

Prétraitement de la biomasse par explosion vapeur pour le développement de serviettes hygiéniques biodégradables et biosourcées.

FRECAUT Solène¹, CABAN Léa^{2,3}, BROSSE Nicolas¹, SILLARD Cécile²

¹LERMAB, Université de Lorraine, 54500 Vandœuvre-lès-Nancy, France

²LGP2, Université Grenoble Alpes, 38000 Grenoble, France

³3SR Université Grenoble Alpes, 38000 Grenoble, France

solene.frecaut@univ-lorraine.fr

Mots clefs : explosion vapeur ; serviette hygiénique ; prétraitement ; lignine ; fibre de cellulose ; papier

Contexte et objectif

Dans un contexte où l'écologie et la préservation de l'environnement sont au cœur de toutes les innovations et alors que plus de 500 millions de femmes sont aujourd'hui confrontée à la précarité menstruelle (Hayvon 2024), le développement de serviettes hygiéniques conçues à partir de matériaux biosourcés et biodégradables s'avère être un enjeu majeur.

L'objectif du projet ANR Napkins est de répondre à cette problématique en utilisant des procédés simples et peu coûteux et de pouvoir réaliser la totalité du produit avec une même biomasse. Le processus de fabrication doit être facilement reproductible sur différentes parties du globe et l'objectif est donc de pouvoir réaliser une serviette hygiénique avec des biomasses locales de différentes régions du monde. Actuellement les travaux ont été réalisés sur des anas de lin de Normandie et du bambou de Thaïlande. D'autres études seront par la suite menées sur de l'épicéa européen, des fibres de bananes d'une région africaine et du palmier dattier du Moyen-Orient.

Le LERMAB travaille sur la partie prétraitement de la biomasse en utilisant un procédé d'explosion à la vapeur pour améliorer l'accessibilité des différents constituants que sont la lignine, les hémicelluloses et la cellulose. Le principe repose sur une dépressurisation soudaine d'un réacteur contenant la biomasse à une température comprise entre 170°C et 220°C. La vapeur d'eau permet le gonflement des fibres pendant le temps de séjour dans le réacteur et initie ainsi l'hydrolyse et la dépolymérisation des hémicelluloses notamment. La dépressurisation permet, quant à elle, la fragmentation des différents constituants. Une imprégnation préalable de la biomasse dans des conditions variables de pH permet de cibler plus efficacement la dépolymérisation d'un constituant en particulier. Cette variabilité permet d'octroyer des caractéristiques physiques différentes à la biomasse explosée et permet donc de répondre aux besoins des différentes parties qui constituent la serviette hygiénique.

Cette dernière est un assemblage de trois voiles. Le premier a des propriétés antimicrobiennes et drainantes pour répartir le liquide à la surface. La partie centrale est assimilable à une mousse qui a des propriétés absorbantes élevées grâce à sa porosité. Enfin, le voile inférieur doit être rendu hydrophobe par un processus de calandrage à chaud par exemple. Ce projet est mené par le LGP2 qui travaille sur le développement de ces différents voiles au travers, notamment, de procédés papetiers.

Notre objectif dans ce projet est d'utiliser l'explosion vapeur pour remplacer le défibrage mécanique en faisant varier les conditions de prétraitements des biomasses et ainsi modifier leurs caractéristiques pour répondre aux besoins des différents voiles.

Matériel et méthodes

Tout au long de ce projet, deux pilotes d'explosion vapeur seront utilisés. L'un est à échelle de laboratoire avec une capacité maximale de 100g et se trouve sur le site de la Faculté des Sciences et Technologies de Vandœuvre-lès-Nancy. L'autre pilote est à échelle semi-industrielle avec une capacité maximale de 2kg et est localisé au Campus Bois d'Epinal.

L'imprégnation de la biomasse est réalisée dans différentes concentrations, à l'eau en condition neutre, à l'acide sulfurique (H₂SO₄) en condition acide et à l'hydroxyde de sodium (NaOH) en condition basique. Le temps de séjour dans le réacteur avant l'explosion vapeur est fixé pour chaque pilote. Les températures varient de 180°C à 220°C. Ces paramètres sont réunis sous le facteur de sévérité R_0 d'après la formule (A) (Isabelle Ziegler-Devin et al (2021)). Après l'explosion, la biomasse est récupérée avec un tamis de 40µm, puis filtrée au Büchner. Les parties solides et liquides sont ensuite analysées pour être caractérisées.

$$\text{Log}(R_0) = \text{Log}(t \times e^{\frac{T-100}{14,75}}) \quad (\text{A})$$

Les caractérisations des biomasses sont réalisées grâce au protocole de détermination de la lignine de Klason. Les monosaccharides hydrolysés sont qualifiés et quantifiés par chromatographie ionique et permettent de recalculer les taux de cellulose et d'hémicelluloses grâce aux facteurs de conversion de 1,1 pour les hexoses et 1,12 pour les pentoses. Le taux d'extractibles est mesuré en amont du prétraitement après une extraction au Soxhlet dans un mélange toluène/éthanol (1/2 v/v). Le taux de cendre est également mesuré en amont du prétraitement après 72h dans un four à 600°C.

Les mesures de valeur de rétention d'eau sont réalisées suivant la norme papetière ISO 23714 et calculé grâce à la formule (B).

$$\text{WRV} (\%) = \frac{\omega_{\text{wet}} - \omega_{\text{dried}}}{\omega_{\text{dried}}} \times 100 \quad (\text{B})$$

La biomasse explosée est ensuite utilisée pour réaliser des formettes (disques de papier) grâce aux équipements du LGP2. Ces formettes sont réalisées après trois différentes modifications de la biomasse. Une première avec la biomasse simplement explosée, une autre après classification des fibres au Somerville à 150µm et une dernière après raffinage des fibres au Pile Valley et suivi du degré Schopper-Riegler.

Les essais physiques et mécaniques sur les formettes fabriquées avec les biomasses explosées ont été réalisées à Grenoble dans les locaux du LGP2. La longueur et la largeur des fibres ont été déterminées au MorFi. La perméabilité des échantillons est déterminée par le test Bendsten (ISO 5636-3) ou le test Bekk (ISO 5627) selon le degré d'ouverture du papier grâce à la formule (C). La capacité d'absorption de l'eau et de l'huile sont déterminés par le test Cobb grâce à la formule (D).

$$K(m^2) = \frac{Q(m^3/sec) \times e(m) \times \mu(Pa.sec)}{\Delta P(Pa) \times S(m^2)} \quad (\text{C})$$

$$\text{Cobb}(g/m^2) = \frac{m_{\text{fin}}(g) - m_{\text{ini}}(g)}{S(m^2)} \quad (\text{D})$$

Résultats et discussion

Les différents prétraitements d'explosions vapeurs ont une incidence directe sur la nature des composants dépolymérisés comme le montrent les résultats Fig.1. Des conditions acides facilitent l'hydrolyse des polysaccharides et permettent donc d'obtenir une biomasse plus riche en lignine avec un potentiel d'hydrophobicité accru. La quantité de fibres est cependant réduite

probablement à cause de la réduction des chaînes de cellulose et d'hémicelluloses. A l'inverse, des conditions basiques facilitent la dépolymérisation de la lignine et permettent donc d'obtenir des fibres de cellulose plus longues. Des explosions multiples ont ensuite été réalisées pour raffiner davantage la matière en sortie de réacteur tout en minimisant la sévérité du traitement chimique.

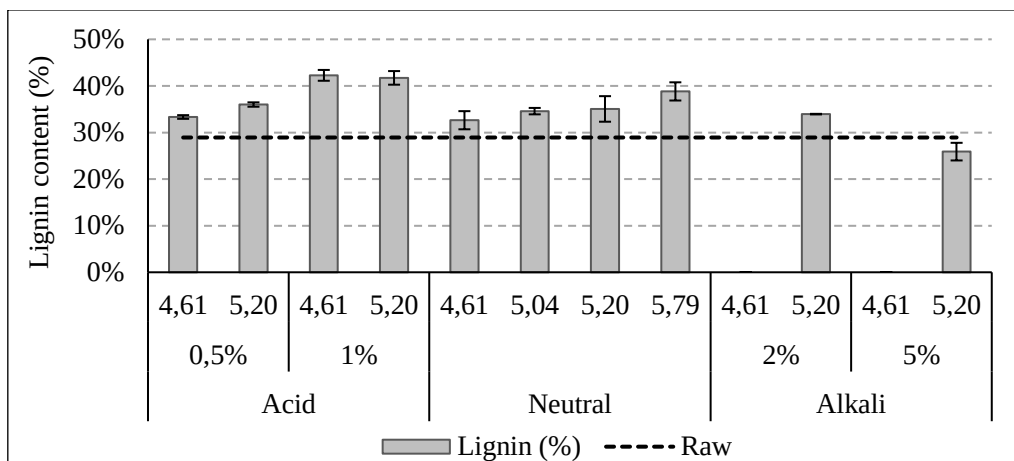


Fig. 5 : Détermination de la lignine de Klason après explosion vapeur selon le facteur de sévérité

La valeur de rétention d'eau de la biomasse explosée est également affectée par les conditions de prétraitements comme le montre la Fig. 2. Cette valeur est bien plus faible après un traitement acide qu'après un traitement basique. Cela s'explique d'abord par la quantité de lignine dans les échantillons explosés en conditions acides, la lignine étant de nature hydrophobe, tandis que la cellulose et les hémicelluloses forment très facilement des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les groupes hydroxyles.

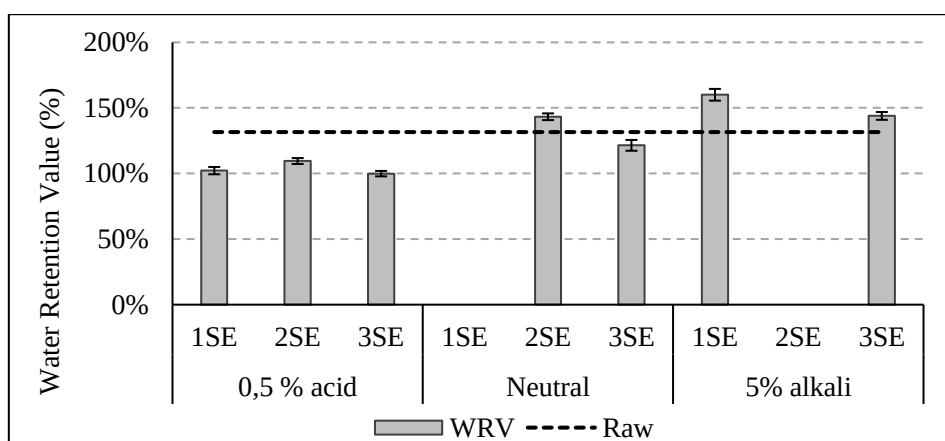


Fig. 6 : Valeur de rétention d'eau pour différents prétraitements d'explosion vapeur (20min, 190°C)

Des formettes ont été réalisées à partir des matières explosées consécutivement trois fois après trois prétraitements différents. Seule la matière explosée en conditions basique a été retenue suite à l'impossibilité de réaliser ces formettes avec les autres conditions. En effet, comme le montrent les résultats du MorFi sur la Fig. 3, la quantité de fibres (> 200µm) est trop peu importante pour pouvoir obtenir un papier avec des propriétés physiques et mécaniques intéressantes. Le tri de la biomasse explosée en condition basique a permis d'éliminer un grand nombre de fines (< 200µm) et d'augmenter le ratio de fibres (Fig. 4) tandis que le raffinage réduit la quantité de fibres mais entraîne la fibrillation des fibres individuelles. Cela permet ainsi un meilleur enchevêtrement et l'obtention d'une formette malgré la quantité de fines. Une grande quantité de ces fines permet l'obtention d'un papier fermé avec une perméabilité à l'air

faible et des capacités d'absorption réduites comme le montre le Tab. 1. Ces résultats sont intéressants dans le cadre de l'obtention d'un voile inférieur imperméable. A l'inverse une plus grande quantité de fibres permet une meilleure absorption des fluides ce qui est mieux adapté au voile supérieur de la serviette hygiénique.

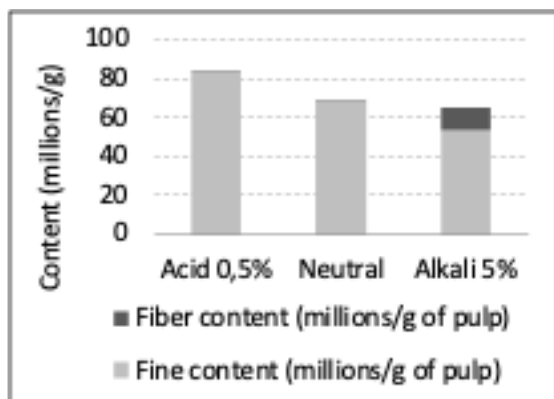


Fig. 3 : Nombre de fibres et de fines après trois explosions de différents prétraitements des anas de lin

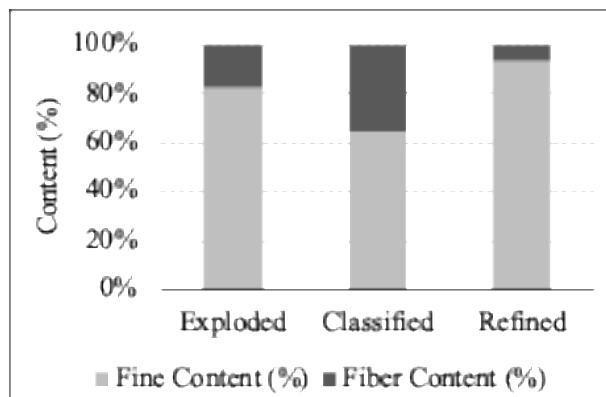


Fig. 4 : Répartition des fines et des fibres après modifications de la pâte d'anas de lin explosées trois fois en conditions basiques

Tab. 1 : Résultats de la perméabilité à l'air et du test Cobb à l'eau et à l'huile sur les formettes après tri ou raffinage des fibres explosées trois fois en conditions basiques

	Perméabilité (m ²)	Cobb eau (g/m ²)	Cobb huile (g/m ²)
Fibres triées	1,89 ± 0,2.10 ⁻¹⁴	134,15 ± 1,06	55,17 ± 5,01
Fibres raffinées	6,99 ± 2,1.10 ⁻¹⁶	59,70 ± 0,71	8,635 ± 1,85

Conclusion

Les résultats obtenus après explosion vapeur en conditions basiques sont pour le moment prometteurs bien que les anas de lin soit une matière assez résiliente. Les premiers résultats obtenus avec le bambou semblent également prometteurs pour la suite du projet mais de nombreux essais restent à réaliser. Par la suite d'autres biomasses devraient être testées pour la réalisation de formettes qui seront le point de départ des voiles supérieur et inférieur de la serviettes hygiéniques. Les conditions d'explosion en conditions acides ont été abandonnées après les premiers travaux sur les formettes à cause de la quantité de fines et du manque de fibres.

Remerciements

Remerciements à l'Agence Nationale de Recherche pour les financements pour ce projet Napkins (ANR-24-CE43-6826-01). Remerciements également à l'ensemble des personnes travaillant sur le projet ANR Napkins et particulièrement Cécile SILLARD, porteuse du projet.

Références

Hayvon JC (2024) Reducing intersectional educational and social inequalities: a conceptual review of travel time, risk, cost in geographies of opportunity. *Studies in the Education of Adults* 56(2):137-157 <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/02660830.2024.2395251>

Ziegler-Devin I, Chrusciel L, Brosse N (2021) Steam Explosion Pretreatment of Lignocellulosic Biomass. *Frontiers in Chemistry*, 9:705358.