

## TABLE DES MATIÈRES

AVANT PROPOS.....	ii
LISTE DES FIGURES.....	viii
LISTE DES TABLEAUX.....	xii
LISTE DES ACRONYMES .....	xiv
RÉSUMÉ .....	xv
ABSTRACT.....	xvii
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE I : ÉTAT DES CONNAISSANCES.....	4
1.1 Les résineux: épinette noire, pin gris et sapin baumier .....	4
1.1.1 Généralités.....	4
1.1.2 Composition chimique .....	5
1.1.3 Propriétés mécaniques.....	12
1.1.4 Propriétés physiques.....	14
1.1.5 Modèle d'association entre la lignine et les polysaccharides dans la paroi cellulaire .....	16
1.2 Modes de défibrage du bois.....	17
1.2.1 Défibrage mécanique.....	18
1.2.2 Défibrage par explosion à la vapeur.....	18
1.3 Pistes de valorisation des copeaux du bois des résineux .....	23
1.4 Comportement du bois lors de la densification .....	24

1.4.1	Température de transition vitreuse des composants du bois .....	24
1.4.2	Comportement du bois sous compression.....	26
1.4.3	Mécanismes de liaison des particules lors de la densification .....	28
1.5	La granulation .....	30
1.5.1	Généralité .....	30
1.5.2	Procédé de granulation.....	30
1.5.3	Paramètres influençant la granulation .....	33
1.5.4	Effet du mode de défibrage sur les granules de bois.....	36
1.6	Normes et propriétés des granules de bois .....	37
1.6.1	Pouvoir calorifique.....	38
1.6.2	Durabilité.....	39
1.6.3	Densité des granules.....	40
1.7	Étude comparative sur les coûts des granules issus de procédé de défibrage mécanique et d'explosion à la vapeur.....	40
CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES .....		45
2.1	Objectifs et hypothèses .....	45
2.2	Matériels .....	46
2.2.1	Matière première .....	46
2.2.2	Préparation des fibres de bois.....	46
2.2.3	Préparation des granules énergétiques .....	50
2.3	Méthodes de caractérisation des propriétés des fibres et des granules .....	56
2.3.1	Caractérisation des propriétés des fibres de bois .....	56
2.3.2	Caractérisation des granules énergétiques.....	58
2.3.3	Analyse statistique des résultats.....	61
2.3.3	Récapitulatif sur l'échantillonnage et les répétitions effectués .....	62

CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....	64
3.1 Propriétés des fibres de bois brutes et explosées à la vapeur.....	64
3.1.1 Propriétés thermiques.....	64
3.1.2 Chimie de surface.....	71
3.2 Impact de la taille des copeaux provenant d'essences mélangées de l'épinette, du pin et du sapin (E-P-S) sur le défibrage par explosion à la vapeur.....	76
3.2.1 Effet de la granulométrie sur les propriétés thermiques.....	76
3.2.2 Effet de la granulométrie sur la chimie de surface.....	78
3.2 Propriétés des granules énergétiques .....	80
3.2.1 Optimisation des paramètres de granulation de l'épinette noire: Effet de la granulométrie et l'humidité du mélange .....	80
3.2.2 Effets de l'essence et du mode de défibrage sur les propriétés des granules .....	90
3.2.3 Effet de la taille des copeaux explosés à la vapeur sur les propriétés des granules à base de fibres explosées à la vapeur .....	97
CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.....	101
RÉFÉRENCES.....	104

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Composition de la paroi cellulaire du bois .....	6
Figure 1.2 : Structure de la cellulose.....	8
Figure 1.3 : Les principaux composants de l'hémicellulose .....	9
Figure 1.4 : Motifs élémentaires de la lignine.....	10
Figure 1.5 : Modèle d'association entre lignine et polysaccharides au sein de la paroi cellulaire du bois, avec a) Section transversale et b) Section longitudinale .....	17
Figure 1.6 : Schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur comprenant un générateur de vapeur, un réacteur et un éclateur.....	21
Figure 1.7 : Aperçu général de l'effet d'explosion à la vapeur sur le bois .....	22
Figure 1.8 : Plage de températures de transition vitreuse (Tg) des constituants du bois à l'état anhydre.....	25
Figure 1.9 : Variation du module d'élasticité en fonction de la température pour un polymère amorphe.....	26
Figure 1.10 : Courbe de la contrainte-déformation en compression transversale du bois .....	27
Figure 1.11 : Mécanismes de cohésion sous la compression.....	29
Figure 1.12 : Schéma d'une chaîne de production des granules énergétiques.....	31
Figure 1.13 : Schéma de la presse à granuler avec deux conceptions différentes: filière annulaire (à gauche) et filière plane (à droite).....	32
Figure 1.14 : Étapes du procédé de granulation : 1) Composante de compression (2a) Composante d'écoulement (2b) Composante de frottement.....	32

Figure 1.15 : Comparaison entre les coûts de production des granules réguliers et ceux de fibres exposées à la vapeur par unité de masse (a) et par unité d'énergie (b) pour les différentes biomasses .....	43
Figure 2.1 : Broyeur à coteaux rotatifs installé à l'UQAT (Retsch, modèle SM 100)	47
Figure 2.2 : Balance de mesure de la teneur en humidité des sciures de bois .....	48
Figure 2.3 : Fibres d'essences mélangées (épinette-pin –sapin) avant et après explosion à la vapeur à 220°C et pendant 6 min (a : copeaux fines, b : copeaux en forme d'aiguilles et c : gros copeaux) .....	49
Figure 2.4 : Aperçu de l'unité d'explosion à la vapeur du laboratoire de l'Université de Sherbrooke .....	50
Figure 2.5 : Appareil de tamisage comportant une série de tamis (Ro-Tap RX29, W.S Tyler).....	51
Figure 2.6 : Distribution granulométrie des broyats de sciure d'épinette noire sur trois grilles différentes.....	51
Figure 2.7 : Distribution granulométrie des broyats de sciure d'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier .....	52
Figure 2.8 : Dispositif de granulation du laboratoire du CTRI (modèle la KAHL 14-175) .....	55
Figure 2.9 : Appareil d'analyse thermogravimétrique (TA instrument, modèle Q50)	56
Figure 2.10 : Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier de l'UQAT (Shimadzu IR Tracer-100, kyoto, Japon).....	57
Figure 2.11 : Mesure du pouvoir calorifique: Dispositif de l'échantillon (à droite) et bombe calorimétrique (à gauche) modèle 6400 de Parr Instrument .....	59
Figure 2.12 : Durabilimètre composé de quatre boîtiers.....	60
Figure 2.13 : Pycnomètre à hélium, modèle AccuPyc 1330.....	61

Figure 3.1 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de l'EPN, du PG et du SB à l'état brut .....	65
Figure 3.2 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de l'EPN brutes et explosées à la vapeur dans deux conditions de sévérité différentes: S1= 4,31 et S2= 4,92.....	68
Figure 3.3 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de PG brutes et explosées à la vapeur à une sévérité S1 et S2 .....	69
Figure 3.4 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de SB brutes et explosées à la vapeur à une sévérité S1 et S2 .....	70
Figure 3.5: Spectres d'absorption des fibres brutes de l'EPN, du PG et du SB.....	73
Figure 3.6 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées dans deux conditions de sévérité différentes (S1= 4,31 et S2= 4,92) du SB.....	73
Figure 3.7 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées dans deux conditions de sévérité différentes (S1= 4,31 et S2= 4,92) de l'EPN. ....	74
Figure 3.8 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées à une sévérité (S1= 4,31 et S2= 4,92) du PG.....	74
Figure 3.9 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) de leurs dérivées associées (DTG) des fibres S-E-P explosées à la vapeur à une sévérité S1 pour les différentes tailles de particules.....	77
Figure 3.10 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées à différentes tailles de particules .....	79
Figure 3.11 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la puissance consommée durant la granulation.....	81
Figure 3.12 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur le PCS des granules mesuré à base humide .....	84

Figure 3.13 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la durabilité des granules.....	86
Figure 3.14 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la masse volumique réelle des granules .....	88
Figure 3.15 : Variation du PCS des granules en fonction de l'essence du bois et du mode de défibrage .....	92
Figure 3.16 : Variation de la durabilité des granules en fonction de l'essence du bois et du mode de défibrage.....	93
Figure 3.17 : Aperçu des copeaux de sapin baumier après l'explosion à la vapeur, a) avant désintégration et b) et après désintégration .....	95
Figure 3.18 : Granules de fibres brutes et explosées à deux sévérités différentes .....	95
Figure 3.19 : Variation de la masse volumique réelle des granules en fonction de l'essence de bois et du mode de défibrage .....	96

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Propriétés chimiques du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à l'état anhydre.....	7
Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques de l'épinette noire et blanche, du pin gris et du sapin baumier .....	13
Tableau 1.3 : Masse volumique du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à différentes teneurs en humidité .....	14
Tableau 1.4 : Pouvoir calorifique supérieur des différentes essences pour diverses composantes de l'arbre.....	16
Tableau 1.5 : Caractéristiques de la norme (CEN / TS 14961) pour les granules énergétiques de bois de haute qualité.....	38
Tableau 1.6 : Coût des granules réguliers et de fibres explosées à la vapeur de différents types de biomasse.....	42
Tableau 1.7 : Récapitulation des propriétés et du coût des granules de fibres explosées à la vapeur et ceux ordinaires.....	44
Tableau 2.1 : Tableau récapitulatif des facteurs affectant la granulation et la qualité des granules .....	53
Tableau 2.2 : Récapitulatif des échantillons et du nombre de répétitions effectuées pour tous les essais de caractérisations.....	63
Tableau 3.1 : Récapitulation des bandes d'absorption infrarouge ainsi que leurs attributions relatives .....	75



Tableau 3.2 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et les valeurs de F pour les propriétés des granules et la puissance consommée pour l'EPN.....	80
Tableau 3.3 : Effet des paramètres de granulation sur la consommation d'énergie spécifique de la granuleuse .....	83
Tableau 3.4 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et valeurs de F pour les propriétés des granules.....	90
Tableau 3.5 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et valeurs de F sur l'effet de la taille des particules pour les propriétés des granules exposés à la vapeur .....	97
Tableau 3.6 : Effet de la taille de particules sur le PCS, la durabilité et la masse volumique des granules exposés à la vapeur, écart type entre parenthèses .....	99

## LISTE DES ACRONYMES

ANOVA	Analyse de variance
ML	Lamelle moyenne
P	Paroi primaire
S1, S2, S3	Paroi secondaire
PCI	Pouvoir calorifique inférieur
PCS	Pouvoir calorifique supérieur
EPN	Épinette noire
PG	Pin gris
SB	Sapin baumier
Tg	Température de transition vitreuse
(L/d)	Taux de compression
S1	Faible sévérité du traitement (S1= 4,31; T= 220 C, t= 6 min)
S2	Haute sévérité du traitement (S2= 4,92; T= 205 C, t=66 min)
E-P-S	Mélange d'essences de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier

## RÉSUMÉ

L'accumulation des surplus de copeaux est en hausse due à la réduction de la consommation des industries papetières. Dans cette optique, la présente étude vise une valorisation des copeaux de bois pour produire des granules énergétiques de haute qualité. Plus précisément, le projet vise à optimiser les paramètres de granulation ainsi qu'à étudier les effets du mode de défibrage et le type de l'essence sur les propriétés des granules. Il vise également à étudier l'effet de la taille des copeaux sur le mode de défibrage par explosion à la vapeur ainsi que sur les propriétés des granules résultants. Pour ce faire, les copeaux de l'épinette noire (EPN), du pin gris (PG) et du sapin baumier (SB) ont été défibrés par deux modes de défibrage : mécanique et explosion à la vapeur à deux sévérités différentes S1= 4,3 (220°C - 6 min) et S2= 4,92 (205°C - 66 min). Les copeaux d'essences (mélange à partir de l'EPN, PG et SB) répartis en trois classes de tailles de particules (fines, aiguilles, gros copeaux) sont explosés à une faible sévérité (S1). Une optimisation des paramètres de granulation a été réalisée en utilisant trois niveaux pour chaque facteur : taille de particules (1, 2 et 4 mm) et teneur en humidité (15, 20, 25%). Les conditions optimales retenues (taille de particules de 2 mm et une humidité de 25%) ont été utilisées pour étudier l'effet de l'essence et le mode de défibrage sur les propriétés des granules. Les granules ont été fabriqués par une granuleuse pilote en fixant la géométrie des canaux de la filière ( $L/d= 5$ ) et la vitesse de rotation de la vis de dosage (600 rpm). Les fibres ont été caractérisées en termes de chimie de surface et du comportement thermique par analyse thermogravimétrique. Quant aux granules, ils ont été évalués en termes de pouvoir calorifique (PCS), de durabilité et de densité réelle. Les résultats montrent que l'explosion à la vapeur apporte des modifications chimiques considérables à la surface des fibres de l'EPN, du PG et du SB comparé au mode de défibrage mécanique. Un traitement à une sévérité modérée S1 présente un contenu élevé en lignine à la surface des fibres qui se manifeste par une augmentation des propriétés des granules étudiés. Cependant, un traitement plus sévère S2 a entraîné l'augmentation du PCS, mais une baisse remarquable de la durabilité a été observée à la suite de la dégradation partielle de la lignine. Indépendamment du mode de défibrage, les granules fabriqués à partir du PG ont présenté le PCS et la durabilité les plus élevés comparés à ceux du SB et de l'EPN. Dans le cas du PG, le défibrage par explosion à une sévérité modérée a contribué à l'augmentation de la durabilité des granules de 98,7 à 98,9% par rapport au défibrage mécanique. Toutefois, l'augmentation de la sévérité du traitement de S1 à S2 a diminué considérablement la durabilité des granules du PG en passant de 98,9 à 94,25%, soit une diminution de 4,7%. Les granules de l'EPN ont révélé la meilleure augmentation du PCS par rapport à ceux du PG et du SB, passant de 20,97 à 22 MJ/kg pour une sévérité S1 puis à 22,53

MJ/kg pour une sévérité S2. Les granules fabriqués à partir des copeaux à forme d'aiguilles explosés à la vapeur procurent les meilleures propriétés comparées à ceux à base de gros copeaux et de fines, soient un PCS de 22,85 MJ/kg et une durabilité de 99,3%.

**Mots clés:** Granules énergétiques, essences EPN, PG et SB, défibrage mécanique, explosion à la vapeur, paramètres de granulation, taille de copeaux de bois.

## ABSTRACT

The surplus of wood chips is on an upward trend due to the reduction in consumption of paper industries. In this perspective, this study aims to valorize wood chips to produce high quality of wood pellets. More specifically, the aim of this project is to optimize the process parameters and to evaluate the effects of defibration process and wood species on the properties of wood pellets. It also aims to study the effect of size chips on the steam explosion pre-treatment and the resultant pellets. For this purpose, the chips of the black spruce (BS), jack pine (JP) and balsam fir (BF) were defibrated using two defibration processes: mechanical and steam explosion at two different severities ( $S1 = 4.31$  and  $S2 = 4.92$ ). A mixed wood chips made from spruce, pine and fir divided into three particle size classes (fine, medium and large chips) were steam exploded at  $220^{\circ}\text{C} - 6$  min (low severity 4.31). An optimization of the process parameters was carried out using three levels for each factor: particle size (1, 2 and 4 mm) and moisture content (15, 20, and 25%). The optimum conditions selected were used to study the effect of defibration process and wood species on the properties of wood pellets. The pellets were produced using a pilot granulator by fixing the die geometry ( $L / d = 5$ ) and the speed of rotation of the die (at about 600 rpm). The wood fibers were characterized in terms of surface chemistry and thermal behavior by thermogravimetric analysis. The pellets were evaluated in terms of high heat value (HHV), durability index and real density. The results showed that the steam explosion process has a considerable chemical change on the surface of the BS, JP and BF fibers compared to mechanical defibration. The treatment at a severity of 4.31 resulted in a high lignin content on the fiber surface, which manifested by an increase of all pellets properties. However, treatment at a severity of 4.92 resulted in an increase of HHV and a marked decrease in durability due to the partial degradation of lignin. Independently of the defibration process, the pellets made from JP had the highest HHV and durability index than those from BF and BS. The durability index of wood pellets made from JP increased initially with the steam explosion process at a severity of 4.31, and then decreased with a severity of 4.92, from 98.9 to 94.25% respectively. The pellets made from BS had an important increase in HHV than those from JP and BF, from 20.97 MJ / kg to 22 MJ / kg for a severity of 4.31 and then to 22.53 MJ / kg for severity of 4.9. Pellets made from steamed medium chips provided the best properties compared to large and fines chips (HHV of 22.85 MJ / kg and a durability index of 99.3%).

**Key words:** Wood pellets, wood species: BS, JP and BF, mechanical defibration, steam explosion, process parameters, wood chips size.

## INTRODUCTION

Les ressources forestières du Québec sont constituées majoritairement de résineux (Létourneau, 2006). Ces essences sont fortement exploitées par l'industrie forestière. Depuis des années, les résineux traditionnels tels que l'épinette noire (EPN), le sapin baumier (SB) et le pin gris (PG) sont considérés comme les principales sources d'approvisionnement pour les secteurs de pâtes et papiers. En raison des propriétés de leurs fibres, l'EPN et le SB sont demeurés les essences les plus utilisées pour la mise en pâte, surtout pour les pâtes mécaniques, qui sont caractérisées par une meilleure résistance (Isenberg et al., 1980; Zhang et Koubaa, 2009). La qualité supérieure de bois des résineux leur permet de donner une valeur marchande très importante et accroître leur utilisation par les usines de pâtes, de papiers et d'autres produits à base de bois.

Depuis 2005, l'industrie forestière québécoise a vécu des crises conjoncturelles, en raison de la baisse continue de la consommation de copeaux de bois par les usines de pâtes et papiers, qui a passé de 8 949 700 tma (tonne métrique anhydre) en 2007 à 6 854 900 tma en 2017 soit une réduction de 34,9% (David, 2017). Cela est dû premièrement au recyclage du papier et deuxièmement, à la forte baisse de consommation des papiers journaux à la suite de la prolifération des nouvelles technologies informatiques telles que les factures électroniques, les téléphones intelligents et les tablettes. En conséquence, la plupart des scieries sont confrontées à un problème de surplus de copeaux de bois. Pour pallier aux surplus, de nouvelles recherches ont été menées pour trouver de nouveaux produits à valeur ajoutée et de nouvelles alternatives en vue de valoriser les copeaux issus de l'industrie forestière. Ces copeaux peuvent être valorisés dans plusieurs secteurs tels que la bioénergie, les panneaux d'isolation, les panneaux à lamelles orientées et les composites bois-

polymère (CRIQ, 2013). Parmi les alternatives disponibles, la production des granules à partir de copeaux de bois est une alternative particulièrement intéressante qui pourra avoir une valeur plus élevée que celle des copeaux à pâtes. Cette alternative pourra générer un biocombustible économiquement plus rentable comparé à l'utilisation des copeaux. Les granules sont ciblés grâce à leur densité élevée, leur pouvoir calorifique élevé ainsi que la facilité de leur transport et de leur manipulation par rapport aux copeaux. Le potentiel des granules de bois à produire de la chaleur et de l'électricité semble être la technique la plus polyvalente comparativement aux autres biocombustibles solides (Jenkins, 2010).

Les États-Unis et le Canada sont les importants pays exportateurs des granules vers l'Union Européenne (UE). Ce dernier a importé plus de 6,5 millions de tonnes de granules énergétiques pour couvrir leur besoin en 2014. Au niveau mondial, la consommation de granulés de bois est d'environ 20 millions de tonnes métriques (Nguyen et al., 2015). Les granules sont transportés sur des longues distances vers un port d'exportation à l'aide des trains. Pendant l'exportation, les granules sont exposés à plusieurs chocs mécaniques conduisant à leur dégradation en fines.

Le défibrage mécanique est une étape nécessaire pour rendre la granulométrie plus appropriée à la granulation. Il permet d'augmenter la surface accessible et le nombre de points de contact entre les particules dans la phase de granulation. Néanmoins, ce procédé produit généralement des granules hygroscopiques, ce qui favorise leur désintégration en grosses quantités de fines pendant la manipulation et le stockage (Lam et al., 2013). De plus, les granules de faible durabilité ont tendance à créer des problèmes dans les systèmes d'alimentation des granules notamment les poussières affectant la santé des travailleurs ainsi que les risques de feu liés à l'auto-échauffement lors de la manipulation et du stockage (Temmerman et al., 2006). Par conséquent, l'amélioration du pouvoir calorifique, de la durabilité et de la résistance à l'eau sont actuellement les principaux défis dans le développement des granules.



Il existe plusieurs technologies de prétraitement prometteuses, en particulier le traitement hydrothermique, la torréfaction et l'explosion à la vapeur font l'objet d'un développement industriel aujourd'hui. Chacune des méthodes présente des avantages et des inconvénients. Le prétraitement à l'eau chaude du bois donne des granules de meilleures qualités mécaniques, de haut pouvoir calorifique et d'une densité élevée. Cependant, il nécessite une étape de broyage qui mène à un coût supplémentaire dans la chaîne de production. Quant à la torréfaction, elle permet d'augmenter le pouvoir calorifique avec un produit facile à broyer. Le principal inconvénient de cette technologie est l'affaiblissement de la densité et la durabilité des granules fabriqués. En plus, les granules torréfiés au-delà de 300°C nécessitent un liant pour assurer l'adhésion entre les particules. Néanmoins, le procédé d'explosion à la vapeur permet d'ajouter encore plus de valeur aux granules de bois tout en augmentant leur valeur calorifique, leur densité et leur durabilité (Lam, 2011).

La présente étude vise la valorisation des copeaux de bois pour fabriquer des granules énergétiques à haut pouvoir calorifique avec une durabilité mécanique convenable. Ce travail consiste en premier lieu à optimiser les paramètres de granulation des fibres de bois, puis à étudier les effets du mode de défibrage (mécanique et explosion à la vapeur) et le type d'essence (EPN, PG et SB) sur les propriétés calorifiques, mécaniques et physiques des granules fabriqués. Il vise également à étudier l'impact de la taille des copeaux (fines, aiguilles, gros copeaux) sur le mode de défibrage par explosion à la vapeur de bois des résineux ainsi que sur les propriétés des granules fabriqués.

## CHAPITRE I : ÉTAT DES CONNAISSANCES

### 1.1 Les résineux: épinette noire, pin gris et sapin baumier

#### 1.1.1 Généralités

L'épinette noire (*Picea mariana* Mill.) (EPN), le genre *Picea* est le plus répandu au Canada, et l'épinette noire est parmi les résineux les plus abondants dans les forêts canadiennes. C'est un arbre qui tolère moins l'ombre comparativement au sapin baumier. L'EPN adulte est considérée comme une essence de petite taille, atteignant en moyenne 9 à 15 m de hauteur et 15 à 25 cm de diamètre (Zhang et Koubaa, 2009). Dépendamment du site écologique et des facteurs génétiques, elle peut vivre jusqu'à 200 ans et bien plus. Son tronc est droit et possède un défilement relativement faible. L'EPN est une espèce commerciale particulièrement importante dans l'est du Canada, la bonne qualité de son bois et de ses fibres rend cette essence très demandée, surtout dans la fabrication de pâtes à papier. Le bois de l'EPN convient à différents produits composites, à des fins de construction et à la fabrication de meubles (Zhang et Koubaa, 2009). L'absence d'odeur et de goût de ce bois en fait un bois très utile pour la fabrication de contenants alimentaires (Isenberg et al., 1980; Mullins et McKnight, 1981).

Le pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.) (PG) est un arbre conifère de la famille des Pinacées qui occupe une vaste superficie du territoire Canadien. Le PG est reconnu par sa forte croissance par rapport aux autres résineux (Rudolph et Laidly, 1990). Le pin gris est un arbre de taille petite à moyenne, à la maturité, il peut atteindre une hauteur de 20 m avec un diamètre de 30 cm et il peut vivre jusqu'à 150 ans. Comme l'EPN, le

PG possède un tronc droit et évasé, et une écorce mince allant de 1 à 2,5 cm d'épaisseur (Zhang et Koubaa, 2009). Le PG est une essence commerciale servant à la fabrication de différents produits composites. Après transformation, les résidus de scieries, les sciures, les planures et les copeaux de pâte peuvent être utilisés dans la fabrication des panneaux de particules (Maloney, 1996). Cette essence est souvent recherchée par les usines de pâtes et papiers et l'industrie du bois d'œuvre. Elle peut servir également à la fabrication de contreplaqué structural utilisé en construction (Mullins et McKnight, 1981; Zhang et Koubaa, 2009).

Le sapin baumier (*Abies balsamea* (L.) Mill.) (SB) appartient à la famille des Pinaceae, il pousse généralement dans toutes les régions du Canada. Cette essence tolère bien l'ombre et nécessite beaucoup d'humidité pour sa croissance. De petites à moyennes dimensions, l'arbre adulte peut atteindre 25 m de hauteur et 70 cm de diamètre et peut vivre jusqu'à 150 ans (Zhang et Koubaa, 2009). À un âge relativement jeune, la souche et les racines peuvent être attaquées par les caries avec une dégradation des peuplements à l'âge de 70 ans et même moins (Whitney, 1989). Pour les arbres jeunes, l'écorce du SB est lisse et possède des pourcentages élevés en résine, mais il devient écailleux pour les vieux arbres avec une épaisseur maximale de 1,2 cm (Zhang et Koubaa, 2009). Grâce à ses longues fibres, le SB demeure une essence recherchée pour la fabrication des pâtes et papiers, malgré sa faible masse volumique (Isenberg et al., 1980). Il sert également pour la fabrication des matériaux de construction et des boîtes d'emballage (Sonderman, 1970).

### 1.1.2 Composition chimique

À l'échelle microscopique, le bois des résineux est constitué principalement de fibres lignocellulosiques longues et creuses. Ces fibres sont composées de trois régions: la lamelle moyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire (Plomion et al., 2001). La structure de chaque couche de la paroi cellulaire est composée de microfibrilles de

cellulose qui ont des orientations différentes d'une couche à une autre. En fait, ces microfibrilles sont constituées de plusieurs brins de cellulose et d'hémicellulose (micelles), appelés également microfibrilles (Sjöström, 1993). Ces dernières sont liées par la lignine, il s'agit donc d'un complexe de polysaccharides-lignine. Cette cohésion peut être établie par deux types de liaisons: ester (CO-O-C) ou éther (C-O-C). La figure 1.1 illustre la composition de la paroi cellulaire du bois incluant les indices de chaque région (Plomion et al., 2001). La lamelle moyenne (ML) est composée principalement de la lignine qui joue le rôle d'un liant entre les fibres. La paroi primaire (P) est intimement liée à la lamelle moyenne. Elle est formée de microfibrilles disposées de façon aléatoire. À la périphérie se dépose la paroi secondaire, qui comporte trois couches: S1, S2 et S3. La paroi secondaire possède une structure spécifique, qui lui confère une haute rigidité mécanique (Dinh, 2011).

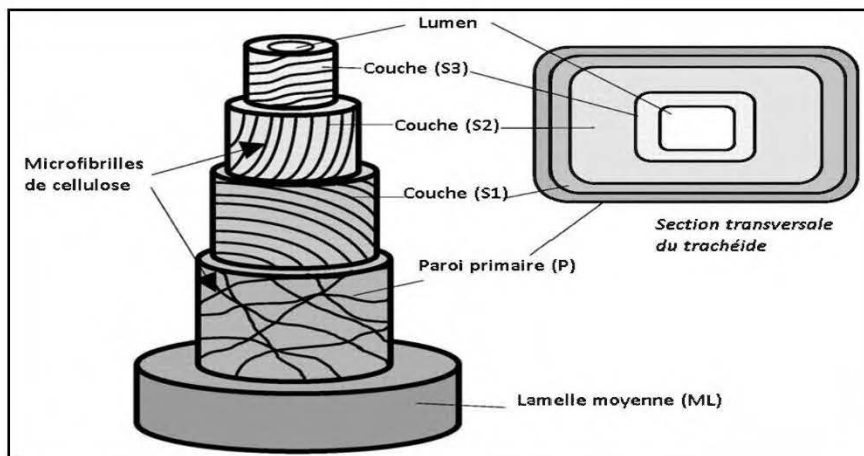


Figure 1.1 : Composition de la paroi cellulaire du bois (Plomion et al., 2001)

L'agencement des cellules de bois peut être identifié par la disposition de plusieurs multicouches: soit la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, qui sont présentes dans toutes les essences ainsi que les composantes inorganiques comme les extractibles et les cendres. Indépendamment du type du bois, ces composantes varient d'une espèce à une autre (Tableau 1.1).

Tableau 1.1 : Propriétés chimiques du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à l'état anhydre (Létourneau, 2006; Zhang et Koubaa, 2009)

Essence	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Extractibles	Cendres
Épinette noire	43,5	27,8	25,3	3,2	0,2
Pin gris	41,6	25,6	29,8	2,9	0,1
Sapin baumier	42,2	26	28	3,6	0,2

#### 1.1.2.1 La cellulose

La cellulose constitue le composé chimique organique le plus abondant sur terre. Ce polymère possède un degré de polymérisation allant de 9 000 à 15000 de monomères (glucoses) (Rowell, 2005). C'est le principal élément dans les parois secondaires des cellules du bois. Sa proportion varie généralement de 40 à 50% dans les cellules (Natterer et al., 2004). La cellulose est reconnue par sa forte résistance aux attaques chimiques comparativement à l'hémicellulose. La présence des liaisons hydrogènes entre les molécules adjacentes offre une haute rigidité aux fibres ainsi qu'une meilleure résistance chimique, physique et mécanique du bois. Ce polymère linéairement structuré est formé par une distribution de longue chaîne de molécules de glucose ( $C_6O_5H_{10}$ )<sub>n</sub> liés par des liaisons osidiques  $\beta$  (1  $\rightarrow$  4) (Kollman et Côté, 1968) (Figure 1.2). En effet, l'association de deux unités d'anhydride de cellulose forme une unité de base de la molécule de cellulose, appelée cellobiose. La formule chimique de la cellulose est formée de N cellobiose. La dégradation de la cellulose commence à des températures supérieures à 200°C (Amidon et al., 2008).

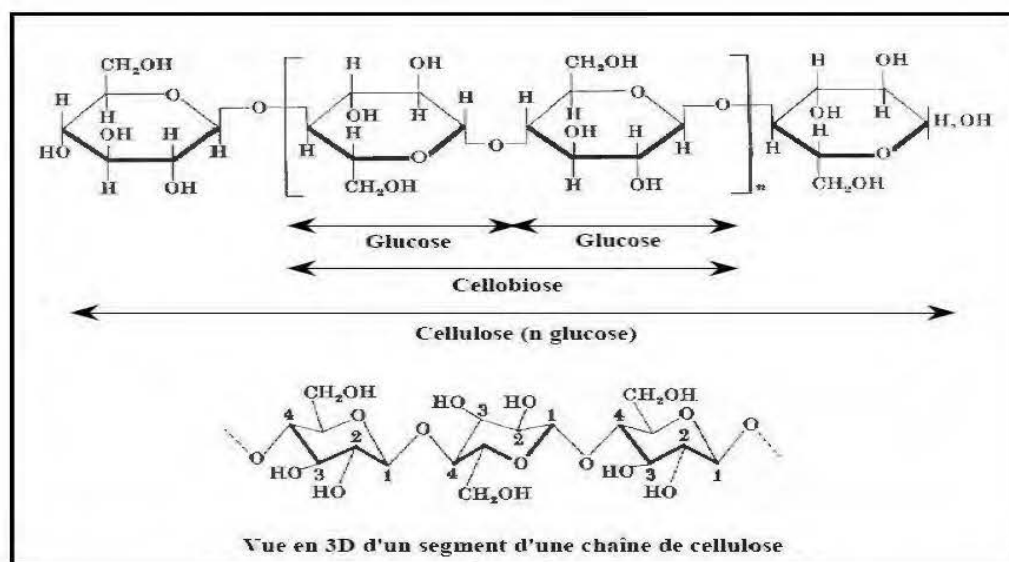


Figure 1.2 : Structure de la cellulose (Kollman et Côté, 1968)

#### 1.1.2.2 L'hémicellulose

L'hémicellulose est un polysaccharide de famille hétérogène et de structure amorphe aléatoire. Sa composition chimique est différente de celle de la cellulose. Elle est composée de chaînes moléculaires ramifiées avec un degré de polymérisation qui varie de 150 à 200 unités de polysaccharides. L'hémicellulose représente 25 à 35% du bois en poids avec une masse volumique réelle d'environ 1500 kg/m<sup>3</sup> (Smith et al., 2003). L'hémicellulose peut être soluble dans des solutions acides diluées et alcalines. Cependant, elle assure l'intégrité entre les fibres de bois tout en supportant la cellulose. Elle est moins stable thermiquement que la cellulose et la lignine. Elle commence à se dégrader à une température d'environ 160°C (Amidon et al., 2008). Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose est formée de plusieurs monomères de sucres en plus du glucose, notamment du mannose, du galactose, du xylose, de l'arabinose, de l'acide galacturonique et de l'acide 4-O-méthylglucuronique comme indiqué à la figure 1.3. La structure amorphe d'hémicellulose lui confère d'être facilement hydrolysée (Shaw, 2008). Pendant le procédé d'explosion à la vapeur, l'action de celui-ci permet de libérer

de l'acide acétique, qui est à son tour, permet d'accélérer l'hydrolyse de l'hémicellulose. Aussi, la vapeur dans la réaction agit comme un acide dilué avec laquelle s'effectue la scission des chaînes polymères des hémicelluloses par hydrolyse. Ceci provoque la libération des sous-produits dégradés tels que le furfural et les monosucres du xylane (Lam, 2011).

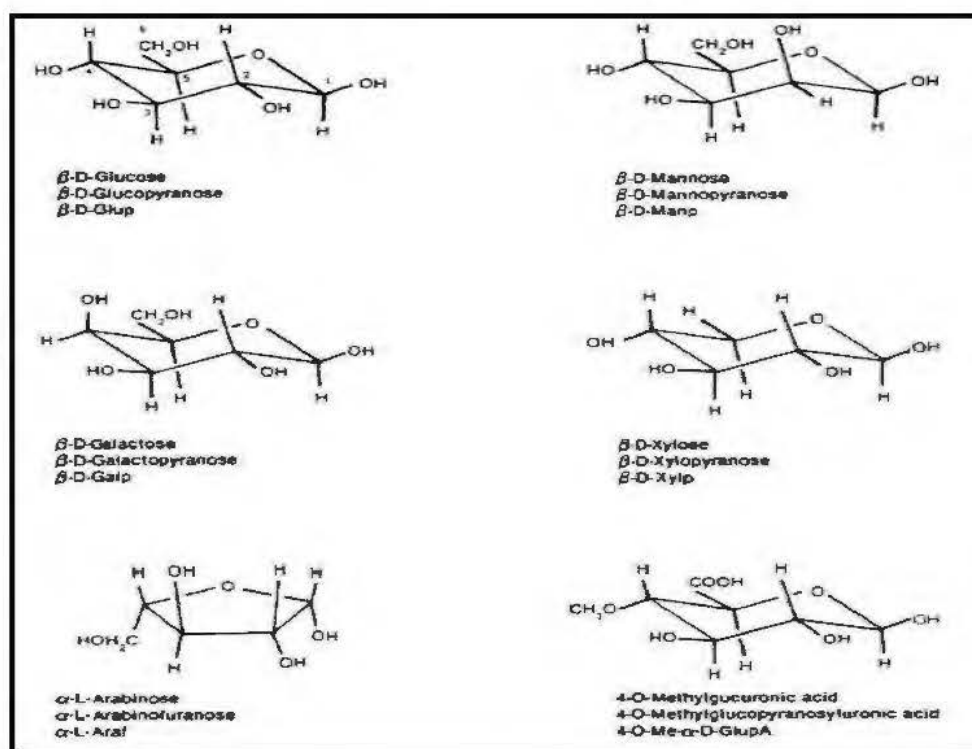


Figure 1.3 : Les principaux composants de l'hémicellulose (Pettersen, 1984)

### 1.1.2.3 La lignine

La lignine est un polymère en réseau aléatoire qui est inséré dans la paroi cellulaire entre les microfibrilles de la cellulose et de l'hémicellulose. Elle contribue fortement à la résistance mécanique du bois tout en assurant la liaison dans la matrice lignocellulosique. Grâce à son caractère hydrophobe, la lignine semble être une couverture protectrice dans la biomasse non traitée, ce qui peut limiter l'accessibilité

de l'enzyme (produite à partir de champignons ou de bactéries) à la cellulose (Donohoe et al., 2008). Du point de vue chimique, la structure de la lignine diffère des autres polymères par une substance amorphe, complexe et non linéaire. Également, elle est composée de chaînes ramifiées et constitue un polymère phénolique de haut poids moléculaire. Une grande proportion de la lignine est concentrée particulièrement dans la lamelle moyenne (Lam, 2011). En effet, la lignine est composée par trois catégories de monomères soient: l'alcool coniférylique, l'alcool coumarylique et l'alcool sinapylique (Figure 1.4). D'autre part, la quantité de chaque monomère diffère selon le type de l'espèce (feuillus et résineux) et du tissu (écorce, bois initial et bois final). La lignine des résineux est constituée en grande partie de composés moléculaires coniféryliques tandis que la lignine de feuillus est composée principalement d'alcool sinapylique et d'alcool coniférylique (Pettersen, 1984). Elle contient beaucoup de groupes hydroxyles phénoliques et moins de groupes méthoxyles que les feuillus (Smith et al., 1977), ce qui entraîne une température de ramollissement supérieure à celle de la lignine des feuillus (Olsson et Salmén, 1992).

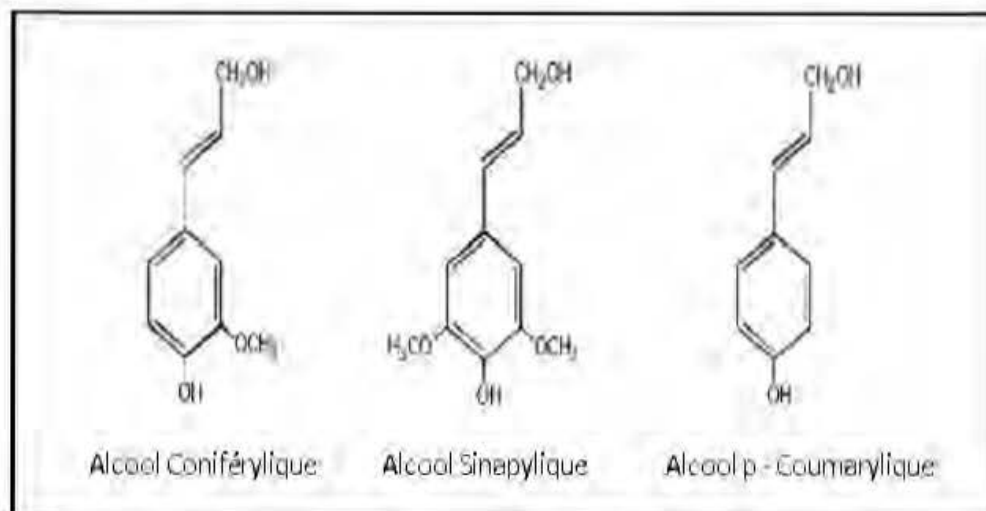


Figure 1.4 : Motifs élémentaires de la lignine (Navi et Heger, 2005)



La différence entre la composition de la lignine et la cellulose impliquait une teneur en carbone de 64% et 42%, respectivement. Par conséquent, la lignine semble être un excellent combustible du fait qu'elle produit plus d'énergie lorsqu'elle est brûlée (Hartmann, 2013). Pour augmenter la disponibilité de la lignine à la surface, des méthodes de prétraitements sont nécessaires pour améliorer la densification. Le traitement à la vapeur induit des modifications dans la structure de la lignine. En effet, il entraîne premièrement la rupture de certaines liaisons de la lignine insolubles dans l'acide puis assure la condensation pour former la lignine de faible poids moléculaire (Lam, 2011). À l'aide de ce traitement, la lignine est libérée de la paroi cellulaire et est répartie uniformément sur la surface de la cellulose sous forme de perles (Donohoe et al., 2008). La lignine commence à se dégrader à une température de 280°C et peut continuer jusqu'à 500°C (Amidon et al., 2008).

#### 1.1.2.4 Les extractibles

Les extractibles sont des composés inorganiques de faible poids moléculaire qui peuvent être extraits du bois par l'eau ou d'autres solvants organiques (acétone, alcool, etc.), sans affecter les constituants structuraux du bois. Les extractibles sont majoritairement situés dans les lumens des cellules du bois, mais certains sont localisés dans les canaux résinifères. L'apparition de certaines couleurs ou odeur est due aux extractibles. Ces derniers peuvent être toxiques en service, mais ils peuvent être valorisés dans plusieurs applications. Malgré leur faible proportion dans le bois, ils peuvent affecter la qualité et les propriétés de la transformation du bois (Dinwoodie, 2000).

La teneur en extractibles varie selon l'essence, la région dans l'arbre, le site géographique, la génétique ou encore la saison. L'aubier des résineux est reconnu par sa richesse en résine, une substance visqueuse et combustible, produite chez des essences tels que les sapins, pins et épinettes. Les principaux extractibles des résineux

sont les tannins, les acides gras, les terpènes, les acides résineux et les phénols (Fengel et Wegener, 1983). Comparativement au bois du SB et de l'EPN, le bois du PG est constitué généralement d'une forte quantité en extractibles qui renferme un pourcentage élevé de résine. (Münster, 1990). La résine contient des composés phénoliques et des composés terpénoïdes, notamment des acides résineux et des monoterpènes. La résine semble être un promoteur d'adhésion entre les fibres de bois lors de la granulation. Lors de cette opération, les extractibles migrent vers la surface de la fibre sous l'effet de la température. En effet, les extractibles en particulier les cires et les matières grasses contribuent en premier lieu à lubrifier les canaux de la filière et en second lieu, à empêcher la formation des liens solides entre les fibres adjacentes (Castellano et al., 2015). La plupart des matières extractibles sont hydrophobes et leur présence, en grand quantité, dans la matière lignocellulosique diminue les propriétés d'adhésion entre les fibres.

#### 1.1.2.5 Les cendres

La combustion du bois à haute température engendre la génération des résidus minéraux comme le calcium ou le magnésium qui se retrouvent dans les cendres. Celles-ci représentent généralement une quantité inférieure à 1% de la masse sèche du bois dans les zones tempérées et une quantité plus élevée dans les zones tropicales (Dinwoodie, 2000).

#### 1.1.3 Propriétés mécaniques

Le tableau 1.2 regroupe les propriétés mécaniques du bois de l'EPN, du PG et du SB de l'Est du Canada et des États-Unis (Jessome, 2000; Zhang et Koubaa, 2009). Les valeurs présentées font référence aux petites éprouvettes exemptées de défauts extraites du bois de cœur.

Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques de l'épinette noire et blanche, du pin gris et du sapin baumier (Jessome, 2000; Zhang et Koubaa, 2009)

<b>Propriétés/Essences</b>	<b>Épinette noire</b>	<b>Épinette blanche</b>	<b>Pin gris</b>	<b>Sapin baumier</b>
Masse volumique anhydre (kg/m <sup>3</sup> )	445	372	444	350
<b>Flexion statique</b>				
Module d'élasticité (MPa)	10 400	9 930	10 200	9 650
Module de rupture (MPa)	78,3	62,7	77,9	58,3
Énergie à charge maximale (kJ/m <sup>3</sup> )	71	71	71	71
<b>Compression parallèle au fil</b>				
Module d'élasticité (MPa)	11 000	11 400	10 500	9 720
Contrainte maximale (MPa)	42,4	36,9	40,5	34,3
<b>Compression perpendiculaire au fil</b>				
Contrainte à la limite proportionnelle (MPa)	3,70	3,45	5,7	3,14
<b>Dureté</b>				
Face latérale (N)	2 020	1 880	2 560	1 820
Face extrémité (N)	2 660	2 470	3 200	3 170

Globalement, le bois de l'EPN possède des propriétés mécaniques élevées comparativement à l'épinette blanche (EPB) et le SB. Par contre, les propriétés mécaniques de l'EPN et du PG sont très proches. Le bois du PG a une résistance modérée à la flexion et moins faible en compression (Mullins et McKnight, 1981).

Le sapin baumier présente une faible résistance à la flexion et à la compression (Mullins et McKnight, 1981). Pour le groupe épinette-sapin-pin, le SB possède les plus faibles propriétés mécaniques. Plusieurs facteurs peuvent affecter les propriétés mécaniques du bois tels que la présence des nœuds, la déviation du fil, le bois de compression, la proportion du bois juvénile et la méthode de séchage utilisée (Keith, 1974; Zhou et Smith, 2007).

#### 1.1.4 Propriétés physiques

##### 1.1.4.1 Masse volumique

Le tableau 1.3 illustre les valeurs moyennes de la masse volumique du bois de l'EPN, du PG et du SB (Jessome, 2000; Zhang et Koubaa, 2009). Comparant aux autres espèces résineux, le PG présente la valeur de la masse volumique du bois la plus élevée. À une teneur d'humidité de 12%, sa masse volumique est d'environ 444 kg/m<sup>3</sup>. Cependant, cette valeur est très proche de celle de l'EPN (428 kg/m<sup>3</sup>).

Tableau 1.3 : Masse volumique du bois de l'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier à différentes teneurs en humidité (Jessome, 2000; Zhang et Koubaa, 2009)

Essences	État vert (%)	Sec à l'air (à 12%)	Anhydre (%)
Épinette noire	406	428	445
Pin gris	421	444	451
Sapin baumier	335	350	367

#### 1.1.4.2 Propriétés thermiques

La connaissance des propriétés thermiques contribue à une meilleure compréhension du comportement de bois. Le pouvoir calorifique supérieur est l'une des propriétés les plus intéressantes puisqu'il permet d'évaluer les caractéristiques de la combustion des granules au sein des poêles et des chaudières automatisées. En effet, le pouvoir calorifique est une mesure de la quantité d'énergie fournie par la combustion d'une unité de masse d'un produit. Il est essentiellement composé d'un pouvoir calorifique supérieur (PCS) et d'un pouvoir calorifique inférieur (PCI). Le PCS comprend non seulement la quantité d'énergie dégagée par la combustion, mais aussi la chaleur latente récupérée de la vapeur d'eau tandis que le PCI comprend uniquement la chaleur dégagée par la combustion tout en dégageant la vapeur d'eau dans les fumées.

Singh et Kostecky (1986) ont étudié la valeur moyenne du PCS sur une base sèche pour six résineux (EPN, EPB, PG, SB, cèdre blanc et mélèze) et quatre feuillus (peuplier tremble, peuplier baumier, bouleau blanc et érable du Manitoba). Pour les résineux, le PCS a varié de 19,12 à 21,10 MJ/kg tandis que pour les feuillus, la moyenne des essences est située entre 18,40 et 20,09 MJ/kg. Le pouvoir calorifique supérieur de l'EPN, le PG, le SB et le bouleau blanc (BB) sont regroupés dans le tableau 1.4, pour les différents composants de l'arbre. Le PCS de l'EPN est comparable à celui du SB. Cependant, la valeur calorifique moyenne du PG est légèrement plus élevée comparativement aux autres essences, ce qui le rend plus adaptée à des fins énergétiques.

La valeur énergétique du bois dépend principalement de la teneur en humidité, la nature et la composition chimique du bois. D'une façon générale, les résineux présentent des valeurs calorifiques supérieures à celles des feuillus en raison de la différence entre la composition chimique des espèces. Cette différence peut être expliquée par la teneur élevée en lignine dans les résineux comparée aux feuillus (Sjöström, 1993). Selon

Nguyen (2016), le pouvoir calorifique supérieur est proportionnel au taux de carbone et d'hydrogène, mais il diminue avec l'augmentation du degré d'oxydation. La différence entre la composition de la lignine et la cellulose implique une teneur en carbone de 64% et 42%, respectivement (Hartmann, 2013). De plus, l'hémicellulose est un polymère à haut degré d'oxydation (Moya et Tenorio, 2013). Ainsi, la lignine est le composant qui procure la plus grande quantité d'énergie lors de sa combustion suivie par la cellulose et l'hémicellulose (Hartmann, 2013; Moya et Tenorio, 2013).

Tableau 1.4 : Pouvoir calorifique supérieur des différentes essences pour diverses composantes de l'arbre (Peterson et Peterson, 1992; Singh et Kostecky, 1986)

Composants/Essences	Pouvoir calorifique supérieur (MJ/kg)			
	Épinette noire	Pin gris	Sapin baumier	Bouleau blanc
Tronc	18,784	19,443	18,746	18,527
Écorce	19,478	21,299	18,527	20,230
Souche	19,197	19,953	19,656	18,875
Cime	21,562	21,225	21,425	19,846
Branche	20,679	21,374	20,570	19,721
Feuillage	20,873	21,430	21,504	21,119

#### 1.1.5 Modèle d'association entre la lignine et les polysaccharides dans la paroi cellulaire

Le modèle suivant présente la disposition des chaînes de cellulose, d'hémicellulose et de la lignine à l'intérieur de la paroi cellulaire (Figure 1.5). Les chaînes polymériques naturelles sont liées les unes aux autres soient par des liaisons hydrogènes ou par des

liaisons covalentes. Ces dernières constituent les principaux liens entre la lignine et l'hémicellulose. En revanche, les liaisons hydrogènes associent les microfibrilles de la cellulose avec l'hémicellulose. La liaison hydrogène est la responsable de la formation de la base structurale de la paroi cellulaire végétale.

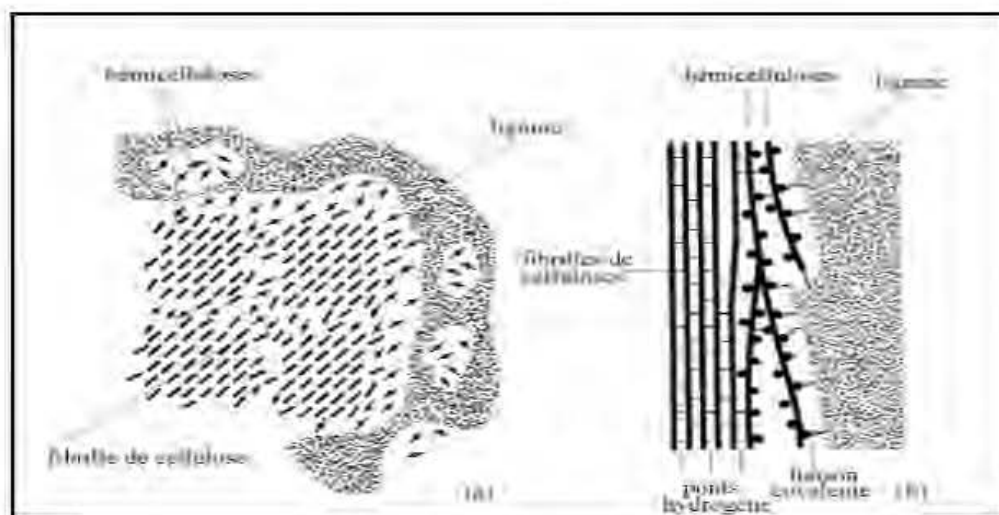


Figure 1.5 : Modèle d'association entre lignine et polysaccharides au sein de la paroi cellulaire du bois, avec a) Section transversale et b) Section longitudinale (Navi et Heger, 2005)

## 1.2 Modes de défibrage du bois

La séparation des fibres lignocellulosiques est une étape nécessaire pour rendre les fibres plus accessibles pour des fins ultérieures, à savoir les processus de densification, de fermentation ou d'hydrolyse. Plusieurs procédés tels que le broyage, l'explosion à la vapeur, le défibrage thermomécanique (TMP) et chimico-thermomécanique (CTMP) dont leur premier rôle est le défibrage de bois, sont envisageables dans le but de modifier la composition chimique et d'améliorer les propriétés des fibres. Dans cette étude, les fibres de l'EPN, du PG et du SB sont utilisées avec deux modes de séparation, à savoir le défibrage mécanique et le défibrage par explosion à la vapeur. Actuellement,

le défibrage par explosion à la vapeur est l'une des voies les plus prometteuses permettant d'améliorer la liaison des particules durant le processus de densification (Stelte, 2013).

### 1.2.1 Défibrage mécanique

Le défibrage mécanique consiste à introduire les copeaux de bois dans une machine en leur induisant une action mécanique intense. De divers équipements mécaniques peuvent être utilisés pour séparer les copeaux de bois en fibres individuels tels que le broyeur, la meule et les disques tournants. Ce procédé est extrêmement énergivore, mais présente néanmoins l'avantage d'offrir des pâtes à très hauts rendements, qui peuvent atteindre jusqu'à 96% (Zhang et Koubaa, 2009). Cependant, le défibrage mécanique est consommateur de temps, intensive en énergie et onéreux. De plus, les principaux composants du bois, tels que la cellulose, la lignine et l'hémicellulose sont encore présents dans le produit final. Il permet d'améliorer la surface accessible et la taille des pores dans la structure du bois (Raspolli Galletti et Antonetti, 2011; Wertz, 2016). Les particules fines sont avantageuses dans le processus de densification puisqu'elles présentent un grand nombre de points de contact conduisant ainsi à une meilleure liaison intermoléculaire. Ce prétraitement permet également de réduire le degré de polymérisation et le degré de cristallinité de la cellulose (Alvira et al., 2010; Wertz, 2016).

### 1.2.2 Défibrage par explosion à la vapeur

#### 1.2.2.1 Généralité

En 1924, Mason a breveté un procédé dans lequel les copeaux de bois peuvent être rapidement défibrés à l'aide de la vapeur pressurisée suivie d'un relâchement soudain de la pression. Étant une méthode de défibrage efficace, le prétraitement par explosion à la vapeur est devenu une méthode largement répandue et très appréciée grâce à son



faible impact environnemental (Kokta et Ahmed, 1998; Mason, 1926). Le procédé par explosion à la vapeur assure une bonne valorisation des différentes fractions polymériques, telle que la fraction cellulosique pour la production de bioéthanol cellulosique et d'autres biopolymères potentiellement importants.

Il existe plusieurs modes de défibrage, en particulier l'explosion à la vapeur qui aujourd'hui fait l'objet d'un développement industriel grâce à ses avantages. Ce procédé utilise uniquement de l'eau sans l'addition de produits chimiques; elle permet d'éviter la dégradation excessive des monosaccharides; minimiser le taux de corrosion de l'équipement sur des milieux réactionnels grâce à un pH relativement faible par rapport aux processus d'hydrolyse acide; consommer moins d'énergie par rapport aux procédés mécaniques et procurer un bon rendement (Garrote et al., 1999; Wang et al., 2015). Les techniques mécaniques conventionnelles nécessitent un surplus énergétique de 70 % pour obtenir la même réduction de taille que l'explosion à la vapeur (Holtzaple et al., 1989). Le traitement par explosion à la vapeur révèle être un excellent traitement grâce à sa forte capacité à décomposer la matrice lignocellulosique en entraînant la rupture des liaisons C-O-C.

#### 1.2.2.2 Description du procédé

Le défibrage par explosion à la vapeur permet d'ouvrir la structure du bois et provoque la destruction mécanique des fibres, ce qui facilite l'accessibilité à ses différents composants pour des utilisations ultérieures tels que les procédés de densification, d'hydrolyse ou de fermentation. L'explosion à la vapeur est un procédé thermomécanochimique qui combine l'action de la chaleur apportée par la vapeur, l'hydrolyse des liaisons glycosidiques suite à la formation des acides organiques (acides acétiques et uroniques) pendant la réaction et les forces de cisaillement résultantes de la baisse soudaine de la pression. Le procédé d'explosion à la vapeur comprend deux étapes successives: le vapocraquage et la décompression explosive.

Lors du vapocraquage, les copeaux de bois sont alimentés dans un réacteur dans lequel est injecté de la vapeur sous haute pression afin qu'elle pénètre dans la structure du bois. Ainsi, la vapeur d'eau se condense et mouille entièrement la structure du matériau (Avella et Scoditti, 1998). De la sorte, les groupements acides acétyles et méthylglucuroniques contenus dans l'hémicellulose commencent à s'hydrolyser sous l'action de l'eau condensée. La libération des acides organiques permet d'augmenter l'acidité du milieu et de catalyser la dépolymérisation de l'hémicellulose (Jacquet et al., 2010). Le vapocraquage est aussi un procédé utilisé pour le défibrage des fibres.

Lors de la seconde étape, la matière mouillée est acheminée vers un éclateur dont le rôle est de baisser brutalement la pression, ce qui provoque une revaporisation d'une partie de l'eau de condensation présente dans la structure du matériau. La libération rapide de la pression entraîne une réduction de la température et une dilatation thermique tout en créant des forces de cisaillement qui seront appliquées sur l'ensemble du matériau. Une force de cisaillement relativement élevée entraîne la rupture mécanique de la structure du bois (Lam, 2011).

Les effets combinés des deux étapes mènent premièrement à la modification des propriétés physiques du matériau à savoir, la surface spécifique, la rétention d'eau, la coloration et le taux de cristallinité de la fraction cellulosique et deuxièmement, à hydrolyser l'hémicellulose (génération d'oligo et monosaccharides) ainsi qu'à la modification de la structure chimique de la lignine. Ces changements assurent l'accessibilité aux différents composants du bois et accroissent le rendement de l'hydrolyse enzymatique de la fraction cellulosique en vue de faciliter la libération des monosaccharides fermentescibles utilisés dans des biocarburants de deuxième génération ou des procédés à haute valeur ajoutée (Jacquet et al., 2010).

Le procédé d'explosion à la vapeur est contrôlé par deux paramètres: le temps de rétention et la température de réaction (ou pression). D'une part, le temps de séjour

aide à déterminer le rendement d'hydrolyse de l'hémicellulose par l'acide acétique formé durant le procédé (Jacquet et al., 2010). L'augmentation du temps contribue à la formation des produits inhibiteurs. D'autre part, la pression de vapeur dans le réacteur est contrôlée à partir de la température. Il s'agit donc d'une relation de proportionnalité entre ces deux facteurs. Pour des températures et des pressions relativement élevées, la différence entre la pression du réacteur et la pression atmosphérique augmente, et par conséquent, la force de cisaillement augmente (Kokta et Ahmed, 1998).

Un schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur est montré à la figure 1.6. L'installation est composée d'un générateur de vapeur qui alimente un réacteur, suivie d'un éclateur permettant de récupérer la matière après la dépressurisation.

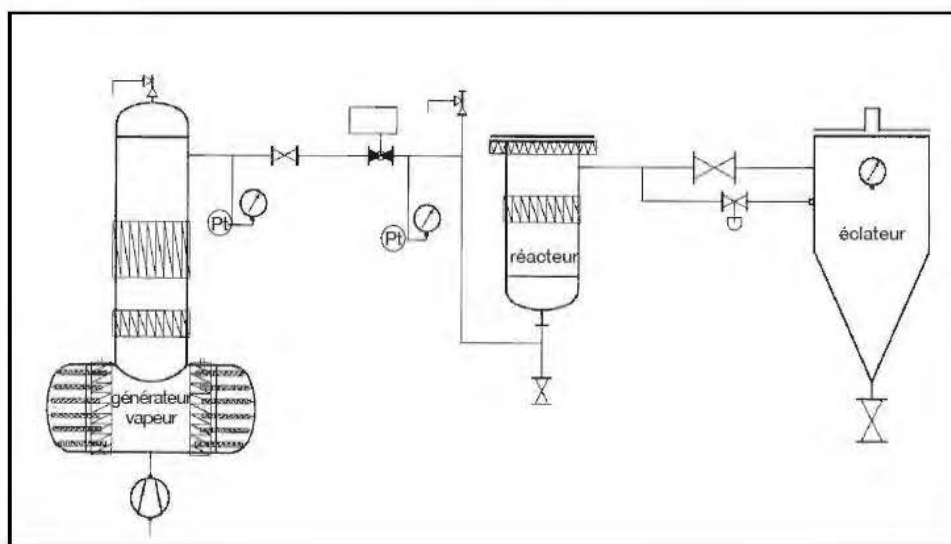


Figure 1.6 : Schéma général d'une installation d'explosion à la vapeur comprenant un générateur de vapeur, un réacteur et un éclateur (Jacquet et al., 2010)

### 1.2.2.3 Effets spécifiques de la technique sur la matière lignocellulosique

Des changements physiques, chimiques et structuraux du bois sont survenus au cours du traitement. Lors du procédé d'explosion à la vapeur, la structure de la paroi cellulaire

est détruite et les fibres individuelles sont libérées (Hsu et al., 1988). Les étapes de séparation des fibres sont résumées dans la figure 1.7, représentant la fibre avant et après la séparation par ce procédé. La température étant au-dessus de la température de transition vitreuse de la lignine (135°C en présence d'eau) même celle-ci à un ramollissement, facilitant ainsi la séparation des fibres (Goriug, 1963). La rupture des fibres se fait principalement au niveau de la lamelle mitoyenne, l'endroit le plus riche en lignine. Les microfibrilles sont d'autant plus fines et courtes que le temps de rétention est élevé (Jacquet et al., 2010).

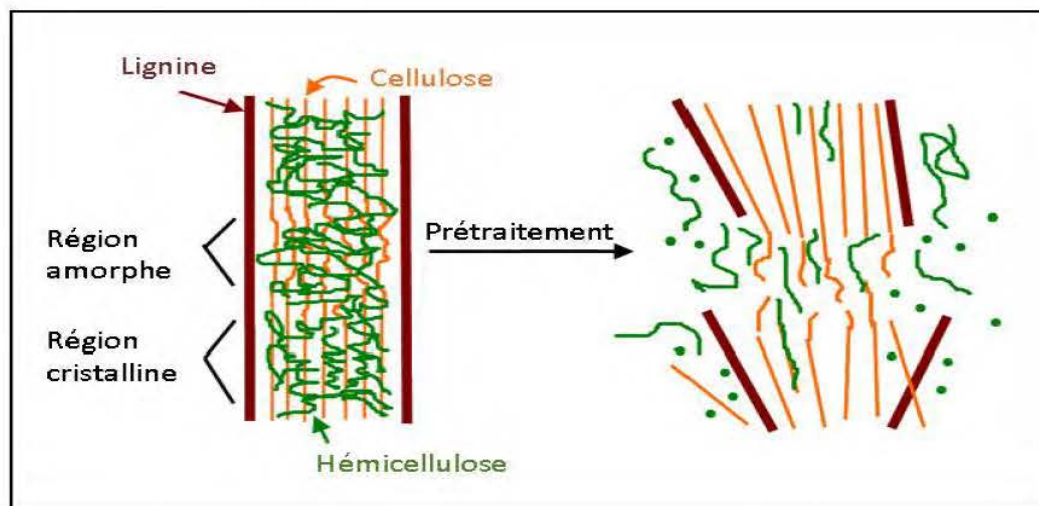


Figure 1.7 : Aperçu général de l'effet d'explosion à la vapeur sur le bois (Hsu et al., 1988)

La première étude sur l'effet de l'explosion à la vapeur a été réalisée par la société Iotech Corporation sur le peuplier tremble (PT) (Foody, 1980). Dans cette étude, les résultats montrent que le rendement des monosaccharides (glucose et xylose), après l'hydrolyse de la fraction hémicellulosique, augmente proportionnellement avec la sévérité du traitement. Aux basses sévérités, le procédé d'explosion à la vapeur permet d'hydrolyser facilement les hémicelluloses en oligosaccharides. Dans des conditions plus drastiques, ce procédé permet la formation de monosaccharides tout en

augmentant la concentration en furfural et 5- hydroxyméthylfufural ainsi que l'hydrolyse d'une partie de la fraction cellulosique (Stelte, 2013; Sun et al., 2005). L'élimination de l'hémicellulose des parois cellulaires du bois contribue à la formation d'un polymère plus fragile et rigide. Les molécules de cellulose peuvent également être effondrées et dégradées en furfural et 5- hydroxyméthylfufural sous une haute pression (Suzuki et al., 1998). Le degré de cristallinité de la cellulose augmente en raison de la cristallisation des régions amorphes dans les microfibrilles (Focher et al., 1991). Quant à la lignine, elle subit des réactions de clivage de la partie insoluble dans l'acide (haut poids moléculaire), tandis que la lignine de faible poids moléculaire sera générée au cours du traitement comme résultat de la réaction de condensation. Avec des hautes sévérités, la lignine se ramollit et forme des gouttelettes sphériques uniformément réparties à la surface des fibres, c'est une forme physiquement modifiée de la lignine (Anglès et al., 2001; Donohoe et al., 2008).

Le bois est, par nature, un matériau hygroscopique en raison de la présence de nombreux groupements hydroxyles (O-H) d'hémicellulose et de cellulose. En effet, les molécules d'eau prennent place dans les groupes hydroxyles libres. Ainsi, l'élimination complète de ces groupes (O-H) assure un produit entièrement hydrophobe (Stelte, 2013).

### 1.3 Pistes de valorisation des copeaux du bois des résineux

Les industries forestières québécoises génèrent de grandes quantités de copeaux, alors que les principaux consommateurs tels que les usines papetières sont de moins en moins nombreux (CRIQ, 2013). Cela a créé une problématique de surplus des sous-produits issus du sciage de bois, ce qui menace grandement la situation économique des scieries et pourrait conduire à la faillite et la fermeture de la plupart d'entre eux. Pour faire face à cette problématique, la recherche des pistes de valorisation prometteuses est nécessaire pour diminuer l'expansion de surplus de copeaux

provoquée par les industries de pâtes et papiers et qui pourraient devenir un débouché possible pour ces copeaux. De nouveaux produits sont émergés sur le marché et qui permettent la transformation des produits forestiers pour la production de bioproduits et de bioénergie. Ces derniers comportent les panneaux d'isolation, les panneaux à lamelles orientées, les composites de bois-polymères, les granules énergétiques, le charbon de bois, la biomasse torréfiée et le biochar, etc. (CRIQ, 2013). Parmi les alternatives disponibles, la production des granules énergétiques à base de copeaux de bois présente une source d'énergie très intéressante autant sur le plan environnemental que sur le plan économique. Les granules de bois peuvent être utilisés comme combustibles pour la production de chaleur, de carburants ou d'électricité.

La présente étude vise à valoriser les surplus de copeaux de bois notamment les résineux tels l'épinette noire, le pin gris et le sapin baumier. Plus précisément, elle vise à étudier l'effet du défibrage des copeaux, tels que (a) le défibrage mécanique et (b) le défibrage par explosion à la vapeur, sur le procédé de granulation ainsi que les propriétés des granules fabriqués.

#### 1.4 Comportement du bois lors de la densification

##### 1.4.1 Température de transition vitreuse des composants du bois

Par nature, le bois est un matériau rigide reconnu par son comportement viscoélastique (Morsing et Hoffmeyer, 1998). L'état de ses trois polymères lignocellulosiques : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine a une forte incidence sur leurs propriétés chimiques et par conséquent sur leurs propriétés physico-mécaniques. Compte tenu du comportement viscoélastique du bois, ses propriétés mécaniques varient de façon considérable en fonction de la teneur en humidité et de la température. Les propriétés des polymères présentent de nombreuses variations dans la zone de transition vitreuse, également connue sous le nom de la zone de ramollissement (Navi et Heger, 2005). En présence de la chaleur, les composants amorphes du bois ont tendance à changer leurs

propriétés. Donc, il serait important d'étudier le comportement élasto-viscoplastique en fonction de la température et de la teneur en humidité du bois. Il est également essentiel de connaître la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) de chacun des constituants du bois pour mieux maîtriser leurs comportements, et par conséquent pour maintenir leurs performances mécaniques (Navi et Heger, 2005).

Back et Salmén (1982) ont étudié la température de transition vitreuse du bois à l'état anhydre (Figure 1.8). Les transitions vitreuses de la cellulose et de l'hémicellulose se situent entre 200 et 250°C et 150 et 220°C, respectivement. Quant à la lignine, les résultats montrent des  $T_g$  comprises entre 140 et 190°C.

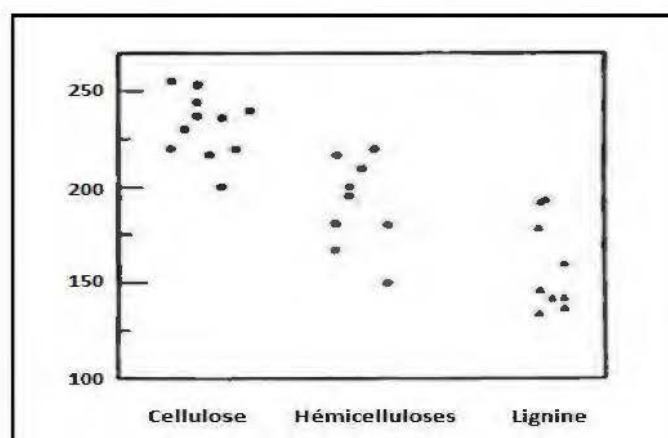


Figure 1.8 : Plage de températures de transition vitreuse ( $T_g$ ) des constituants du bois à l'état anhydre (Back et Salmén, 1982)

La  $T_g$  d'un polymère amorphe est située entre deux états fondamentaux: l'état vitreux et l'état caoutchoutique (Figure 1.9). Au moment que la température du polymère s'approche de  $T_g$ , une variation abrupte de la rigidité d'un matériau est apparue, ce qui explique l'augmentation du mouvement moléculaire (Hillis et Rozsa, 1985). Par conséquent, le module élastique décroît de manière spectaculaire et les taux d'élongation à la rupture deviennent très importants (Rossiter et al., 1991). Ceux-ci sont principalement dus à l'augmentation de la température qui provoque la diminution

des cohésions inter et intramoléculaires (force de Van der Waals et liaison hydrogène). La forte présence d'humidité a abaissé considérablement les températures de transition vitreuse pour la lignine et l'hémicellulose (Stokke et al., 2014).

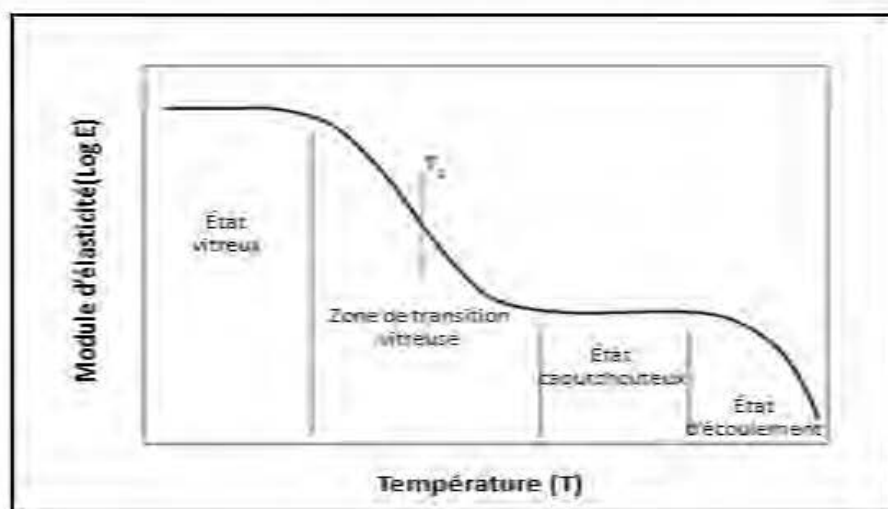


Figure 1.9 : Variation du module d'élasticité en fonction de la température pour un polymère amorphe (Lenth, 1999)

#### 1.4.2 Comportement du bois sous compression

Le comportement du bois sous compression a été étudié à partir de la courbe contrainte-déformation (Figure 1.10) qui est divisée en trois régions : zone élastique, zone plastique et zone de densification (Bodig, 1966). La première région est définie par la zone élastique dans laquelle la déformation est proportionnelle à la contrainte (Figure 1.10). La deuxième est une zone plastique où la déformation augmente rapidement avec une légère variation de la contrainte. La dernière région est réservée pour la densification où la déformation augmente fortement avec la contrainte. Dans cette zone, les parois cellulaires effondrées sont consolidées et les vides d'air sont éliminés suite à une contrainte relativement élevée. La densification pourrait s'effectuer au moment où la plupart des cellules se sont effondrées (Wolcott et al., 1989). Wolcott



(1989) a révélé que le type et la quantité d'effondrement des cellules affectent les propriétés physiques et mécaniques du bois densifié.

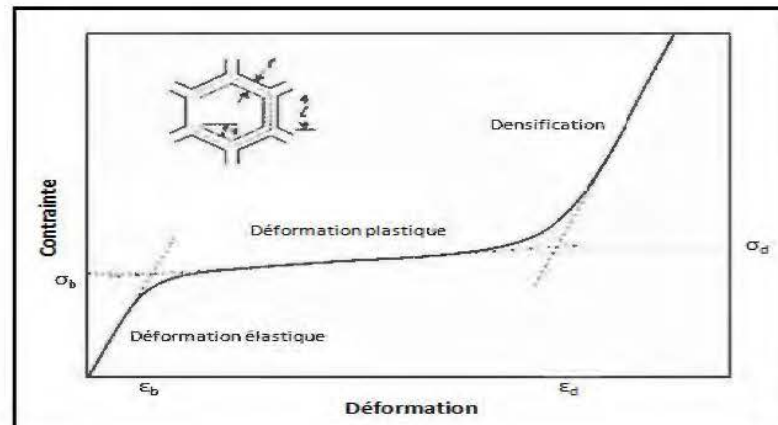


Figure 1.10 : Courbe de la contrainte-déformation en compression transversale du bois (Bodig, 1966)

Au-delà de la limite élastique, les contraintes sont assez grandes et peuvent causer une rupture de la liaison covalente et une distorsion permanente (Winandy et Rowell, 2005). Pour cela, la relation contrainte-déformation est examinée dans les trois niveaux distincts de la structure du bois. À l'échelle macroscopique, les fibres entières se déforment et s'écartent réellement les unes des autres de façon irréversible. La défaillance des fibres du bois est provoquée soit par la scission de la paroi cellulaire ou le retrait cellulaire (défaillance de la lamelle intermédiaire). À l'échelle microscopique, l'application des contraintes plus élevées affecte la microfibrille ce qui entraîne une rupture réelle des liaisons covalentes et une désorientation des microfibrilles. Ces contraintes se déploient dans la région cristalline des microfibrilles de glucides. La déformation des couches de la paroi cellulaire engendre des microfissures permanentes entre elles. Leur séparation de la paroi cellulaire est rapidement perceptible. En effet, en s'approchant de la résistance à la rupture, les défaillances au niveau moléculaire se produisent par une scission des liaisons covalentes C-C et C-O, d'où la réduction de

la taille de molécules. Par conséquent, la récupération de la liaison hydrogène est désormais impossible (Winandy et Rowell, 2005).

#### 1.4.3 Mécanismes de liaison des particules lors de la densification

La formation des granules est basée généralement sur deux forces: les forces naturelles, appelées également physiques, et les forces mécaniques appliquées lors de la densification (Sastry et Fuerstenau, 1973). Les forces physiques comprennent tous les mécanismes d'adhésion qui permettent de rapprocher les particules adjacentes. En revanche, les forces mécaniques sont celles appliquées aux ensembles des particules pour permettre leur assemblage. Ces forces sont réalisées par un processus de densification, qui sera discuté en détail dans la prochaine section.

Pour fabriquer des granules de haute qualité pouvant résister à diverses forces pendant la manutention, notamment le transport et le stockage ultérieur, il est nécessaire d'étudier les mécanismes d'adhésion des particules développés pendant la granulation. Rumpf (1962) était le premier à étudier les forces fondamentales qui permettent de lier les particules individuelles. Il a suggéré divers mécanismes d'adhésion, notamment les ponts solides ou les liaisons covalentes, les forces interfaciales et la pression capillaire, les forces d'adhérence et de cohésion dans les ponts solides, les forces d'attraction entre les particules solides et finalement l'interconnexion mécanique. Pendant l'agglomération, des ponts solides peuvent être formés par différents mécanismes: des réactions chimiques, frittage, substance fondue, cristallisation des composants dissous ou après un durcissement de liants. Au cours de la densification, des forces interfaciales et des pressions capillaires peuvent se développer en présence de l'eau, créant ainsi des liens forts entre les particules (Tumuluru et al., 2011). Les forces d'adhérence permettent d'attirer les molécules de différentes natures, par contre, les forces de cohésion correspondent à l'attraction entre deux molécules d'une même substance. Les forces d'attraction entre les particules solides telles que les liaisons hydrogènes et les

forces de van der Waals, sont fortement influencées par la distance. Si la distance entre les particules mises en jeu devient plus grande, ces forces ne sont plus actives. L'interconnexion mécanique est un mécanisme de liaison où les particules se lient ensemble pour assurer des liaisons chevauchées (Samuelsson et al., 2012).

Tumuluru et al (2011) ont suggéré un modèle graphique sur les mécanismes de cohésion de la poudre sous la compression (Figure 1.11). Par ailleurs, Mani et al (2003) ont constaté que la déformation et le compactage des particules, à l'échelle macromoléculaire, se déroulent en trois étapes (Mani et al., 2003). Premièrement, les particules se réarrangent et se déplacent sous l'action de la pression pour former une couche étroitement tassée. L'adhésion des particules est faite par enchevêtrement mécanique sans apporter des changements dans leurs propriétés. L'énergie est dissipée en raison du frottement des particules avec la paroi de la matrice. Ensuite, les particules subissent des déformations élastiques puis plastiques. Enfin, les particules se soudent par des liaisons moléculaires (liaisons de valence ou d'électron, liaisons de Van der Waals et hydrogènes, électrostatiques et magnétiques). Après soudage, le compactage des particules est établi de sorte que les particules ne peuvent plus changer de position en raison du peu de cavités restantes.

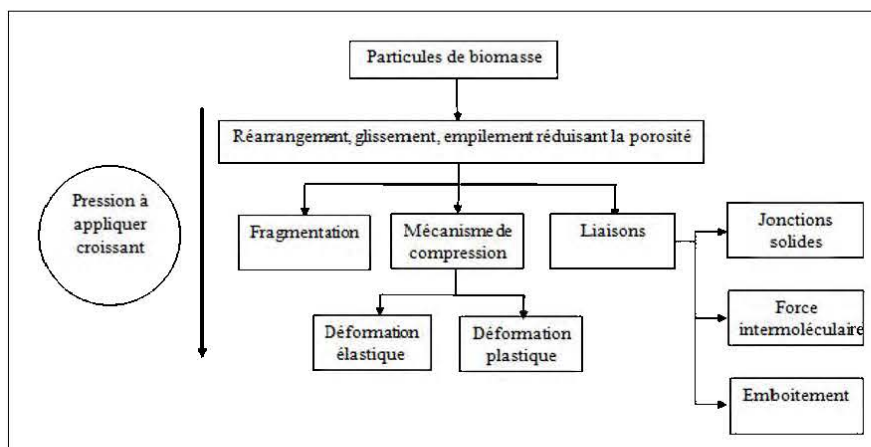


Figure 1.11 : Mécanismes de cohésion sous la compression (Tumuluru et al., 2011)

## 1.5 La granulation

### 1.5.1 Généralité

La biomasse est reconnue principalement par une faible masse volumique à cause de sa structure poreuse, qui varie entre 320 et 720 kg/m<sup>3</sup> pour la plupart des types de bois (feuillus et résineux) à l'état anhydre (Simpson et TenWolde, 1999). Elle peut engendrer des problèmes de manutention dans les procédés industriels. Pour pallier ces problèmes, la biomasse est comprimée en granules à l'aide d'un processus mécanique dans lequel la pression est appliquée à la biomasse pour écraser sa structure cellulaire. Par conséquent, la densité énergétique augmente et la structure et la taille des particules des granules deviennent plus homogènes.

### 1.5.2 Procédé de granulation

La production des granules énergétiques repose principalement sur l'utilisation du bois comme matière première principale, dans la perspective de produire un combustible écologique respectant l'environnement. La granulation permet également d'obtenir des granules ayant une densité élevée avec un pouvoir calorifique élevé. Le procédé classique de fabrication des granules de bois consiste en une série d'opérations: séchage, broyage, densification, refroidissement, tamisage et emballage. La figure 1.12 illustre un schéma détaillé d'une chaîne de production des granules énergétiques avec les opérations réalisées (Monteiro et al., 2012). Avant de stocker la matière première, celle-ci doit être maintenue à une teneur en humidité maximale de 10% puis broyée à une taille de particules propice à la granulation. La phase de densification comprend la transformation des particules de bois en granules par l'action de la haute pression. En effet, les copeaux de bois sont d'abord introduits dans une presse à granuler, puis les rouleaux passent sur une filière en forçant la matière à passer par les canaux. Il est parfois nécessaire d'ajouter des liants ou de la vapeur pendant la granulation en vue de faciliter le processus d'extrusion. À la sortie de la filière, les granules sont découpés à

la longueur souhaitée à l'aide d'un couteau, puis laissés refroidir pour maintenir la liaison entre les particules, et enfin tamisés pour retirer les fines résiduelles (Stelte et al., 2012).

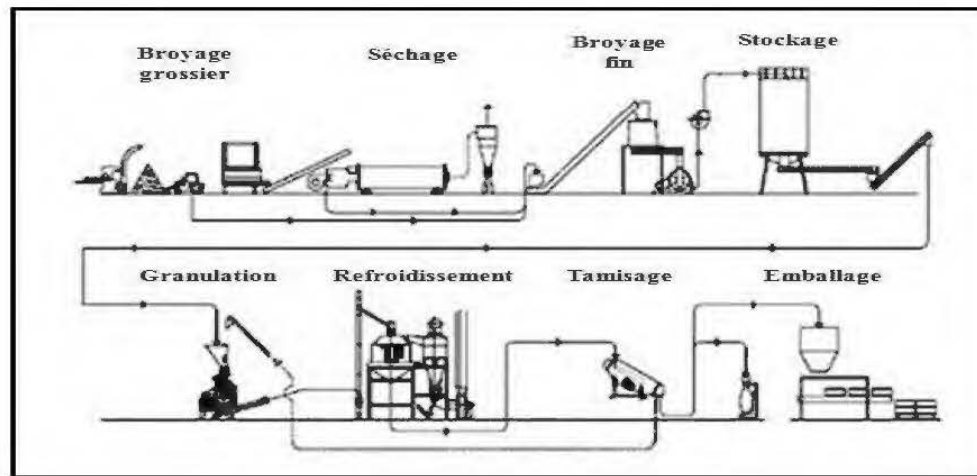


Figure 1.12 : Schéma d'une chaîne de production des granules énergétiques (Monteiro et al., 2012)

La densification se fait généralement soit par l'action du rouleau sur une filière amulinaire ou sur une filière plane, tel qu'illustrée à la figure 1.13. Étant donné que la force de la matrice est relativement grande, une couche de bois est formée à la surface de la matrice par l'action des rouleaux. Au moment que la force des rouleaux dépasse celle de la matrice, le mélange est poussé dans les canaux sous l'action de cette force (Nielsen et al., 2009). La figure 1.14 illustre une vue schématique des étapes du processus de granulation. Ce dernier dépend énormément du frottement entre les particules elles-mêmes et celui des particules avec les parois (Holm et al., 2006). Le frottement des particules sur le métal produit de la chaleur et crée une contre-pression. La chaleur générée lors de la granulation permet de chauffer progressivement le mélange de sciures de bois et facilite par la suite le ramollissement des composantes du bois. La pression joue un rôle capital sur les caractéristiques de compression de la matière première (Holm et al., 2006; Stelte et al., 2011).

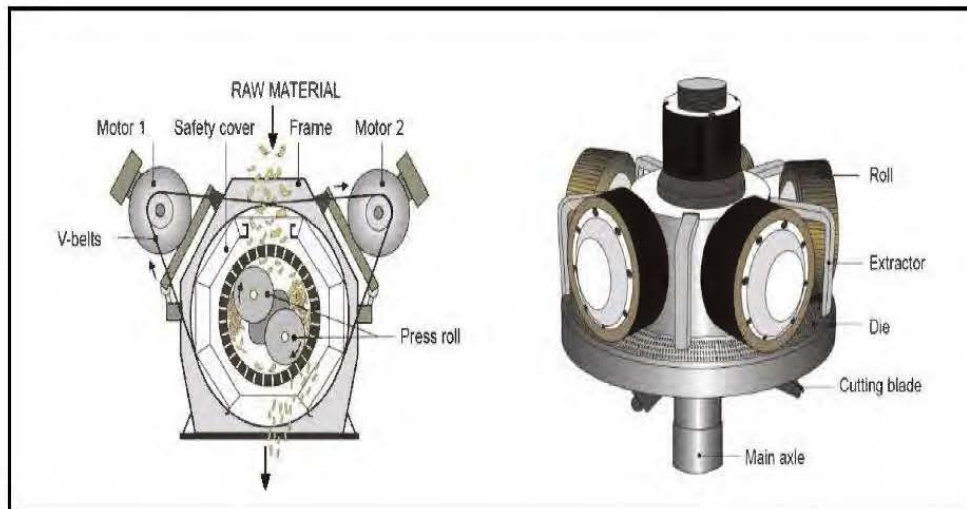


Figure 1.13 : Schéma de la presse à granuler avec deux conceptions différentes: filière annulaire (à gauche) et filière plane (à droite) (Alakangas et Paju, 2002)

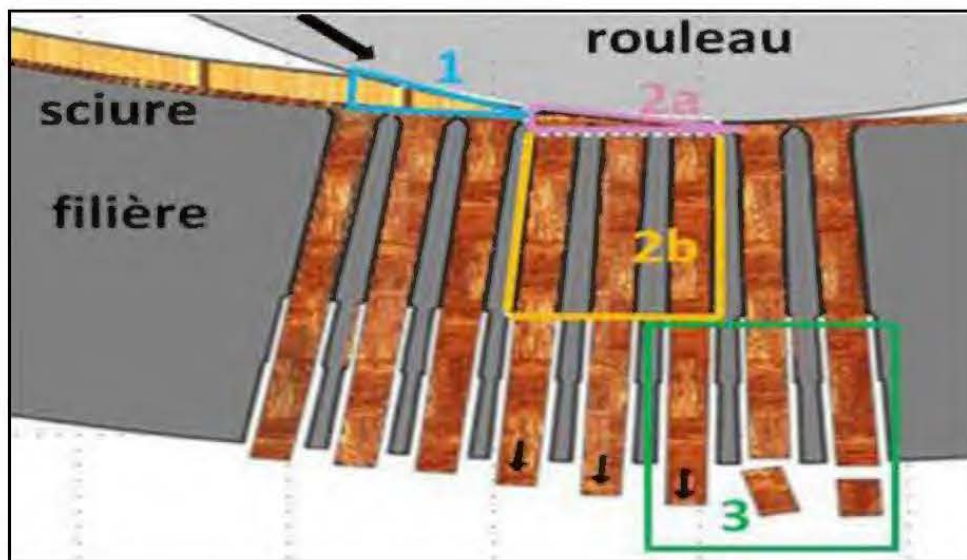


Figure 1.14 : Étapes du procédé de granulation : 1) Composante de compression (2a) Composante d'écoulement (2b) Composante de frottement (Nielsen et al., 2009)

### 1.5.3 Paramètres influençant la granulation

Plusieurs facteurs peuvent influencer la granulation de la biomasse, à savoir la taille des particules, la géométrie de la filière, le débit d'alimentation, l'humidité du mélange et la température de la filière. La variation de ces conditions présente une incidence significative sur l'homogénéité et la qualité des granules (Shaw, 2008):

#### 1.5.3.1 Distribution granulométrique

La distribution de la taille des particules constitue un paramètre très important dans la densification de la biomasse. Plusieurs auteurs dont Mani et al. (2006b) et Shaw (2008) s'accordent à ce que la densité des granules augmente en diminuant la taille de particules. Cependant, les résultats de Bergström et al. (2008) ont montré une faible incidence de la granulométrie sur la densité des granules, la densité en vrac, la teneur en humidité et l'absorption d'humidité. En général, la densité et la durabilité des granules sont inversement proportionnelles à la taille des particules. Grâce aux petites particules, la surface est devenue très importante tout en assurant la conduction de la chaleur et en améliorant ainsi la liaison chimique entre les couches. Par contre, les particules très grandes ont tendance à occuper une grande section de la surface des granules et engendrent leur rupture (Tumuluru et al., 2011). Cependant, la présence des grandes quantités de fines particules diminue la résistance à l'abrasion des granules et entraîne des problèmes de manutention dans le procédé de granulation (Oberberger et Thek, 2004). Ainsi, il pourrait être mieux d'utiliser les grosses particules puisqu'elles favorisent la formation des granules plus longues avec une bonne cohésion entre les particules. Il est également conseillé d'utiliser un mélange de différentes tailles de particules pour avoir des granules moins poreux. Stelte et al. (2012) suggèrent un pourcentage de quantité de fines qui ne dépasse pas 10 à 20%. En plus, les petites particules ont tendance à devenir trop sèches lors de la granulation, ce qui rend l'adhésion plus difficile (Li et Liu, 2000).

### 1.5.3.2 Géométrie des canaux de la filière

Le choix de la géométrie de la filière s'avère une étape nécessaire pour améliorer la compression des couches du produit pendant la densification ainsi que la qualité des granules produits. Le taux de compression peut s'exprimer par le rapport ( $L/d$ ), où la longueur ( $L$ ) et le diamètre ( $d$ ) sont les principales caractéristiques de la filière. Ce rapport est un meilleur indicateur du degré de compactage au cours de la granulation. Les dimensions de la filière ont une forte incidence sur le produit à compacter, la densité, la durabilité et l'humidité finale des granules ainsi que sur l'énergie nécessaire pour la compression.

Hill et Pulkinen (1988) indiquent qu'un rapport  $L/d$  entre 8 et 10 est idéal pour la fabrication de granulés de haute qualité. À titre de contre-exemple, pour la granulation du bois résineux, un rapport  $L/d$  égale à 5 est recommandé par Rafter et Steams (2011) pour un diamètre de 6 mm ( $L = 30$  mm).

### 1.5.3.3 Débit d'alimentation

Pendant la densification, l'optimisation de la hauteur de la couche du mélange peut être déterminée en choisissant le débit d'alimentation convenable. Belhadef (2016) a utilisé un mélange de bouleau blanc et de graines de canola afin d'améliorer les propriétés mécaniques des granules ainsi que leur pouvoir calorifique. Il a choisi deux débits d'alimentation entre 10–15 kg/h et 20–25 kg/h pour son plan d'expérience. Un faible débit génère des granules plus longs avec un faible taux de fines. D'une façon générale, le débit du mélange transporté vers l'entrée de la granuleuse est difficile à contrôler.

### 1.5.3.4 Humidité du mélange

L'humidité joue un rôle majeur sur la granulation. La quantité d'eau présente dans le mélange agit comme un plastifiant, conduisant à une flexibilité accrue du matériau, ainsi qu'un frottement plus faible dans les canaux de la matrice. Il existe une plage



limite d'humidité qui permet de produire des granules de haute qualité. Les granules les plus stables sont situées entre 5 et 15% d'humidité de la matière première, toutefois la granulation est devenue plus difficile avec une humidité supérieure à 20% (Stelte et al., 2011).

Cochran (2016) a étudié l'effet de la teneur d'humidité (15; 17,5 et 20%) des sciures du pin sur les propriétés des granules. Il a réussi à fabriquer granules de qualité avec un taux d'humidité d'environ 17,5%. La présence d'une certaine quantité d'eau est cruciale pour développer les forces interfaciales et les pressions capillaires durant la granulation (Tumuluru et al., 2011). D'une façon générale, les ponts hydrogènes sont les principaux types de liaison existant dans les granules de bois. En effet, les groupements O-H présents dans les fibres de bois peuvent former des liaisons hydrogènes avec l'eau. Plus la teneur en humidité est petite, moins de molécules d'eau peuvent être impliquées dans le mécanisme de densification, et par conséquent, la force de liaison entre les particules est réduite (Lehtikangas, 2001). Cependant, une humidité élevée facilite l'accès de l'eau aux liaisons hydrogènes, ce qui diminue la durabilité (Nielsen et al., 2009; Samuelsson et al., 2012). À partir d'une étude par calorimétrie différentielle à balayage, Hatakeyama et Hatakeyama (1998) ont démontré que les liaisons hydrogènes dans les oligosaccharides et les régions amorphes de la cellulose sont brisées en raison de l'absorption d'une certaine quantité d'eau par les saccharides.

#### 1.5.3.5 Température de la filière

Rhén et al. (2005) ont constaté que la température est un paramètre dominant sur la densité des granules. Smith et al. (1977) ont révélé qu'à des températures situées entre 80 et 140°C, la masse volumique des granules a une valeur très importante allant de 1200 à 1300 kg/m<sup>3</sup>. Mani et al. (2003) ont déclaré que des températures plus élevées nécessitent moins de pression pour fabriquer des granules plus denses avec un faible besoin en énergie.

Stelte et al. (2011) ont révélé que la température de transition vitreuse du hêtre (100°C) est plus élevée à celle de l'épinette (70°C). Ainsi, il est important d'étudier la plage des températures de transition vitreuse pour un bon choix de la température de la matrice. De même, il faut veiller à ce que la température ne dépasse pas 100°C pour éviter l'évaporation de l'eau du mélange et ne pas affecter en conséquence la durabilité des granules.

#### 1.5.4 Effet du mode de défibrage sur les granules de bois

Étant soumis à des divers facteurs naturels et humains, la biomasse forestière reste insuffisante pour répondre aux exigences des processus de conversion en chaleur ou en énergie. Ainsi, un traitement de la biomasse est crucial pour améliorer le potentiel d'exploitation de la biomasse dans le marché. Il existe plusieurs technologies de prétraitement prometteuses, notamment les procédés thermochimiques (torréfaction, extraction à l'eau chaude, pyrolyse et gazéification) et biochimiques (fermentation) (Billig et al., 2015). L'application du traitement à la biomasse avant la densification peut aider à résoudre de nombreux problèmes (stockage, manutention et transport) et à améliorer la performance énergétique des granules. Le traitement à l'eau chaude et la torréfaction sont parmi les principaux prétraitements appliqués à la biomasse en vue de développer les propriétés des granules énergétiques.

##### 1.5.4.1 Traitement hydrothermique

Le traitement à l'eau chaude est un procédé utilisant l'eau à haute température allant de 100 à 374°C et à haute pression pour maintenir son état liquide. Dans ce procédé, la biomasse est immergée dans l'eau chaude pour promouvoir la désintégration et la séparation de la matrice lignocellulosique. Il contribue à la dissolution des composants organiques de la biomasse, ce qui constitue un avantage supplémentaire par rapport à la torréfaction. Les granules énergétiques ainsi fabriquées sont plus propres en termes de contenu inorganique, ce qui améliore la performance du processus de combustion

(Nguyen, 2016). Les granules produits présentent un certain nombre de propriétés améliorées à savoir, un rendement énergétique plus élevé, une meilleure hydrophobicité et un pouvoir calorifique plus élevé (Bach et al., 2013).

#### 1.5.4.2 Torréfaction

La torréfaction est un procédé de traitement thermique effectué à des basses températures allant de 200 à 320°C, sous une atmosphère inerte. La décomposition thermique des composants de la biomasse dépend généralement de la température, de la taille de particules et du temps de résidence dans le réacteur (Klemm et al., 2013). Dans cette plage de température, l'hémicellulose est entièrement décomposée tandis que la cellulose et la lignine sont soumises à une dépolymérisation partielle (Tumuluru et al., 2011). La torréfaction apporte des changements chimiques et physiques fondamentales dans la structure de la biomasse. La biomasse torréfiée présente un faible taux d'oxygène, un haut pouvoir calorifique, un comportement hydrophobe, une faible teneur en humidité et un produit facile à broyer (Nguyen, 2016; Stelte et al., 2012).

### 1.6 Normes et propriétés des granules de bois

L'évaluation de la qualité des granules est basée sur des normes internationales pour assurer une meilleure combustion dans les chaudières et les poêles, en évitant les problèmes possibles qui peuvent survenir que ce soit dans les chaudières elles-mêmes ou dans l'environnement. Les granules préparés doivent respecter et répondre aux exigences de la norme citée pour l'usage domestique (CEN / TS 14961). Le tableau 1.5 présente les caractéristiques exigées pour les granules énergétiques de bois à haute qualité (Alakangas et al., 2006).

Tableau 1.5 : Caractéristiques de la norme (CEN / TS 14961) pour les granules énergétiques de bois de haute qualité (Alakangas et al., 2006)

Paramètres	Unités	Spécifications
Diamètre (D) et Longueur (L)	mm	D06: $D \leq 6 \pm 1$ et $L \leq 5 * D$ D08: $D \leq 8 \pm 1$ et $L \leq 4 * D$
Teneur en humidité (base humide)	%masse	$\leq 10$
Durabilité mécanique	%masse	$\geq 97,5$
Quantité de fines (F)	%masse	F01: $\leq 1$ F02: $\leq 2$
Taux de cendre (base sèche)	%masse	$< 0,7$
Pouvoir calorifique	MJ/kg	$> 16,9$
Masse volumique apparente	kg/m <sup>3</sup>	$> 600$

### 1.6.1 Pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique représente la quantité d'énergie d'une unité de masse libérée par combustion complète (Oberberger et Thek, 2010). Il est défini comme la caractéristique la plus intéressante de la biomasse granulée du fait qu'il permet de déterminer la valeur des granules pour le client. L'amélioration du pouvoir calorifique permet d'augmenter la durée de chauffage dans les chaudières à granules, ce qui apporte un gain économique au niveau de leur consommation, et par conséquent, les coûts sont moins élevés pour le client (Tarasov, 2013).

Les résineux sont des espèces largement reconnues par un pouvoir calorifique élevé, qui varie de 19,122 à 21,091 MJ/kg (Singh et Kostecky, 1986). Pour améliorer davantage la valeur calorifique, plusieurs méthodes de prétraitement sont fortement recommandées avant la densification, notamment le traitement du bois avec l'eau chaude, par explosion à la vapeur ou par torréfaction (Nguyen, 2016; Tumuluru et al., 2011). Lam et al. (2011) ont montré que le traitement des fibres de sapin de Douglas à l'aide de la vapeur pressurisée (une température de 220°C pendant une période de 10 min) augmente légèrement le pouvoir calorifique de 18,94 à 20,09 MJ/kg.

### 1.6.2 Durabilité

La durabilité, communément nommée par la résistance à l'abrasion est définie comme la capacité des granules à résister à la destruction engendrée lors de la manutention et du transport (Lam et al., 2011). La durabilité est un paramètre de qualité permettant d'évaluer les propriétés mécaniques des granules. La génération des fines peut menacer la santé des personnes traitant des granules et influencer négativement la performance énergétique des chaudières (Lam et al., 2011). Les émissions de poussières entraînent non seulement une perte de matière, mais également des risques d'incendie spontané pendant l'expédition, la manutention et le stockage (Oberberger et Thek., 2010; Temmerman et al., 2006). Parmi les diverses méthodes utilisées pour effectuer le test de la durabilité, la méthode avec le caisson rectangulaire rotatif est favorisée puisqu'elle assure une meilleure répétabilité et reproductivité dans le cas de granules à durabilité élevée (Temmerman et al., 2006).

Plusieurs facteurs peuvent influencer la durabilité des granules tels que la teneur en humidité, la composition chimique de la matière première, la granulométrie, les liants et les additifs. Parmi ces facteurs, le taux d'humidité représente le paramètre le plus important sur cette propriété car il joue le rôle d'un liant lors de la densification et affecte généralement le développement des forces interfaciales et des pressions

capillaires (Tumuluru et al., 2011). La présence de grandes quantités d'eau influence négativement l'agglomération des particules en raison de sa nature incompressible. Dans le cas contraire, la quantité d'eau est insuffisante pour remplir tous les vides et pour assurer le développement des mécanismes de liaison (Wilson, 2010).

### 1.6.3 Densité des granules

Plusieurs paramètres peuvent influencer la densité des granules, en particulier la taille et la forme des particules. Les paramètres de pression peuvent aussi influencer largement la densification des granules, et leur optimisation contribue à mieux minimiser la destruction des granules et la formation des émissions de poussières lors du stockage et du transport sur de longues distances. L'humidité joue un rôle aussi important sur la densité. Elle sert à diminuer le frottement des fibres avec les canaux de la filière, et par conséquent la contre-pression qui est responsable de l'augmentation de la densité (Samuelsson et al., 2009). Les granules à haute densité possèdent une durée de combustion plus longue (Oberberger et Thek, 2010). En général, la densité des granules devrait être comprise entre 1000 et 1400 kg/m<sup>3</sup> selon les normes allemandes et autrichiennes (Theerarattananoon et al., 2011).

## 1.7 Étude comparative sur les coûts des granules issus de procédé de défibrage mécanique et d'explosion à la vapeur

L'utilisation des granules fabriqués à partir de copeaux de bois dans les marchés résidentiels, institutionnels et/ou industriels est en pleine croissance. La granulation est une alternative fiable à une valeur particulièrement intéressante que les copeaux. Ces derniers présentent des faibles propriétés (PCS, densité et rendement) par rapport aux granules (Shahrukh et al., 2016). Le processus de granulation comporte plusieurs étapes séquentielles telles que l'approvisionnement en matière première, le séchage, le broyage, la densification, le refroidissement, le tamisage et l'emballage (Monteiro et al., 2012). Les granules réguliers obtenus sans traitement des copeaux de bois restent

faibles en termes de propriétés calorifiques et mécaniques (Lam et al., 2013). Le procédé d'explosion à la vapeur est une autre technologie prometteuse qui permet d'ajouter encore plus de valeur aux granules de bois tout en assurant un rendement élevé en énergie avec une résistance mécanique élevée (Lam, 2011). Ces améliorations peuvent réduire les coûts de stockage de bois et par conséquent les coûts relatifs à la production des granules de bois.

Plusieurs recherches ont été axées sur l'évaluation des coûts de production des granules à partir de la sciure de bois (Mani et al., 2006a; Thek et Obernberger, 2004). Le coût de la sciure de bois peut commencer à partir d'une valeur de 51 \$ CA /t, et les granules à partir de 95,56 \$ CA /t. Toutefois, peu d'études ont été publiées à ce jour qui examinent la faisabilité techno-économique des granules explosés à la vapeur ou également une comparaison entre les coûts des granules conventionnels et traités à la vapeur. Shahrukh et al. (2016) fut le premier à étudier les aspects économiques des granules explosés à la vapeur et issus de différents types de biomasse (résidus forestiers, paille de blé et panic érigé) tout en les comparant aux granules conventionnels (Tableau 1.6). Il s'est basé dans son étude techno-économique sur les coûts de la matière première, le coût de mise en granules et les coûts associés aux opérations dans l'usine (capital, consommation d'énergie, salaires employés et autres consommations). Le coût de transport de la matière première dépend de la distance de transport aller-retour entre le lieu de déchiquetage et l'usine de production de granules. Il est intéressant de noter que le coût de production des granules dépend grandement de celui de la matière première.

Tableau 1.6 : Coût des granules réguliers et de fibres explosées à la vapeur de différents types de biomasse (Shahrukh et al., 2016)

	Paille de blé		Résidus forestiers		Panic érigé	
	Broyée	Explosée	Broyés	Explosés	Broyé	Explosé
Taille optimale de l'usine (kt/an)	190	250	190	290	190	230
Coût des granules (\$ CA /t)	96,09	148,3	91,35	144,2	91,5	151,5
Capital (\$ CA)	7,53	12,06	8,53	16,02	10,82	16,95
Coût de maintenance (\$ CA)	2,08	2,9	1,84	2,83	2,03	2,96
Coût de location du terrain (\$ CA)	41,21	46,26	22,2	25,26	20,13	23,14
Coût de transport (\$ CA)	26,69	33,85	29,17	39,56	35,73	45,42
Les primes (\$ CA)	0	0	5,03	4,33	4,20	4,83
Coût de l'employé (\$ CA)	5,72	6,18	5,18	5,32	5,72	6,72
Coût d'énergie (\$ CA)	4,26	38,51	11,61	42,35	4,26	42,91
Articles consommables (\$ CA)	8,61	8,55	7,8	8,54	8,61	8,57
Transport des granules (\$ CA /t)	4,96	4,33	4,88	4,29	5,35	4,8
Coût total des granules (\$ CA /t)	101,06	152,63	96,23	148,5	96,85	156,31



Cette étude a montré que le procédé d'explosion à la vapeur a gonflé les coûts des granules résultants de 50 à 60 \$ CA /t par rapport aux granules réguliers, en raison des coûts en capital des chaudières, des besoins en énergie du traitement à la vapeur et du séchage (Tableau 1.6). Les coûts estimés par unité de variation d'énergie varient de 2 à 3 \$ CA /GJ entre les granules réguliers et explosés à la vapeur (Figure 1.15). Cependant, les coûts de production des granules de fibres explosées à la vapeur comprennent les coûts d'énergie liés au broyage de la matière première (187 kW). Ainsi, l'élimination de cette étape dans la production des granules de fibres explosées à la vapeur permet de diminuer leur coût.

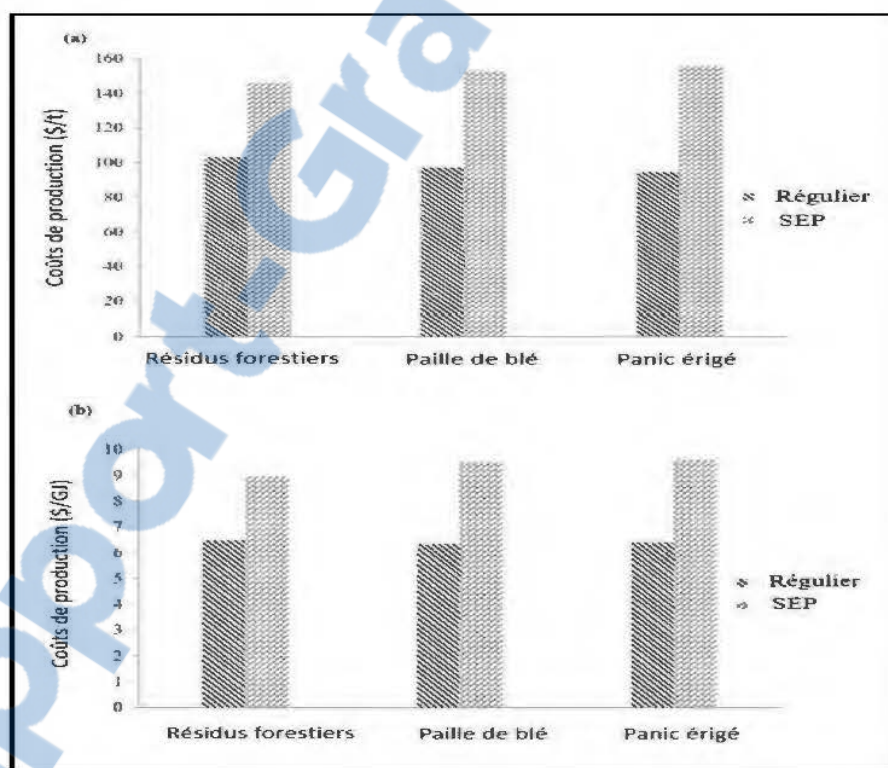


Figure 1.15 : Comparaison entre les coûts de production des granules réguliers et ceux de fibres explosées à la vapeur par unité de masse (a) et par unité d'énergie (b) pour les différentes biomasses (Shahrukh et al., 2016)

En se basant sur la littérature, les propriétés ainsi que le coût des granules de fibres explosées à la vapeur et ceux ordinaires sont illustrées dans le tableau 1.7. Selon Tooyserkni, (2013), le pouvoir calorifique (PCS) des granules est amélioré suite au traitement d'explosion à la vapeur surtout dans le cas des granules à base de fibres d'épinette (de 18,72 à 23,58 MJ/kg), soit un gain énergétique d'environ 30%. Ainsi, l'amélioration du PCS pourrait compenser le coût relatif à l'explosion à la vapeur tout en créant un gain au niveau du transport et de la consommation dans les chaudières/poêles.

Tableau 1.7 : Récapitulation des propriétés et du coût des granules de fibres explosées à la vapeur et ceux ordinaires

Fibres	Procédé	PCS (MJ/kg)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Coût total (\$/t)	Référence
Résidus forestiers	Mécanique	19,2	800	96,23	(Shahrukh et al., 2016)
	Explosion à la vapeur	19,5	1112	148,5	
Épinette	Mécanique	18,72	1060	-	(Tooyserkni , 2013)
	Explosion à la vapeur	23,58	940	-	
Pin	Mécanique	18,80	1130	-	(Tooyserkni , 2013)
	Explosion à la vapeur	21,66	1110	-	
Sapin de Douglas	Mécanique	18,61	1100	-	(Tooyserkni , 2013)
	Explosion à la vapeur	21,16	1060	-	

## CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES

### 2.1 Objectifs et hypothèses

L'objectif principal de cette étude est de fabriquer des granules énergétiques à haut pouvoir calorifique avec une durabilité mécanique convenable en valorisant les sous-produits de la transformation du bois des résineux. Les objectifs spécifiques sont:

- Optimiser les paramètres de granulation des copeaux de bois obtenus par défibrage mécanique.
- Étudier l'impact de la taille des copeaux sur le défibrage par explosion à la vapeur et caractérisation des granules fabriqués.
- Étudier l'effet du mode de séparation des copeaux (mécanique et par explosion à la vapeur) et de l'essence du bois sur les propriétés calorifiques, mécaniques et physiques des granules fabriqués.

Les hypothèses formulées pour ce projet sont:

- Il existe des paramètres de granulation optimaux (taille des particules et humidité du mélange) qui contribuent à une meilleure granulation et à des granules de propriétés améliorées.
- La variation de la taille de copeaux lors du procédé d'explosion à la vapeur affecte les propriétés physico-chimiques des fibres de bois et par conséquent les propriétés des granules fabriqués.
- Le défibrage par explosion à la vapeur apporte des modifications sur la structure et la chimie des fibres de bois et rend la lignine plus accessible à la surface, ce

qui permet à la fois d'améliorer l'adhésion entre les fibres et le pouvoir calorifique des granules.

- La différence entre la composition chimique des essences de bois va avoir un impact important sur les propriétés des granules.

## 2.2 Matériels

### 2.2.1 Matière première

Dans cette étude, trois essences de bois résineux ont été utilisées: l'épinette noire (EPN), le pin gris (PG) et le sapin baumier (SB), ainsi que leur mélange réparti en trois classes de tailles de particules différentes (fines, aiguilles et gros copeaux). Ces essences sont majoritairement situées dans les forêts canadiennes. La matière première nécessaire fut gracieusement fournie par l'Université Laval à Québec et l'usine Matériau Blanchet sous forme de copeaux de différentes tailles. Les trois essences séparées parvenaient sous forme de copeaux, tandis que leur mélange comprend plusieurs formes, y compris les fines, les copeaux en forme d'aiguilles et les gros copeaux. Les copeaux d'EPN, du PG et du SB possèdent une teneur en humidité d'environ 11, 30 et 35% sur une base humide, respectivement.

### 2.2.2 Préparation des fibres de bois

#### 2.2.2.1 Défibrage mécanique

Pour chaque espèce, une quantité de 4 kg de copeaux de bois est fragmentée selon un mode de défibrage mécanique. Les gros copeaux humides de chaque échantillon ont été défibrés à l'aide d'un petit broyeur industriel à marteaux de modèle AKRON FH-64 (Suède) de 8,5 kW, disponible au Centre Technologique des Résidus Industriels (CTRI), équipé d'une grille de trous de 5 mm de diamètre. Un broyeur à couteaux rotatifs (Retsch 2006) de puissance 1 500 W et de vitesse de rotation 1 690 tr/min a été utilisé pour obtenir une granulométrie propice à la fabrication des granules (Figure 2.1).

Pour répondre à nos besoins, trois tailles de tamis ont été utilisées (4, 2 et 1 mm) pour optimiser les paramètres de granulation du bois de l'EPN.

La teneur en humidité de chacune des espèces a été déterminée avec l'analyseur d'humidité HB43-S de METTLER TOLEDO (Figure 2.2). Trois répétitions de mesure d'humidité ont été effectuées pour chaque essence. Le conditionnement de la matière première à la teneur en humidité requise est effectué soit en pulvérisant de l'eau uniformément sur l'échantillon ou bien en séchant le matériau très humide dans le four à une température de 50°C. Ensuite, l'échantillon est conditionné pendant 24h à une température ambiante dans des récipients en plastique fermés. La quantité de matière conditionnée pour chaque espèce est d'environ 3 kg.



Figure 2.1 : Broyeur à coteaux rotatifs installé à l'UQAT (Retsch, modèle SM 100)



Figure 2.2 : Balance de mesure de la teneur en humidité des sciures de bois

#### 2.2.2.2 Défibrage par explosion à la vapeur

Les copeaux de l'EPN, du PG et du SB, ainsi que leur mélange répartis en trois tailles différentes (copeaux surdimensionnés, copeaux en forme d'aiguilles et fines) ont été envoyés au laboratoire du centre de mise à l'échelle (CME) à l'Université de Sherbrooke pour le traitement à l'explosion à la vapeur (Figure 2.3). Les copeaux ont été d'abord imprégnés avec de l'eau (ratio solide : liquide = 1 : 8) à une température ambiante pour une durée de 16 h. La biomasse imprégnée a été par la suite pressée pendant 5 minutes à 100 psi. À l'issue du pressage, les copeaux imprégnés contenaient 61,6 % d'humidité, ce qui est habituel pour produire les effets escomptés lors du traitement par explosion à la vapeur. Les copeaux ont été ensuite répartis dans des sacs en plastiques (sacs ziplocs) afin de conserver leur humidité. Une sévérité modérée (S1 : une température de 220°C et un temps de résidence de 6 min) a été utilisée pour traiter tous les échantillons. Une deuxième sévérité plus forte (S2 : une température de 205°C pendant 66 min) a été utilisée pour traiter uniquement les copeaux de l'EPN, du PG et du SB. Il faut mentionner que les copeaux du SB ont été traités à la vapeur sans explosion (Vapocraquage). En effet, le vapocraquage est aussi un procédé utilisé pour le défibrage des fibres. Ces copeaux ont été ensuite désintégrés par un mélangeur de

laboratoire en ajoutant une quantité d'eau, puis filtrés pour récupérer les fibres. Pour chaque test d'explosion à la vapeur, une solution contenant la lignocellulose (fibres explosées) a été produite. La sévérité du traitement a été calculée à partir de l'équation 2.1 décrite par Priyanto et al. (2016)

$$S = \log\left(t \times e^{\frac{T(t)-100}{14,75}}\right) \quad (2.1)$$

Ces solutions ont été filtrées à travers un tissu de filtration synthétique, puis les fibres explosées ont été pressées pendant 5 minutes à 80 psi. Ces fibres ont été conservées par la suite dans un congélateur afin d'éviter toute dégradation ultérieure. La figure 2.4 montre le montage de l'unité d'explosion à la vapeur du laboratoire de l'Université de Sherbrooke.

Où : T est la température du traitement, t est le temps de résidence du traitement.

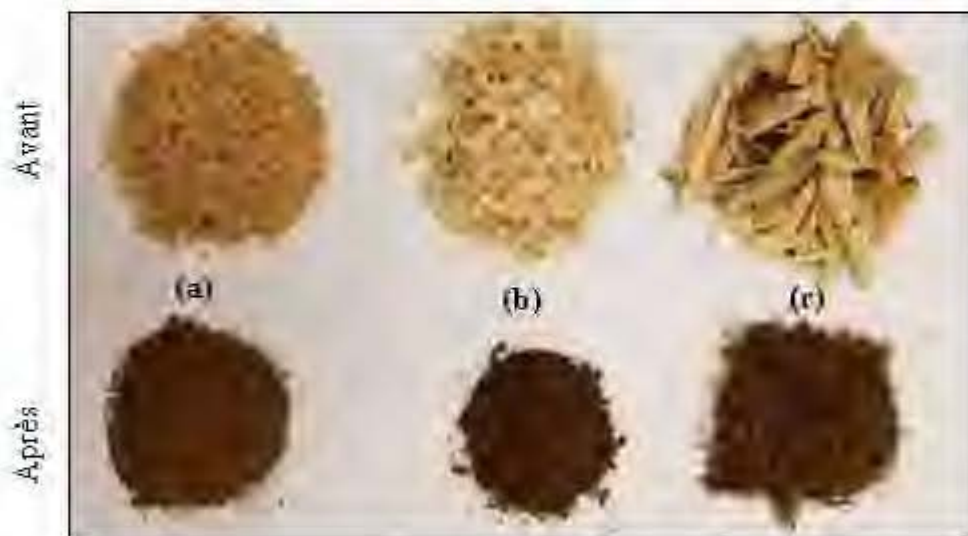


Figure 2.3 : Fibres d'essences mélangées (épinette-pin-sapin) avant et après explosion à la vapeur à 220°C et pendant 6 min (a : copeaux fines, b : copeaux en forme d'aiguilles et c : gros copeaux)



Figure 2.4 : Aperçu de l'unité d'explosion à la vapeur du laboratoire de l'Université de Sherbrooke

### 2.2.3 Préparation des granules énergétiques

#### 2.2.3.1 Fibres de bois : taille et distribution granulométrique

La répartition en taille des fractions de chaque classe de particules est analysée en utilisant des tamis de différentes tailles d'ouverture montés en série (Figure 2.5). Pour chaque essence, une quantité de 100 g est introduite dans le tamiseur. Les tailles de grilles utilisées sont: 2,8; 1,4; 1; 0,71; 0,5; 0,425; 0,3; 0,25 mm. La durée de tamisage est d'environ 10 minutes. La masse ainsi retenue sur chaque tamis est pesée pour permettre de déterminer la distribution granulométrique de la matière broyée. La distribution granulométrique de chacune des essences de bois, pour la fabrication des granules, est présentée sous forme de diagrammes aux figures 2.6. et 2.7.





Figure 2.5 : Appareil de tamisage comportant une série de tamis (Ro-Tap RX29, W.S Tyler)

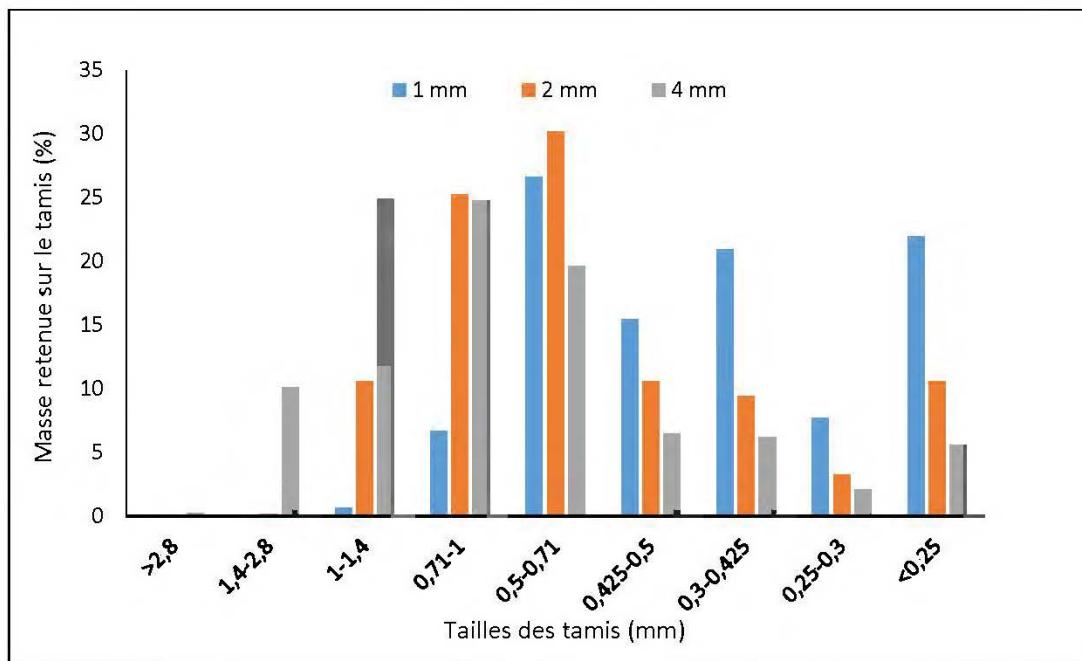


Figure 2.6 : Distribution granulométrique des broyats de sciure d'épinette noire sur trois grilles différentes

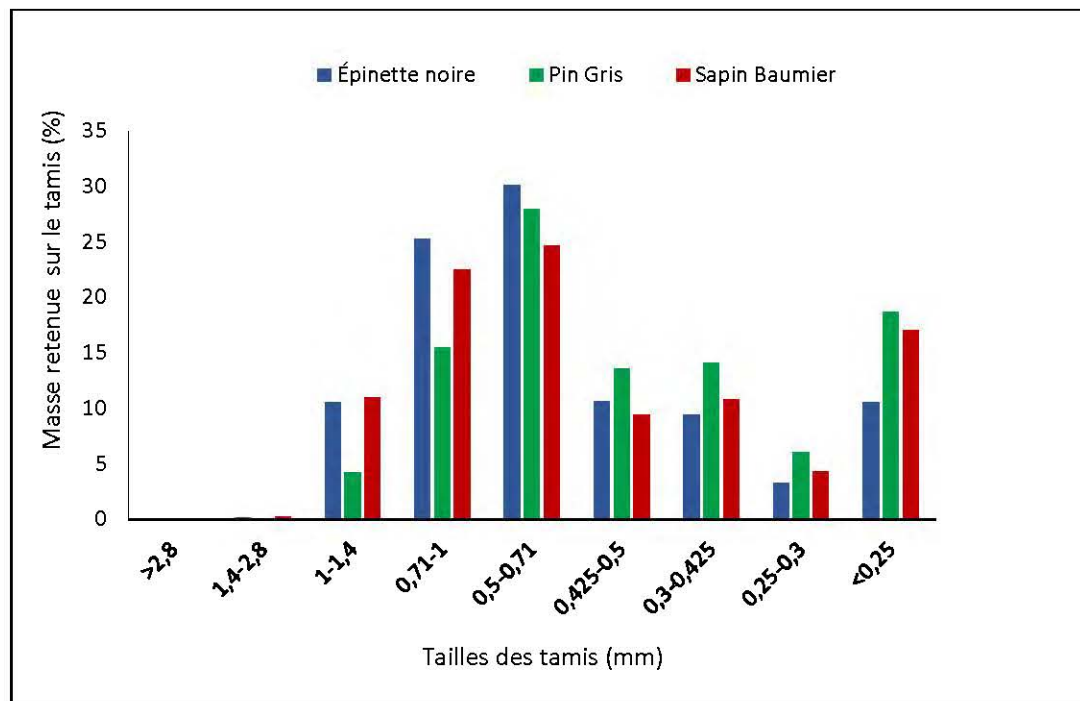


Figure 2.7 : Distribution granulométrique des broyats de sciure d'épinette noire, du pin gris et du sapin baumier

### 2.2.3.2 Dispositifs expérimentaux

La présente étude est composée de trois parties : la première partie vise à étudier l'effet des paramètres de granulation (granulométrie et humidité) des copeaux séparés mécaniquement (défibrage mécanique) sur la qualité des granules. La deuxième partie vise à comparer l'effet du mode de séparation des copeaux (défibrage mécanique et par explosion à la vapeur) sur les propriétés des granules fabriqués. La troisième partie vise à étudier l'effet de la taille de copeaux (gros copeaux, aiguilles et fines) sur le défibrage des copeaux par explosion à la vapeur et par conséquent la qualité des granules fabriqués. Un dispositif expérimental est établi pour chaque partie. Le tableau 2.1 résume les formules préparées pour chaque partie.

Tableau 2.1 : Tableau récapitulatif des facteurs affectant la granulation et la qualité des granules

Essences	Taille initiale de copeaux	Mode de défibrage	Granulométrie (mm)	Humidité du mélange (%)
EPN	Gros copeaux	Mécanique	1/2/4	15/20/25
PG/SB	Gros copeaux	Mécanique	2	25
EPN/PG/SB	Gros copeaux	Explosion à la vapeur (S1)/(S2)	-	25
Mélange E-P-S	Gros copeaux/ Aiguilles/ Fines	Explosion à la vapeur (S1)	-	25

Les expériences de la première partie ont été réalisées selon un plan factoriel de type  $3^3$  pour optimiser les paramètres de granulation. Les facteurs ou les paramètres à étudier sont : le type d'essence (EPN, PG et SB), la taille des particules (1, 2 et 4 mm) et la teneur en humidité (15, 20 et 25%). Ces facteurs ont été fixés sur la base des données présentées dans la revue de la littérature et des résultats des essais préliminaires. Étant réalisé au laboratoire, le broyage des copeaux de bois est onéreux en temps et en matière première. Ainsi, l'optimisation des paramètres de granulation a été étudiée pour l'EPN. Les paramètres optimaux retenues sont une teneur en humidité égale à 25% et une granulométrie égale à 2 mm. Dans une seconde étape, l'effet de l'essence sur les propriétés des granules a été étudié en retenant les conditions optimales. Les variables réponses sont : pouvoir calorifique supérieur (PCS), durabilité, densité et consommation électrique.

La deuxième partie a été réalisée selon un dispositif factoriel de type 2<sup>2</sup>, les facteurs sont l'essence du bois (EPN, PG et SB) et le mode de défibrage (mécanique, explosion à la vapeur (S1) et (S2)). La teneur en humidité des sciures a été maintenue constante à 25%. Les variables réponses sont : PCS, durabilité et densité.

La troisième partie a été réalisée selon un dispositif factoriel de type 1<sup>1</sup>. Le mode de défibrage des copeaux utilisé est l'explosion à la vapeur (S1) et la teneur d'humidité est fixée à 25%. Le facteur étudié est la taille de copeaux (gros copeaux, aiguilles et fines) et les variables réponses sont : PCS, durabilité et densité.

#### 2.2.3.3 Fabrication des granules

Les granules énergétiques ont été fabriqués à l'aide d'une granuleuse pilote illustrée à la figure 2.8, disponible au CTRI. Pour ce faire, le mélange de chaque essence a été versé progressivement dans la trémie de la granuleuse. Cette dernière est fabriquée par l'entreprise AMANDUS KAHL HAMBURG, de modèle la KAHL 14-175. Elle est composée essentiellement d'une filière plate fixe et de rouleaux rotatifs. Une vis sans fin est intégrée à la base de la trémie afin d'apporter la sciure à la granuleuse. La granuleuse est équipée d'un moteur de 3 KW de haute efficacité énergétique. Un variateur de fréquence permet d'afficher le courant électrique et la puissance durant le test de granulation. La vitesse de la vis de dosage du produit peut être facilement ajustée à partir d'un clavier placé au-dessus du variateur de fréquence.



Figure 2.8 : Dispositif de granulation du laboratoire du CTRI (KAHL 14-175)

Nous avons procédé à des essais préliminaires en faisant varier la géométrie des canaux de la filière et la vitesse de rotation de la vis de dosage. Pour ce faire, trois ratios de compression ( $L/d = 4, 5$  et  $6$ ) ont été utilisés pour choisir en final la filière la plus propice à la granulation de bois des résineux. Quant à la vitesse de rotation, deux vitesses de dosage ( $600$  et  $1200$  rpm) ont été utilisées. Les résultats préliminaires montrent d'une part que les granules sortant d'une filière plus courte ( $L/d = 4$ ) sont incohérents et présentent des fissures diamétrales. Cette filière ne produit pas suffisamment de contre-pression en raison de sa faible longueur de compression. D'autre part, les granules fabriqués avec un taux de compression  $L/d = 6$ , ont tendance à sécher plus en raison de leur long temps de séjour dans le canal. Cependant, les granules formés avec un ratio de compression  $L/d = 5$  sont bien finies avec une structure cohérente et solide. L'augmentation de la vitesse de rotation de dosage influence négativement la qualité des granules fabriqués. En effet, une vitesse d'alimentation élevée diminue le temps de séjour des granules dans les canaux de la filière, et par conséquent les granules résultants sont mous et très humides. Cette augmentation risque aussi d'arrêter brusquement la machine suite à l'élévation du

courant électrique. D'après les essais préliminaires, une filière avec un taux de compression  $L/d=5$  et une vitesse de 600 rpm ont été choisies pour la suite des tests. Par souci de clarté, les granules ont été fabriqués à une température variant de 60 à 70°C.

## 2.3 Méthodes de caractérisation des propriétés des fibres et des granules

### 2.3.1 Caractérisation des propriétés des fibres de bois

#### 2.3.1.1 Propriétés thermiques

L'étude des propriétés de dégradation thermique du bois a été effectuée au moyen de l'appareil d'analyse thermogravimétrique TGA de TA instrument, modèle Q50, NewCastle, États-Unis, installé au laboratoire des biomatériaux de l'UQAT (Figure 2.9). Celle-ci mesure la perte de masse en fonction de la température et/ou du temps. La masse de l'échantillon est d'environ  $15\pm 3$  mg. Le chauffage est effectué dans la plage de températures comprise entre 30 et 800°C, avec un taux d'accroissement thermique de 10°C/min. La circulation d'un gaz inerte (hélium) dans le four est nécessaire pour éviter toute réaction entre le matériau à analyser et l'atmosphère.

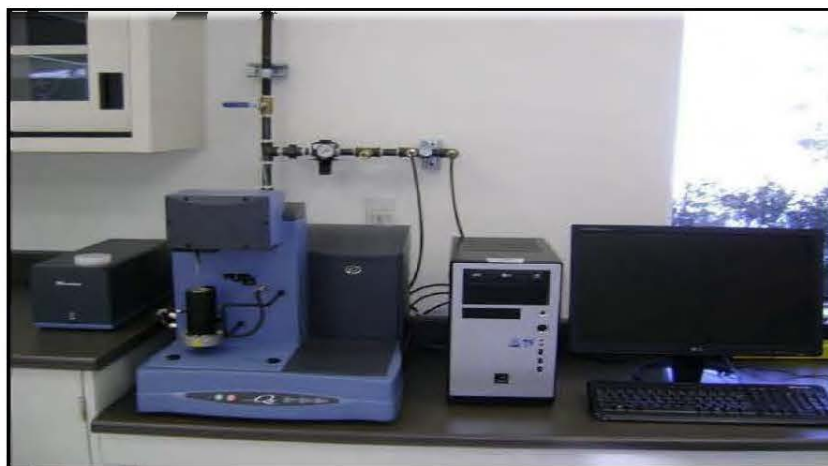


Figure 2.9 : Appareil d'analyse thermogravimétrique (TA instrument, modèle Q50)

### 2.3.1.2 Chimie de surface

L'analyse de la chimie de surface des fibres de bois a été réalisée par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR (Fourier Transformed Infrared Spectroscopy), équipé d'un accessoire ATR (montage de réflexion totale atténuée) (Figure 2.10). Le montage ATR permet de caractériser plusieurs types d'échantillons sans tenir compte de leurs états physiques. Le principe est basé sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Cette technique est utilisée pour étudier les changements de la structure chimique des fibres de bois issues de différents modes de défibrage. Elle permet également d'identifier les groupements moléculaires présents dans le matériau. Le domaine de l'énergie de vibration de la molécule est situé entre  $4000$  et  $400\text{ cm}^{-1}$ . Une fois l'énergie du faisceau envoyé est proche de la vibration de la molécule, celle-ci absorbe le rayonnement et crée par la suite une diminution de l'intensité du rayonnement réfléchi ou transmis. En se basant sur la littérature, il est facile d'identifier les molécules à partir de sa bande d'absorption. L'intensité transmise donne un spectre ATR-FTIR de la surface qui est affiché sur l'ordinateur. Les spectres sont collectés entre  $4000$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  avec une résolution de  $4\text{ cm}^{-1}$  et 64 scans.



Figure 2.10 : Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier de l'UQAT (Shimadzu IR Tracer-100, kyoto, Japon)

## 2.3.2 Caractérisation des granules énergétiques

### 2.3.2.1 Consommation de la puissance électrique

La consommation de la puissance électrique lors de la granulation a été mesurée par une méthode manuelle. En effet, un variateur de fréquence relié au moteur permet d'afficher la fréquence de rotation, le courant et la puissance consommée durant le test de granulation. Après avoir enregistré la puissance moyenne, on peut calculer la consommation d'énergie spécifique selon l'équation suivante (Tumuluru et al., 2016):

$$E = \frac{(P - P_0) \times t}{M} \times 1000 \text{ (kWh/t)} \quad (2.2)$$

Où : P est la puissance moyenne (kW),  $P_0$  est la puissance à vide (0,2 kW), t est la durée de granulation (1h30), M est la masse de la biomasse introduite (4kg).

### 2.3.2.2 Pouvoir calorifique supérieur

La mesure de la valeur calorifique des granules produits à partir des deux modes de défibrage (mécanique et explosion à la vapeur) est primordiale afin d'évaluer le rendement et la qualité de la combustion. Le pouvoir calorifique supérieur est mesuré à l'aide d'une bombe calorimétrique automatique isopéribolique modèle 6400, à volume constant de Parr Instrument (USA 2010), disponible au CTRI.

Pour ce faire, une coupelle avec une granule contenant environ  $1 \text{ g} \pm 0,0001 \text{ g}$  est insérée dans la bombe calorimétrique (Figure 2.11). Après avoir été fermée, la bombe est remplie d'oxygène jusqu'à 30 bars et équilibrée avec précision vers  $30^\circ\text{C}$ . L'étalonnage du calorimètre est assuré avec de l'acide benzoïque certifié. La combustion est initiée par l'échauffement d'un fil de coton attaché à un fil d'allumage métallique. Ainsi, l'échantillon est brûlé dans la bombe à oxygène en déterminant le pouvoir calorifique à base humide. Pour chaque mode de défibrage (mécanique et explosion à la vapeur), le PCS est calculé en effectuant trois répétitions. D'après la



norme EN 14918 (2009), le PCS sur base sèche peut être calculé en fonction de la teneur en humidité des granules selon l'équation suivante:

$$\text{PCS sec} = \text{PCS humide} \times \frac{100}{100 - \text{Humidité}} \quad (2.3)$$

En connaissant la teneur en hydrogène, le pouvoir calorifique inférieur (PCI) sur base sèche ou humide peut être calculé à partir du PCS selon la norme ASTM D2015.



Figure 2.11 : Mesure du pouvoir calorifique : Dispositif de l'échantillon (à droite) et bombe calorimétrique (à gauche) modèle 6400 de Parr Instrument

### 2.3.2.3 Test de durabilité ou d'abrasion

La mesure de la durabilité est basée sur la méthode de Pfast selon la norme ISO 17831. Cette mesure a pour rôle d'évaluer la capacité des granules à rester intacts durant le transport, la manutention et le stockage.

L'appareil utilisé dans ce test est le durabilimètre (Figure 2.12), disponible au CTRI. Les granules sont d'abord placés dans un caisson rectangulaire rotatif et sont agités fortement pendant 10 min. Après avoir tamisé les granules à 3 mm, la masse de l'échantillon chargé dans le caisson est d'environ 500 g et la rotation est réglée à une vitesse de 50 tr/min en effectuant 500 rotations. La masse ainsi récupérée est tamisée

en utilisant le même tamis et ensuite pesée. L'indice de durabilité des granules (Pellet Durability Index- PDI) est calculé selon l'équation suivante:

$$PDI = \left(\frac{M_r}{M_i}\right) * 100 \quad (2.4)$$

Où : PDI est le pourcentage de durabilité des granules,  $M_r$  est la masse des granules récupérés après le test,  $M_i$  est la masse des granules introduits au début du test.



Figure 2.12 : Durabilimètre composé de quatre boîtiers

#### 2.3.2.4 Densité ou masse volumique réelle

La densité est un paramètre fondamental requis pour la caractérisation des propriétés physiques. La masse volumique réelle est calculée avec le pycnomètre à hélium Accupyc 1330 (Figure 2.13) qui est actuellement l'approximation la plus proche de la densité réelle (Viana et al., 2002). Cet appareil possède l'avantage d'être facile à utiliser, rapide et totalement automatisé. Le principe consiste à mesurer la masse volumique des granules à une température constante. Pour ce faire, on introduit environ quatre granules dans une cellule calibrée de volume connu ( $12,08 \text{ cm}^3$ ). Pour commencer le test, la cellule est placée dans la chambre en introduisant sa masse à

l'aide du clavier. Le rapport entre la masse de l'échantillon et le volume mesuré par le Pycnomètre donne la vraie masse volumique des granules. Cette technique utilise la méthode de déplacement des gaz. Des gaz inertes tels que l'hélium qui a un comportement idéal au gaz. Ce dernier peut imprégner les pores des granules permettant ainsi la détermination du volume réel occupé par l'échantillon. En général, un cycle de purges est effectué pour nettoyer l'échantillon et enlever l'air et l'humidité à l'intérieur de la chambre. Les résultats peuvent alors être affichés soit sur l'appareil, soit sur l'ordinateur.



Figure 2.13 : Pycnomètre à hélium, modèle AccuPyc 1330

### 2.3.3 Analyse statistique des résultats

Les propriétés étudiées ont été soumises à une analyse de variance à l'aide du logiciel statistique SAS (SAS 2016) en utilisant la procédure GLM selon les équations 2.4, 2.5 et 2.6. Les variables réponses sont la qualité des granules ainsi que la consommation électrique pour le mode de défibrage mécanique. Toutes les analyses statistiques sont considérées significatives à un seuil de  $\alpha = 0,05$ .

L'équation 2.5 est utilisée pour déterminer les effets des variables indépendantes (granulométrie et humidité) sur les propriétés des granules (PCS, durabilité et densité) et la consommation électrique durant le processus de densification.

L'équation 2.6 est utilisée pour évaluer l'effet du type d'essence (EPN, PG et SB) et du mode de défibrage (mécanique et explosion à la vapeur) sur les propriétés des granules.

L'équation 2.7 est utilisée pour évaluer l'effet de la taille initiale de copeaux (gros copeaux, aiguilles et fines) sur le procédé explosion à la vapeur et les propriétés des granules fabriqués.

$$Y_1 = \mu + A + B + A \times B + \varepsilon \quad (2.5)$$

$$Y_2 = \mu + C + D + C \times D + \varepsilon \quad (2.6)$$

$$Y_3 = \mu + E + \varepsilon \quad (2.7)$$

Où :  $Y_i$  sont les variables réponses (PCS, Durabilité, Densité, Consommation électrique),  $\mu$  est l'effet général (intercepte),  $\varepsilon$  est l'erreur résiduelle, A est l'effet de la granulométrie du bois, B est l'effet de l'humidité des sciures de bois avant la granulation,  $A \times B$  est l'effet de l'interaction entre la granulométrie et l'humidité, C est l'effet du type d'essence de bois, D est l'effet du mode de défibrage des copeaux de bois,  $C \times D$  est l'effet de l'interaction entre le type d'essence et le mode de défibrage, E est l'effet de la taille initiale de copeaux.

### 2.3.3 Récapitulatif sur l'échantillonnage et les répétitions effectués

Le tableau 2.2 dresse un design expérimental résumant les niveaux des paramètres étudiés et le nombre de répétitions effectuées pour tous les essais de caractérisations susmentionnés.

Tableau 2.2 : Récapitulatif des échantillons et du nombre de répétitions effectuées pour tous les essais de caractérisations

	Essences	Taille de copeaux	Mode de défibrage	Granulométrie	Humidité	Puissance consommée	Pouvoir calorifique	Durabilité	Densité réelle
<b>Première partie</b>	EPN	Gros copeaux	Mécanique	1- 2 -4	15- 20-25	6	3	2	3
<b>Deuxième partie</b>	EPN-PG-SB	Gros copeaux	Explosion à la vapeur (S1/S2)	-	25	-	3	2	3
	EPN-PG-SB	Gros copeaux	Mécanique	2	25	-	3	2	3
<b>Troisième partie</b>	E-P-S	Gros copeaux	Explosion à la vapeur (S1)	-	25	-	3	2	3
	E-P-S	Aiguilles	Explosion à la vapeur (S1)	-	25	-	3	2	3
	E-P-S	Fines	Explosion à la vapeur (S1)	-	25	-	3	2	3

## CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### 3.1 Propriétés des fibres de bois brutes et exposées à la vapeur

#### 3.1.1 Propriétés thermiques

Le comportement thermique des fibres de l'épinette noire (EPN), du pin gris (PG) et du sapin baumier (SB) issues de différents modes de défibrage a été évalué par une analyse thermogravimétrique. Les figures 3.1a et 3.1b illustrent respectivement les courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et leurs dérivées associées (DTG) des fibres de l'EPN, du PG et du SB à l'état brut.

La courbe TGA présente généralement une allure semblable pour les trois essences, qui comporte trois régions distinctes. Initialement, on note une première perte de masse entre 60 et 120°C, qui résulte de l'évaporation de l'eau et des composés organiques volatils. Par la suite, une deuxième perte de masse est observée dans une plage de température entre 250 et 400°C. Cette perte de masse correspond à la dégradation des principaux composants chimiques du bois, notamment l'hémicellulose, la cellulose et la lignine. Une dernière étape de dégradation plus lente est observée au-delà de 400°C, qui correspond à la dégradation complète de la lignine.

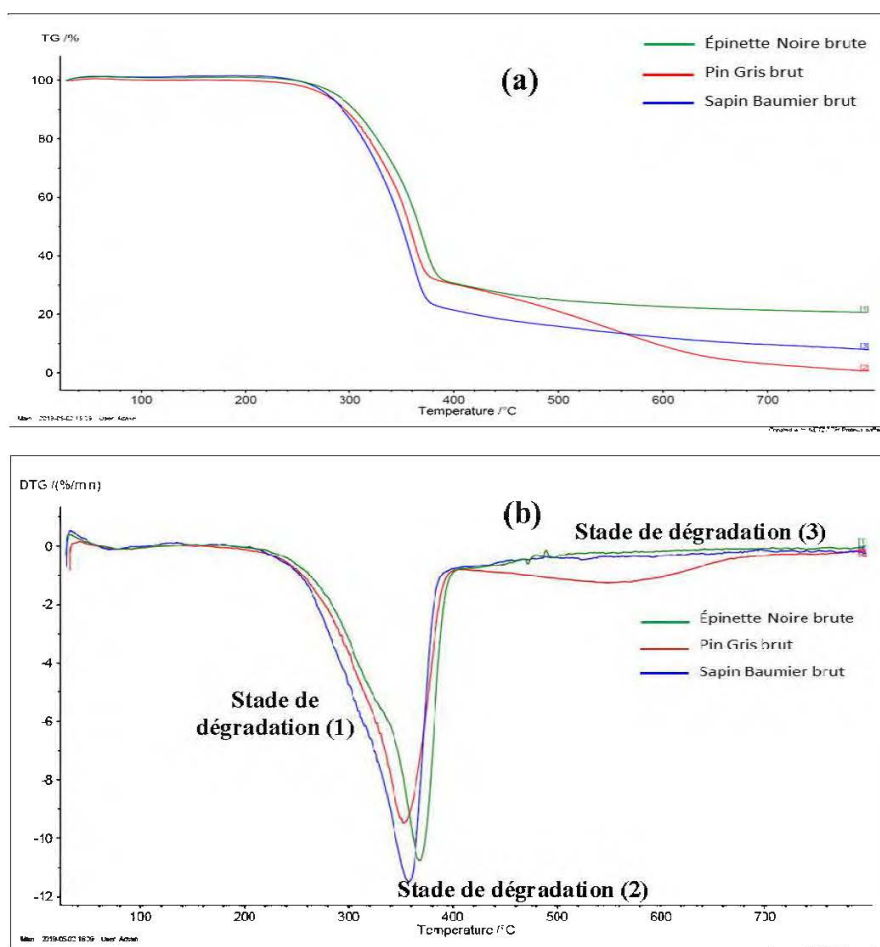


Figure 3.1 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de l'EPN, du PG et du SB à l'état brut

La courbe DTG a également montré que toutes les essences étudiées présentent la même allure puisque celles-ci font partie du même type de bois. Le premier stade de dégradation (1) se produit dans la plage de température entre 200 et 315°C, qui correspond à la dégradation de l'hémicellulose plus particulièrement les xylanes, les mannanes et les galactanes contenus dans le bois des résineux (Hsu et al., 1988). La courbe DTG montre un deuxième stade de dégradation (2) dans la plage de température entre 320 et 390°C, qui correspond à la dégradation de la cellulose. En accord avec la littérature, la dégradation de la cellulose s'effectue à des températures supérieures à

200°C (Amidon et al., 2008). Finalement, un dernier stade de dégradation (3) est attribué généralement à la dégradation de la lignine qui se décompose lentement dans une large plage de température entre 400 et 670 °C, avec un maximum de dégradation autour de 430, 560 et 440°C pour les fibres de l'EPN, du PG et du SB, respectivement.

Les deux graphiques montrent que les fibres de l'EPN, du PG et du SB ont la même température de début de dégradation (255°C). Cependant, la dégradation des fibres du SB est plus rapide que celle des deux autres essences. Cette dégradation précoce peut être expliquée par une structure chimique moins complexe (Williams et Besler, 1993).

Les courbes thermogravimétriques (TGA et DTG) des fibres de l'EPN, du PG et du SB brutes et explosées à la vapeur dans les deux conditions de sévérités (S1 : 220°C – 6 min et S2 : 205°C – 12 min) sont présentées dans les figures 3.2, 3.3 et 3.4, respectivement. De façon générale, les fibres issues des trois essences présentent la même allure après le traitement d'explosion à la vapeur. Les courbes TGA montrent que les fibres explosées à une sévérité élevée (S2) commencent à se dégrader à des températures inférieures comparées à celles des fibres brutes et explosées à une faible sévérité (S1), respectivement. Cela peut être dû à une dégradation partielle ou à des modifications chimiques des polymères principalement la cellulose (dégradation à 200 °C) sous des conditions plus drastiques au cours du procédé d'explosion à la vapeur.

Les courbes DTG révèlent une disparition très prononcée du pic relatif aux hémicelluloses pour les trois essences explosées à la vapeur dans les deux sévérités utilisées. Ces résultats concordent avec ceux rapportés par Hsu et al. (1988), qui ont souligné une réduction importante de la fraction des hémicelluloses après le procédé d'explosion à la vapeur. Cette réduction peut s'expliquer par le fait que les fibres sont traitées à des températures supérieures à celles de début de dégradation thermique des polysaccharides. De plus, l'utilisation d'un temps de résidence élevé peut également contribuer à accélérer la décomposition des hémicelluloses (Jacquet et al., 2010).



D'après les courbes DTG, la dégradation de la cellulose des fibres explosées (S1) se fait à une température légèrement élevée (320–400°C) comparée à celle des fibres brutes (320 et 390°C), quelle que soit l'essence étudiée. Cela indique que les fibres explosées à la vapeur à une sévérité modérée sont plus résistantes thermiquement que les fibres brutes, probablement en raison de l'augmentation du degré de cristallinité de la cellulose à la suite de la cristallisation des régions amorphes dans les microfibrilles (Focher et al., 1991). Cependant, une sévérité plus drastique (S2) entraîne une légère diminution de la température maximale de dégradation de la cellulose de 370 à 360°C par rapport à celle modérée, et ce uniquement pour les fibres de l'EPN et du PG. Cette diminution peut s'expliquer par la dégradation partielle de la cellulose dans des conditions de traitement drastiques (Suzuki et al., 1998). Cependant, les fibres de SB explosées à la vapeur avec les sévérités S1 et S2 présentent la même cinétique de dégradation de la cellulose. Cela peut s'expliquer par le fait que les copeaux de SB traités à la sévérité S2 sont cuits à la vapeur sans explosion. Ainsi, le défibrage par l'explosion à la vapeur a un effet majeur sur la structure de la cellulose.

La dernière phase de décomposition thermique montre une dégradation plus lente de la lignine dans les fibres explosées (S1) comparée à celles brutes. Ceci peut être expliquée par la génération des réactions de condensation de la lignine lors du procédé d'explosion à la vapeur (Martin-Sampedro et al., 2011). En comparant les fibres explosées (S2) par rapport à celles explosées (S1), on remarque un décalage de la température du pic associé à la lignine vers des valeurs plus basses pour les fibres de l'EPN et du PG explosées à la vapeur. Ces résultats peuvent être expliqués par la formation des liaisons chimiques plus thermolabiles dans la lignine à la suite de l'augmentation de la sévérité du traitement (Negro et al., 2003).

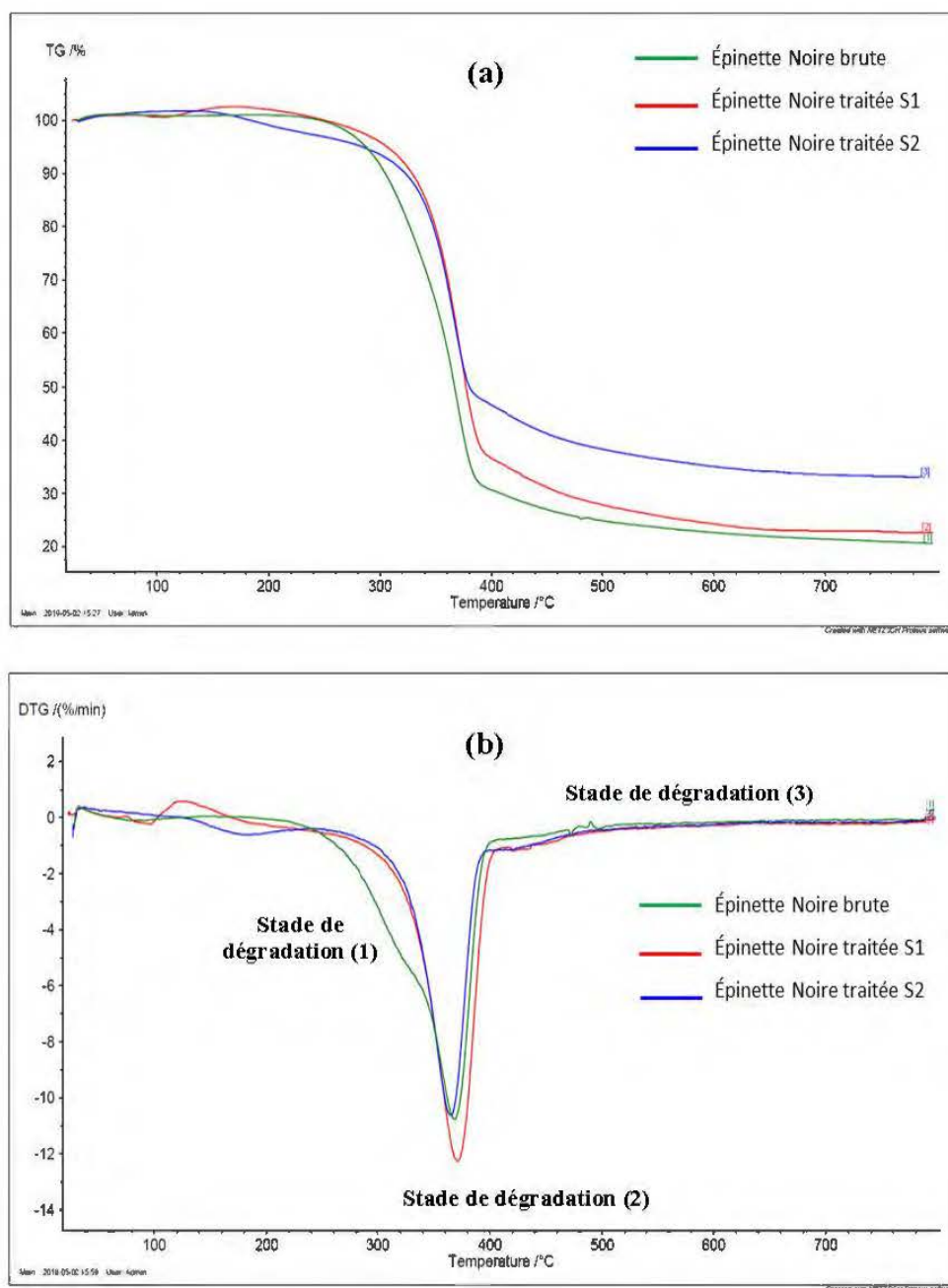


Figure 3.2 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de l'EPN brutes et exposées à la vapeur dans deux conditions de sévérité différentes: S1= 4,31 et S2= 4,92

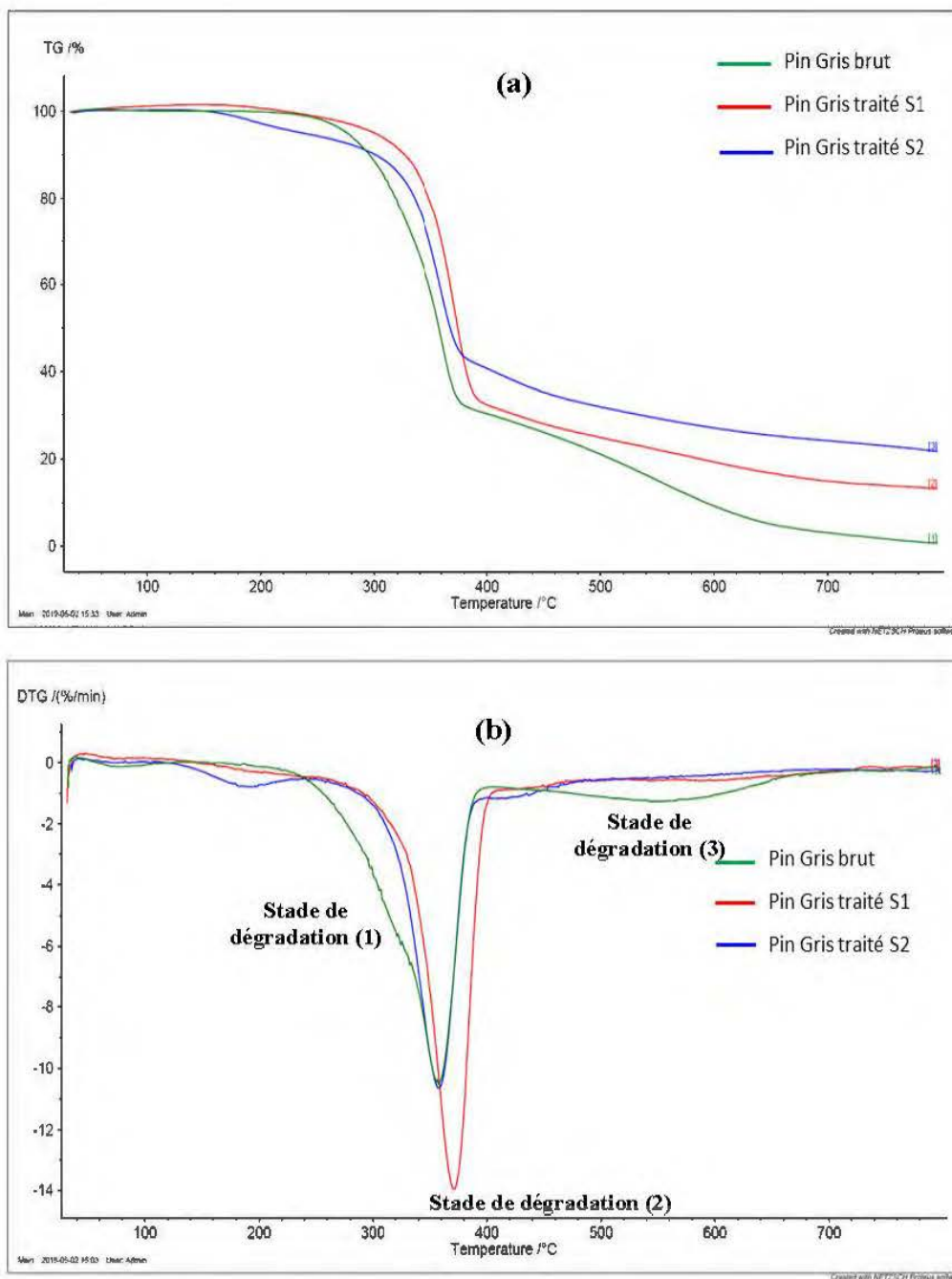


Figure 3.3 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de PG brutes et exposées à la vapeur à une sévérité S1 et

S2

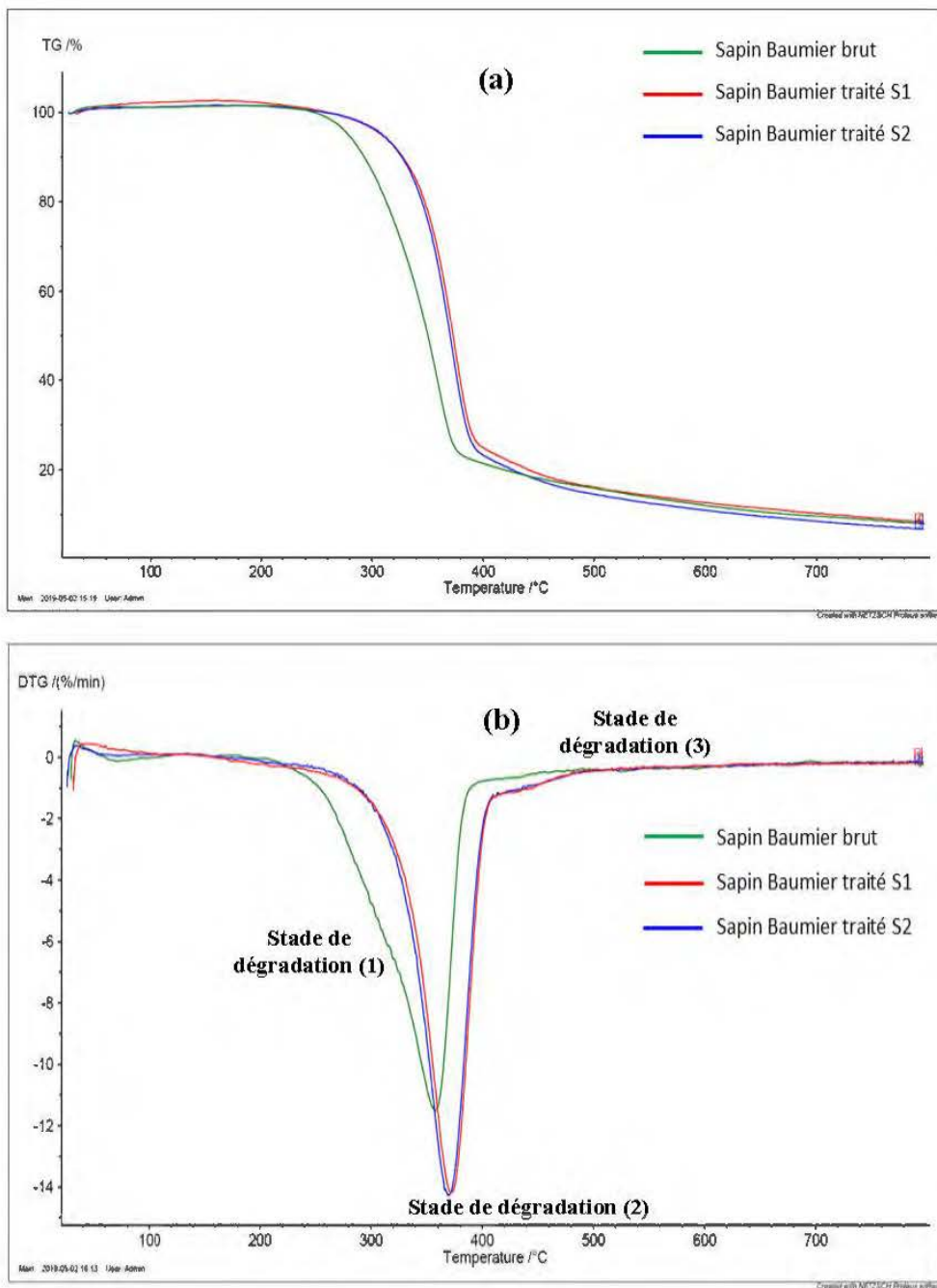


Figure 3.4 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) leurs dérivées associées (DTG) des fibres de SB brutes et exposées à la vapeur à une sévérité S1 et

S2

### 3.1.2 Chimie de surface

Les modifications chimiques apportées durant le procédé d'explosion à la vapeur ont été étudiées par la spectroscopie FTIR dans la plage d'onde 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ . Les figures 3.6, 3.7 et 3.8 présentent les spectres d'absorption comparant les fibres du SB, de l'EPN et du PG avant et après prétraitement, respectivement. Le tableau 3.1 récapitule toutes les liaisons attribuées aux bandes d'absorption infrarouge.

Les courbes présentées montrent des ressemblances entre les spectres d'absorption des différentes essences étudiées. En effet, les positions de toutes les bandes d'absorption, dans la région étudiée, sont approximativement les mêmes pour les trois essences, puisqu'elles font partie du même type de bois (résineux) (Figure 3.5). Toutefois, les intensités relatives des bandes varient légèrement d'une essence à une autre. Cette variation peut être attribuée à la différence au niveau des proportions des composantes du bois.

Les spectres des fibres de l'EPN, du PG et du SB issues des deux modes de séparation (mécanique et explosion à la vapeur) montrent une variation de l'intensité des bandes, mais aussi une disparition des pics dans quelques cas. Les spectres des fibres des trois essences montrent une large bande d'étirement O–H situé à environ 3300  $\text{cm}^{-1}$ . Cette bande est attribuée principalement à la lignine, aux carbohydrates et/ou extractibles. L'intensité de cette bande est plus importante au niveau des fibres explosées, et augmente davantage avec la sévérité du traitement (S2). Ensuite, le pic autour de 2900  $\text{cm}^{-1}$  indique une bande aliphatique d'étirement C–H caractéristique de la lignine et des polysaccharides. On remarque que cette bande reste intacte pour tous les spectres d'absorption des fibres explosées et bûtes. Il existe plusieurs pics bien définis dans la région entre 1800 et 600  $\text{cm}^{-1}$ . La bande à 1735  $\text{cm}^{-1}$  est associée principalement aux groupes carboxyles d'hémicellulose (Pandey et Pitman, 2003). Pour les trois essences explosées à la vapeur, cette bande a subi une diminution très prononcée, qui peut se

manifester par le clivage et l'altération des groupes carboxyles d'hémicellulose. Une sévérité de traitement modérée S1 a entraîné une diminution de l'intensité relative du pic à  $1735\text{ cm}^{-1}$ , quelle que soit l'essence utilisée. En revanche, cette bande disparaît dans les spectres d'absorption des fibres de l'EPN, du PG et du SB exposées à la vapeur sous des conditions plus sévères (S2), ce qui est en accord avec les résultats de Sun et al. (2005). On peut conclure que le traitement prolongé à la vapeur a permis de dégrader entièrement l'hémicellulose plus particulièrement les xyloanes, les mannanes et les galactanes contenus dans le bois des résineux (Hsu et al., 1988).

Les bandes caractéristiques de la lignine ( $1596$ ,  $1511$ ,  $1462$ ,  $1425$  et  $1268\text{ cm}^{-1}$ ) des essences exposées à la vapeur présentent des intensités relatives plus élevées que les essences brutes. Ces résultats indiquent que le défibrage par explosion à la vapeur entraîne la migration de la lignine à la surface des fibres. Un signal plus fort est observé au niveau des pics à  $1596$  et  $1511\text{ cm}^{-1}$  qui représente les vibrations squelettiques aromatique (C=C), et à  $1268\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à l'étirement des unités de guaiacycle dans la lignine. Ces vibrations peuvent être considérées comme une conséquence de la génération des réactions de condensation de la lignine lors du procédé d'explosion à la vapeur (Martin-Sampedro et al., 2011). Ces bandes sont d'autant plus fortes que la sévérité du traitement est faible. Un traitement modéré S1 a fourni des meilleurs résultats en termes du contenu en lignine à la surface des fibres comparé à celui d'un traitement drastique S2. Des conditions de traitement plus sévères S2 ont entraîné la diminution de l'intensité de ces bandes dans les spectres des trois essences exposées, probablement en raison de la modification structurale de la lignine et par conséquent sa dégradation partielle. Cela indique que le traitement d'explosion à la vapeur à une haute sévérité S2 provoque la modification des groupements fonctionnels de la lignine (He et al., 2008).

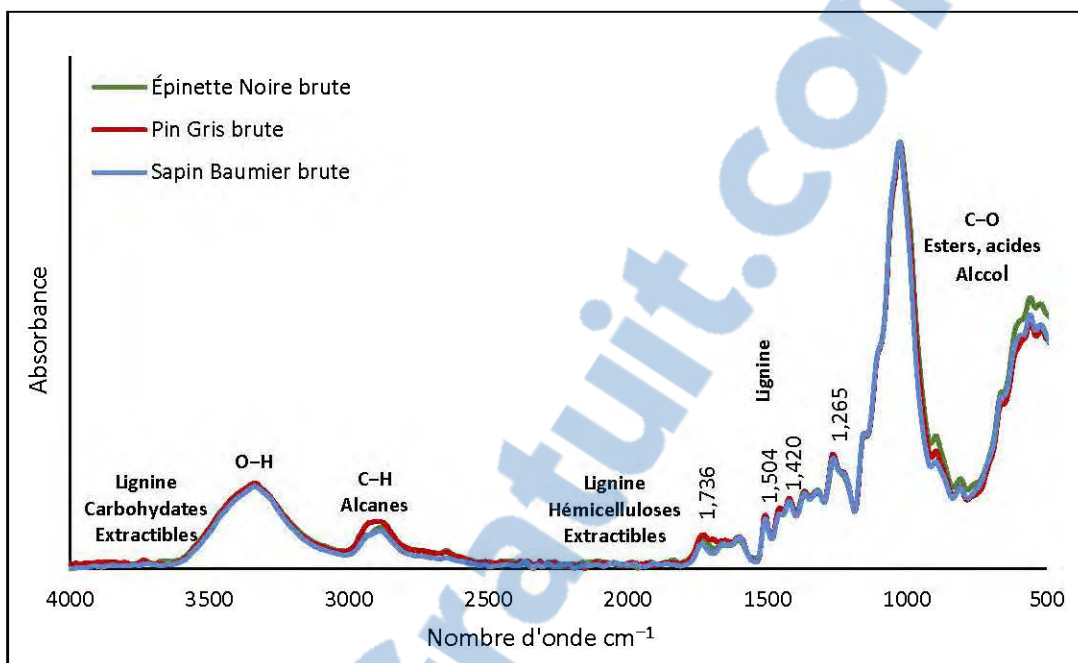


Figure 3.5: Spectres d'absorption des fibres brutes de l'EPN, du PG et du SB

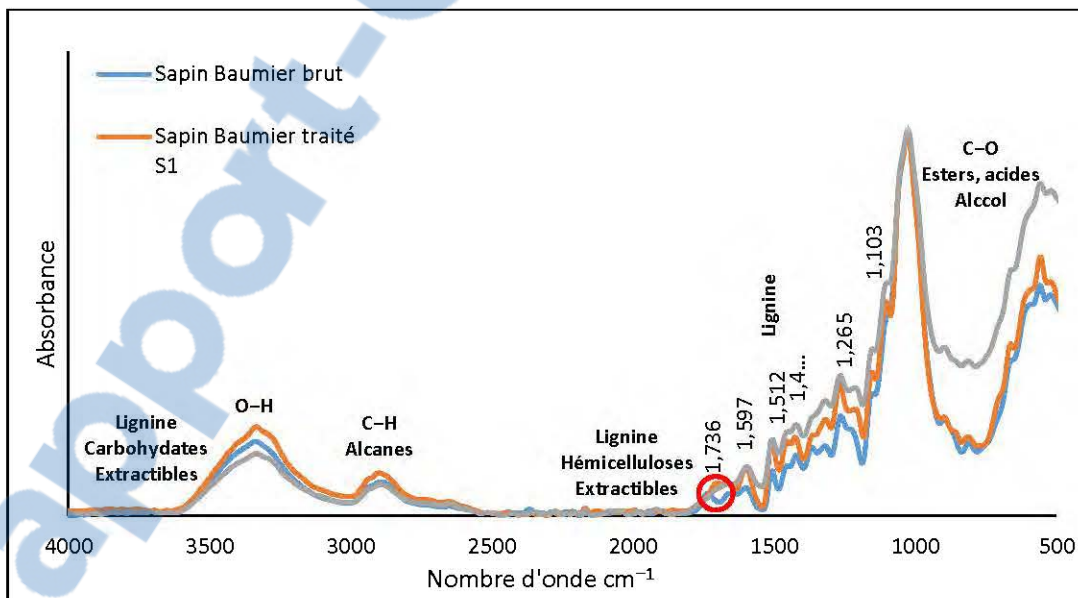


Figure 3.6 : Spectres d'absorption des fibres brutes et exposées dans deux conditions de sévérité différentes (S1= 4,31 et S2= 4,92) du SB

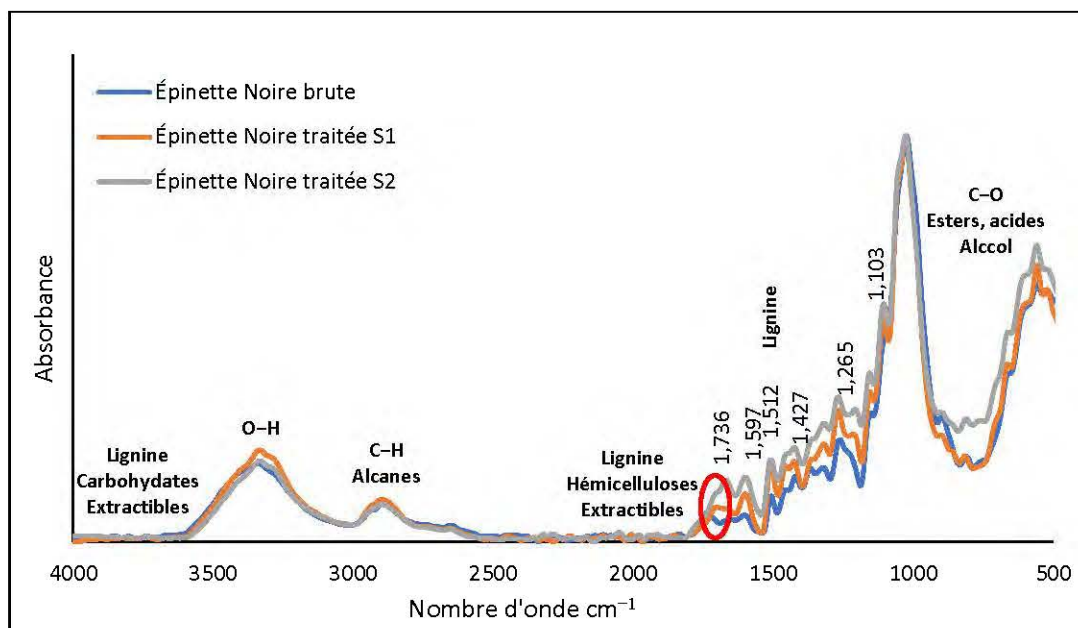


Figure 3.7 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées dans deux conditions de sévérité différentes (S1= 4,31 et S2= 4,92) de l'EPN.

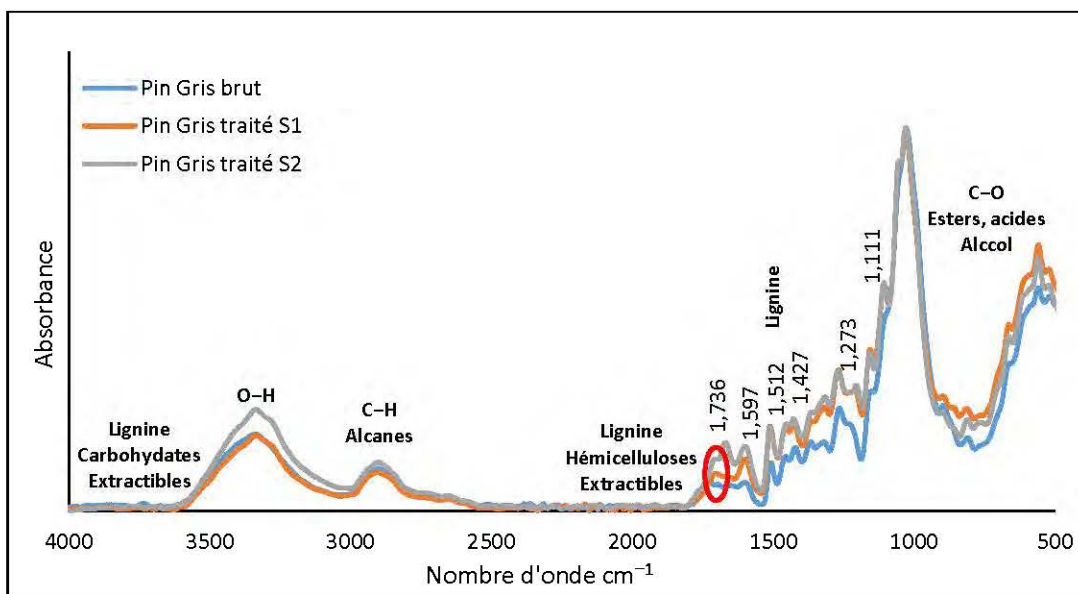


Figure 3.8 : Spectres d'absorption des fibres brutes et explosées à une sévérité (S1= 4,31 et S2= 4,92) du PG.



Tableau 3.1 : Récapitulation des bandes d'absorption infrarouge ainsi que leurs attributions relatives (Bouafif et al., 2008; Pandey et Theagarajan, 1997; Pandey et Pitman, 2003)

<b>Nombre d'onde (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Attribution</b>
3500–3200	O–H Alcools et phénols
2800–3000	C–H Groupes méthoxyle
1735	C=O Groupes acétyle, aldéhydes carboxyliques dans la lignine et les extraits
1596 et 1505/1511	C=C Vibration squelettique aromatique liée à la lignine
1462 et 1425	C–H Déformation dans la lignine et les glucides
1375	C–H Déformation dans la cellulose et l'hémicellulose
1330/1320	C–H Vibration dans la cellulose et vibration C–O dans les dérivés syringyles
1268	C–O Étirement des unités de guaiacycle dans la lignine
1244	Étirement C–O dans la lignine (unités de syringyle) et les xylanes
1158	C–O–C Vibration dans la cellulose et l'hémicellulose, acides gras
1122	Étirement C–O de la lignine
1048	C–O Étirement de la cellulose et d'hémicellulose
898	C–H Déformation dans la cellulose

## 3.2 Impact de la taille des copeaux provenant d'essences mélangées de l'épinette, du pin et du sapin (E-P-S) sur le défibrage par explosion à la vapeur

### 3.2.1 Effet de la granulométrie sur les propriétés thermiques

La figure 3.9 illustre les courbes thermogravimétriques (TGA) et leurs dérivées associées pour les fibres d'essences mélangées E-P-S explosées à la vapeur sous différentes tailles de particules (fines, aiguilles, gros copeaux), dans des conditions de traitement modérée S1 (220°C – 6 min). Les fibres avant et après explosion à la vapeur montrent une perte de masse entre 60 et 110°C indiquant l'évaporation de l'humidité et des substances volatiles. D'une façon générale, les fibres explosées à la vapeur ont décalé la température de fin de dégradation vers des températures plus hautes par rapport aux fibres brutes. Ces résultats sont en accord avec ceux de Martin-Sampedro et al. (2011), qui montrent une augmentation de la température de dégradation suite à la condensation de la lignine lors du procédé d'explosion à la vapeur. La taille de particules affecte considérablement le procédé d'explosion à la vapeur, et par conséquent la stabilité thermique des fibres obtenues. En effet, le défibrage d'explosion à la vapeur, effectué sur les différentes tailles de particules montre une disparition totale du pic d'hémicellulose situé entre 200 et 310°C. Cela indique que les conditions utilisées durant le traitement d'explosion à la vapeur ont favorisé la décomposition de l'hémicellulose et ceci quelle que soit la taille de particules. Par ailleurs, la courbe TGA montre que les fibres de classe fine explosées commencent à se dégrader à des températures légèrement supérieures à celles en forme d'aiguilles et des gros copeaux, respectivement. D'après Stelte (2013), la réduction de la taille initiale des particules améliore davantage les modifications chimiques et physiques de la biomasse explosée. En effet, la diminution de la taille de particules favorise le transfert de la chaleur lors du traitement d'explosion à la vapeur, et par conséquent les particules deviennent plus exposées aux conditions appliquées au cours du traitement (temps de résidence, température et pression). Les fines et les gros copeaux explosés présentent un décalage

du pic de la cellulose vers une température légèrement élevée centrée à 380°C comparativement aux copeaux en forme d'aiguilles et aux fibres brutes (370°C). Cela est attribué à l'amélioration de la cristallinité de la cellulose après le défilage par explosion à la vapeur (Focher et al., 1991).

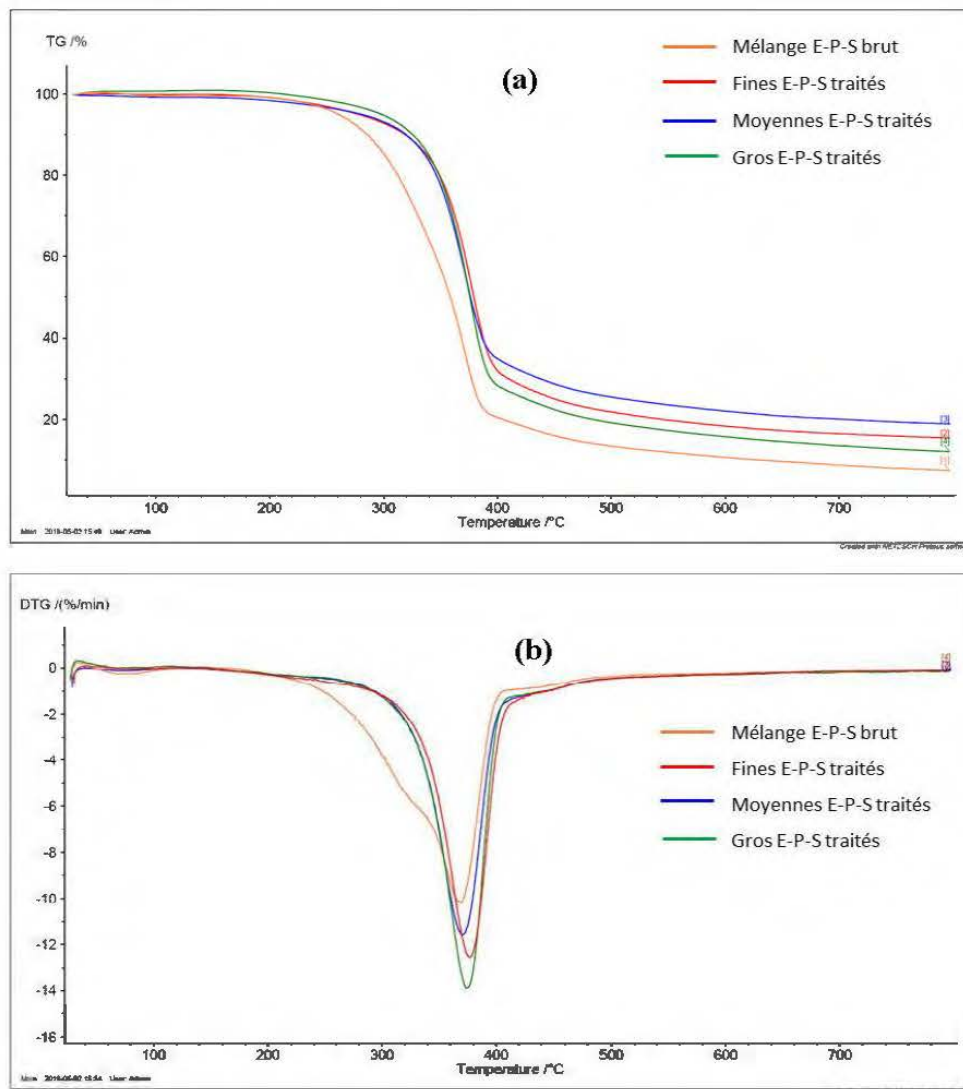


Figure 3.9 : a) Courbes d'analyses thermogravimétriques (TGA) et b) de leurs dérivées associées (DTG) des fibres S-E-P explosées à la vapeur à une sévérité S1 pour les différentes tailles de particules

### 3.2.2 Effet de la granulométrie sur la chimie de surface

Les spectres d'absorption des fibres brutes et exposées à la vapeur en fonction de la taille de particules (fines, aiguilles, gros copeaux) sont illustrés à la figure 3.10. Les trois classes de tailles de particules exposées à la vapeur ont intensifié légèrement les pics à environ 3300 et 2900  $\text{cm}^{-1}$ , attribués aux liaisons hydrogènes dans les fractions aliphatiques de la lignine et des polysaccharides, respectivement. Cela peut être considéré comme une conséquence du changement de la cristallinité de la biomasse à la suite de la modification des groupes méthyle et méthylène et des liaisons hydrogènes dans la cellulose (He et al., 2008).

Les copeaux en forme d'aiguilles présentent le pic le plus faible autour de 1735  $\text{cm}^{-1}$  suivi par les gros copeaux et les fines. Cette bande est associée aux groupes acétyles dans l'hémicellulose et esters uroniques ou à l'aldéhyde carboxylique dans la lignine et les extractibles (Bouafif et al., 2008). La diminution très prononcée de cette bande à la surface des fibres indique que les liaisons esters carbonyles ont été dissociées suite à l'action combinée de la chaleur apportée par la vapeur et le temps de résidence (Sun et al., 2005).

Les pics à environ 1596 et 1510  $\text{cm}^{-1}$  sont associés à la vibration squelettique aromatique liée à la lignine (Bouafif et al., 2008). L'intensité élevée de ces bandes au niveau des fines et des copeaux en forme d'aiguilles exposés à la vapeur montre que celles-ci favorisent la forte présence de la lignine à la surface des fibres comparativement aux gros copeaux, respectivement (Figure 3.10). Les mêmes résultats ont été observés pour les bandes situées à environ 1462 et 1425  $\text{cm}^{-1}$ , liés à la déformation C-H dans la lignine et les glucides. Cela est attribuable en partie aux réactions de condensation et de répolymérisation entre les produits dégradés de l'hémicellulose, lesquels se développent davantage en diminuant la taille des particules (Negro et al., 2003). Ces résultats concordent avec ceux de Liu et al. (2013), qui ont

révélé que les petites particules exposées à la vapeur procurent une teneur en lignine plus élevée à la surface des fibres. Les particules plus grossières ont diminué l'intensité du pic autour de  $1244\text{ cm}^{-1}$  attribuée à la bande d'étirement C–O dans la lignine (unités de syringyle) et les xylandes. Ces résultats impliquent que la teneur en unités syringyliques dans la lignine des gros copeaux a diminué suite au procédé d'explosion à la vapeur par rapport aux fines et aux copeaux en forme d'aiguilles.

Les trois classes de taille de particules ont modifié les pics autour de  $1122$  et  $1158\text{ cm}^{-1}$  de manière évidente, résultant de l'étirement de C–O de la lignine, la cellulose, l'hémicellulose et/ou les acides gras. Le signal élevé de ces bandes peut être dû à l'augmentation de la teneur en cellulose suite au traitement d'explosion à la vapeur.

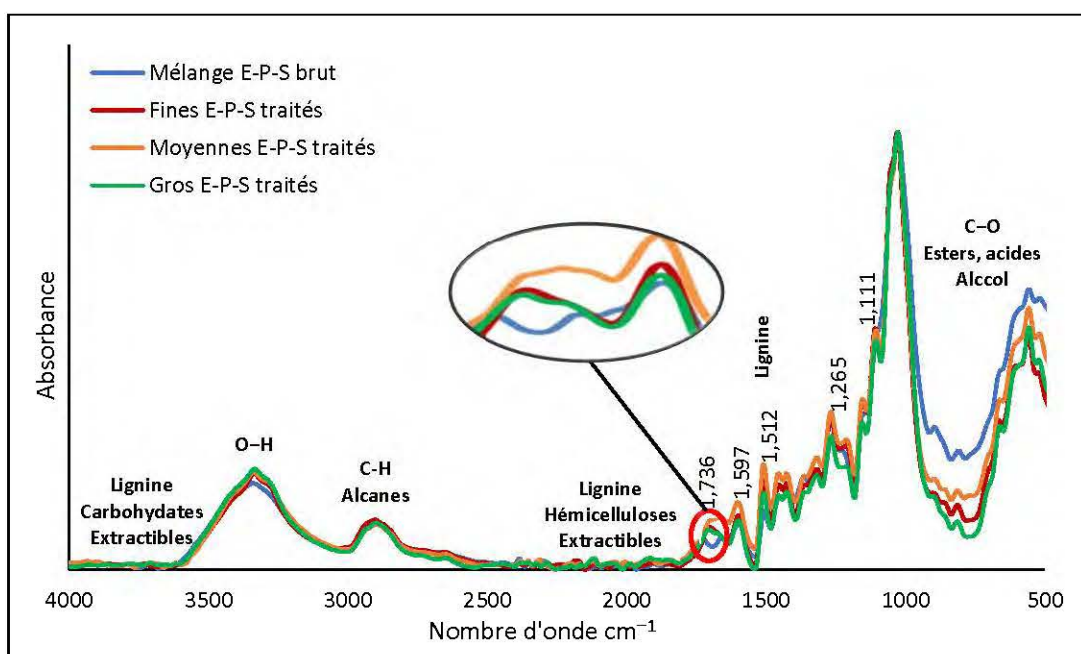


Figure 3.10 : Spectres d'absorption des fibres brutes et exposées à différentes tailles de particules

### 3.2 Propriétés des granules énergétiques

#### 3.2.1 Optimisation des paramètres de granulation de l'épinette noire: Effet de la granulométrie et l'humidité du mélange

Le tableau 3.2 résume les résultats de l'analyse de variance (ANOVA). On y présente les valeurs de F pour les propriétés des granules de l'EPN. Les résultats récapitulent l'effet de la taille des particules (A), de l'humidité du mélange (B) et de leur interaction sur les propriétés des granules. Les effets des deux facteurs sur le PCS, la durabilité et la masse volumique des granules sont statistiquement significatifs. De plus, l'interaction entre humidité et granulométrie est significative pour toutes les propriétés étudiées, ce qui implique que la variation de la teneur en humidité est affectée par la granulométrie.

L'analyse de la variance montre aussi que la taille de particules et l'humidité de mélange ont un effet significatif sur la puissance consommée, mais leur interaction ne présente aucune influence significative sur cette propriété.

Tableau 3.2 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et les valeurs de F pour les propriétés des granules et la puissance consommée pour l'EPN

<b>Variables indépendantes</b>	<b>Puissance</b>	<b>PCS à base humide</b>	<b>Durabilité</b>	<b>Masse volumique</b>
Granulométrie (A)	3,65*	4,50*	594,86***	780,92***
Humidité (B)	11,24**	154,08***	3840,66***	591,64***
(A)*(B)	0,42 <sup>ns</sup>	18,18***	146,83***	321,76**
R-carré	0,64	0,96	0,99	0,99

Note: ns = non significative, \*\*\* significative à  $P < 0,0001$ ; \*\* significative à  $P < 0,01$ ; \* significative à  $P < 0,05$ .

### 3.2.1.1 Consommation de la puissance électrique

La consommation de la puissance électrique de la granuleuse est une mesure de haute nécessité pour évaluer l'uniformité du procédé de granulation à l'échelle industrielle. L'énergie requise pour la densification dépend généralement de plusieurs facteurs, notamment la teneur en humidité et la taille de particules (Reed et Bryant, 1979). Les résultats de la puissance consommée par les granules de l'EPN obtenues par défibrage mécanique sont présentés dans la figure 3.11. D'après ces résultats, on remarque que la combinaison d'une teneur en humidité élevée (25%) avec une taille de particules de 1 mm réduit les besoins énergétiques du processus de granulation. En effet, la taille de particules et la teneur en humidité influencent significativement la consommation de puissance, mais leur interaction ne présente aucun effet significatif (Tableau 3.2).

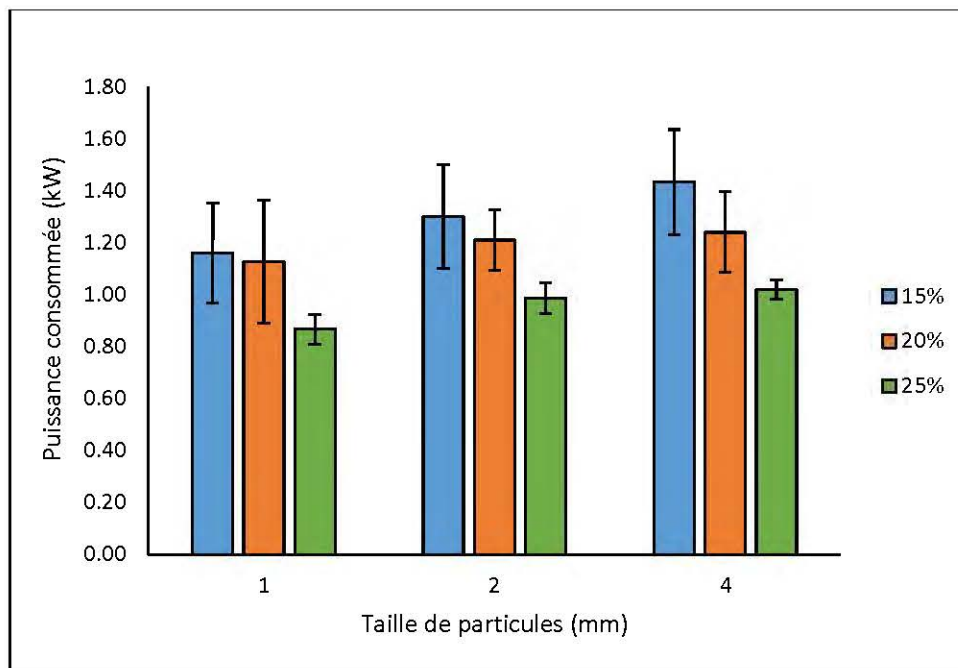


Figure 3.11 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la puissance consommée durant la granulation

Les données présentées révèlent que la puissance la plus grande est accordée aux copeaux broyés à une grille de broyage 4 mm avec une moyenne de 1,43 kW, puis elle diminue jusqu'à 1,16 kW avec une taille de particules de 1 mm, pour un taux d'humidité de 15%. Ainsi, la consommation de puissance augmente avec l'augmentation de la taille de particules de la matière première. Cela pourrait être justifié par l'action de broyage supplémentaire pour les particules grossières effectué par les rouleaux sur la filière au cours de la granulation (Bergström et al., 2008; Jensen et al., 2011). En plus, la présence des particules de grosses dimensions peut entraîner une accumulation des contraintes plus importantes dans la granuleuse, ce qui indique des différences au niveau du compactage entre les couches. Contrairement aux particules fines, les particules grossières ont généralement moins tendance à bloquer la matrice, probablement en raison de la différence des quantités des copeaux alimentés dans la matrice, tout en gardant un débit d'alimentation constant. Cela risque de réduire la capacité de production dans les usines à grande échelle (Holm et al., 2006; Mani et al., 2006b).

Les résultats montrent que la consommation de puissance augmente avec la diminution du taux d'humidité, quelle que soit la taille de particules. Par exemple, la puissance consommée par les copeaux broyés sur une grille de 4 mm passe de 1,02 kW à 1,43 kW pour un taux d'humidité de 25% et 15%, respectivement. De la même manière, la consommation d'énergie spécifique montre une tendance similaire à celle de la puissance (Tableau 3.3). Pour étayer ces résultats, Samuelsson et al. (2009) ont révélé que la consommation électrique est inversement proportionnelle à la teneur en humidité, car cette dernière agit comme un lubrifiant pendant la granulation. Plus la teneur en humidité est faible, plus le frottement entre le matériau et le canal est fort, nécessitant ainsi d'apporter plus d'énergie pour un même débit (Arshadi et al., 2008; Resch, 1982). De plus, les fines trop sèches peuvent entraîner un risque de surchauffe entre les rouleaux et la filière, et par conséquent un blocage de la granuleuse.



Tableau 3.3 : Effet des paramètres de granulation sur la consommation d'énergie spécifique de la granuleuse

Granulométrie (mm)	1			2			4		
	Humidité du mélange (%)	15	20	25	15	20	25	15	20
Puissance moyenne (kW)	1,16	1,13	0,87	1,3	1,21	0,99	1,43	1,24	1,02
Consommation d'énergie spécifique (kWh/t)	120	115,8	83,33	137,5	126,3	98,33	154,2	130	102,5

### 3.2.1.2 Pouvoir calorifique supérieur

Les résultats du PCS des granules de l'EPN en fonction de la teneur en humidité et de la taille de particules sont présentés à la figure 3.12. La valeur énergétique des granules dépend considérablement de la teneur en humidité et la taille de particules. En effet, l'humidité du mélange a affecté le PCS des granules de manière très significative, alors que la taille de particules a présenté un effet moins significatif (Tableau 3.2). L'interaction entre la taille de particules et l'humidité est aussi très significative sur le PCS des granules.

La réduction de la taille de particules montre une variation du pouvoir calorifique tout en gardant le taux d'humidité fixe. En effet, les petites particules fournissent un grand nombre de points de contact entraînant une bonne surface de contact et par conséquent une bonne adhésion entre les particules (Tumuluru et al., 2011). Ainsi, une meilleure adhésion lors du procédé de granulation résulte en une augmentation de la valeur

calorifique des granules (Wang, 2014). Indépendamment de la taille de particules, le pouvoir calorifique diminue en augmentant l'humidité du mélange. Les granules produits avec des mélanges initiaux relativement faibles possèdent une forte chaleur de combustion et un pouvoir calorifique plus élevé. Ces résultats sont en accord avec les études antérieures, où la haute teneur en eau est le responsable de la diminution de la chaleur libérée pendant la combustion (Gravalos et al., 2010).

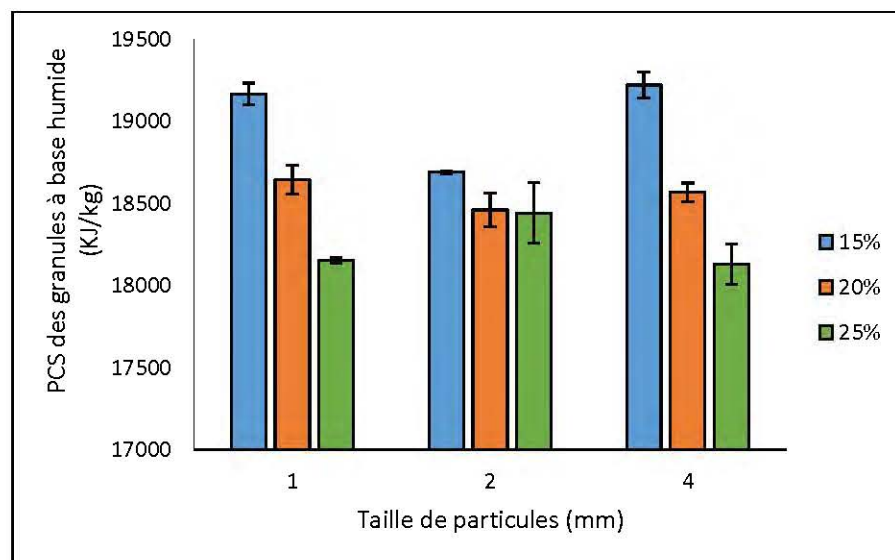


Figure 3.12 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur le PCS des granules mesuré à base humide

### 3.2.1.3 Durabilité

La durabilité est un paramètre de qualité important permettant de mesurer la capacité des granules à produire des poussières par abrasion ou par usure de leur surface. La durabilité des granules peut varier en fonction des propriétés de la matière première, notamment de la granulométrie et de l'humidité du broyat à granuler. Les résultats de la durabilité des granules de l'EPN défibrées par une action mécanique sont résumés dans la figure 3.13. La meilleure durabilité est obtenue avec une teneur d'humidité de 25% et une taille de particules de 4 mm, avec une moyenne de 97,7% qui dépasse

légèrement la limite fixée par les normes de qualité pour les usages domestiques (97,5%). L'analyse de la variance montre que la granulométrie et l'humidité ainsi que leur interaction influencent très significativement la durabilité des granules de l'EPN (Tableau 3.2).

À l'analyse des résultats, nous constatons une augmentation de la durabilité avec une taille de particules relativement élevée. À un taux d'humidité de 25%, la durabilité des granules à base de fibres de l'EPN broyées sur une grille de 1 mm est de 96,1%, et elle augmente à 97,7% pour ceux à base de fibres broyées sur une grille de 4 mm. Cela montre que celle-ci a la distribution en taille la plus large dans laquelle on trouve des pourcentages de fines et de grandes particules propices à la formation des granules plus homogènes et plus fermes. En effet, les particules grossières favorisent la formation des granules plus longues indiquant une cohésion supérieure entre les couches du granule. La présence des grandes quantités de fines diminue la résistance à l'abrasion des granules et entraîne des problèmes de manutention dans le procédé de granulation (Oberberger et Thek, 2004). Stelte et al. (2012) suggère un pourcentage de quantité de fines qui ne dépasse pas 10 à 20% afin de trouver un compromis entre une bonne adhésion et une bonne résistance à l'abrasion. D'après les résultats de distribution de la granulométrie des broyats de sciure de l'EPN sur les grilles 4, 2 et 1 mm, on remarque que le broyage avec une grille 1 mm dépasse 10% de fines. Une grille de broyage de 1 mm entraîne une faible durabilité de ses granules, soit une moyenne de 88,1; 92,3 et 91,3% pour une humidité de 15, 20 et 25%, respectivement. En plus, les petites particules ont tendance à devenir trop sèches lors de la granulation, ce qui rend l'adhésion plus difficile (Li et Liu, 2000).

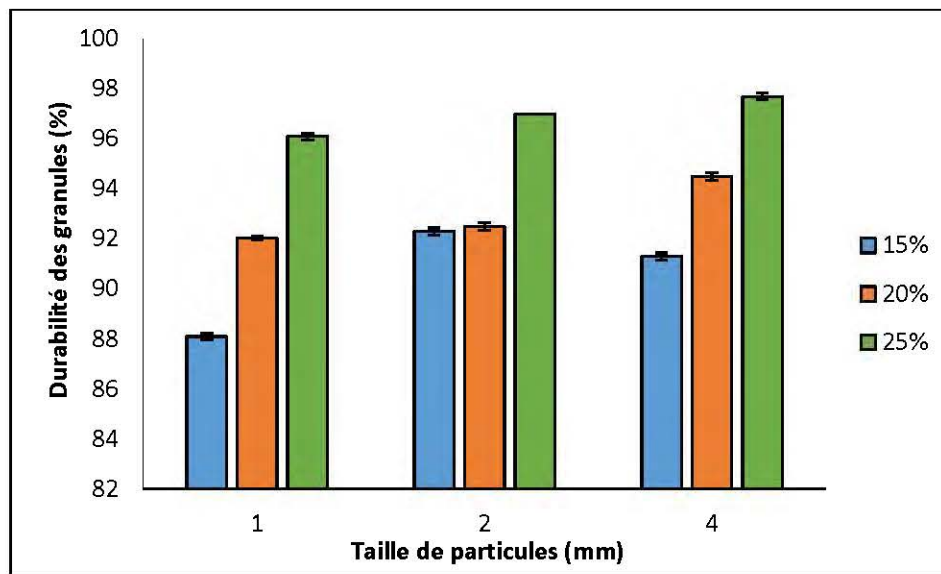


Figure 3.13 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la durabilité des granules

Les résultats montrent que la teneur en humidité est corrélée positivement à la durabilité. Les granules obtenus avec une grille de 1 mm présentent une augmentation remarquable de la durabilité en passant de 88,1 à 96,1% pour une humidité respective de 15 à 25%, soit une augmentation d'environ 9,1%; alors que les granulométries 2 et 4 mm ont enregistré une augmentation d'environ 5,1% et 7%, respectivement. Lehtikangas (2001) observe les mêmes résultats lors de la granulation de la sciure et des résidus de bois mélangés du pin et de l'épinette. Plus la teneur en humidité est petite, moins de molécules d'eau peuvent être impliquées dans le mécanisme de densification, et par conséquent, la force de liaison entre les particules est réduite. Un matériau lignocellulosique trop sec se comporte comme un isolant thermique qui empêche la propagation de la chaleur (Relova et al., 2009). Dans le cas contraire, les liaisons hydrogènes sont attaquées par l'eau et la liaison entre les particules devient difficile à développer, ce qui produit des granules moins fermes avec une faible durabilité (Nielsen et al., 2009; Samuelsson et al., 2012). Ainsi, la présence d'une quantité minimale d'eau, lors de la granulation, s'avère nécessaire pour développer les

forces interfaciales et les pressions capillaires, qui facilitent la formation des liaisons hydrogène (Tumuluru et al., 2011).

#### 3.2.1.4 Densité réelle

L'une des caractéristiques les plus connues des copeaux de bois est leur faible densité. Grâce à la granulation, les granules produits à partir des particules de bois seront plus denses et plus homogènes. À partir des résultats présentés à la figure 3.14, il a été constaté que la masse volumique réelle des granules de l'EPN varie en fonction de la teneur en humidité et la taille de particules. L'humidité et la taille de particules ainsi que leur interaction ont des effets très significatifs sur la masse volumique des granules (Tableau 3.2). Les valeurs de la masse volumique réelle varient de  $1406 \text{ kg/m}^3$  pour une grille de 1 mm et une humidité de 20% jusqu'à  $1385 \text{ kg/m}^3$  pour une grille de 2 mm et 25% d'eau. La masse volumique des granules diminue en augmentant le taux d'humidité et la taille de la grille de broyage dans la plupart des cas. Selon la littérature, de nombreux auteurs ont révélé que l'effet de la teneur en humidité est plus important que celui de la taille de particules sur la masse volumique des granules que (Nguyen et al., 2015; Serrano et al., 2011). Les granules fabriqués avec une grille de 1 mm et 20% d'eau enregistrent la masse volumique la plus élevée ( $1406 \text{ kg/m}^3$ ) qui est associée à une faible durabilité (92,1%). Ceci explique la fragilité des granules ayant une masse volumique élevée. Ces résultats concordent avec les études de Mani et al. (2006), qui ont montré que la masse volumique est un indicateur de la qualité des granules; ils ont aussi mis le point sur l'augmentation de la masse volumique en tant contributeur à une fragilité accrue.

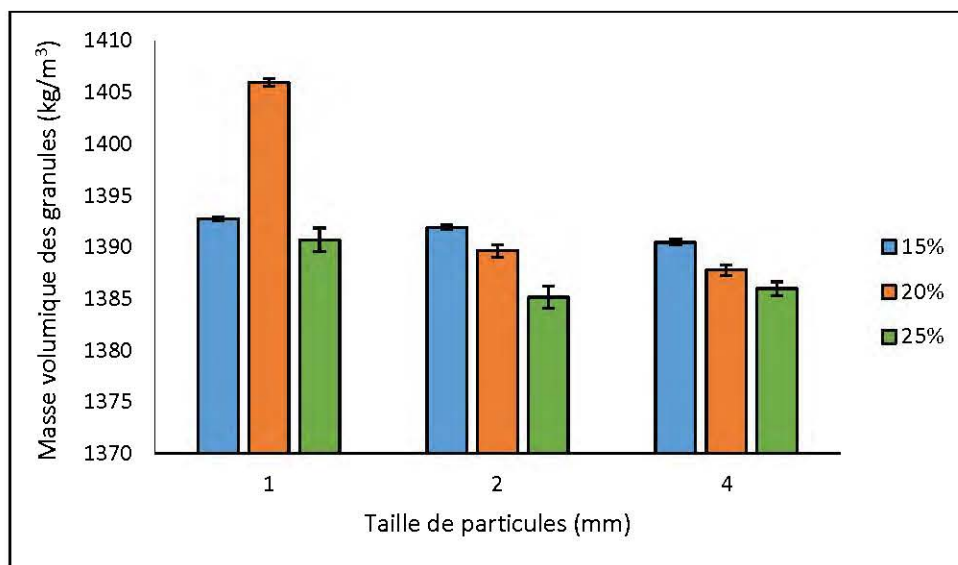


Figure 3.14 : Effet de la taille de particules et de la teneur en humidité du mélange sur la masse volumique réelle des granules

Indépendamment de la granulométrie, la masse volumique des granules augmente de manière significative en diminuant la teneur en humidité. Pour une taille de particules de 2 mm, la masse volumique des granules passe de 1392 kg/m<sup>3</sup> pour une humidité de 15% à 1390 kg/m<sup>3</sup> pour une humidité de 20% puis à 1385 kg/m<sup>3</sup> pour une humidité de 25%. Li et Liu (2000) ont suggéré une teneur en humidité à environ 8%, soit une valeur optimale de la matière première pour produire des granules denses, à l'aide d'une presse monocanale. La même observation a été relevée par Samuelsson et al. (2012), ainsi que de nombreux autres chercheurs, qui ont conclu que les formulations à faibles teneurs en humidité avant granulation produisent des granules plus denses (Shaw et al., 2009; Shaw et Tabil, 2007).

Les résultats montrent que la masse volumique augmente avec la diminution de la taille des particules. En effet, la masse volumique des granules la plus élevée a été obtenue avec une grille de broyage 1 mm et 20% d'eau. Cela est dû au fait que les particules fines absorbent plus d'humidité en raison de la plus grande surface, ce qui assure un

meilleur tassement entre les particules ainsi que les couches successives. La chaleur semble être conduite facilement avec les petites particules tout en favorisant le développement des liaisons intermoléculaires entre les couches (Tumuluru et al., 2011). Shaw (2008) a montré l'importance de l'effet de la taille de particules sur la masse volumique et que celle-ci augmente en réduisant la taille de particules. Par contre, Bergström et al (2008) ont constaté que la taille de particules présente une faible influence sur la masse volumique des granules.

#### 3.2.1.5 Paramètres optimaux retenus pour la granulation

Le choix des conditions optimales est basé sur un pouvoir calorifique plus élevé avec une durabilité acceptable selon les normes. La meilleure combinaison des paramètres utilisés lors de la granulation des granules à base de fibres de l'EPN est retenue pour fabriquer ensuite les granules à base de fibres du PG et du SB. Cette combinaison est composée d'une taille de particules 2 mm avec un taux d'humidité de 25%. Cela nous permet d'étudier l'effet de l'essence et du mode de défibrage sur les propriétés des granules dans les conditions optimales.

D'après les résultats susmentionnés, on remarque qu'un taux d'humidité du mélange à environ 25% a contribué à des granules de bonne durabilité (Figure 3.13). Au-dessous de cette teneur, les granules obtenus sont moins rigides et présentent des valeurs de durabilité qui sont inférieures au seuil fixé par les normes internationales. À cette teneur d'humidité, le PCS le plus élevé est attribué aux granules à base de copeaux broyés sur une grille de 2 mm (Figure 3.12). De plus, le courant demandé lors de la granulation était plus faible pour les copeaux broyés sur une grille de 2 mm que ceux broyés sur une grille de 4 mm (Figure 3.11).

### 3.2.2 Effets de l'essence et du mode de défibrage sur les propriétés des granules

Le tableau 3.3 récapitule les résultats de l'analyse de variance ANOVA et les valeurs de F pour les propriétés des granules issus des deux modes de défibrage différents.

Tableau 3.4 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et valeurs de F pour les propriétés des granules

<b>Variabiles indépendantes</b>	<b>PCS à base sèche</b>	<b>Durabilité</b>	<b>Masse volumique</b>
Type de l'essence (C)	115,18***	89,98***	1170,24***
Mode de défibrage (D)	269,32***	397,32***	1531,32***
(C)x(D)	11,73***	117,08***	127,38***
R-carré	0,98	0,99	0,99

Note: ns = non significative, \*\*\* significative à  $P < 0,0001$ .

L'analyse de la variance montre que l'effet de l'essence (C) et l'effet du mode de défibrage (D) sont très significatifs sur toutes les propriétés des granules telles que le PCS, la durabilité et la masse volumique. L'interaction de ces deux facteurs (C)\*(D) a également présenté un effet très significatif sur les propriétés calorifiques, mécaniques et physiques des granules. Ainsi, la variation de l'essence est affectée par la variation du mode de défibrage.

#### 3.2.2.1 Pouvoir calorifique supérieur

Les résultats du PCS des granules montrent que celui-ci est grandement affecté par l'essence de bois ainsi que le mode de défibrage (Figure 3.15). Les deux facteurs ont affecté de manière très significative le PCS des granules. Leur interaction a également révélé un effet très significatif sur le PCS (Tableau 3.4). Indépendamment du mode de



défiibrage, les granules fabriqués à partir du PG ont présenté le PCS le plus élevé suivi par ceux du SB et de l'EPN, respectivement. Ces résultats sont en cohérence avec Singh et Kostecky (1986), qui ont trouvé la même interprétation pour ces trois essences prises à l'état brut.

Le PCS des granules augmente de façon proportionnelle avec la sévérité du traitement. Une tendance similaire a été observée pour les trois essences étudiées. En effet, le PCS des granules à base de fibres de l'EPN explosées a passé d'une valeur moyenne de 20,97 à 22 MJ/kg pour une sévérité S1, puis il augmente à 22,53 MJ/kg pour une sévérité S2, soit une augmentation respective de 4,92% et de 7,45% par rapport aux granules à base de fibres brutes. En revanche, les granules fabriqués à partir de fibres du PG et du SB explosées ont enregistré une légère augmentation du PCS par rapport aux granules des fibres brutes, avec des pourcentages respectifs de 2,6% et de 3,9% pour une sévérité S1, alors que pour une sévérité S2, une augmentation respective de 3,28% et de 5% a été observée. La teneur accrue de la lignine à la surface des fibres explosées semble être la raison principale de l'augmentation de la valeur calorifique des granules explosés et que celle-ci augmente davantage en augmentant la sévérité du traitement. Ceci est en accord avec les courbes FTIR précédemment analysées, qui indiquent une présence intense de la lignine à la surface des fibres explosées (Figures 3.6, 3.7 et 3.8). Ces capacités calorifiques élevées peuvent être considérés comme une conséquence des changements de composition chimique provoqués par l'hydrolyse des hémicelluloses et les réactions de condensation de la lignine (Negro et al., 2003). En effet, étant un polymère à haut degré d'oxydation, l'hémicellulose procure une faible quantité d'énergie lors de sa combustion (Moya et Tenorio, 2013) comparativement à la lignine qui semble être un excellent combustible du fait qu'elle produit plus d'énergie lorsqu'elle est brûlée (Hartmann, 2013). Cette augmentation de la valeur calorifique peut aussi être attribuée à l'augmentation du ratio C/H. Selon Nguyen (2016), le PCS est proportionnel au taux de carbone dans le bois. Ces résultats sont en accord avec ceux de Negro et al. (2003), qui ont signalé l'augmentation des rapports

C/H et C/O dans le bois traité suite à la décomposition de l'hémicellulose et l'élimination des groupes O-H dans les glucides. Ils ont également noté que l'utilisation des sévérités élevées augmente ces ratios. Les mêmes résultats ont été révélés par Lam et al. (2011), qui ont enregistré une augmentation du rapport C/H de 7,78 à 8,98% pour les fibres de Sapin de douglas exposées à la vapeur.

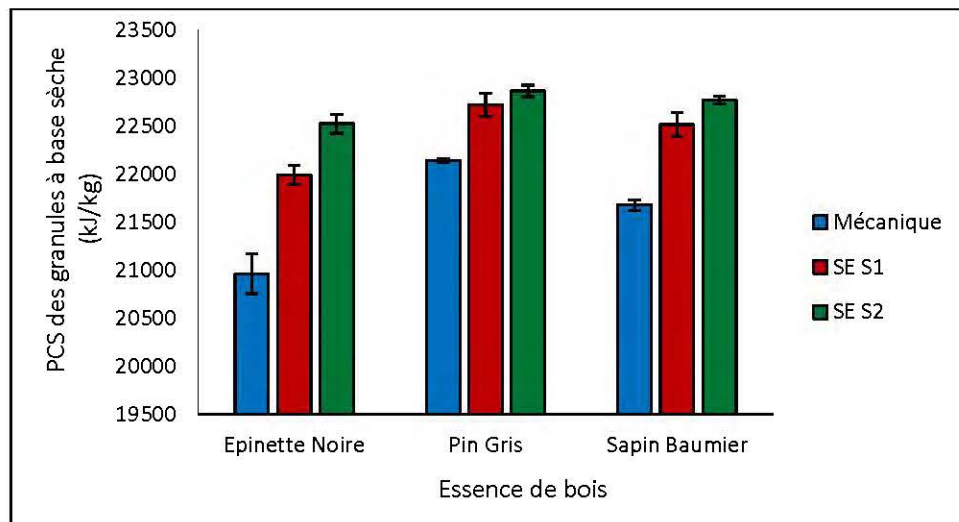


Figure 3.15 : Variation du PCS des granules en fonction de l'essence du bois et du mode de défibrage

### 3.2.2.2 Durabilité

Les résultats de la durabilité des granules à base de fibres de l'EPN, du PG et du SB issues de différents modes de défibrage sont illustrés à la figure 3.16. Les effets du mode de défibrage et l'essence de bois sont statistiquement significatifs sur la durabilité des granules ainsi que leur interaction (Tableau 3.4). La composition chimique du bois joue un rôle clé sur la qualité des granules puisqu'elle détermine le potentiel d'agglomération des particules. Les granules à base de fibres du PG brutes et exposées ont présenté les meilleures durabilités parmi toutes les essences étudiées. Cela est dû probablement à son plus haut taux de résines comparativement à l'EPN (Münster, 1990). Les résines présentent naturellement dans le bois jouent le rôle de liant à

l'extérieur de la fibre comme la lignine, qui sous l'effet de la chaleur soutient les liaisons entre les particules et contribue à la cohésion des granules. Cependant, la présence des résines en grande proportion contribue peu à la résistance mécanique (Ross, 2010). La présence de la lignine à la surface des fibres peut aussi être une raison pour laquelle le PG a la durabilité la plus élevée. Ces résultats concordent avec la littérature, où on a trouvé que le haut pourcentage de la lignine est accordé au PG (29,8%) suivi par le SB (28%) et l'EPN (25,3%) (Létourneau, 2006; Zhang et Koubaa, 2009). La lignine est un élément majeur dans le procédé de granulation puisqu'elle agit comme un ciment entre les particules de bois après refroidissement (Granada et al., 2002; Mani et al., 2006b). De plus, le comportement thermoplastique de la lignine lui permet de favoriser davantage l'agglomération des particules (Castellano et al., 2015).

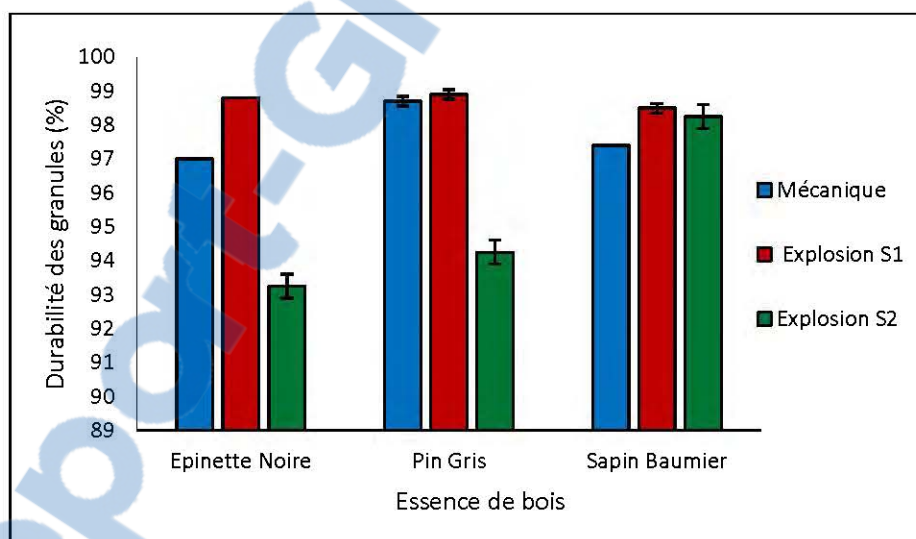


Figure 3.16 : Variation de la durabilité des granules en fonction de l'essence du bois et du mode de défibrage

Indépendamment de l'essence, les granules à base de fibres exposées à une sévérité modérée S1 présentent les durabilités les plus élevées avec des valeurs supérieures à 98,5 % pour les 3 essences étudiées (Figure 3.16). Ces durabilités relativement élevées sont probablement attribuées à la migration de la lignine vers la surface du bois suite

aux changements par le procédé du défibrage par explosion à la vapeur. Selon Donohoe et al. (2008), l'utilisation des températures de traitement supérieures à la température de transition vitreuse de la lignine entraîne son ramollissement et facilitant ainsi sa migration à la surface des fibres. Ces résultats sont supportés par les analyses FTIR susmentionnées, qui montrent une teneur accrue en lignine à la surface des fibres exposées à la vapeur (Figures 3.6, 3.7 et 3.8). La migration de la lignine à la surface des fibres lors du traitement contribue à améliorer l'adhésion entre les fibres de bois pendant la granulation, et aussi d'augmenter la stabilité dimensionnelle des granules (Lam et al., 2013). Elle permet de former une forte liaison chimique (ponts solides) entre les particules individuelles après le refroidissement des granules.

L'augmentation de la sévérité du traitement de S1 à S2 a entraîné une baisse remarquable de la durabilité des granules de fibres exposées pour toutes les essences. En effet, on enregistre une valeur de 93,25; 94,25% et 98,25% pour l'EPN, le PG et le SB, respectivement. Le SB a donné une durabilité acceptable selon les normes, ceci peut être due au fait que les copeaux du SB n'ont pas été exposés. D'autre part, l'explosion à la vapeur à une sévérité élevée a favorisé l'élimination des groupements O-H dans les fibres du PG et de l'EPN. Par conséquent, moins de liaisons hydrogènes peuvent se former durant la granulation, ce qui diminue l'adhésion entre les fibres de bois. D'après Anglès et al. (2001) et Lam et al. (2011), la résistance des granules augmente proportionnellement avec la sévérité du traitement jusqu'à un point où l'effet inverse est observé. À une sévérité de traitement élevée, les polymères tels que la lignine et les sucres commencent à se dégrader. De plus, les molécules de la cellulose peuvent également être dégradées sous des conditions plus drastiques (Suzuki et al., 1998), ce qui explique la couleur foncée des copeaux exposés (Figure 3.17). Cela entraînera une mauvaise adhésion entre les particules lors de la granulation, et par conséquent un produit de faible durabilité. Il est intéressant de noter que les microfibrilles sont d'autant plus fines et courtes que le temps de rétention est élevé (Jacquet et al., 2010). De plus, la plupart des trachéides ne sont pas désintégrées en

fibres, mais plutôt fragmentées en petites particules. Cela peut également être une raison pour les faibles valeurs de durabilité trouvées. La figure 3.18 présente les granules issus de différents modes de défibrage.



Figure 3.17 : Aperçu des copeaux de sapin baumier après l'explosion à la vapeur, a) avant désintégration et b) et après désintégration



Figure 3.18 : Granules de fibres brutes et explosées à deux sévérités différentes

### 3.2.2.3 Densité réelle

La masse volumique réelle des granules à base de fibres exposées est nettement supérieure à celle des granules de fibres brutes (défibrage mécanique), avec une tendance claire pour les trois essences étudiées (Figure 3.19). L'analyse de la variance montre que le type de l'essence ainsi que le mode de défibrage influencent de manière très significative la masse volumique des granules. L'interaction de ces deux facteurs a également présenté un effet très significatif sur la masse volumique des granules (Tableau 3.4).

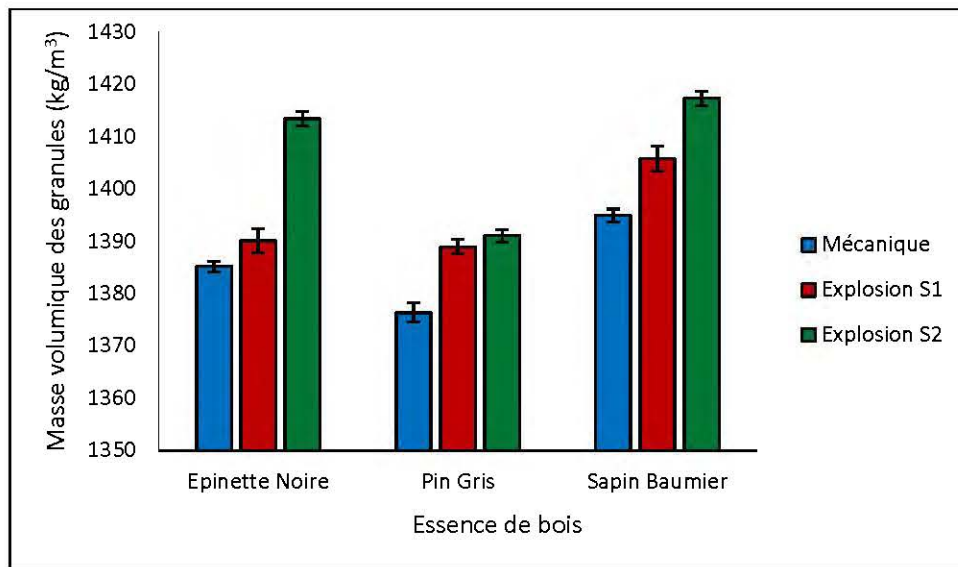


Figure 3.19 : Variation de la masse volumique réelle des granules en fonction de l'essence de bois et du mode de défibrage

L'augmentation de la sévérité du traitement a amélioré davantage la densité réelle des granules. Par exemple dans le cas du SB, la densité réelle des granules augmente de 1395 à 1406 kg/m<sup>3</sup> pour une sévérité S1 et à 1417 kg/m<sup>3</sup> pour une sévérité S2. Ceci est probablement lié à la fragilité accrue du bois due à la décomposition des hémicelluloses après le traitement d'explosion à la vapeur. Ces résultats sont similaires à ceux rapportés par Lam et al. (2011), qui révèlent une augmentation de la fragilité du bois

suite à la dégradation thermique de l'hémicellulose qui se traduit par une désintégration plus poussée sous les forces de compression pendant la granulation. Ils ont également mentionné que la fragilité de la biomasse est améliorée avec l'intensité du traitement.

### 3.2.3 Effet de la taille des copeaux exposés à la vapeur sur les propriétés des granules à base de fibres exposées à la vapeur

Le choix de la taille de particules est fait selon les résidus disponibles au niveau de l'industrie forestière. Les trois classes de granulométrie disponibles sur le site sont: les sciures (fines), les copeaux en formes d'aiguilles (moyennes) et les copeaux destinés aux pâtes et papiers (gros copeaux). Dans cette partie, on vise à étudier l'effet du traitement d'explosion sur un mélange d'essence avec trois classes de tailles de particules sur les propriétés des granules.

Le tableau 3.5 résume les résultats de l'analyse de variance et les valeurs de F pour les propriétés des granules exposés. L'effet de la taille de copeaux est significatif sur le PCS des granules. La taille de copeaux choisie avant le traitement par explosion à la vapeur a affecté la densité des granules de manière très significative. Par contre, elle ne présente aucune influence significative sur la durabilité des granules

Tableau 3.5 : Résultats des analyses de la variance (ANOVA) et valeurs de F sur l'effet de la taille des particules pour les propriétés des granules exposés à la vapeur

<b>Variabiles indépendantes</b>	<b>PCS à base humide</b>	<b>Durabilité</b>	<b>Masse volumique</b>
Taille des copeaux	9,57*	4,73 <sup>ns</sup>	150,97***
R-carré	0,76	0,76	0,89

Note: ns = non significative, \*\*\* significative à  $P < 0,0001$ ; \*\* significative à  $P < 0,01$ ; \* significative à  $P < 0,05$

### 3.2.3.1 Pouvoir calorifique supérieur

Le tableau 3.6 résume les valeurs du PCS des granules à base de fibres d'essences mélangées E-P-S explosées à la vapeur sous différentes tailles de particules (fines, moyennes et grandes) dans des conditions de traitement de 220°C pendant 6 min. La taille de copeaux a affecté significativement le PCS des granules (Tableau 3.5). Les résultats montrent que les copeaux en forme d'aiguilles possèdent le PCS le plus élevé d'une valeur moyenne de 22,85 MJ/kg, suivi par les gros copeaux (22,74 MJ/kg) et les fines (22,33 MJ/kg). Cette augmentation au niveau des copeaux en forme d'aiguilles peut être due à la décomposition thermique de l'hémicellulose. Ces résultats sont révélés par les analyses FTIR précédemment effectuées, qui montrent une diminution très prononcée des quantités d'hémicellulose dans les copeaux en forme d'aiguilles par rapport aux gros copeaux et aux fines. La décomposition de l'hémicellulose et l'élimination des groupes O-H dans la fraction des glucides a permis d'augmenter les rapports C/H et C/O dans le bois explosé à la vapeur (Negro et al., 2003). D'après Nguyen (2016), le PCS a été amélioré en augmentant le taux de carbone et diminuant celui d'hydrogène (rapport C/H élevé). Les analyses FTIR montrent que les particules plus grossières et celles des fines présentent encore une partie d'hémicellulose non hydrolysée dans les fibres explosées à la vapeur (Figure 3.10). Cette explication concorde avec les résultats mentionnés par Ballesteros et al. (2000), qui ont remarqué que les gros copeaux (8-12 mm) explosés à une température de 190°C pendant 4 min ont laissé une quantité importante d'hémicellulose non hydrolysée dans les fibres explosées à la vapeur. Par ailleurs, les analyses FTIR montrent que la teneur la plus élevée de la lignine à la surface des fibres est associée aux fines particules, suivi des particules moyennes et des copeaux grossiers, mais cette différence reste faible pour tout expliquer.



Tableau 3.6 : Effet de la taille de particules sur le PCS, la durabilité et la masse volumique des granules explosés à la vapeur, écart type entre parenthèses

	Gros copeaux	Copeaux en forme d'aiguilles	Fines
PCS (MJ/kg) à base sèche	22,74 (0,172)	22,85 (0,188)	22,33 (0,065)
Durabilité (%)	98,5 (0,42)	99,3 (0,14)	99,1 (0,14)
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	1393,58 (4,11)	1403,63 (1,93)	1417,9 (3,2)
Humidité (%)	11,81 (3,12)	12,32 (2,49)	10,81 (1,06)

### 3.2.3.2 Durabilité

La durabilité des granules à base de fibres E-P-S explosées à la vapeur à différentes tailles de particules (fines, moyennes et grandes) dans des conditions de traitement de 220°C pendant 6 min est présentée dans le tableau 3.6. Les résultats montrent des bonnes durabilités pour toutes les classes étudiées, et ce grâce au procédé d'explosion à la vapeur qui a favorisé la présence de la lignine à la surface des fibres (Figure 3.10). La présence de la lignine pendant la densification permet de lier les particules tout en formant des ponts solides qui, à leur tour, vont produire des granules de haute durabilité. En effet, la lignine condensée présente à la surface des fibres de cellulose a subi des déformations plastiques lors de la granulation pour générer des ponts solides entre les particules individuelles (Lam et al., 2011). D'après la littérature, la lignine n'est pas le seul responsable de la liaison et la qualité des granules, il existe néanmoins d'autres composants chimiques et des propriétés mécaniques qui les influencent (Tooyserkani et al., 2012).

Parmi les tailles de particules étudiées, les granules fabriqués à partir des copeaux en formes d'aiguilles présentent la meilleure durabilité avec une moyenne de 99,3% par

rapport à ceux à base de fines (99,1%) et de gros copeaux (98,5%). Cependant, cette variation de la durabilité est non significative par rapport à la taille des copeaux (Tableau 3.5). L'augmentation de la durabilité dans le cas des copeaux en forme d'aiguilles peut être attribuée à sa distribution granulométrique plus large et homogène par rapport à celle des particules grossières et des fines. Cela peut également être liée aux dimensions initiales des copeaux en forme d'aiguilles qui semblent être optimales et qui dépendent généralement du procédé de sciage utilisé. Leaver (1982) recommande une distribution granulométrique plus large pour des meilleures durabilités. Les particules fines pourraient remplir les cavités entre les plus grosses particules en facilitant leur glissement dans les canaux de la filière. Quant à Stelte et al. (2012), ils suggèrent un pourcentage de quantité de fines qui ne dépasse pas 10 à 20% pour favoriser la cohésion entre les particules et générer des liaisons plus fortes durant la granulation. Cette amélioration peut également être expliquée par l'augmentation de la compressibilité du bois et la réduction des contraintes internes suite à l'élimination de l'hémicellulose (Lam et al., 2011).

### 3.2.3.3 Densité réelle

Le tableau 3.6 résume la masse volumique réelle des granules à base de fibres E-P-S explosées à la vapeur sous différentes tailles de particules (fines, aiguilles et grandes), dans des conditions modérées du traitement (220°C pendant 6 min). D'après le tableau 3.5, la taille de copeaux influence de manière très significative la masse volumique réelle des granules. Celle-ci augmente de façon proportionnelle avec la taille initiale des particules. Une petite taille de particules a tendance à former des granules de bois plus denses (Mani et al., 2006b; Shaw, 2008). Le défibrage d'explosion à la vapeur a contribué à mieux séparer les fibres des trachéides tant pour les fines que pour les copeaux surdimensionnés. Il en résulte un matériau fragile facile à casser sous les forces de compression durant la granulation, ce qui améliore davantage le tassement des couches du granule tout en réduisant l'espace entre les particules (Lam et al., 2011).

## CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

L'objectif de cette étude était de valoriser les copeaux de bois en fabriquant des granules énergétiques de haut pouvoir calorifique avec des qualités mécaniques convenables. Les effets de la teneur en humidité (15, 20 et 25%) et la taille des particules (1, 2 et 4 mm) ont été étudiés dans le but d'optimiser les paramètres de granulation. Les conditions optimales retenues sont une teneur d'humidité de 25% et une granulométrie de 2 mm. Ces conditions sont utilisées par la suite pour étudier l'effet du mode de défibrage des copeaux (mécanique et explosion à la vapeur en utilisant deux sévérités de traitement: modérée S1 et drastique S2) sur les propriétés des granules obtenus pour les trois essences étudiées (EPN, PG et SB). Dans une seconde étape et en considérant le mélange des trois essences, l'effet de la taille initiale des particules (fines, aiguilles et gros copeaux) sur le traitement du procédé d'explosion à la vapeur et les propriétés des granules fabriqués a été également étudié. Les résultats de cette étude ont permis de tirer les conclusions suivantes:

- Une taille de particules de 2 mm et une humidité de 25% sont les meilleures conditions pour produire des granules avec une valeur calorifique (18,44 MJ/kg base humide) et une durabilité (97%) élevées et avec une consommation de puissance électrique modérée (0,99 kW).
- Le défibrage par explosion à la vapeur a modifié la chimie de surface et le comportement thermique des fibres traitées. Un traitement de sévérité modérée (S1) (220°C – 6 min) a provoqué des réactions de condensation de la lignine à la surface des fibres pour les trois essences étudiées. Par contre, un traitement de sévérité drastique (S2) (205°C–66 min) a entraîné la dégradation totale de l'hémicellulose et une modification structurale (et par conséquent une

dégradation partielle) des polymères notamment la lignine et la cellulose (cristallisation de régions amorphes de la cellulose).

- Quelle que soit l'essence étudiée, l'analyse thermogravimétrique montre l'absence totale des pics associés à l'hémicellulose (entre 200 et 315°C) pour les deux sévérités utilisées (S1 et S2). De plus, les fibres exposées à une sévérité modérée (S1) ont montré une dégradation moins importante par rapport aux fibres brutes. En contrepartie, les fibres exposées à une sévérité plus élevée (S2) sont dégradées plus rapidement que celles brutes.
- Le défibrage par explosion à la vapeur à une sévérité modérée (S1) a entraîné une augmentation significative du pouvoir calorifique supérieur, de la durabilité et de la densité granules par rapport au défibrage mécanique. Ces améliorations sont dues au ramollissement et à la migration de la lignine à la surface des fibres lors du procédé d'explosion à la vapeur, mais aussi à la dégradation de l'hémicellulose.
- Les fibres exposées à une sévérité plus élevée (S2) ont amélioré davantage le PCS et la densité des granules, mais elles ont entraîné une baisse remarquable de la durabilité des granules.
- Indépendamment du mode de défibrage, les granules fabriqués à partir du PG ont présenté le PCS et la durabilité les plus élevés comparativement aux granules à base du SB et de l'EPN. Ceci est attribué aux teneurs élevées de la résine et de la lignine pour le pin gris.
- La taille initiale de copeaux a affecté la chimie de surface des fibres exposées à la vapeur. L'hémicellulose des copeaux en forme d'aiguilles sont totalement dégradées, cependant les fines et les gros copeaux contiennent encore une partie d'hémicellulose non hydrolysée. Les fines et les copeaux en forme d'aiguilles ont présenté une teneur en lignine étendue (plus importante) à la surface des fibres exposées, respectivement. Les granules fabriqués à partir des copeaux en forme d'aiguilles exposées à la vapeur procurent les meilleures propriétés,

soient un PCS de 22,85 MJ/kg, une durabilité de 99,3% et une masse volumique 1403 kg/m<sup>3</sup>.

À la lumière de ces résultats, nous recommandons l'utilisation des conditions modérées (S1) du traitement d'explosion à la vapeur pour améliorer la durabilité granules et diminuer aussi le coût du procédé. Le défi le plus important est de trouver un compromis entre la qualité et le prix des granules. Des études approfondies devront être effectuées pour estimer avec précision le coût des granules à base de copeaux qui ont subi un défibrage par explosion à la vapeur, tout en considérant les coûts d'énergie relatifs au broyage. Il est important de noter que le coût de ces granules dépend fortement des conditions du traitement d'explosion à la vapeur telles que la température et le temps de résidence. Ainsi, l'optimisation de ces conditions peut entraîner une réduction considérable du coût des granules.

Des études approfondies sur les mécanismes de densification et les méthodes du traitement peuvent aider à améliorer le procédé de densification et le développement des granules énergétiques. En plus, l'optimisation de chaque méthode de séparation de copeaux est une étape importante pour améliorer les caractéristiques d'adhésion des copeaux de bois.

L'étude de la biodégradabilité des granules est cruciale quand ceux-ci sont exportés à une longue distance. Lors du stockage, les granules de bois naturels produisent des composés organiques volatils qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement. Ces composés volatils peuvent être formés par l'oxydation des acides gras contenus dans les granules (Svedberg et al. 2004). Cependant, le procédé d'explosion à la vapeur a entraîné des modifications chimiques des fibres de bois, ce qui a amélioré la durabilité, le pouvoir calorifique et la densité des granules. Il est aussi important d'étudier l'effet de l'explosion à la vapeur sur la biodégradabilité des granules.

## RÉFÉRENCES

- 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.
- Alakangas, E. et Paju, P. (2002). Wood pellets in Finland-technology, economy, and market. *OPET report*, 5, 64.
- Alvira, P., Tomás-Pejó, E., Ballesteros, M. et Negro, M. (2010). Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: a review. *Bioresource Technology*, 101 (13), 4851-4861.
- Amidon, T. E., Wood, C. D., Shupe, A. M., Wang, Y., Graves, M. et Liu, S. (2008). Biorefinery: Conversion of woody biomass to chemicals, energy and materials. *Journal of Biobased Materials and 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.
- Arshadi, M., Gref, R., Geladi, P., Dahlqvist, S.-A. et Lestander, T. (2008). The influence of raw material characteristics on the industrial pelletizing process and pellet quality. *Fuel Processing Technology*, 89 (12), 1442-1447.
- Avella, R. et Scoditti, E. (1998). The Italian steam explosion program at Enea. *Biomass and Bioenergy*, 14 (3), 289-293.

- Bach, Q.-V., Tran, K.-Q., Khalil, R. A., Skreiberg, Ø. et Seisenbaeva, G. (2013). Comparative assessment of wet torrefaction. *Energy and Fuels*, 27 (11), 6743-6753.
- Back, E. et Salmén, N. L. (1982). Glass transition of wood components hold implications for molding and pulping processes. *Tappi*, 65 (7), 107-110.
- Ballesteros, I., Oliva, J., Navarro, A., Gonzalez, A., Carrasco, J. et Ballesteros, M. (2000). Effect of chip size on steam explosion pretreatment of softwood. Dans: *Twenty-First Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals*. Humana Press, Totowa, NJ. p. 97-110.
- Belhadeif, 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, Québec, 175 p.
- Bergström, D., Israelsson, S., Öhman, M., Dahlqvist, S.-A., Gref, R., Boman, C., et al. (2008). Effects of raw material particle size distribution on the characteristics of Scots pine sawdust fuel pellets. *Fuel Processing Technology*, 89 (12), 1324-1329.
- Billig, E., Witt, J., Klemm, M., Kirsten, C., Khalsa, J. et Thrän, D. (2015). Intermediate Biofuels to Support a Flexible Application of Biomass. Dans: *Smart Bioenergy*. Springer, Cham. p. 121-140.
- Bodig, J. (1966). Stress-strain relationship for wood in transverse compression. *Journal of Materials*, 1 (3), 645-666.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., Cloutier, A. et Riedl, B. (2008). Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 28 (4), 296-315.
- Castellano, J., Gómez, M., Fernández, M., Esteban, L. et Carrasco, J. (2015). Study on the effects of raw materials composition and pelletization conditions on the

quality and properties of pellets obtained from different woody and non woody biomasses. *Fuel*, 139, 629-636.

- Cochran, A. S. (2016). *Alternative Bioenergy: Small Scale Pellet Production from Forest Residues*. Thèse de doctorat, University d'Idaho, États-Unis, 52 p.
- 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, 155 p. Consulté le 15 Janvier 2019 sur [https://www.sadcal.com/sites/default/files/documents/etude\\_produits\\_innovateurs\\_tranformation\\_du\\_boisn\\_-\\_criq2.pdf](https://www.sadcal.com/sites/default/files/documents/etude_produits_innovateurs_tranformation_du_boisn_-_criq2.pdf).
- David, S. (2017). *Ressources et industries forestières : Portrait statistique du Québec*. Rapport statistique, 133 p. Consulté le 12 Février 2019 sur <https://mffp.gouv.qc.ca/wp-content/uploads/portrait-statistique-2017.pdf>.
- Dinwoodie, J. (2000). *Timber: Its nature and behaviour*. 2 ème edition. London, UK, E and FN Spon, 272 p.
- Dinh, A. T. (2011). *Comportement élastique linéaire et non-linéaire du bois en relation avec sa structure*. Thèse de doctorat, Université de AgroParisTech, France, Nancy, 162 p.
- Donohoe, B. S., Decker, S. R., Tucker, M. P., Himmel, M. E. et Vinzant, T. B. (2008). *Visualizing lignin coalescence and migration through maize cell walls following thermochemical pretreatment*. *Biotechnology and Bioengineering*, 101 (5), 913-925.
- Fengel, D. et Wegener, G. (1983). *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter, Berlin, Germany, 613 p.
- Focher, B., Marzetti, A. et Crescenzi, V. (1991). *Steam Explosion Techniques: Fundamentals and Industrial Applications*. Proceedings of the International Workshop on Steam Explosion Techniques: Fundamentals and Industrial Applications, Milan, Italy, 20-21 October 1988. CRC Press, 415p.



- Foody, P. (1980). Optimization of steam explosion pretreatment. Iotech Corp., Ottawa, Ontario, Canada, Final Report to DOE.
- Garrote, G., Dominguez, H. et Parajo, J. (1999). Hydrothermal processing of lignocellulosic materials. *European Journal of Wood and Wood Products*, 57 (3), 191-202.
- Goring, D. (1963). Thermal softening of lignin, hemicellulose. *Pulp and Paper Magazine of Canada*, 64, 517-527.
- Granada, E., González, L. L., Míguez, J. et Moran, J. (2002). Fuel lignocellulosic briquettes, die design and products study. *Renewable Energy*, 27 (4), 561-573.
- Gravalos, I., Kateris, D., Xyradakis, P., Gialamas, T., Loutridis, S., Augousti, A., et al. (2010). A study on calorific energy values of biomass residue pellets for heating purposes. *Communications présentées au Proceedings on Forest Engineering: Meeting the Needs of the Society and the Environment*, Padova, Italy, 1114 p.
- Hartmann, H. (2013). Solid biofuels, fuels and their characteristics. *Renewable Energy Systems*, 1422-1452.
- Hatakeyama, H., & Hatakeyama, T. (1998). Interaction between water and hydrophilic polymers. *Thermochimica Acta*, 308(1-2), 3-22.
- He, Y., Pang, Y., Liu, Y., Li, X. et Wang, K. (2008). Physicochemical characterization of rice straw pretreated with sodium hydroxide in the solid state for enhancing biogas production. *Energy and Fuels*, 22 (4), 2775-2781.
- Hill, B. et Pulkkinen, D. (1988). A study of factors affecting pellet durability and pelleting efficiency in the production of dehydrated alfalfa pellets. A special Report. Saskatchewan Dehydrators Association, Tisdale, SK, Canada, 25, 1988 p.
- Hillis, W. et Rozsa, A. (1985). High temperature and chemical effects on wood stability. Part 2. The effect of heat on the softening of radiate pine. *Wood Science and Technology*, 19 (1), 57-66.

- Holm, J. K., Henriksen, U. B., Hustad, J. E. et Sørensen, L. H. (2006). Toward an understanding of controlling parameters in softwood and hardwood pellets production. *Energy and Fuels*, 20 (6), 2686-2694.
- Holtzapple, M., Humphrey, A. et Taylor, J. (1989). Energy requirements for the size reduction of poplar and aspen wood. *Biotechnology and Bioengineering*, 33 (2), 207-210.
- 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.
- Isenberg, I. H., Harder, M. L. et Loudon, L. (1980). *Pulpwoods of the United States and Canada, Volume I: Conifers; Volume II: Hardwoods*. Appleton, Wisconsin, Institute of Paper Chemistry, 219 p.; 168 p.
- Jacquet, N., Vanderghem, C., Blecker, C. et Paquot, M. (2010). La steam explosion: application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 14, 561-566.
- Jenkins, D. (2010). *Wood Pellet Heating Systems: The Earthscan Expert Handbook on Planning, Design and Installation*. Earthscan, London, UK, 126 p.
- Jensen, P. D., Temmerman, M. et Westborg, S. (2011). Internal particle size distribution of biofuel pellets. *Fuel*, 90 (3), 980-986.
- Jessome, A. (2000). *Strength and related properties of woods grown in Canada*. Sainte-Foy, Québec, Forintek Canada Corp, 37 p.
- Jiang, L., Yuan, X., Xiao, Z., Liang, J., Li, H., Cao, L., et al. (2016). A comparative study of biomass pellet and biomass-sludge mixed pellet: Energy input and pellet properties. *Energy Conversion and Management*, 126, 509-515.
- Keith, C. (1974). Longitudinal compressive creep and failure development in white spruce compression wood. *Wood Science*, 7 (1), 1-12.

- Klemm, M., Schmersahl, R., Kirsten, C. et Weller, N. (2013). Biofuels biofuel: upgraded New Solids biofuel upgraded new solids. *Renewable Energy Systems*, 138-160.
- Kokta, B. V. et Ahmed, A. (1998). Steam explosion pulping. *Environmentally friendly technologies for the pulp and paper industry*, Chapter 6, 191-214.
- Kollman, F. et Côté, W. (1968). *Principles of Wood Science and Technology*, Vol. I, Springer, Berlin, 257-274.
- Lam, P. S. (2011). Steam explosion of biomass to produce durable wood pellets. Thèse de doctorat, University of British Columbia, Vancouver, 166 p.
- Lam, P. S., Lam, P. Y., Sokhansanj, S., Bi, X. T. et Lim, C. (2013). Mechanical and compositional characteristics of steam-treated Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii*) during pelletization. *Biomass and Bioenergy*, 56, 116-126.
- Lam, P. S., Sokhansanj, S., Bi, X., Lim, C. J. et Melin, S. (2011). Energy input and quality of pellets made from steam-exploded Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii*). *Energy & Fuels*, 25 (4), 1521-1528.
- Leaver, R. H. (1982). *The Pelletizing Process*. Muncy, PA, Andritz Sprout.
- Lehtikangas, P. (2001). Quality properties of pelletised sawdust, logging residues and bark. *Biomass and Bioenergy*, 20 (5), 351-360.
- Lenth, C. A. (1999). Wood material behavior in severe environments. Thèse de doctorat, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, 122 p.
- Létourneau, D. (2006). Évaluation de l'influence de la température de traitement sur les propriétés du pin gris *Pinus banksiana* Lamb. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, Québec, 88 p.
- Li, Y. et Liu, H. (2000). High-pressure densification of wood residues to form an upgraded fuel. *Biomass and Bioenergy*, 19 (3), 177-186.

- Liu, Z.-H., Qin, L., Pang, F., Jin, M.-J., Li, B.-Z., Kang, Y., et al. (2013). Effects of biomass particle size on steam explosion pretreatment performance for improving the enzyme digestibility of corn stover. *Industrial Crops and Products*, 44, 176-184.
- Maloney, T. (1996). The family of wood composite materials. *Forest Products Journal*, 46 (2), 19-26.
- Mani, S., Sokhansanj, S., Bi, X. et Turhollow, A. (2006a). Economics of producing fuel pellets from biomass. *Applied Engineering in Agriculture*, 22 (3), 421-426.
- Mani, S., Tabil, L. et Sokhansanj, S. (2003). Compaction of biomass grinds-an overview of compaction of biomass grinds. *Powder Handling and Processing*, 15 (3), 160-168.
- Mani, S., Tabil, L. G. et Sokhansanj, S. (2006b). Effects of compressive force, particle size and moisture content on mechanical properties of biomass pellets from grasses. *Biomass and Bioenergy*, 30 (7), 648-654.
- 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.
- Mason, W. H. (1926). Low-temperature explosion process of disintegrating wood and the like. US Patent, 1586159.
- Monteiro, E., Mantha, V. et Rouboa, A. (2012). Portuguese pellets market: Analysis of the production and utilization constrains. *Energy Policy*, 42, 129-135.
- Morsing, N., et Hoffmeyer, P. (1998). *Densification of Wood: The influence of hydrothermal treatment on compression of beech perpendicular to grain*. Kgs. Lyngby, Denmark, Technical University of Denmark (DTU), (BYG-Rapport; No. R-79), 132 p.

- 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.
- Mullins, E. et McKnight, T. (1981). *Canadian woods: their properties and uses*. Toronto, Canada, University of Toronto Press. 389 p.
- Münster, H. (1990). Alkaline peroxide mechanical pulping—A revolution in high yield pulping. *Revue ATIP*, 44 (1), 11-18.
- Natterer, J., Sandoz, J. et Rey, M. (2004). *Construction en bois: matériau, technologie et dimensionnement*. 2 ème edition. Vol. 13. Lausanne, PPUR Presses Polytechniques, 509 p.
- Navi, P. et Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydrromécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*. Lausanne, PPUR presses polytechniques, 298 p.
- 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 p.
- Nguyen, Q. N., Cloutier, A., Achim, A. et Stevanovic, T. (2015). Effect of process parameters and raw material characteristics on physical and mechanical properties of wood pellets made from sugar maple particles. *Biomass and Bioenergy*, 80, 338-349.
- Nielsen, N. P. K., Gardner, D. J., Poulsen, T. et Felby, C. (2009). Importance of temperature, moisture content, and species for the conversion process of wood residues into fuel pellets. *Wood and Fiber Science*, 41 (4), 414-425.

- Obernberger, I. et Thek, G. (2004). Physical characterisation and chemical composition of densified biomass fuels with regard to their combustion behaviour. *Biomass and Bioenergy*, 27 (6), 653-669.
- Obernberger, I. et Thek, G. (2010). *The pellet handbook: the production and thermal utilisation of pellets*. London, UK, Earthscan Ltd, 549 p.
- Olsson, A. et Salmén, L. (1992). Viscoelasticity of in situ lignin as affected by structure: softwood vs. hardwood. Dans: Glasser, W, ed. *Viscoelasticity of biomaterials*. ACS symposium series 489. Washington, American Chemical Society, 133–43.
- 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. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 55 (6), 383-390.
- Pandey, K. K. et Pitman, A. (2003). FTIR studies of the changes in wood chemistry following decay by brown-rot and white-rot fungi. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 52 (3), 151-160.
- Peterson, E. et Peterson, N. (1992). Ecology, management, and use of aspen and balsam poplar in the prairie provinces. Special Report, Northern Forestry Centre, Edmonton, Alberta, Canada, Forestry Canada, 1, 252.
- Pettersen, R. C. (1984). The chemical composition of wood. Dans: Rowell, Roger M., ed. *The Chemistry of Solid Wood*. Chapter 2. *Advances in chemistry series 207*, Washington, DC, American Chemical Society. p. 57-126.
- Plomion, C., Leprovost, G. et Stokes, A. (2001). Wood formation in trees. *Plant Physiology*, 127 (4), 1513-1523.
- Priyanto, D. E., Ueno, S., Kasai, H. et Hashida, K. (2016). Effect of steam explosion treatment on biomass size reduction. *European Biomass Conference and Exhibition*, Amsterdam, The Netherlands, 1247-1251.

- Rafter, F. et Steams C. (2011). Pellet Plant Optimization and Efficiency. Communications présentées au PFI Annual Conference 2011, PonteVedra Beach, FL.
- Raspolli Galletti, A.M et Antonetti, C. (2011). Biomass pre-treatment: separation of cellulose, hemicellulose and lignin. Existing technologies and perspectives. University of Pisa, Department of Chemistry and Industrial Chemistry, Via Risorgimento 35, 56126 Pisa, Italy. Consulté le 1 Mars 2019 sur: [http://www.eurobioref.org/Summer\\_School/Lectures\\_Slides/day2/Lectures/L\\_04\\_AG%20Raspolli.pdf](http://www.eurobioref.org/Summer_School/Lectures_Slides/day2/Lectures/L_04_AG%20Raspolli.pdf)
- Reed, T. B. et Bryant, B. (1979). Densified biomass: a new form of solid fuel. Solar Energy Research Institute, Washington, D.C., U.S. Department of energy. 30 p.
- Relova, I., Vignote, S., León, M. et Ambrosio, Y. (2009). Optimisation of the manufacturing variables of sawdust pellets from the bark of *Pinus caribaea* Morelet: Particle size, moisture and pressure. *Biomass and Bioenergy*, 33 (10), 1351-1357.
- Resch, H. (1982). Densified wood and bark fuels. *Holzforschung and Holzverwertung*, 34 (4), 69-74.
- Rhén, C., Gref, R., Sjöström, M. et Wästerlund, I. (2005). Effects of raw material moisture content, densification pressure and temperature on some properties of Norway spruce pellets. *Fuel Processing Technology*, 87 (1), 11-16.
- Ross, R. J. (2010). Wood handbook: wood as an engineering material. General Technical Report FPL-GTR-190. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory. 508 p.
- Rossiter, B. W., J.F, H. et Baetzold, R. C. (1991). Physical Methods of Chemistry 7: Determination of Elastic and Mechanical Properties. Ed. by Rossiter B.W. and Baetzold R.C., 2nd edition, Wiley & Sons, New York.

- Rowell, R. M. 2005. Handbook of wood chemistry and wood composites. Floride, USA, CRC Press, 487p.
- Rudolph, T. et Laidly, P. (1990). *Pinus banksiana* Lamb: jack pine, dans R.M. Burns et B.H. Honkala, éd., *Silvics of North America, Volume 1: Conifers*, Washington, D.C., United States, Departement of Agriculture, p. 280-293.
- Rumpf, H. (1962). The strength of granules and agglomerates. Communications présentées au Agglomeration-Proceedings of the First International Symposium on Agglomeration, Philadelphia.
- Samuelsson, R., Larsson, S. H., Thyrel, M. et Lestander, T. A. (2012). Moisture content and storage time influence the binding mechanisms in biofuel wood pellets. *Applied Energy*, 99, 109-115.
- Samuelsson, R., Thyrel, M., Sjöström, M. et Lestander, T. A. (2009). Effect of biomaterial characteristics on pelletizing properties and biofuel pellet quality. *Fuel Processing Technology*, 90 (9), 1129-1134.
- Sastry, K. V. et Fuerstenau, D. (1973). Mechanisms of agglomerate growth in green pelletization. *Powder Technology*, 7 (2), 97-105.
- Serrano, C., Monedero, E., Lapuerta, M. et Portero, H. (2011). Effect of moisture content, particle size and pine addition on quality parameters of barley straw pellets. *Fuel Processing Technology*, 92 (3), 699-706.
- Shahrukh, H., Oyedun, A. O., Kumar, A., Ghiasi, B., Kumar, L. et Sokhansanj, S. (2016). Techno-economic assessment of pellets produced from steam pretreated biomass feedstock. *Biomass and Bioenergy*, 87, 131-143.
- Shaw, M., Karunakaran, C. et Tabil, L. (2009). Physicochemical characteristics of densified untreated and steam exploded poplar wood and wheat straw grinds. *Biosystems Engineering*, 103 (2), 198-207.



- Shaw, M. D. (2008). Feedstock and process variables influencing biomass densification, Thèse de doctorat, University of Saskatchewan, Saskatoon, Canada, 115 p.
- Shaw, M. D. et Tabil, L. G. (2007). Compression and relaxation characteristics of selected biomassgrinds. American Society of Agricultural and Biological Engineers, St. Joseph, Michigan, Communications présentées au 2007 ASAE Annual Meeting 076183.
- Simpson, W. et TenWolde, A. (1999). Physical properties and moisture relations of wood. Dans: Wood handbook – wood as an engineering material. Madison, United States, Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 3, 2-1.
- Singh, T. et Kostecky, M. (1986). Calorific value variations in components of 10 Canadian tree species. Canadian Journal of Forest Research, 16 (6), 1378-1381.
- Sjöström, E. (1993). Extractives. Dans Wood Chemistry: Fundamentals and Applications, London, Academic Press, p. 92-108.
- Svedberg, U. R., Högberg, H. E., Högberg, J., & Galle, B. O. (2004). Emission of hexanal and carbon monoxide from storage of wood pellets, a potential occupational and domestic health hazard. Annals of Occupational Hygiene, 48(4), 339-349.
- Smith, I., Landis, E. et Gong, M. (2003). Fracture and fatigue in wood. West Sussex, England, UK, John Wiley and Sons Ltd. 234 p.
- Smith, I., Probert, S., Stokes, R. et Hansford, R. (1977). The briquetting of wheat straw. Journal of Agricultural Engineering Research, 22 (2), 105-111.
- Sonderman, D. L. (1970). Balsam fir (*Abies balsamea*). Washington, D.C., United States, Departement of Agriculture, Forest Service. 7 p.
- Stelte, W. (2013). Steam explosion for biomass pre-treatment. Resultat Kontrakt (RK) Report. Danish technological institute, Taastrup, Denmark, 1-15.

- Stelte, W., Holm, J. K., Sanadi, A. R., Barsberg, S., Ahrenfeldt, J. et Henriksen, U. B. (2011). Fuel pellets from biomass: The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions. *Fuel*, 90 (11), 3285-3290.
- Stelte, W., Sanadi, A. R., Shang, L., Holm, J. K., Ahrenfeldt, J. et Henriksen, U. B. (2012). Recent developments in biomass pelletization—A review. *BioResources*, 7 (3), 4451-4490.
- Stokke, D., Wu, Q. et Han, G. (2014). Introduction to wood and natural fiber composites. Chichester, John Wiley & Sons, West Sussex, UK. 297 p.
- Sun, X., Xu, F., Sun, R., Geng, Z., Fowler, P. et Baird, M. (2005). Characteristics of degraded hemicellulosic polymers obtained from steam exploded wheat straw. *Carbohydrate Polymers*, 60 (1), 15-26.
- Suzuki, S., Shintani, H., Park, S.-Y., Saito, K., Laemsak, N., Okuma, M., et al. (1998). Preparation of binderless boards from steam exploded pulps of oil palm (*Elaeis guineensis Jaxq.*) fronds and structural characteristics of lignin and wall polysaccharides in steam exploded pulps to be discussed for self-bindings. *Holzforchung-International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood*, 52 (4), 417-426.
- Tarasov, D. (2013). Comparative analysis of wood pellet parameters: Canadian case study. Thèse de doctorat, Lakehead University, Thunder Bay, Ontario, 113 p.
- Temmerman, M., Rabier, F., Jensen, P. D., Hartmann, H. et Böhm, T. (2006). Comparative study of durability test methods for pellets and briquettes. *Biomass and Bioenergy*, 30 (11), 964-972.
- Theerarattananoon, K., Xu, F., Wilson, J., Ballard, R., Mckinney, L., Staggenborg, S., et al. (2011). Physical properties of pellets made from sorghum stalk, corn stover, wheat straw, and big bluestem. *Industrial Crops and Products*, 33 (2), 325-332.

- Thek, G. et Obernberger, I. (2004). Wood pellet production costs under Austrian and in comparison to Swedish framework conditions. *Biomass and Bioenergy*, 27 (6), 671-693.
- Tooyserkani, Z., Sokhansanj, S., Bi, X., Lim, C., Saddler, J., Lau, A., et al. (2012). Effect of steam treatment on pellet strength and the energy input in pelleting of softwood particles. *Transactions of the ASABE*, 55 (6), 2265-2272.
- Tumuluru, J. S., Wright, C. T., Hess, J. R. et Kenney, K. L. (2011). A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 5 (6), 683-707.
- Tumuluru, J. S., Conner, C. C., & Hoover, A. N. (2016). Method to produce durable pellets at lower energy consumption using high moisture corn stover and a corn starch binder in a flat die pellet mill. *JoVE (Journal of Visualized Experiments)*, (112), e54092.
- Viana, M., Jouannin, P., Pontier, C. et Chulia, D. (2002). About pycnometric density measurements. *Talanta*, 57 (3), 583-593.
- Wang, K., Chen, J., Sun, S.-N. et Sun, R.-C. (2015). Steam explosion. Dans: Pandey, A, Negi, S, Binod, P, et Larroche, C, ed. *Pretreatment of Biomass*. Beijing, China, Elsevier, p. 75-104.
- Wang, T. (2014). *Compaction Behavior, Mechanical Properties, and Moisture Resistance of Torrefied and Non-torrefied Biomass Pellets*. Thèse de doctorat, West Virginia University, USA, 75 p.
- Wertz, J. L. (2016). *Prétraitements de la biomasse lignocellulosique: 9ième rencontre de la biomasse Rapport de synthèse*. Document. ValBiom-Gembloux AgroBioTech, Liège, Belgique, 58 p.
- Whitney, R. (1989). Root rot damage in naturally regenerated stands of spruce and balsam fir in Ontario. *Canadian Journal of Forest Research*, 19 (3), 295-308.

- Williams, P. T. et Besler, S. (1993). Thermogravimetric analysis of the components of biomass. Dans *Advances in thermochemical biomass conversion*, Springer, p. 771-783.
- Wilson, T. (2010). Factors affecting pellets durability. Thèse de doctorat, Université d'État de Pennsylvanie, USA, 81 p.
- Winandy, J. E. et Rowell, R. M. (2005). Handbook of wood chemistry and wood composites. Dans: Rowell, Roger M., ed. Chapter 11. Chemistry of wood strength. CRC Press, Taylor and Francis Group, London, New York, p. 322-325.
- Wolcott, M., Kasal, B., Kamke, F. et Dillard, D. (1989). Testing small wood specimens in transverse compression. *Wood and Fiber Science*, 21 (3), 320-329.
- Wolcott, M. P. (1989). Modeling viscoelastic cellular materials for the pressing of wood composites. Thèse de doctorat, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, 175 p.
- Zhang, S. et Koubaa, A. (2009). Les résineux de l'Est du Canada: Écologie forestière, caractéristiques, transformation et usages. Québec, Canada, FPInnovations, Publication spéciale, SP 526 F, 400 p.
- Zhou, H. et Smith, I. (2007). Factors influencing bending properties of white spruce lumber. *Wood and Fiber Science*, 23 (4), 483-500.