

Impact du recyclage du MDF en boucle fermé sur la constitution chimique des fibres de bois

DURKA Augustin, LEBRETON Flore, MORIN Florent, IRLE Mark,
BELLONCLE Christophe

LIMBHA, Ecole Supérieure du Bois,
augustin.durka@etu.esb-campus.fr, christophe.belloncle@esb-campus.fr

Mot clefs : Fibres de bois ; recyclage ; MDF ; constitution chimique

Introduction

Les panneaux de fibres de densité moyenne (MDF) représenteront un volume de 136,3 millions de mètres cubes d'ici 2028. Ce marché engendre un volume important de déchets (Irle et al 2019) sans exutoire à ce jour. Le recyclage en boucle fermé du MDF semble alors une des meilleures voies à développer (Fig. 1). Les fibres de bois constituant le MDF sont constituées principalement de macromolécules de propriétés différentes, la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Si la colle est un élément important dans les propriétés des panneaux MDF, ces macromolécules jouent également un rôle central dans les propriétés mécaniques de ces matériaux reconstitués (Krackler V et al 2010). Divers composés dits extractibles et des résidus minéraux complètent cette chimie.

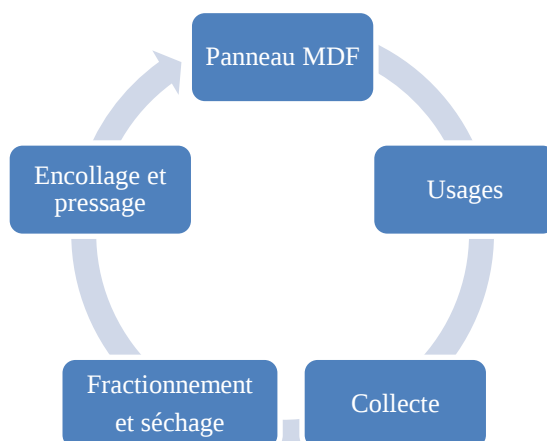


Fig. 3 : Recyclage du MDF en boucle fermé, principe

Lors d'un recyclage en boucle fermée, les contraintes thermiques et hygrométriques du procédé de fractionnement et de conformation peuvent entraîner une dégradation de certains de ces composés conduisant à une modification des propriétés du matériaux. Cellulose et hémicelluloses étant impactés par ces phénomènes, cette étude propose d'expérimenter l'effet de 6 boucles de recyclage d'un panneau de MDF sur la constitution des fibres de bois le constituant.

Matériels et méthodes

Les fibres de bois initiales sont constituées d'un mélange résineux / feuillus (env. 80/20) et constituent le panneau d'origine (fibres encollées). Chaque panneau recyclé est ensuite réalisé à partir de fibres issues d'une première fragmentation dans l'eau à 95°C pendant 6H, puis fractionné mécaniquement. Les fibres sont séchées (MC : 4%) en chambre climatique (70°C, 25% RH), tamisées pour éviter la présence d'amas, échantillonnées pour l'analyse chimique et

encollées à 12% avec une résine UF (RES 1060, FORESA, 10% chlorure d'ammonium) pour constituer le panneau suivant (cycle n+1). Les panneaux sont de dimensions 600 x 600 x 10 mm³ avec une densité cible de 720 kg/m³.

Les protocoles d'analyse utilisés dans cette étude s'inspirent des normes TAPPI et ont été détaillés précédemment (Couret et al 2017). La réduction de la masse d'échantillons analysés, imposée par la quantité limitée de fibres disponibles, a nécessité une attention particulière du contrôle des conditions expérimentales. Les fibres sont séchées à 103°C jusqu'à poids constant avant analyse.

La teneur en composés extractibles a été réalisée à l'aide d'un montage Soxhlet sur des masses de fibres de $2,00 \pm 0,05$ g préalablement séchées à 103 ± 1 °C. L'éthanol absolu, fraîchement distillé sur tamis moléculaire, a été utilisé en remplacement du mélange toluène/éthanol, supprimé pour des raisons de sécurité. Le temps d'extraction d'une durée de six heures correspond à environ vingt-quatre cycles d'extraction par 125ml. Le pourcentage d'extractible est calculé à partir du rapport entre la masse finale sèche et la masse initiale de fibres.

L'holocellulose est obtenue par ajouts successifs aux fibres extraites en dispersion dans l'eau pendant 7 heures, de chlorite de sodium en milieu acétique à 70 ± 2 °C, puis laissé dans le milieu réactionnel jusqu'à filtration (env. 17H). Celle-ci est effectuée à chaud sous vide, suivie de rinçages multiples jusqu'à pH neutre. Le résidu est séché et pesé. Le pourcentage d'holocellulose est calculé à partir du rapport entre la masse finale sèche et la masse initiale, puis ramené à la somme des constituants.

La cellulose est obtenue par trituration de l'holocellulose en milieu basique (soude 0,5N) à reflux pendant 2h. Le résidu est filtré à chaud sous vide, suivi de rinçages multiples jusqu'à pH neutre. Le résidu est séché et pesé. Le pourcentage de cellulose est calculé à partir du rapport entre la masse finale sèche et la masse initiale, puis ramené à la somme des constituants.

Résultats et discussion

Les différentes analyses gravimétriques sont exprimées en pourcentage par rapport à la quantité totale de fibre (Fig. 2). Si la somme totale des constituants des fibres d'origines et des premières fibres encollées est proche de 100, les analyses des fibres issues des premiers panneaux fractionnés atteignent rapidement une valeur d'env. 70% (respectivement 70, 73 et 70 % pour les cycles 1, 3 et 6) avec des variabilités importantes pouvant aller jusqu'à ± 15 %.

La quantification des extractibles est très élevée, avec des écarts significatifs jusque 10% entre échantillons d'un même type et reste globalement stable entre les cycles : le fractionnement des panneaux se faisant à l'eau chaude, la quantité d'extractible devrait diminuer au fur et à mesure des cycles de recyclage. Parmi les extraits, un composé pâteux est obtenu pour chacune des analyses de fibres recyclés. Des produits dérivés des résines, en particulier de l'urée, pourraient en être à l'origine. Il a été démontré (Troilo 2023) qu'un procédé classique par hydrolyse de la colle laissait environ 40% de résine sur la fibre : elle serait potentiellement extraite par l'éthanol sous une forme modifiée.

Néanmoins, les données obtenues suggèrent que les variations sont influencées par les conditions expérimentales plus que par des modifications substantielles de la composition chimique. La présence d'une quantité importante d'extractible est ainsi expliquée par l'influence de la température dans la fabrication des panneaux (dégradation thermique), et possiblement par l'hydrolyse lors du fractionnement nécessaire au réemploi en panneau (Roffael 2017).

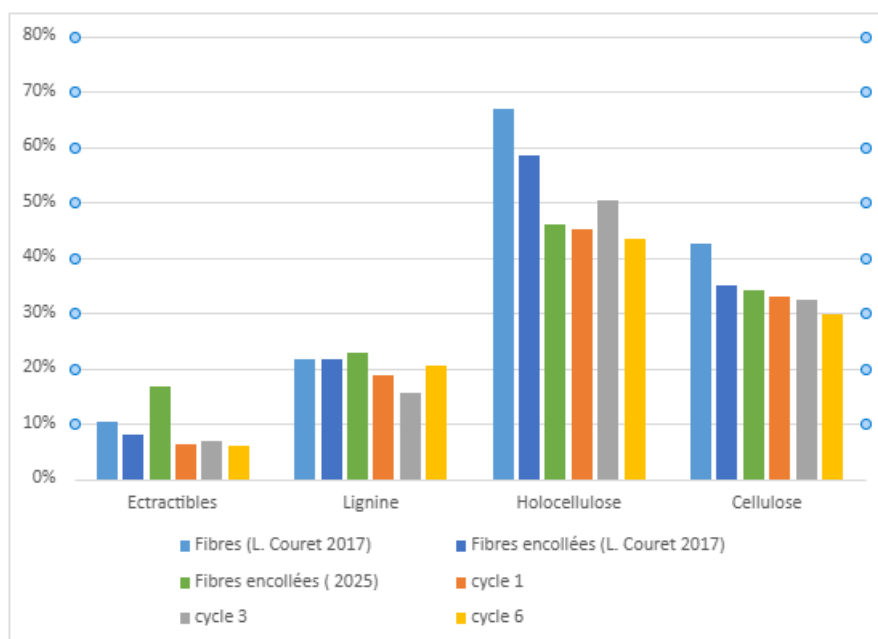


Fig. 2 : Evolution de la constitution des fibres de bois en fonction du nombre de réutilisation en panneau de MDF. Chaque valeur correspond à la moyenne de n échantillons (holocellulose : n=3 ; extractibles & lignine : n=7 ; cellulose : n=2)

La quantification de la lignine pour les fibres de chaque panneau est de l'ordre de 20% et une analyse de type Anova ($p=0,05$) confirme l'hypothèse nulle.

A contrario, les analyses d'holocellulose mettent en évidence une diminution significative (Anova sur les quantifications 'fibres encollées' et cycles 1, 3, et 6, $p=0.05$) et progressive de ce constituant au fil des cycles de recyclage. Cette observation est cohérente avec la sensibilité chimique de l'hémicellulose, particulièrement vulnérable aux conditions thermiques et hygrométriques rencontrées lors du recyclage et de la reconstitution des panneaux.

Pourtant, la quantification de la cellulose suit la même tendance que l'holocellulose. Les valeurs sont faibles et suivent une décroissance régulière (de 35 à 29%). La détermination par le calcul de la quantité d'hémicellulose ($Q_{\text{holocellulose}} - Q_{\text{cellulose}}$) conduit à des taux faibles (de 12 à 15% en moyenne pour les panneaux recyclés) au regard de la quantité de cellulose mais qui n'expliquent pas seuls la perte d'holocellulose obtenue. Cellulose et Hémicellulose sont donc dégradées concomitamment par le procédé de fractionnement, engendrant une perte des propriétés mécaniques des fibres et contribuent à la rigidification globale. Une étude de l'évolution des propriétés mécaniques des panneaux recyclés est en cours et sera publiée ultérieurement.

Conclusion

Cette étude a permis d'évaluer l'évolution de la constitution chimique des fibres de MDF recyclées par un procédé hydrothermique simple. Une diminution progressive de la cellulose concomitante à la dégradation des hémicelluloses a été observée au fil des cycles, alors que la quantité de lignine restait globalement constante, et les teneurs en extractibles devenaient très variables.

Pour mieux comprendre les effets de la qualité chimique des fibres sur les panneaux, les panneaux ont été étudiés d'un point de vue mécanique et une étude complémentaire sur les états de surfaces, les dimensions et la morphologie des fibres est en cours.

Remerciement

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet ECOREFIBER, financé par Horizon Europe (HORIZON-CL4-2021-RESILIENCE-01).

Références

Couret L, Irle M, Belloncle C, Cathala B (2017) Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from post-consumer wood fiberboard waste. *Cellulose* 24, 2125–2137. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1252-7>

Irle M, Privat F, Couret L, Belloncle C, Déroubaix G, Bonnin E, Cathala B (2019) Advanced recycling of post-consumer solid wood and MDF. *Wood Mater. Sci. Eng.* 14, 19–23. <https://doi.org/10.1080/17480272.2018.1427144>

Krackler V, Keunecke D, Niemz P (2010) Verarbeitung und Verwendungsmöglichkeiten von Laubholz. ETH Zürich Institut für Baustoffe.

Roffael E (2017) Release of acetic acid and formaldehyde from particleboards bonded with phenolic resins. *Eur J Wood Wood Prod* 75, 1025.

Troilo S (2023) Approche multi-échelles d'un procédé de recyclage du MDF par voie biologique. Université de Lorraine.