des trois types de fibres (TMP, CTMP et SEP) et finalement de la variation des propriétés physiques et mécaniques des granules énergétiques en fonction des trois modes de défibrage.

3.1 Caractérisation des fibres de bouleau blanc

3.1.1 Propriétés morphologiques

L'analyse de la géométrie des fibres de bois est réalisée par l'analyseur de la qualité des fibres (Metso) après le procédé de défibrage. L'analyse des mesures de la longueur arithmétique moyenne (L_n) des fibres traitées met en évidence l'efficacité du procédé SEP de produire des fibres plus longues par rapport aux autres modes de défibrage (Figure 3.1). Les résultats illustrés sur la figure 3.1 indiquent que la valeur la plus élevée de L_n est observée chez les fibres SEP (0,78 mm), suivi par les fibres CTMP (0,57 mm) et les fibres TMP (0,48 mm). Les diagrammes de distribution de différentes classes de fibres illustrés sur la figure 3.2 montrent que la majorité des fibres SEP (55,2%) sont situés dans l'intervalle (0,5-1,2 mm), alors que pour les fibres CTMP et TMP, la classe de fibres (0,2-0,5 mm) représente l'intervalle le plus dominant, avec des pourcentages de 54,6% et 65,3% respectivement. Ces résultats montrent que les procédés de la mise en pâte TMP et CTMP, produisent des fibres plus courtes, alors que le procédé SEP permet de mieux séparer les fibres en affectant moins leur morphologie, principalement leur longueur.

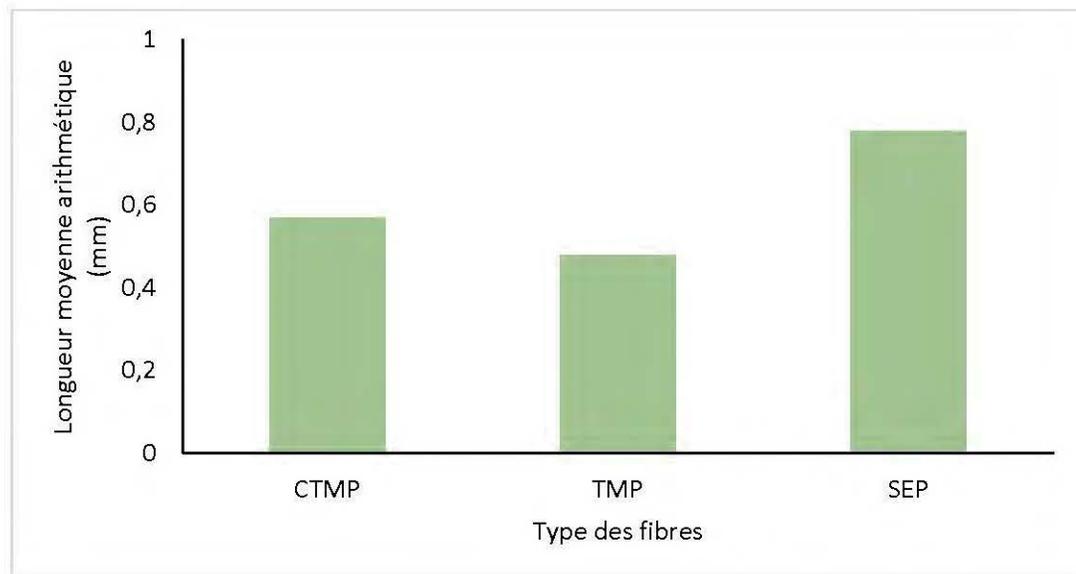


Figure 3.1: Longueur moyenne arithmétique (L_n) des fibres selon le type de défilage

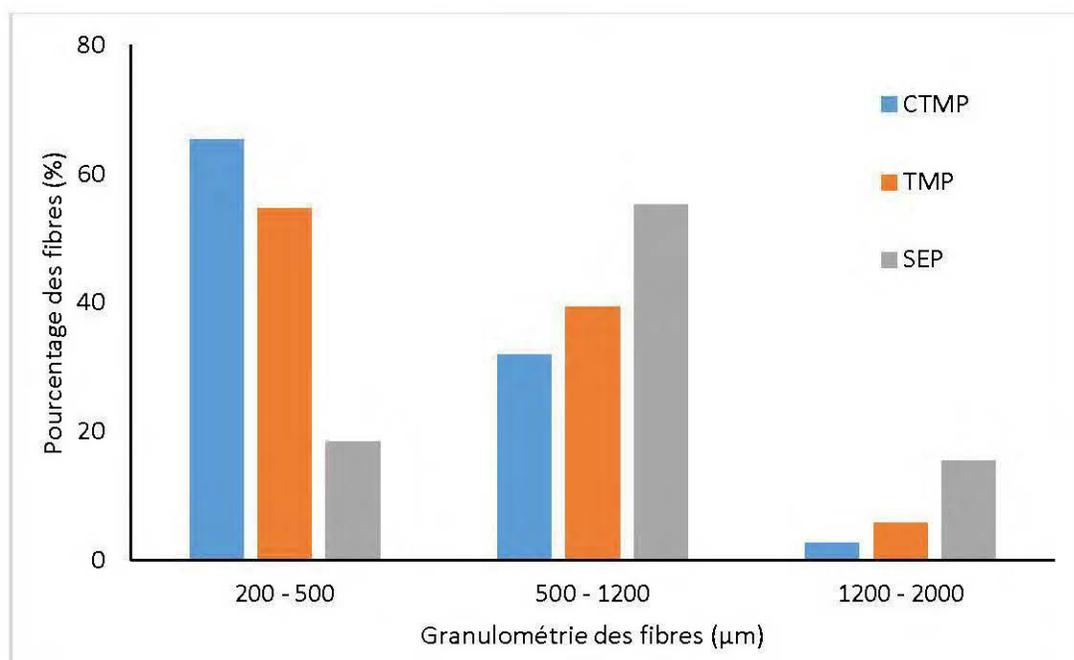


Figure 3.2: Distribution de la population des fibres

3.1.2 Chimie de surface

Les récapitulatifs des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées sont présentés dans le tableau 3.1 (Bouafif et al., 2008a; Pandey et Theagarajan, 1997; Pavia et al., 1979; Olsson et Salmén, 2004). Les figures 3.3a et 3.3b illustrent les spectres d'absorption IR de bois non traité et de fibres TMP, CTMP et SEP du bouleau blanc. De façon générale, toutes les courbes présentent les mêmes bandes d'absorption IR, toutefois la comparaison de ces spectres montre qu'il y a une variation de l'intensité des bandes IR (Figure 3.3b). Ceci montre que les différents procédés de défibrage n'ont pas entraîné des modifications évidentes au niveau de la structure chimique ou de différents groupes fonctionnels de bois du bouleau blanc, qui peut se manifester par la disparition ou l'apparition des nouveaux pics d'absorption. Par ailleurs, la variation de l'amplitude de certains pics à 3360 et 1734 cm^{-1} et dans la zone de $1000\text{-}200\text{ cm}^{-1}$ reflète bien une variation de la concentration de certains éléments chimiques à la surface des fibres issues de différents modes de défibrage (TMP, CTMP et SEP) comparé au bois non traité. En effet, l'intensité de bande d'absorption à 3360 cm^{-1} est plus importante au niveau du spectre IR de bouleau blanc non traité et des fibres TMP comparativement à celles des fibres CTMP et SEP. La diminution de l'intensité de cette bande au niveau des fibres CTMP et SEP peut être due à la diminution des concentrations des extractibles, des lignines et/ou des carbohydrates, plus spécifiquement du groupe O-H des alcools et des phénols, après les procédés thermochimique ou d'explosion à la vapeur. De façon générale les fibres CTMP présentent les intensités les plus faibles par rapport aux autres traitements, ce qui implique que le procédé CTMP influence fortement la composition chimique du bois du bouleau blanc. De plus, selon Chen et al. (1998), la bande 3360 cm^{-1} dépend strictement de l'eau absorbée (O-H étirement). En conséquence, l'intensité élevée de cette bande au niveau du bois non traité montre que ce dernier absorbe plus d'eau que les fibres TMP, SEP et CTMP, respectivement (figure 3.3b). Dans ce contexte,

Migneault et al. (2011) ont montré que les panneaux MDF à base de fibres CTMP ont eu des propriétés mécaniques plus importantes que ceux à base de fibres TMP.

De même, l'intensité de bande d'absorption à 1734 cm^{-1} , qui est due à l'étirement des carbonyles (C=O) des aldéhydes et des groupes acétyles (Pandey, 1999), est plus importante au niveau du bois non traité et des fibres TMP comparativement à celles de CTMP et SEP. Les fibres SEP, présentent le signal le plus faible autour de cette bande (1733 cm^{-1}) suivi par CTMP et TMP respectivement, ce qui implique que les procédés d'explosion à la vapeur et thermochimique ont influencé négativement la concentration des extractibles, des lignines et/ou des carbohydrates. Selon Pandey et Pitman (2003), cette bande est principalement attribuée à la liaison C=O non conjugué dans les xylanes, et par conséquent la diminution très prononcée de ce pic à la surface des fibres SEP peut être principalement associé à la réduction de la quantité des xylanes après la procédure SEP. Selon Migneault et al. (2011), les températures élevées utilisées lors du procédé SEP dépassent la température du point de ramollissement des polymères de bois amorphe, et par conséquent l'intensité faible de la bande au voisinage de 1733 cm^{-1} observé dans le cas de fibres SEP peut être liée aux changements apportés au niveau des hémicelluloses principalement et de la lignine en partie sous l'effet de la température. Ceci peut être aussi vrai pour le CTMP, où il y a un effet combiné de la température et des produits chimiques, bien que la température utilisée au niveau du procédé CTMP est relativement faible par rapport au procédé SEP, ce qui peut expliquer en partie, le signal plus fort de cette bande au niveau du spectre des fibres CTMP comparé à celui du SEP. Par ailleurs, les intensités des bandes caractéristiques de la lignine ($1607, 1510, 1454, 1425$ et 1267 cm^{-1}) sont plus importantes au niveau du spectre des fibres SEP par rapport au bois non traité et les fibres TMP, et CTMP, respectivement. Ceci implique que le procédé de SEP a favorisé la présence de la lignine en surface des fibres comparativement aux autres traitements (bois non traité, TMP et CTMP). Selon Emmel et al (2003), l'augmentation de l'intensité du signal au voisinage de 1600 cm^{-1} peut être expliquée par la respiration des anneaux aromatiques. Li et al. (2007) ont conclu que la modification chimique de la lignine sous l'effet du

procédé de l'explosion à la vapeur provoque la liquéfaction de la lignine, de manière qu'elle devienne plus présente en surface par rapport aux autres composants chimiques. Les résultats de cette étude affirment leurs conclusions (Figure 3.3b). De plus, les fibres CTMP présentent la teneur la plus faible en lignine comparée à celle du TMP en surface (Figure 3.3b). Les mêmes résultats sont trouvés par Migneault et al. (2015). Ceci dit que le mode de défibrage thermochimique influence de façon négative et significative la teneur de la lignine en surface des fibres que le procédé de défibrage thermomécanique.

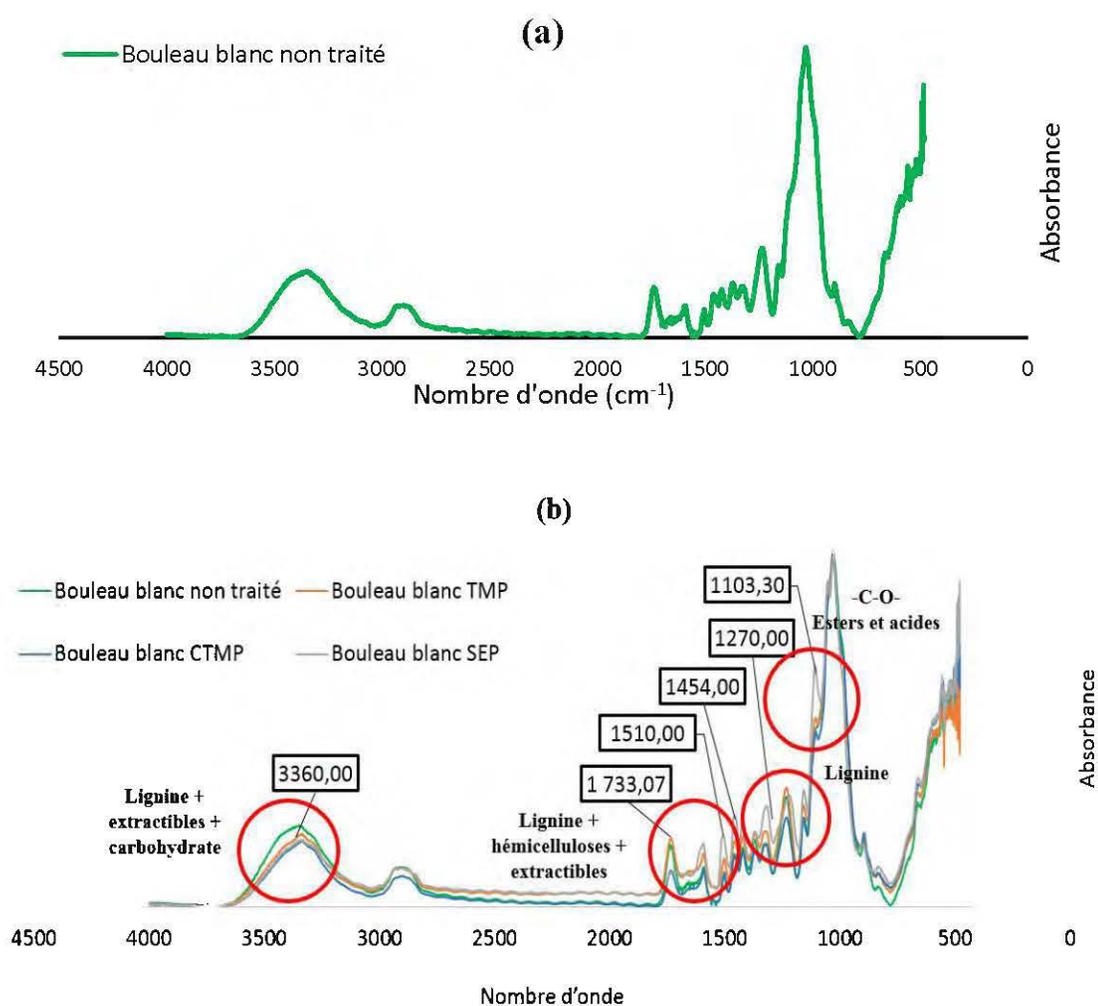


Figure 3.3: a) Spectre d'absorption IR du bois du bouleau blanc b) Spectre d'absorption IR des fibres de bouleau blanc non traitées, TMP, CTMP et SEP

Tableau 3.1: Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées (Pavia et al., 1979, Pandey et Theagarajan 1997, Bouafif et al., 2008).

Longueur d'onde (cm^{-1})	Liaison	Groupements
3200-3400	-O-H-	Alcools et phénols
3100-3500	-N-H-	Alcools et phénols
3000-3100	=C-H	Alcènes
2800-3000	-C-H-	Alcanes
1650-1750	-C=O-	Aldéhydes, Ester aliphatiques et aromatiques
1525-1685	-C=C-	Alcynes et aromatiques
1050-1450	-C-O-	Esters et acides
1000-1250	-C-O-	Alcools

3.1.3 Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique (TGA)

Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées pour comparer les différents modes de séparation des fibres de bouleau blanc. L'analyse a été basée sur le fait que chacun des composants de la paroi cellulaire des fibres a une température de dégradation distincte et un taux de libération d'énergie spécifique, lors de la rupture thermique.

Les figures 3.4 et 3.5 illustrent les courbes d'analyse thermogravimétrique des trois types de fibres (CTMP, TMP et SEP) et du PEHD ; soit la perte de masse (Figure 3.4) et la dérivée temporelle de la masse (DTG) en fonction de la température (Figure 3.5). Les graphiques montrent plusieurs étapes de pertes de masse. En accord avec des études antérieures (Gonzalez et Myers, 1993; Wielage et al., 1999), on remarque que le bois commence à se dégrader à des températures plus basses que le PEHD. En effet, une perte de masse initiale est observée entre 60 et 110 °C en raison de l'évaporation progressive de l'humidité et des composés volatils, quel que soit le mode de défibrage. Les courbes de TMP et CTMP, sont presque identiques et présentent 3 étapes de décompositions après la température 110 °C. La première étape de dégradation thermique (a), indiquée par un relief entre 220 °C et 310 °C, peut être attribuée à la dégradation des xylanes, qui sont les principales hémicelluloses dans le bois des feuillus (Yemele et al., 2010).

La deuxième étape est un pic large (b) se produisant à 320 et 380 °C, qui reflète la déperdition de la cellulose, avec un taux de dégradation maximum à 350 °C ce qui est en accord avec la littérature qui indique la dégradation des celluloses à des températures supérieures à 200 °C (Amidon et al., 2008; Kim et al., 2001). Pour la courbe des fibres SEP, on signale que le relief associé aux hémicelluloses (a) est largement réduit, comparativement aux mêmes pics des fibres TMP et CTMP. Ces résultats sont similaires à ceux rapportés par Martin-Sampedro et al. (2011), qui montrent une réduction progressive des xylanes explosés. En outre, la disparition du relief associé aux hémicelluloses après le procédé de SEP confirme les résultats d'Amidon et al.

(2008) qui indiquent la dégradation des hémicelluloses à partir de 160 °C. En effet, l'utilisation des températures qui dépassent 200 °C lors du procédé de l'explosion à la vapeur justifie la faible teneur en hémicelluloses dans les fibres SEP et affirme les résultats trouvés par l'analyse spectroscopique.

La deuxième étape thermique des fibres SEP se résume dans un seul pic large, centré à 360 °C. On observe une légère augmentation de la température de ce pic par rapport aux fibres TMP et CTMP. Ceci peut être attribué à l'amélioration de la cristallinité des chaînes cellulosiques des fibres de bois, après un traitement d'explosion à la vapeur (Deepa et al., 2011).

Un dernier pont (c) est observé sur les courbes DTG sur les trois types de fibres, juste avant la dégradation totale de la matière lignocellulosique, entre 430 et 520 °C, pour les TMP et les CTMP et vers 500-600 °C pour les fibres SEP. D'après Martin-Sampedro et al. (2011), cette perte de poids correspond à la lignine et l'augmentation de la température de dégradation maximale de 480 °C à 540 °C pour les SEP suggère des réactions de condensations possibles de la lignine lors d'un procédé d'explosion à la vapeur. Ces résultats montrent que le procédé de l'explosion à la vapeur entraîne des modifications chimiques considérables à la surface des fibres de bois (Jacquet et al., 2010).

La décomposition thermique de la matrice polymère PEHD, peut être décrite par une réaction d'une seule étape, se produisant à 400 °C avec la vitesse maximale de la perte de masse à 430 °C. Ce comportement s'explique par la structure homogène du thermoplastique, qui se décompose en monomères d'éthylènes (Bouafif et Koubaa, 2009).

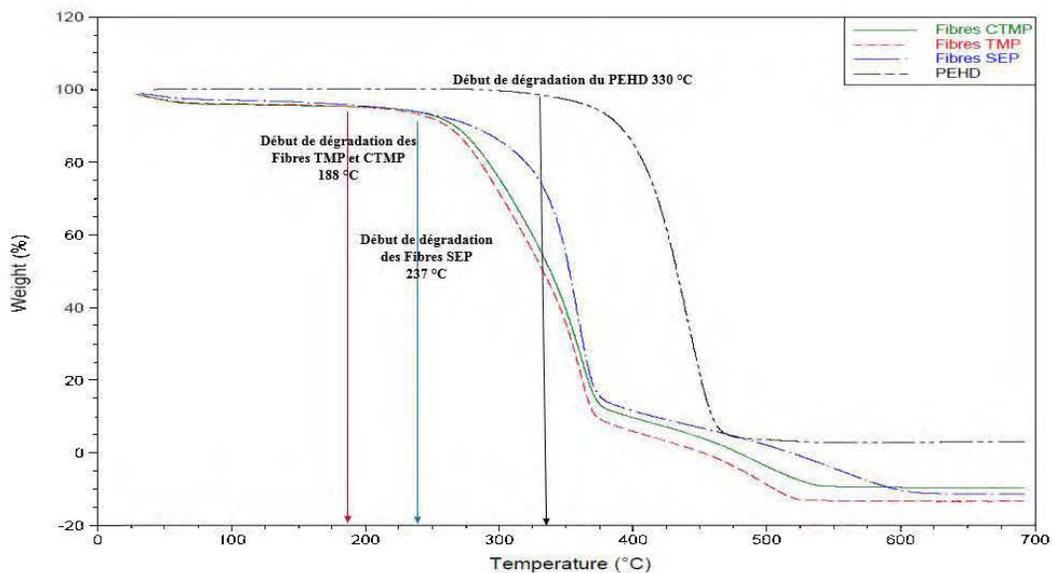


Figure 3.4: Analyses thermogravimétriques (TGA) des fibres de bois de bouleau blanc; CTMP, TMP et SEP et des échantillons en polyéthylène haute densité (HDPE).

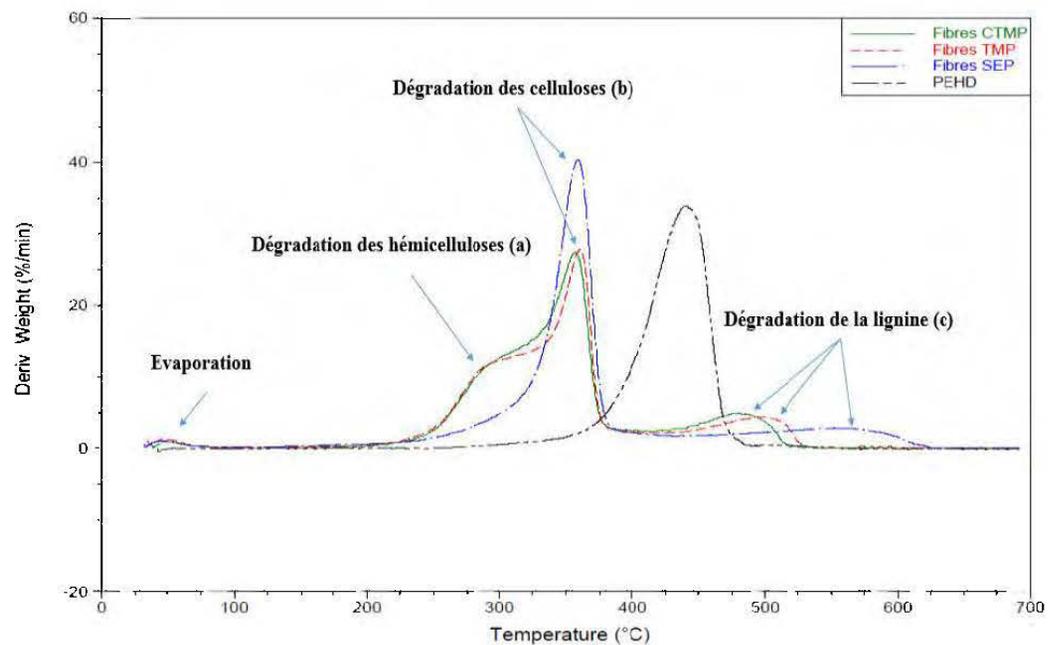


Figure 3.5: Courbes des dérivées thermogravimétriques (DTG) des fibres de bois de bouleau blanc ; CTMP, TMP et SEP et des échantillons en polyéthylène haute densité (HDPE).

3.2 Caractérisation des composites bois polymère

3.2.1 Analyse de la variance

Les tableaux 3.2 et 3.3 présentent les valeurs de la distribution F qui est le résultat du rapport entre les deux indices de variabilité (inter et intra-groupes). L'analyse de variance montre que les variations des propriétés mécaniques et de la résistance à l'absorption d'eau en fonction du type de fibres utilisé (A) ainsi que du taux de fibres dans le mélange (B) sont significatives à $\alpha = 0,01$ (Tableau 3.2). L'interactions entre les deux facteurs (A) et (B), est significative pour toutes les propriétés physicomécaniques. Le tableau 3.3 présente les résultats de l'analyse de variance des enthalpies de cristallisation et de fusion, des températures de cristallisation et de fusion ainsi que le taux de cristallinité en fonction des deux facteurs (A) et (B), et leur interaction (A) x (B).

3.2.2 Caractérisation thermique : Calorimètre différentiel à balayage (DSC)

Les résultats de DSC, montrent que la variation du type de fibres influence significativement les températures de fusion et de cristallisation, alors que le taux de fibres n'influence significativement que la température de fusion. Les valeurs du taux de cristallinité varient d'une manière non significative quel que soient le type de défibrage ou le taux de fibres.

Les fibres de bois montrent une augmentation de la température et de l'enthalpie de fusion avec le type de défibrage (Tableau 3.4). En effet, la température moyenne de fusion (T_f) pour les fibres CTMP est de 116,45 °C, et elle s'élève à 142,71 °C et 170,61 °C pour les TMP et les SEP, respectivement. Quant aux valeurs de l'enthalpie de fusion, l'énergie la plus faible est accordée aux fibres TMP avec une moyenne de 129,59 J/g, alors qu'elle atteint les 199,70 J/g et 246,73 J/g pour les fibres CTMP et SEP, respectivement. La figure 3.6 montre une courbe typique de DSC des CBP à base de 50% de fibres TMP qui sert à calculer les enthalpies et les températures de fusion et de cristallisation avec le logiciel d'analyse TA instrument.

Tableau 3.2: Analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs de F et leur signification pour chaque source de variation pour les propriétés mécaniques et physiques

Source	Propriétés mécaniques							Propriétés physiques		
	Flexion 3 points			Traction simple				Impact	GM	GE
	MOE	MOR	Déf. max.	MOE	MOR	Déf. max.	E rup	E imp		
Type de fibre (A)	88,5**	1021,2**	17,2**	137,3**	355,1**	12,1**	52,2**	43,6**	195,3**	20,5**
Proportion de fibre (B)	431,8**	758,1**	389,7**	756,5**	113,9**	94,8**	10,6**	49,9**	1272,4**	303,7**
(A) × (B)	4,8*	33,8**	23,9**	3,5*	10,9**	12,5**	6,8**	6,7**	42,2**	6,5**

Tableau 3.3: Analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs de F et leur signification pour chaque source de variation pour les propriétés thermiques

Source	Propriétés thermiques DSC				
	Taux de cristallinité	Enthalpie de cristallinité	Enthalpie de fusion	Température de cristallisation	Température de fusion
Type de fibre (A)	2.1 ^{NS}	3.3 ^{NS}	2.8 ^{NS}	3.9*	14.1**
Proportion de fibre (B)	0.6 ^{NS}	14.5**	22.6**	0.8 ^{NS}	8.2*
(A) × (B)	1.6 ^{NS}	2.9 ^{NS}	2.3 ^{NS}	0.3 ^{NS}	4.9*

NS : non significaf, * : significatif à $\alpha=0,05$; ** : significatif à $\alpha=0,01$

La température moyenne de fusion varie légèrement entre 126,8 et 128,7 °C quel que soit le type et la proportion des fibres dans les CBP. Ces résultats sont en accord avec les études de (Borysiak, 2007; Bouza et al., 2006), qui indiquent que la variation du taux de fibres n'affecte pas directement la température de fusion dans les CBP.

L'analyse de variance (Tableau 3.3) montre que généralement le type de fibre n'influence pas les enthalpies de fusion et de cristallisation, alors que la proportion de fibres au niveau des CBP influence significativement ces paramètres. Les enthalpies les plus élevées sont enregistrées au niveau des CBP à base de 30% de fibres SEP (156,0 J/g) suivi par TMP (129,3 J/g) et CTMP (128,1 J/g). Ces résultats sont aussi vrais pour les enthalpies de cristallisation, où on note une valeur de 167,6 J/g pour les fibres SEP, 131,0 J/g pour TMP et 111,5 J/g pour CTMP.

Concernant la variation de la température de cristallisation, elle est significative à $\alpha = 0,05$ pour le type de fibre utilisé, mais elle est non significative par rapport à la proportion de fibres et à l'interaction entre (A) et (B). La température de fusion varie considérablement avec les deux paramètres étudiés. En effet la variation de la température de fusion est significative à $\alpha = 0,01$ avec le type de fibres et à $\alpha = 0,05$ avec la proportion des fibres. L'interaction entre le type et la proportion des fibres est aussi significative sur la température de fusion. On peut conclure que la température de cristallisation est influencée principalement par le type de fibres utilisé alors que la température de fusion peut dépendre du type et de la proportion des fibres ainsi que de leur interaction.

Le taux de cristallinité des CBP à base de fibres TMP et CTMP a augmenté en augmentant la proportion des fibres dans les composites (Tableau 3.4). Ces résultats sont similaires à ceux rapportés dans des études antérieures et qui ont constaté que le taux de cristallinité augmente linéairement avec l'augmentation du taux de fibres dans les CBP (Bouafif, 2009; Joseph et al., 1999). En effet, l'ajout des fibres de bois dans une matrice polymère, entraîne une amélioration de la cristallinité du mélange en agissant en tant qu'agent de nucléation (Bouafif, 2009; Joseph et al., 1999). Joseph et

al. (2003) ont montré que la température de cristallisation et le taux de cristallinité augmentent avec l'ajout des fibres de sisal. Borysiak (2007) a rapporté une forte augmentation de la température de cristallisation et de la cristallinité suite à l'ajout des fibres de pin ou de hêtre au polypropylène (Borysiak, 2007). Cette tendance n'était pas observée pour les CBP à base de fibres SEP, où une diminution du taux de cristallinité est enregistrée avec l'augmentation de la proportion des fibres (Tableau 3.5). Ces résultats contrarient les résultats de TGA, où une augmentation de la température de dégradation des celluloses est notée, ce qui indique un gain de taux de cristallinité au niveau des celluloses des fibres SEP. L'effet de la proportion des fibres sur la cristallinité des composites à base de fibres SEP dans le présent travail est non claire et reste limité par le nombre restreint de répétitions effectuées (3 répétitions) pour ce test et/ou une grande variation au niveau de même groupe de CBP est enregistrée (même proportion de fibres).

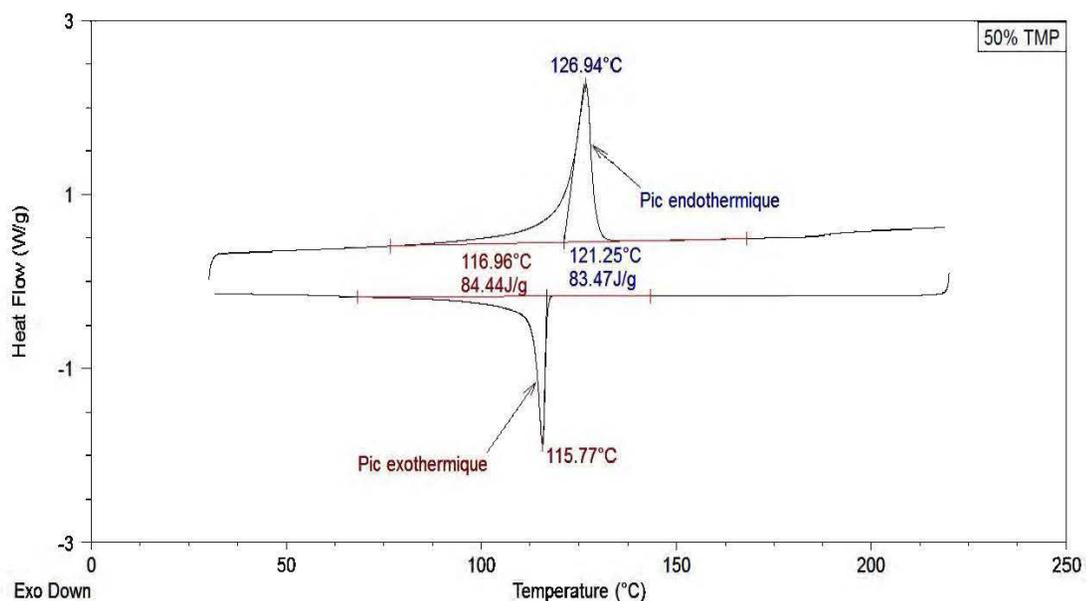


Figure 3.6: Courbe typique de l'analyse calorimétrique à balayage (DSC) des CBP- Cas des CBP à base de 50% de fibres TMP.

Tableau 3.4: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des enthalpies de fusion et de cristallisation, des températures de fusion et de cristallisation et du taux de cristallinité des CBP à base des fibres TMP, CTMP et SEP

Type	Formulation	Tf (°C)	Tc (°C)	ΔH_f (J/g)	ΔH_c (J/g)	Xc (%)
PEHD	100% PEHD	127,6	108,9	194,1	203,0	66,2
CTMP	100% CTMP	116,5 (4,2)	-	199,7 (45,31)	-	-
	CBP 30%	127,6 (0,7)	115,7 (0,4)	128,1 (13,2)	111,5 (13,1)	56,6 (5,9)
	CBP 40%	127,3 (0,7)	115,8 (0,3)	108,2 (21,7)	111,8 (21,7)	61,5 (12,4)
	CBP 50%	126,9 (0,2)	115,7 (0,1)	89,1 (8,1)	99,1 (9,7)	64,7 (7,2)
TMP	100% TMP	142,7 (23,6)	-	129,6 (55,0)	-	-
	CBP 30%	127,3 (0,7)	115,9 (0,2)	129,3 (4,6)	131,2 (11,5)	63,0 (2,3)
	CBP 40%	128,2 (0,3)	115,8 (0,5)	101,6 (16,7)	99,1 (27,7)	57,8 (9,5)
	CBP 50%	126,8 (0,3)	115,7 (0,1)	81,8 (14,4)	89,4 (18,1)	59,5 (12,6)
SEP	100% SEP	170,6 (13,8)	-	246,7 (73,0)	-	-
	CBP 30%	128,4 (0,1)	116,1 (0,1)	156,0 (12,4)	167,6 (21,0)	76,1 (6,1)
	CBP 40%	128,2 (0,3)	116,3 (0,1)	117,6 (5,4)	115,3 (11,8)	63,5 (5,9)
	CBP 50%	128,7 (0,3)	116,1 (0,2)	90,5 (6,8)	92,9 (10,5)	61,8(4,6)

3.2.3 Effet du mode de défibrage sur les propriétés physiques et mécaniques des CBP

3.2.3.1 Propriétés en traction

Pour toutes les propriétés mécaniques étudiées, l'analyse de variance (tableau 3.2) montre que le type et la proportion de fibres dans le mélange influencent de façon très significative toutes les propriétés mécaniques des CBP à savoir les MOR et MOE et la déformation en traction et en flexion ainsi que l'énergie d'impact. L'interaction entre le type et la proportion de fibres est également influencé par les propriétés étudiées.

Le tableau 3.5 présente les résultats des caractéristiques mécaniques de l'essai de traction. À partir de ces données, on constate que les CBP à base de fibres SEP ont présenté les plus faibles propriétés en termes du MOE (2.96 GPa) et MOR (32.66 MPa). Les CBP fabriqués à partir de fibres CTMP et TMP ont des propriétés comparables, quelle que soit la teneur en fibres dans le mélange, par exemple la moyenne du MOE pour les CBP à base de TMP est égale à 3,74 GPa et 3,49 GPa pour ceux fabriqués par les fibres CTMP. De façon générale, les valeurs du MOE et MOR en traction et flexion des CBP fabriqués augmentent avec l'augmentation des proportions de fibres quel que soit le type de défibrage (SEP, CTMP et TMP). En contrepartie, la déformation diminue avec la proportion des fibres dans les composites. Les CBP à base de fibres SEP 30% ont montré la plus élevée déformation alors que les CBP à base de fibres SEP 50% ont montré la plus faible déformation (2,71%). Ces résultats confirment, les études antérieures de Hsu et al. (1988), révélant que le procédé d'explosion à la vapeur influence négativement la rigidité des fibres de bois, et par conséquent la rigidité des CBP à base des fibres SEP. Par ailleurs, les valeurs comparables du MOE et MOR des CBP à base des fibres TMP et CTMP, concordent avec ceux de Migneault et al. (2010), qui confirment qu'en termes de propriétés mécaniques les panneaux MDF fabriqués avec des fibres TMP et CTMP sont similaires.

3.2.3.2 Propriétés en flexion

Les résultats des essais de flexion trois-points suivent exactement la même tendance des résultats discutés à l'essai de traction. Les MOE et MOR les plus élevés sont associées aux CBP à base des fibres TMP 50% suivie par les CTMP 50% et ensuite les SEP 50% (Tableau 3.5).

3.2.3.3 Énergie d'impact

Les résultats des essais d'impact (Tableau 3.5) confirment la ressemblance des caractéristiques mécaniques des fibres TMP et CTMP. L'énergie d'impact moyenne est de 23,16 kJ/m² et 22,65 kJ/m² pour les CTMP et les TMP, respectivement. Une diminution de 22,32% (17,99 KJ/m²) de cette énergie est notée pour les CBP à base de fibres SEP par rapport à ceux à base de fibres CTMP. En accord avec la littérature, l'énergie d'impact est un paramètre largement sensible à l'augmentation de la teneur en fibres dans le mélange (Migneault et al., 2014). Les fibres SEP sont les plus affectées avec une diminution de 42,21%, en passant de 30% à 50% de fibres, comparativement à 28,31% pour les TMP et 15,13% pour les CTMP. La figure 3.7 illustre les variations de l'énergie d'impact en fonction du pourcentage des fibres et le type de fibre utilisé.

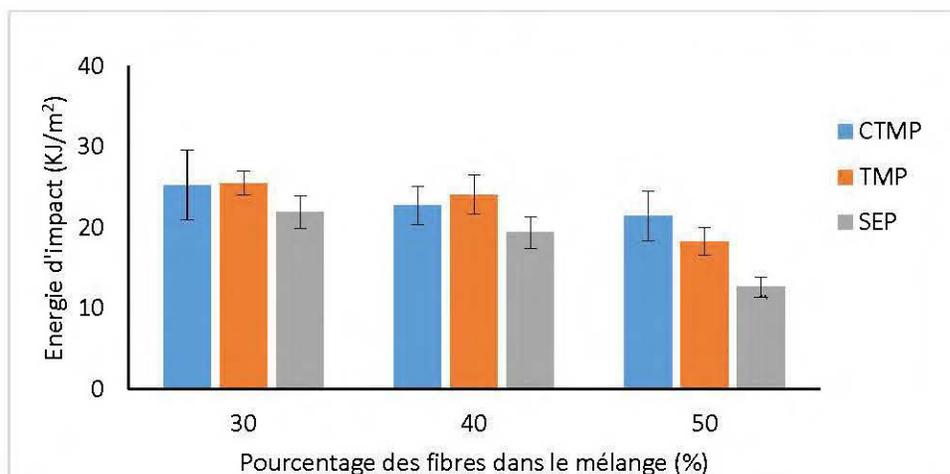


Figure 3.7: Énergie d'impact des CBP en fonction de la teneur en fibres

Tableau 3.5: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des propriétés mécaniques en traction, en flexion et à l'impact

Type de fibres	Taux de fibres (%)	Traction			Flexion trois points			Impact
		MOE (GPa)	MOR (MPa)	Déformation (%)	MOE (GPa)	MOR (GPa)	Déformation (%)	Énergie (kJ/m ²)
PEHD	0	0,63 (0,08)*	16,57 (0,61)	36,53 (6,31)	0,65 (0,02)	21,62 (0,48)	-	69,2 (0,3)
TMP	30	2,83 (0,12)	39,72 (0,47)	4,59 (0,47)	2,16 (0,10)	48,75 (1,07)	8,43 (0,86)	25,5 (1,4)
	40	3,64 (0,14)	47,01 (0,53)	4,40 (0,17)	2,50 (0,05)	56,33 (0,52)	6,72 (0,16)	24,1 (2,4)
	50	4,76 (0,12)	51,04 (2,53)	3,65 (0,13)	3,11 (0,16)	63,65 (2,22)	4,93 (0,25)	18,3 (1,7)
	Moyenne	3,74	45,93	4,21	2,59	56,24	6,69	22,7
	30	2,80 (0,19)	40,66 (1,98)	4,41 (0,48)	2,06 (0,06)	48,61 (0,90)	8,79 (0,37)	25,3 (4,3)
CTMP	40	3,35 (0,10)	44,39 (2,53)	3,83 (0,50)	2,42 (0,05)	52,87 (0,74)	6,69 (0,32)	22,7 (2,4)
	50	4,33 (0,11)	51,26 (1,78)	3,58 (0,23)	2,84 (0,08)	60,51 (0,87)	5,61 (0,11)	21,5 (3,1)
	Moyenne	3,49	45,44	3,94	2,44	54,00	7,03	23,2
	30	2,12 (0,03)	30,15 (0,23)	4,89 (0,32)	1,65 (0,05)	37,87 (0,52)	10,59 (0,62)	21,9 (2,0)
SEP	40	2,87 (0,13)	34,50 (0,82)	3,92 (0,40)	2,14 (0,11)	44,88 (1,40)	7,51 (0,44)	19,4 (1,9)
	50	3,88 (0,16)	33,34 (1,32)	2,71 (0,12)	2,69 (0,11)	47,09 (0,58)	4,47 (0,18)	12,7 (1,2)
	Moyenne	2,96	32,66	3,84	2,16	43,28	7,52	18,0

3.2.3.4 *Discussion des résultats des propriétés mécaniques*

- Effet du mode de séparation des fibres

Conformément aux études antérieures, on remarque que les fibres TMP et CTMP se ressemblent énormément au niveau des propriétés mécaniques à savoir, le MOE, le MOR, la déformation maximale, en flexion et en traction, ainsi que l'énergie d'impact, quel que soit la teneur en fibres dans le mélange (Migneault et al., 2010). Néanmoins, le MOE et le MOR en traction et en flexion des échantillons à base de fibres SEP sont toujours inférieurs à ceux à base de fibres TMP et CTMP. On peut expliquer ce phénomène par la modification chimique introduite sur la structure de la lignine des fibres de bouleau blanc lors du procédé de l'explosion à la vapeur. En effet, la caractérisation chimique des fibres SEP a montré une présence intensive de la lignine à la surface des fibres, suite à une réaction de liquéfaction. Selon Bouafif et al. (2008b), une réaction d'estérification doit s'établir entre le groupe hydroxyle des fibres et les groupes anhydrides du MAPE pour garantir une meilleure adhésion entre les fibres de bois et le plastique. La surface rendue riche en lignine réagit avec les groupes C=O et empêche la formation de liaisons esters entre les fibres de bois et l'agent de couplage MAPE (Bouafif et al., 2009a). Ce blocage entraîne une faible adhésion entre les fibres et le polymère, ce qui pourrait expliquer les faibles valeurs de résistance mécanique obtenues. De plus, les températures élevées utilisées durant le procédé du vapocraquage pourraient apporter des changements significatifs au niveau des propriétés mécaniques (Winandy et Rowell, 1984). En particulier, la dégradation des hémicelluloses sous l'effet de la chaleur est considérée en tant que facteur principal de la réduction de la résistance mécanique.

Ces changements dans la structure chimique de la matière lignocellulosique provoquent une augmentation du pourcentage de déformation maximale dans les CBP à base de SEP avec un taux de 30% et 40% de fibres, et par la suite une légère amélioration de la ductilité par rapport aux composites de TMP et de CTMP.

- Effet de la teneur en fibres

Les résultats des propriétés mécaniques en traction et en flexion montrent une amélioration des MOE et des MOR des CBP, en premier lieu par rapport au PEHD pur et au second lieu, en augmentant le taux de fibres dans le mélange. En effet, le MOE en traction du PEHD passe de 0,6 GPa à 2,12 GPa après l'addition de 30% de fibres SEP (Tableau 3.5). Ce résultat affirme des études précédentes, effectués sur les CBP, qui indiquent que l'ajout de tous types de fibres entraîne un renforcement de la matrice PEHD, en termes de rigidité et de résistance (Migneault et al., 2015). D'autre part, on enregistre une diminution du pourcentage de déformation en flexion et en traction, tout en passant de 30% à 50% de fibres dans le mélange. Ce qui permet de conclure que les CBP à haute teneur en fibres devraient être évités pour les applications où la ténacité et la ductilité sont indispensables (Migneault et al., 2014).

3.2.3.5 *Stabilité dimensionnelle*

Les essais d'immersion dans l'eau nous permettent d'étudier la stabilité dimensionnelle des CBP mesurés par l'absorption massique (en pourcentage), ainsi que le gonflement en épaisseur. Les données présentées au tableau 3.6 et aux figures 3.8 et 3.9 illustrent le comportement des éprouvettes de CBP en immersion dans l'eau. Le tableau 3.3 montre une comparaison multiple entre les moyennes du gain massique et du gain en épaisseur effectué avec le logiciel R à partir des données statistiques. On peut remarquer par exemple, pour le gain massique, que la formulation 30% de SEP (a) est la plus performante. Alors que celle de 40% de SEP est classée deuxième au même groupe que les composites 30% de TMP et 30% de CTMP (b). Autrement dit, le gain massique de ces trois échantillons peut être considéré comme similaire malgré les différences au niveau du pourcentage et du type des fibres. Ceci prouve que le caractère hydrophobe est plus fort chez les fibres SEP que les fibres CTMP et TMP. En contrepartie, en augmentant le pourcentage des fibres, le gain massique et le gain en épaisseur est plus important.

- Effet du taux de fibres

Les mesures montrent que les gains en masse (GM) et les gains en épaisseur (GE) augmentent avec l'augmentation de la proportion des fibres. Par exemple, si on s'intéresse à la fibre TMP, au niveau du gain en masse on passe de 1,43% pour un taux de 30% de fibres, à 6,02% pour 50% de fibres. De même pour le gain en épaisseur, le pourcentage s'élève de 0,76% pour 30% de fibres à 3,61% pour 50% de fibres. De même pour les CBP à base des fibres CTMP et SEP, le gain massique et le gain en épaisseur augmentent avec l'augmentation de la proportion des fibres de bois dans le composite. Les résultats sont en accord avec ceux de Slama (2008). Ce comportement est expliqué par le caractère hydrophile des fibres de bois par rapport au polymère des CBP. En outre, la propagation du réseau des fibres au sein du PEHD devient de plus en plus importante avec l'augmentation du taux de fibres dans le mélange, et par conséquent l'absorption de l'eau augmente (Migneault et al., 2014).

- Effet du type de fibres

Le type de fibre a affecté de manière significative l'absorption d'eau des éprouvettes (Tableau 3.2). Les CBP à base de fibres SEP sont plus hydrophobes que ceux fabriqués avec des fibres TMP et CTMP. Ils enregistrent toujours le pourcentage le plus faible pour la l'absorption d'eau et le gonflement en épaisseur, quelle que soit la proportion des fibres dans le mélange (Figure 3.8 et 3.9). Les comportements des CBP, à base de TMP et de CTMP sont similaires et généralement leur stabilité dimensionnelle est faible. On peut conclure que les fibres SEP génèrent des composites plus stables. Ce résultat est similaire à celui de Takatani et al. (2000). Ce phénomène est lié aux températures élevées (environ 200 °C) utilisées durant le procédé de l'explosion à la vapeur (Liu et al., 1994). La fonction hydroxyle des fibres traitées à haute température aboutit à une liaison avec la surface de la matrice polymère qui ne réagit pas face à une liaison H-O-H (Fang et al., 2013). Par ailleurs, la caractérisation thermique des composites à base de fibres SEP a montré une liquéfaction de la lignine, un facteur qui

engendre une augmentation du volume de la lignine à la surface des fibres. La lignine est considérée d'après la littérature en tant que l'élément le plus hydrophobe dans la structure du bois (Smith et al., 2003; Kettunen, 2009). L'augmentation de la proportion de la lignine à la surface est directement associée à une diminution du volume des celluloses et des hémicelluloses (entités hydrophiles) à la surface des fibres SEP. Ceci explique la plus faible absorption d'eau des CBP à base de fibres SEP par rapport aux CBP des fibres TMP et CTMP (Bouafif et al., 2009a). Autrement dit la lignine jouait le rôle d'une couche hydrophobe, qui englobe les fibres SEP, et empêche la surface des CBP de réagir avec les molécules d'eau. La dégradation des hémicelluloses dans les fibres SEP contribue également à l'amélioration de la résistance à l'absorption d'eau. Selon la littérature, la disponibilité de nombreuses groupes hydroxyles dans les hémicelluloses favorise leurs liaisons avec des molécules d'eau (Nguyen, 2016). Par conséquent, la décomposition des hémicelluloses des fibres de bouleau blanc suite au procédé SEP, aboutit à la diminution du gonflement massique et volumique.

Tableau 3.6: Moyennes et écart-types (entre parenthèses) des gains en masse et en épaisseur des CBP et test de comparaisons multiples (Test de Tukey) entre les moyennes en fonction du type et de la proportion des fibres. Les moyennes suivies par la même lettre ne sont pas statistiquement différentes

Type de fibre	Fibres (%)	Gonflement massique		Gonflement en épaisseur	
		GM (%)	Groupes	GE (%)	Groupes
TMP	30	1,43 (0,07)	b	0,76 (0,04)	a
	40	2,59 (0,17)	c	1,70 (0,07)	b
	50	6,02 (0,15)	f	3,61 (0,25)	d
	Moyenne	3,35	-	2,02	-
CTMP	30	1,60 (0,12)	b	0,94 (0,08)	a
	40	2,64 (0,35)	c	1,86 (0,09)	b
	50	4,55 (0,19)	e	2,86 (0,08)	c
	Moyenne	2,93	-	1,89	-
SEP	30	0,95 (0,04)	a	0,51 (0,02)	a
	40	1,42 (0,38)	b	0,97 (0,08)	a
	50	3,62 (0,07)	d	2,80 (0,30)	c
	Moyenne	1,99	-	1,43	-

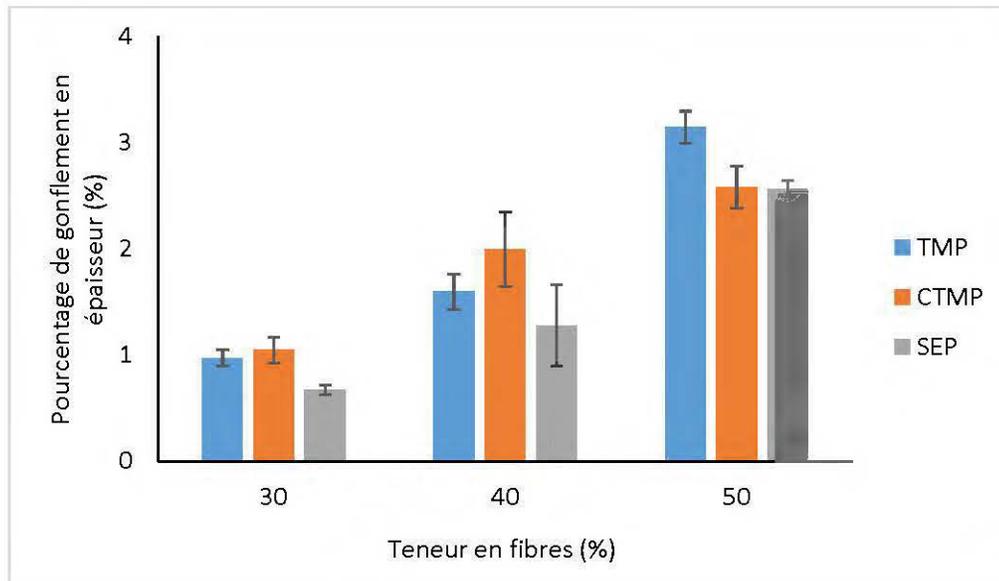


Figure 3.8: Variation du gonflement en épaisseur en fonction de la teneur en fibres et du mode de défibrage

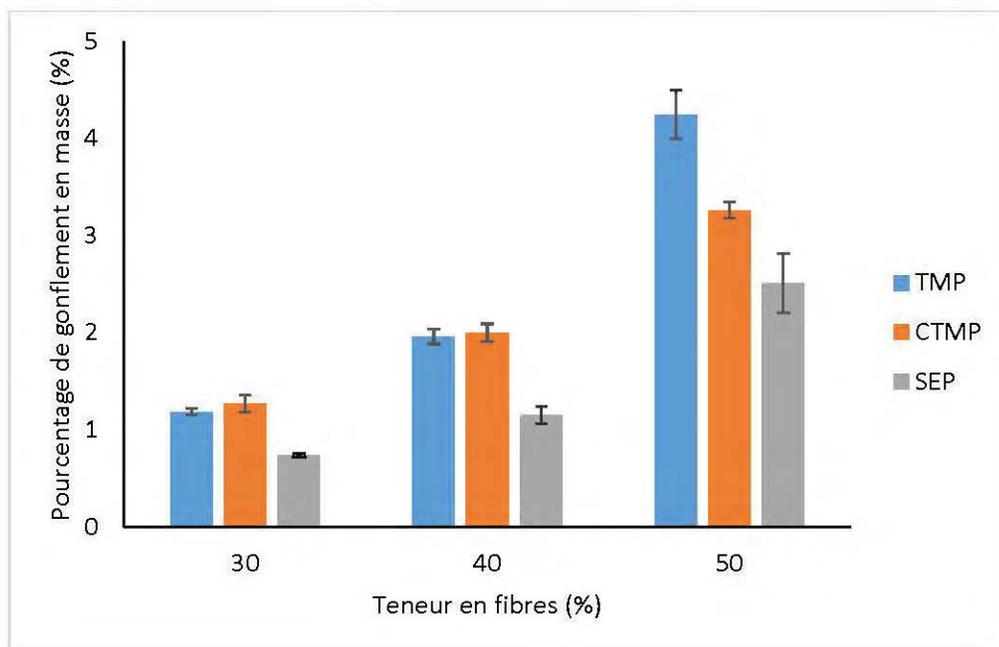


Figure 3.9: Variation du gain massique en fonction de la teneur en fibres et du mode de défibrage

3.3 Propriétés des granules énergétiques

La caractérisation des granules énergétiques est basée sur l'étude des propriétés thermiques, physiques et mécaniques dans le but de comparer les granulés produits lors du projet, et vérifier leur conformité aux caractéristiques exigés dans les normes internationales.

On présente dans le tableau 3.7 les caractéristiques exigées pour évaluer la qualité des granules énergétiques de bois à haute qualité pour l'usage domestique (CEN / TS 14961: 2005). Ces données se basent sur le rapport de spécification technique des biocombustibles solides, élaboré par le comité européen de normalisation (CEN) (Alakangas et al., 2006; Lehtikangas, 2001).

Tableau 3.7: Exigence de qualité des granules énergétiques de bois (Alakangas et al., 2006 ; Lehtikangas, 2001)

Paramètre	Effet	Normes CEN
Pouvoir calorifique	Capacité de production de l'énergie	$\geq 4,7 \text{ kWh/kg}$ (16.9 MJ/kg)
Longueur (L) et diamètre (D)	Propriétés de combustion, conductivité thermique spécifique, taux de gazéification, propriétés d'alimentation du carburant	- D: $6 \pm 0,5 \text{ mm}$ et L: $L < 5 \times \text{diamètre}$ - D: $8 \pm 0,5 \text{ mm}$ et L: $L < 4 \times \text{diamètre}$
Densité apparente	Charge et coût de transport	$> 600 \text{ kg/m}^3$
Durabilité	Manutention et transport	97,5% en poids d'un lot de granules de 100 g ne doivent pas être écrasés après l'essai
Humidité	-	$\leq 10\%$

3.3.1 Propriétés thermiques : Pouvoir calorifique

La caractérisation thermique des granules énergétiques s'est basée sur l'évaluation du pouvoir calorifique. Le tableau 3.8 dresse un récapitulatif des paramètres mesurés et calculés des granules à base de fibres de bouleau blanc qui ont subi des défibrages TMP, CTMP et SEP et de la sciure de bouleau blanc non traité ainsi que des granules commerciales Trebio à haute qualité disponible sur le marché. Les résultats montrent que les procédés TMP et CTMP influencent légèrement le pouvoir calorifique du bouleau blanc, puisqu'il engendre un PCS à base sèche de 19843,2 et 19533 kJ/kg respectivement. Les fibres SEP enregistrent les valeurs du PCS les plus élevées parmi tous les échantillons analysés, soient une augmentation de 4,4% pour le PCS base humide et d'environ 7,9% du PCS base sèche par rapport au bouleau non traité. Les histogrammes de la figure 3.10 illustrent la supériorité du PCS base humide des granules à base de fibres SEP par rapport à ceux des granules à base de fibres TMP et CTMP. Les granules Trebio sont des granules disponibles sur le marché à usage domestique standard, ils procurent un pouvoir calorifique base sèche de 20195,2 kJ/kg, une moyenne intéressante qui dépasse celle du TMP, CTMP et du bouleau non traité, mais reste toujours inférieure à celle des fibres SEP (21086 kJ/kg). Cette amélioration du pouvoir calorifique supérieur des fibres SEP pourrait être expliquée par l'augmentation du ratio C/H par une analyse XPS (Lam, 2011). Lam (2011) a remarqué une augmentation du pourcentage du carbone de 48,44% à 53,09%, et une baisse du taux d'hydrogène de 6,23% jusqu'à 5,91% par rapport à une analyse élémentaire. Cette augmentation du rapport C/H de 7,78% à 8,98% est due à l'élimination du groupe O-H de l'hémicellulose après l'explosion à la vapeur (Negro et al., 2003). Cette explication est en cohérence avec la littérature qui relie l'amélioration du pouvoir calorifique à l'augmentation du taux de carbone du bois (Nguyen, 2016).

Tableau 3.8: Pouvoir calorifique supérieure à base sèche et écart type (entre parenthèse) des granules énergétiques

Type de granules	Humidité (%)	PCS base sèche (kJ/kg)
Bouleau non traité	6,8	19530,8 (322,9)
CTMP	7,5	19789 (361,7)
TMP	6,5	19843 (54,7)
SEP	9,8	21063,6 (15,01)
Trebio	7,2	20195 (263,2)

L'augmentation du taux de lignine à la surface des fibres SEP et la dégradation des hémicelluloses à la suite du procédé de l'explosion à la vapeur améliorent davantage les capacités calorifiques des granules SEP. En effet, la littérature indique que la valeur du PCS est corrélée à la présence d'hémicellulose et de lignine (Nguyen, 2016). Elle met ainsi le point sur le rôle de la lignine en tant que contributeur primordial à la détermination de la valeur calorifique des combustibles à base de bois (Hartmann, 2013). D'après Lu et Baxter (2011) et Moya et Tenorio (2013), l'hémicellulose est le constituant qui fournit la plus faible quantité d'énergie et donc sa dégradation explique encore l'amélioration du PCS des granulés des fibres SEP.

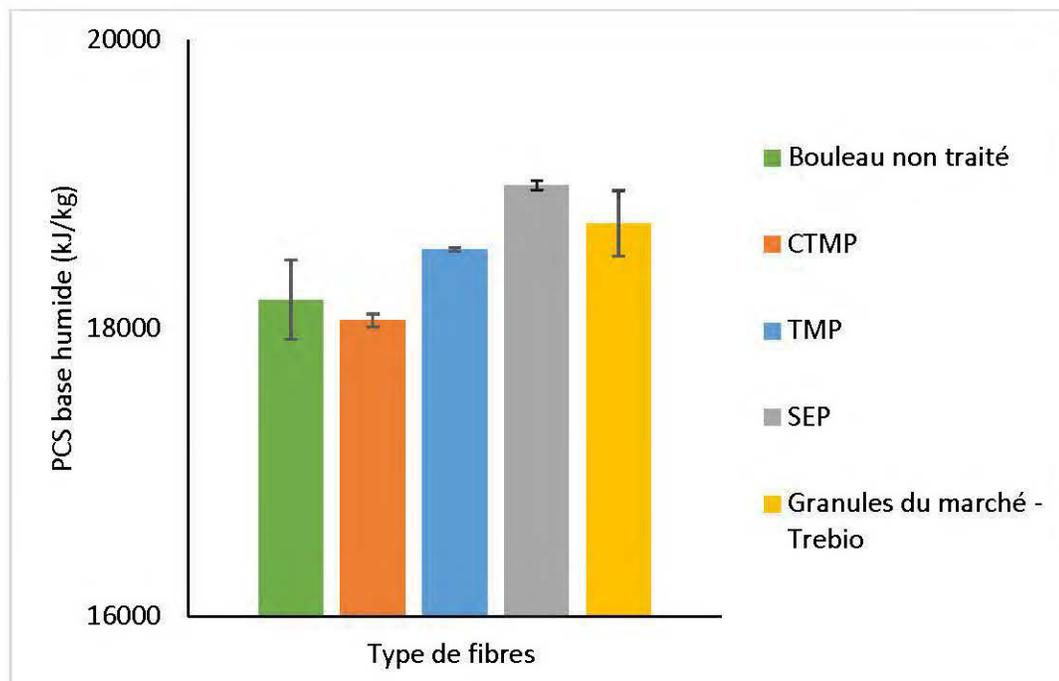


Figure 3.10: PCS base humide des granules en fonction du type de fibres utilisées

3.3.2 Propriétés physiques : Densité réelle

La masse volumique réelle est mesurée à l'aide d'un picomètre à hélium, les résultats sont présentés au tableau 3.9. Les granules étudiés se différencient par le type de fibres utilisées ainsi que la fréquence de granulation, soient deux fréquences mises en évidence, 30 Hz et 50 Hz. On remarque que la variation de la fréquence de granulation et le mode de séparation des fibres ne modifient quasiment pas la masse volumique des granules. Les valeurs de la densité réelle varie entre 1451 kg/m^3 pour les granules à fibres TMP avec une fréquence de granulation égale à 30 Hz jusqu'à 1461 kg/m^3 pour les fibres SEP avec une fréquence égale à 50 Hz.

Tableau 3.9: Variation de la masse volumique des granules énergétiques selon la fréquence de granulation et le type des fibres

Type de fibres	Fréquence de granulation (Hz)	Masse volumique (kg/m ³)
TMP	30	1451
	50	1452
CTMP	30	1459
	50	1459
SEP	30	1461
	50	1461

3.3.3 Propriétés mécaniques : Durabilité des granules

La durabilité est la qualité d'un granule à produire de la poussière après un test d'abrasion ou par usure de la surface (Parikh, 2016). Les résultats du test de durabilité (Tableau 3.10) montrent des faibles capacités mécaniques des granules à base de fibres TMP avec un pourcentage qui ne dépasse pas les 96,1% dans les meilleures conditions, une valeur inférieure à la limite fixée par le CEN (97,5%). Les granules à base de fibres CTMP et SEP indiquent un pourcentage de durabilité élevé, en particulier avec une fréquence de granulation égale à 50 Hz. En effet, on enregistre 98,2% pour les CTMP et 98,69% pour les SEP.

Les propriétés mécaniques limitées des granules à base des fibres TMP sont probablement dues à la qualité de la pâte, qui est difficile à comprimer par la granuleuse, et produire des granules de qualité supérieure. Cependant, la durabilité élevée des granules des fibres SEP peut être expliquée par la liquéfaction de la lignine du bouleau blanc après le procédé de l'explosion à la vapeur. Les analyses FTIR indiquent une présence intense de la lignine sur la surface des fibres SEP, suite à une

réaction de ramollissement. La lignine contribue à la liaison et à la stabilisation de la matière lors de la granulation et elle influence significativement les propriétés thermodurcissables lorsque la biomasse forestière est exposée à des hautes températures (Van Dam et al., 2004). D'après Back et Salmen (1982), la disposition structurelle des hémicelluloses et de la lignine affecte la résistance des granulés de chauffage, autrement dit, la lignine joue le rôle de la résine et soutient les liaisons entre les particules, à haute pression et lors de la densification des granules. Par ailleurs, Hsu et al. (1988) suppose que le procédé de l'explosion à la vapeur peut augmenter la compressibilité des particules de bois et réduire considérablement l'accumulation de contraintes internes pendant la granulation. D'autres études montrent le rôle primordial de la lignine pour garantir la durabilité des granules, en effet

Lehtikangas (2001) a rapporté que la durabilité de la sciure de bois, issue des résidus forestiers et de l'écorce est étroitement liée à la teneur en lignine de la biomasse forestière, plus la teneur en lignine est élevée, plus la durabilité des granulés est élevée.

Tableau 3.10: Durabilité des granules énergétiques produites

	CTMP (50 Hz)	TMP (30 Hz)	TMP (50 Hz)	SEP (30 Hz)	SEP (50 Hz)
Durabilité (%)	98,2	94,2	96,1	98,1	98,7
Humidité (base humide)	8,6	6,4	6,8	13,0	14,0

CONCLUSIONS

L'objectif du projet était d'évaluer le potentiel du bouleau blanc dans la production des granules énergétiques et des CBP ainsi que d'étudier l'effet du mode de défibrage sur les propriétés physicomécaniques des CBP et des granules obtenus à partir de cette essence de bois. Trois types de fibres ont été utilisées soient, la pâte TMP, la pâte CTMP et la pâte SEP. L'extrusion était réalisée avec du polyéthylène haute densité (PEHD) selon trois taux; 30, 40 et 50%, en ajoutant 3% de polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE). Les granules énergétiques ont été produits à base des trois types de fibres (TMP, CTMP et SEP). L'objectif général ainsi que les objectifs spécifiques ont été atteints pour cette étude. Les résultats ont montré que :

- Les modes de défibrage (TMP, CTMP et SEP) affectent la taille et la chimie de surface des fibres de bois. En effet, la longueur des fibres SEP était plus élevée que celles des fibres TMP et CTMP. De plus, contrairement aux procédés TMP et CTMP, la procédé SEP a modifié significativement la chimie de surface des fibres. Les températures élevées utilisées lors du procédé SEP provoquent une liquéfaction de la lignine qui devient plus abondante à la surface des fibres. Au contraire, les hémicelluloses (xylanes) sont pratiquement dégradées.
- L'amélioration des propriétés mécaniques des CBP provoquée par les fibres SEP est moins prononcée que les fibres TMP et CTMP. Cela est dû à l'abondance de la lignine en surface des fibres qui empêche l'agent de couplage d'assurer une compatibilité entre le polymère et le bois. Par contre, les fibres SEP améliorent la stabilité dimensionnelle des CBP grâce à : 1) la liquéfaction de la lignine en surface, qui forme une couche extérieure isolante enveloppant les fibres de bois, et 2) la dégradation des hémicelluloses (composées hydrophiles), qui améliore la résistance des fibres à l'absorption de l'eau.
- L'explosion à la vapeur (SEP) améliore significativement la durabilité et le pouvoir calorifique des granules énergétiques. En effet, les granules produits à

partir des granules SEP montrent un pourcentage de durabilité élevée, estimé à 98%, par rapport aux granules TMP (94%) et CTMP (96%). Également, le pouvoir calorifique des granules SEP (19017 kJ/kg) est supérieur à celui des granules TMP (18536 kJ/kg) et CTMP (18087 kJ/kg).

La résistance élevée à l'absorption d'eau ainsi que la stabilité dimensionnelle importante des CBP à base de fibres SEP, permettent de multiples utilisations industrielles tels que la fabrication de mobiliers qui sont exposés directement à l'eau et de différents types de revêtements extérieurs de bâtiments résidentielles et tertiaires (façades, terrasses ...etc.).

Cette étude s'inscrit dans le développement de nouvelles énergies renouvelables et nouveaux matériaux à partir de ressources sous-valorisées au Québec, comme le bois de bouleau blanc. Également, elle permet de développer de nouvelles connaissances sur :

- L'effet des modes de défibrage sur les propriétés des CBP
- L'effet des modes de défibrage sur la qualité des granules énergétiques.
- La caractérisation du bois et des matériaux lignocellulosiques.

Finalement, dans le but d'apporter d'éventuelles améliorations à notre étude, nous recommandons d'essayer d'autres types d'agents de couplage dans les CBP, qui seront en mesure d'améliorer l'homogénéité entre la matrice polymère et les fibres de bois. Ceci est dans la perspective d'améliorer les propriétés mécaniques (MOE et MOR) des CBP à base de fibres SEP, afin qu'elles soient similaires ou supérieures à celles des fibres TMP et CTMP

RÉFÉRENCES

- Aguilar, F. X., Glavonjic, B., Hartkamp R., Mabee W. et Skog K. E. (2015). Wood energy. The UNECE/FAO forest products annual market review 2014-2015. United Nations Publication, 152 pp: 91-102.
- Agassant, J. F., Avenas, P., Sergent, J. P., Vergnes, B., & Vincent, M. (1996). La mise en forme des matières plastiques. Technique and Documentation-Lavoisier, 612 pp.
- Alakangas, E., Valtanen, J., et Levlin, J.-E. (2006). CEN technical specification for solid biofuels—Fuel specification and classes. *Biomass and Bioenergy*, 30(11), 908-914.
- Amidon, T. E., Wood, C. D., Shupe A. M., Wang Y., Graves M., and Liu S. (2008). Biorefinery: Conversion of woody biomass to chemicals, energy and materials. *J. Biobased Mater. Bioenergy* 2(2), 100-120.
- Anglès, M., Ferrando, F., Farriol, X., et Salvadó, J. (2001). Suitability of steam exploded residual softwood for the production of binderless panels. Effect of the pre-treatment severity and lignin addition. *Biomass and Bioenergy*, 21(3), 211-224.
- Avellar, B. K., et Glasser, W. G. (1998). Steam-assisted biomass fractionation. I. Process considerations and economic evaluation. *Biomass and Bioenergy*, 14(3), 205-218.
- Bach Q. V., Tran K. Q., Khalil R. A., Skreiberg Ø., and Seisenbaeva G. (2013). Comparative assessment of wet torrefaction. *Energ Fuel* 27, 6743-6753.
- Back, E., et Salmen, N. (1982). Glass transitions of wood components hold implications for molding and pulping processes. *TAPPI; Journal*, 65(7), 107-110.
- Baïlon, J.-P., et Dorlot, J.-M. (2000). Des matériaux. Troisième édition Presses internationales Polytechnique. Montréal, 736 pp.
- Barnett, J. R. et Jeronimidis, G. (2003). *Wood Quality and its Biological Basis*, CRC Press, Blackwell Publishing Ltd., Oxford, UK, 226 pp.

- Belhadef, W. (2016). Développement de granules énergétiques améliorées à base de bouleau blanc et de graines de canola. Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, 211 pp.
- Bengtsson, G., et Simonson, R. (1990). Chemimechanical pulping of birch wood chips, 4: Effects of combined sodium hydroxide and sodium sulfite additions. *Nordic Pulp and Paper Research Journal (Sweden)*, 5 (1), 16-21
- Biermann, C. J., McGinnis, G. D., et Schultz, T. P. (1987). Scanning electron microscopy of mixed hardwoods subjected to various pretreatment processes. *Journal of agricultural and food chemistry*, 35(5), 713-716.
- Billig E., Witt J., Klemm M., Kirsten C., Khalsa J., and Thrän D. (2015). Intermediate biofuels to support a flexible application of biomass, in: Thrän D. (Ed.), *Smart bioenergy*. Springer International Publishing Switzerland, pp. 121-140.
- Borysiak, S. (2007). Determination of nucleating ability of wood for non-isothermal crystallisation of polypropylene. *Journal of thermal analysis and Calorimetry*, 88(2), 455-462.
- Bouafif, H. (2009). Effets des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastique. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, 253 pp.
- Bouafif, H., et Koubaa, A. (2009). Wood particle/high-density polyethylene composites: Thermal sensitivity and nucleating ability of wood particles. *Journal of Applied Polymer Science*, 113(1), 593-600.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perre, P., Cloutier, A., et Riedl, B. (2008). Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 28(4), 296-315.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., Cloutier, A., et Riedl, B. (2009b). Wood particle/high-density polyethylene composites: Thermal sensitivity and nucleating ability of wood particles. *Journal of Applied Polymer Science*, 113(1), 593-600.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., et Cloutier, A. (2009a). Effects of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(12), 1975-1981.

- Bourque, J.-P. et Francois. B. (2015). Filière québécoise des granulés de bois pour le chauffage et perspectives d'approvisionnement en biomasse. Forêt , Faune et Pars. Présentation lors de la Journée Biomasse en Abitibi-Ouest, le 26 mars 2015.
- Bousslimi, B. (2014). Variation intra-arbre, intrasites et intrasites des attributs de la qualité du bois *Thuja occidentalis* (Thuja occidentalis). Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, 359 pp.
- Boussaid, A.-L., Esteghlalian, A. R., Gregg, D. J., Lee, K. H., et Saddler, J. N. (2000). Steam pretreatment of Douglas-fir wood chips. *Applied biochemistry and biotechnology*, 84(1), 693-705.
- Bouza, R., Marco, C., Martin, Z., Gómez, M., Ellis, G., et Barral, L. (2006). Dynamic crystallization of polypropylene and wood-based composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(6), 6028-6036.
- Bura, R., Mansfield, S. D., Saddler, J. N., et Bothast, R. J. (2002). SO₂-catalyzed steam explosion of corn fiber for ethanol production. *Biotechnology for Fuels and Chemicals*, 98-100 (1-9),59-72 .
- Campbell, G., et Spalding, M. (2013). Single-Screw Extrusion: Introduction and Trouble-shooting. *Troubleshooting and Analysis of Single-screw Extrusion*, p: 1-22.
http://www.hanserpublications.com/SampleChapters/9781569904480_SAMPLE%20CHAPTER%20Campbell-Spalding.pdf. Consulté en 24 Novembre 2017.
- Carrasco, F., Kokta, B., Ahmed, A., et Garceau, J. (1994). High-yield pulping of aspen wood: Relation between pulp properties and fibre characteristics by multiple linear regression. *Wood Science and Technology*, 28(6), 409-421.
- Chen, C., Gao, J., et Yan, Y. (1998). Observation of the type of hydrogen bonds in coal by FTIR. *Energy & Fuels*, 12(3), 446-449.
- Clark, J. d. A. (1978). Pulp technology and treatment for paper. *Pulp technology and treatment for paper*. San Francisco, CA, USA, 752 pp.
- Clemons, C. (2002). Wood-plastic composites in the United States: The interfacing of two industries. *Forest Products Journal*, 52(6), 10-18.
- CRIQ. (2013). Étude sur les produits pouvant être fabriqués à partir de bois de trituration de feuillus. CRIQ partenaire d'innovation. Rapport Final, Dossier CRIQ n°46123.

https://www.sadcal.com/sites/default/files/documents/etude_produits_innovateurs_transformation_du_boisn_-_criq2.pdf. Consulté le 20 novembre 2017.

- Deepa, B., Abraham, E., Cherian, B. M., Bismarck, A., Blaker, J. J., Pothan, L. A., Leao, A. L., De Souza, S. F., et Kottaisamy, M. (2011). Structure, morphology and thermal characteristics of banana nano fibers obtained by steam explosion. *Bioresource technology*, 102(2), 1988-1997.
- DeLong, E. (1981). Method of rendering lignin separable from cellulose and hemicellulose in lignocellulosic material and the productsoff produced. *Canadian patent*, 1(096), 374.
- Di Giacomo, G., et Taglieri, L. (2009). Renewable energy benefits with conversion of woody residues to pellets. *Energy*, 34(5), 724-731.
- Dinwoodie, J. M. (2000). *Timber - Its nature and behaviour*, 2nd edition. E & FN Spon, London, UK, 272 pp.
- Duchesne, I., et Rancourt, V. 2005. Towards an increased and optimized utilization of white birch across Canada — Literature review and recommendations for future research. *Value to Wood No. FCC 28*. Forintek Canada Corp., Quebec City, Quebec.
- Emmel, A., Mathias, A. L., Wypych, F., et Ramos, L. P. (2003). Fractionation of *Eucalyptus grandis* chips by dilute acid-catalysed steam explosion. *Bioresource technology*, 86(2), 105-115.
- Esteves, B., et Pereira, H. (2008). Wood modification by heat treatment: A review. *BioResources*, 4(1), 370-404.
- Fang, H., Zhang, Y., Deng, J., et Rodrigue, D. (2013). Effect of fiber treatment on the water absorption and mechanical properties of hemp fiber/polyethylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 127(2), 942-949.
- Fergus, B., et Goring, D. (1970). The distribution of lignin in birch wood as determined by ultraviolet microscopy. *Holzforschung-International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood*, 24(4), 118-124.
- Fortin, Y. (1986). Notes de cours de séchage et de préservation du bois. Faculté de foresterie, de géographie et de géomatique, Département des sciences du bois et de la forêt, Université Laval, Québec.
- Garceau, J.J. (1989). *Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques*. Section technique Association canadienne des producteurs de pâtes et papiers, Montréal, 299 pp.

- Garrote, G., Dominguez, H., et Parajo, J. (1999). Hydrothermal processing of lignocellulosic materials. *European Journal of Wood and Wood Products*, 57(3), 191-202.
- Glass, S.V. et Zelinka, L. (2010). Moisture Relations, and Physical Properties of Wood, in *Wood Handbook, Wood as an engineering Material*, Chapter 04 . General Technical Report FPL-GTR-190. Madison, United States Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 80-98 (1-4 - 1-22), 509 pp.
- Gonzalez, C., et Myers, G. E. (1993). Thermal Degradation of Wood Fillers at the Melt-Processing Temperatures of Wood-Plastic Composites: Effects on Wood Mechanical Properties and Production of Volatiles. *International Journal of Polymeric Materials*, 23(1-2), 67-85.
- Goring, D. A. (1963). Thermal softening of lignin, hemicellulose and cellulose. *Pulp and Paper magazine of Canada*, 64, 517-527.
- Hillis W. E. (1984). High temperature and chemical effects on wood stability. Part 1: General considerations. *Wood Science and Technology*, 18, 281-293.
- Hsu, W., Schwald, W., Schwald, J., et Shields, J. (1988). Chemical and physical changes required for producing dimensionally stable wood-based composites. *Wood Science and Technology*, 22(3), 281-289.
- Hyvarinen, M. J. (1968). Paper Birch: its characteristics, properties, and uses. A review of recent literature. *Research Papers. North Central Forest Experiment Station 1968*, 12 pp.
- Infor Inc, G. (2000). Étude d'opportunités de projets industriels forestiers dans la région de Murdochville. *Rapport Final, (Communication personnelle)*, 58 pp.
- Jacquet, N., Vanderghem, C., Blecker, C., et Paquot, M. (2010). La steam explosion: application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique / Application of steam explosion for the pretreatment of the lignocellulosic raw materials. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, volume 14 (2010), 561 pp.
- Jessome, A. (1977). Strength and related properties of woods grown in Canada. *Forestry Technical Report Eastern Forest Products Laboratory (Canada)*, no 21, 37pp.

- Joseph, P., Joseph, K., et Thomas, S. (1999). Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites. *Composites science and Technology*, 59(11), 1625-1640.
- Joseph, P., Joseph, K., Thomas, S., Pillai, C., Prasad, V., Groeninckx, G., et Sarkissova, M. (2003). The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(3), 253-266.
- Kallakas, H., Shamim, M., Olutubo, T., Poltimäe, T., Süld, T., Krumme, A., et Kers, J. (2015). Effect of chemical modification of wood flour on the mechanical properties of wood-plastic composites. *Agronomy Research*, 13(3), 639-653.
- Kaltschmitt, M. et Hartmann H. (2009). *Energy from biomass - principles, techniques and methods*. Springer, Berlin, Germany, 1-40, 1033 pp.
- Kettunen, P. O (2009). Background to the topics concerned in the present papers. *Materials Science Forum*, 599:1-78.
- Kim, D. Y., Nishiyama, Y., Wada, M., Kuga, S., Okano, T. (2001). Thermal decomposition of cellulose crystallites in wood. *Holzforschung* 55(5), 521-524.
- Klemm M., Schmersahl R., Kirsten C., Weller N. (2013). Biofuels: Upgraded new solids, in: Kaltschmitt et al. (Eds.), *Renewable energy systems*. Springer, New York, USA, pp.138-160.
- Kocaefe, D., Poncsak, S., et Boluk, Y. (2008). Effect of thermal treatment on the chemical composition and mechanical properties of birch and aspen. *BioResources*, 3(2), 517-537.
- Kokta, B. V. (1992). Steam explosion pulping process for papermaking. Brevet canadien CA 2037275 A1. Google Patents. <https://www.google.com/patents/EP0501059B1?cl=en> . Consultér en Septembre 2016.
- Kokta, B., Ahmed, A., Zahn, Y.-H., Proulx, R., et Carrasco, F. (1991). Explosion pulp from *Eucalyptus globulus*. *Investigación Técnica Papel*, (107), 38-55.
- Kokta, B., Ahmed, A., Zhan, H.-Y., et Barbe, M. (1989). Explosion pulping of aspen. II: Effect of operating conditions on resulting paper properties. *Proc. of Int. Symp. on Wood and Pulping Chemistry*, Raleigh, N.C., USA. 697-708.

- Kokta, B., et Ahmed, A. (1998). Environmentally friendly technologies for the pulp and paper industry, chapitre 6 : Steam explosion pulping: John Wiley and Sons, Inc., Madison, Wisconsin, 191-193, 577 pp.
- Koran, Z. (1988). Birch thermomechanical pulp for newsprint via the Opco treatment. *Tappi journal*, 17(7), 82-86.
- Koran, Z. (2007). Thermomechanical pulp properties of white birch. *Wood and fiber science*, 27(2), 98-104.
- Koubaa, A., et Migneault, S. (2012). Évaluation du potentiel des feuillus nordiques pour la production de composites bois-polymère et d'énergie renouvelable. Rapport final, Commission régionale sur les ressources naturelles de la Baie James. Disponible en ligne : <http://www.crrntbj.ca/images/stories/CRRNTBJ/documents/AC-PRDIRT-2011-18.Pdf>.
- Krasutsky, P. A. (2006). Birch bark research and development. *Natural product reports*, 23(6), 919-942.
- Kretschmann, D. (2010). Mechanical properties of wood, Chapter 05: in *Wood Handbook, Wood as an engineering Material . General Technical Report FPL-GTR-190. General Technical Report FPL-GTR-190. Madison, United States Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 100-130(5-1 - 5-30), 509 pp.*
- Kryla, J. M. (1984). Determination of available heat of combustion data for Canadian woody species. Canadian Forestry Service, Headquarters, Ottawa, 89 pp.
- Lam, P. S. (2011). Steam explosion of biomass to produce durable wood pellets. Thèse de doctorat. University of British Columbia, 166 pp.
- Lehtikangas, P. (2001). Quality properties of pelletised sawdust, logging residues and bark. *Biomass and Bioenergy*, 20(5), 351-360.
- Li Y. and Liu H. (2000). High-pressure densification of wood residues to form an upgraded fuel. *Biomass and Bioenergy*, 19, 177-186.
- Li, J., Henriksson, G., et Gellerstedt, G. (2007). Lignin depolymerization/repolymerization and its critical role for delignification of aspen wood by steam explosion. *Bioresource technology*, 98(16), 3061-3068.

- Liu, F. P., Wolcott, M. P., Gardner, D. J., et Rials, T. G. (1994). Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix. *Composite Interfaces*, 2(6), 419-432.
- Lu, H. et Baxter, L. (2011). Biomass combustion characteristics and implications for renewable energy, in: Grammelis P. (Ed.), *Solid biofuels for energy - A lower greenhouse gas alternative*. Springer - Verlag London, UK, 95-122, 235 pp.
- Lundqvist, E., et Back, L. (1976). The use of bark for wood based panels. Critical evaluation. Swedish Forest Products Research Laboratory, Stockholm. Paper presented at the ECE/FAO, Timber Division. Symposium on extending the use of wood residues, in Bucarest, Romania, Septembre 1976.
- Mani, S., Sokhansanj, S., Bi, X., et Turhollow, A. (2006). Economics of producing fuel pellets from biomass. *Applied Engineering in Agriculture*, 22(3), 421-426.
- Markwardt, L. J., et Wilson, T. R. C. (1935). Strength and related properties of woods grown in the United States, Technical Bulletin N° 479. Forest Products Laboratory Division of Research, United States Department of Agriculture, Whashington, D.C. <https://naldc.nal.usda.gov/download/CAT86200473/PDF>. Consulté le 24 Novembre 2017.
- Martin-Sampedro, R., Capanema, E. A., Hoeger, I., Villar, J. C., et Rojas, O. J. (2011). Lignin changes after steam explosion and laccase-mediator treatment of eucalyptus wood chips. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59(16), 8761-8769.
- Migneault, S., Koubaa, A., et Perré, P. (2014). Effect of fiber origin, proportion, and chemical composition on the mechanical and physical properties of wood-plastic composites. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 34(4), 241-261.
- Migneault, S., Koubaa, A., Nadji, H., Riedl, B., Zhang, S. T., et Deng, J. (2010). Medium-density fiberboard produced using pulp and paper sludge from different pulping processes. *Wood and fiber science*, 42(3), 292-303.
- Migneault, S., Koubaa, A., Perré, P., et Riedl, B. (2015). Effects of wood fiber surface chemistry on strength of wood-plastic composites. *Applied Surface Science*, 343, 11-18.
- Migneault, S., Koubaa, A., Riedl, B., Nadji, H., Deng, J., et Zhang, S. T. (2011). Binderless fiberboard made from primary and secondary pulp and paper sludge. *Wood and fiber science*, 43(2), 180-193.

- Miles, P. D., et Smith, W. B. (2009). Specific gravity and other properties of wood and bark for 156 tree species found in North America, United States Forest Service, Department of Agriculture, Northern Research Station. Research Note NRS-38.
- Monino, J.-L., Kosianski, J.-M., et Le Cornu, F. (2010). Statistique descriptive, Dunod, 14 pp.
- Montplaisir, D. (2006). Modification chimique de la pâte thermomécanique de résineux. Thèse de doctorat. Université du Québec à Trois-Rivières, 197 pp.
- Moya, R., et Tenorio, C. (2013). Fuelwood characteristics and its relation with extractives and chemical properties of ten fast-growth species in Costa Rica. *Biomass and Bioenergy*, 56, 14-21.
- Negro, M., Manzanares, P., Oliva, J., Ballesteros, I., et Ballesteros, M. (2003). Changes in various physical/chemical parameters of *Pinus pinaster* wood after steam explosion pretreatment. *Biomass and Bioenergy*, 25(3), 301-308.
- Nguyen, Q. N. (2016). Utilisation d'arbres de faible vigueur provenant de forêts feuillues tempérées comme matière première pour la fabrication de granules de bois. Thèse de doctorat. Université Laval, Québec, Canada, 115 pp.
- Obernberger, I., et Thek G. (2010). *The Pellet Handbook - The Production and Thermal Utilization of Pellets*. Earthscan Publishing, Washington, DC, USA, 549 pp.
- Olsson, A.-M., et Salmén, L. (2004). The association of water to cellulose and hemicellulose in paper examined by FTIR spectroscopy. *Carbohydrate research*, 339(4), 813-818.
- Pandey, K. (1999). A study of chemical structure of soft and hardwood and wood polymers by FTIR spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science*, 71(12), 1969-1975.
- Pandey, K., et Pitman, A. (2003). FTIR studies of the changes in wood chemistry following decay by brown-rot and white-rot fungi. *International biodeterioration & biodegradation*, 52(3), 151-160.
- Pandey, K., et Theagarajan, K. (1997). Analysis of wood surfaces and ground wood by diffuse reflectance (DRIFT) and photoacoustic (PAS) Fourier transform infrared spectroscopic techniques. *European Journal of Wood and Wood Products*, 55(6), 383-390.
- Panshin, A.I. et C. De Zeeuw. (1980). *Textbook of wood technology: structure*

identification, properties and uses of the commercial woods of the United States and Canada. 4e édition, McGraw-Hill, New York, 722 pp.

Parikh, D. M. (2016). Handbook of pharmaceutical granulation technology: CRC Press. Taylor and Francis Group, Boca raton, 660 pp.

Paulsson, M., et Ragauskas, A. J. (1998). Chemical modification of lignin-rich paper. Part 7, Photostabilizing high-brightness aspen CTMP by combining various classes of additives and acetylation. *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 10(1), 62-67.

Pavia, D., Lampman, G., et Kriz, G. (1979). Introduction to Spectroscopy Saunders. United States of America, Philadelphia, PA, 183-220.

Pedieu, R. (2008). Valorisation des résidus d'écorce de bouleau blanc (*Betula papyrifera*) sous forme de fabrication de panneaux. Thèse de doctorat. Université Laval, Québec, Canada, 234 pp.

Petterson, R. C. (1984). The chemical composition of wood, chapitre 02, in *The chemistry of solid wood*,. United States Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, Madison. 57 –126.

Ressources naturelles Canada (2017), Chiffres sur la consommation d'une gamme de produits calculés par Ressources naturelles Canada, disponible sur : <https://scf.mcan.gc.ca/profilstats/consommation/ca>. Consulté le 27 octobre 2017.

Richard, A., D'agostino, D., Davies, C., DuPlooy, A., et Kerr, I. (1998). Steam Explosion pulping of bagasse for fine paper production. *Tappi Press*, 1053-1062.

Ross, R. J. (2010). Wood handbook: wood as an engineering material. Madison, WI: United States Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 463 pp.

Rowell, R. M. (2012). Handbook of wood chemistry and wood composites: CRC press. Taylor and Francis Group, Boca raton, 688 pp.

Samuelsson R., Thyrel M., Sjöström M. and Lestander T. (2009). Effect of biomaterial characteristics on pelletizing properties and biofuel pellet quality. *Fuel Processing Technology*, 90, 1129-1134.

Shevchenko, S. M., Chang, K., Dick, D. G., Gregg, D. J., et Saddler, J. N. (2001). Structure and properties of lignin in softwoods after SO₂-catalyzed steam

- explosion and enzymatic hydrolysis. *Cellulose chemistry and technology*, 35(5-6), 487-502.
- Sjöström, E. (1993). Wood pulping. *Wood chemistry, Fundamentals and applications*, 2, 140-164.
- Slama, I. (2008). Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF: étude des possibilités de recyclage. Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, Québec, 115 pp .
- Smith, I., Landis E., et Gong, M. (2003). *Fracture and fatigue in wood*. John Wiley & Son Ltd., West Sussex, England, UK, 234 pp.
- Smook, A. (2002). Non-fibrous additives to papermaking stock in *Handbook for pulp & paper technologists*, Chapitre 15. Angus Wilde Publications Inc, 218 – 226, 425 pp.
- Soucy, J. (2007). Potentiel d'utilisation des fibres de papiers dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, Québec, 149 pp.
- Soucy, J., Koubaa, A., Migneault, S., et Riedl, B. (2014). The potential of paper mill sludge for wood-plastic composites. *industrial crops and products*, 54, 248-256.
- Springer, E., et Zoch, L. (1968). Hydrolysis of xylan in different species of hardwoods. *Tappi*, 51(5), 214.
- St-Pierre, F. (2012). Caractérisation physico-chimique de bois et d'écorces de *Betula alleghaniensis* et *Acer saccharum* de différentes vigueurs. Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec, 75 pp.
- Sturtevant, J. M. (1987). Biochemical applications of differential scanning calorimetry. *Annual review of physical chemistry*, 38(1), 463-488.
- Takatani, M., Kato, O., Kitayama, T., Okamoto, T., et Tanahashi, M. (2000). Effect of adding steam-exploded wood flour to thermoplastic polymer/wood composite. *Journal of wood science*, 46(3), 210.
- Temmerman, M., F. Rabier, P. D. Jensen, H. Hartmann et T. Bôhm (2006). Comparative study of durability test methods for pellets and briquettes. *Biomass and Bioenergy*, 30(11): 964-972.

- Thiebaud-Roux, S. (1995). Valorisation chimique de composés lignocellulosiques: obtention de nouveaux matériaux. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 194 pp.
- Trotignon, J.-P. (1991). Précis de matières plastiques: structures-propriétés, mise en oeuvre et normalisation: Association française de normalisation: Nathan scolaire : 211 – 216, 239 pp.
- Tulumuru J. S., Sokhansanj S., Hess J. R., Wright C. T. and Boardman R. D. (2011). A review on biomass torrefaction process and product properties for energy applications. *Industrial Biotechnology* 7(5), 384-401.
- Valade, J., Law, K., et Lanouette, R. (1992). Chemithermomechanical pulping of mixtures of aspen and birch. *Tappi journal*, 75(11), 93-98.
- Valade, J., Law, K., et Lanouette, R. (1993). Upgrading softwood CTMP by the use of hardwood. *Pulp and paper Canada*, 94(4), 28-36.
- Van Dam, J. E., van den Oever, M. J., Teunissen, W., Keijsers, E. R., et Peralta, A. G. (2004). Process for production of high density/high performance binderless boards from whole coconut husk: Part 1: Lignin as intrinsic thermosetting binder resin. *Industrial Crops and Products*, 19(3), 207-216.
- Wielage, B., Lampke, T., Marx, G., Nestler, K., et Starke, D. (1999). Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibres and polypropylene. *Thermochimica Acta*, 337(1), 169-177.
- Winandy, J. E., et Rowell, R. M. (1984). *The chemistry of wood strength*: ACS Publications. 211 – 255.
- Yemele, M. C. N., Koubaa, A., Cloutier, A., Soulounganga, P., et Wolcott, M. (2010). Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(1), 131-137.
- Zhang, S., et Koubaa, A. (2009). *Les résineux de l'Est du Canada: Écologie forestière, caractéristiques, transformation et usages*; FPIInnovations. Publication spéciale, SP: 526F, 400 pp