

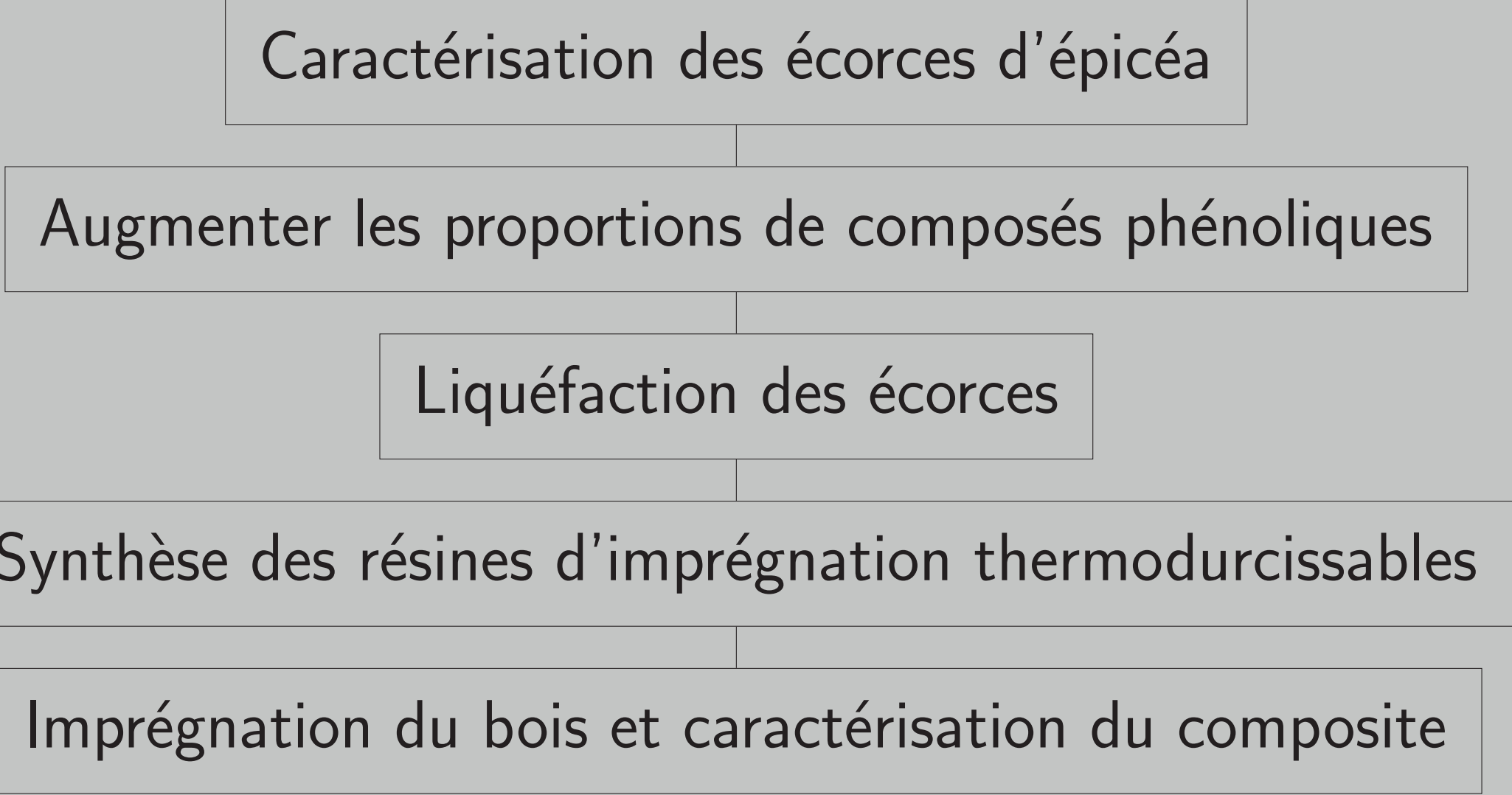
Introduction

- Une réglementation sur les biocides renforcée qui nécessite des méthodes de préservation du bois alternative
 - ▷ Directive biocide (1998)
 - ▷ réglementation REACH (2006)
- La valorisation des écorces
 - ▷ Des valorisations à faibles valeurs ajoutées
 - ▷ Une composition propice à la formulation de résines phénoliques thermodurcissables
- La liquéfaction de la biomasse présente une voie de recherche intéressante qui répond aux problématiques actuelles

Les objectifs de ce projet de recherche

L'objectif de notre projet est de mettre au point **des méthodes de préservation alternatives** aux procédés actuels à partir de **la liquéfaction d'écorce**.

Les étapes du projet



Caractérisation des écorces d'épicéa

- Une composition riche en composés phénoliques principalement issus de la lignine et des tannins.
- Des composés phénoliques dont les caractéristiques permettent leur utilisation dans la synthèse de résines thermodurcissables.

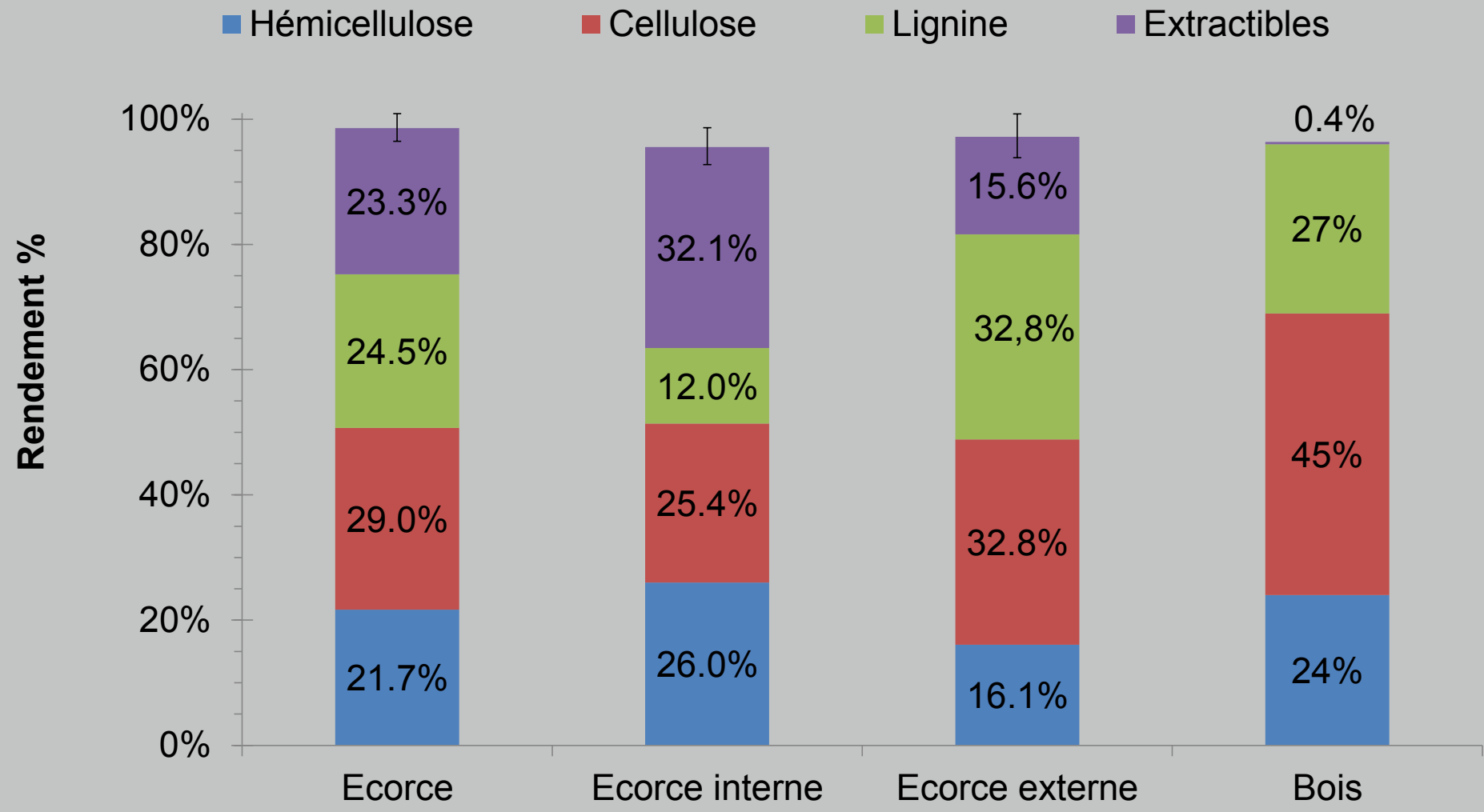


FIGURE 1 : Composition chimique des écorces d'épicéa

Élimination des polysaccharides

- Optimisation de l'hydrolyse acide des hémicelluloses sous reflux par la méthode des surfaces de réponses (figure 3).
 - ▷ Les hémicelluloses sont totalement hydrolysées sous des conditions sévères (18 heures, 18% d'acide sulfurique sous reflux à 100°C).
 - ▷ Taux de lignine de Klason optimisé = 60% (lignine + tannins polymérisés en milieu acide).

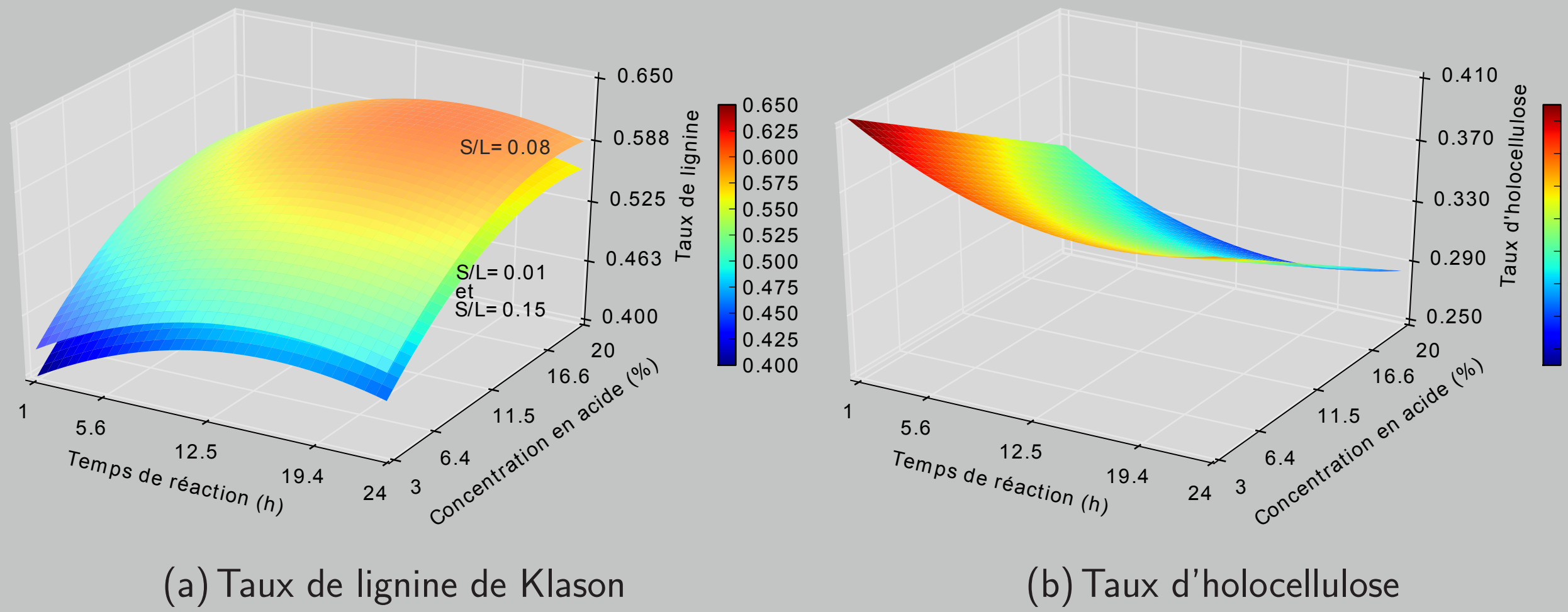


FIGURE 2 : Surfaces de réponse pour l'hydrolyse des écorces d'épicéa

Liquéfaction des écorces d'épicéa

Tableau 1 : Récapitulatif des différents essais de liquéfaction

Solvant	Température	Taux de liquéfaction	Taux d'écorces dans les produits finaux
Phénol*	160°C	Écorce 90 %	18 %
	Reflux	Écorce hydrolysée 80 %	19 %
Éthylène glycol*	180°C	Écorce 76 %	16 %
	Reflux	Écorce hydrolysée 0.8 %	0.2 %
Phénol/éthanol/Eau*	200°C	Écorce 88 %	50 %
	Pression	Écorce hydrolysée <50 %	<30 %

* : Catalyseur=H₂SO₄ 3 % par rapport à la masse des solvants

- La liquéfaction des écorces est plus difficile que celle du bois.
- Les écorces hydrolysées sont plus résistantes à la liquéfaction (tableau 1).
- Optimisation de la liquéfaction dans le système solvant phénol/éthanol/eau sous pression par la méthode des surfaces de réponses pour obtenir des produits de liquéfaction riche en écorce liquéfiée (figure 3).

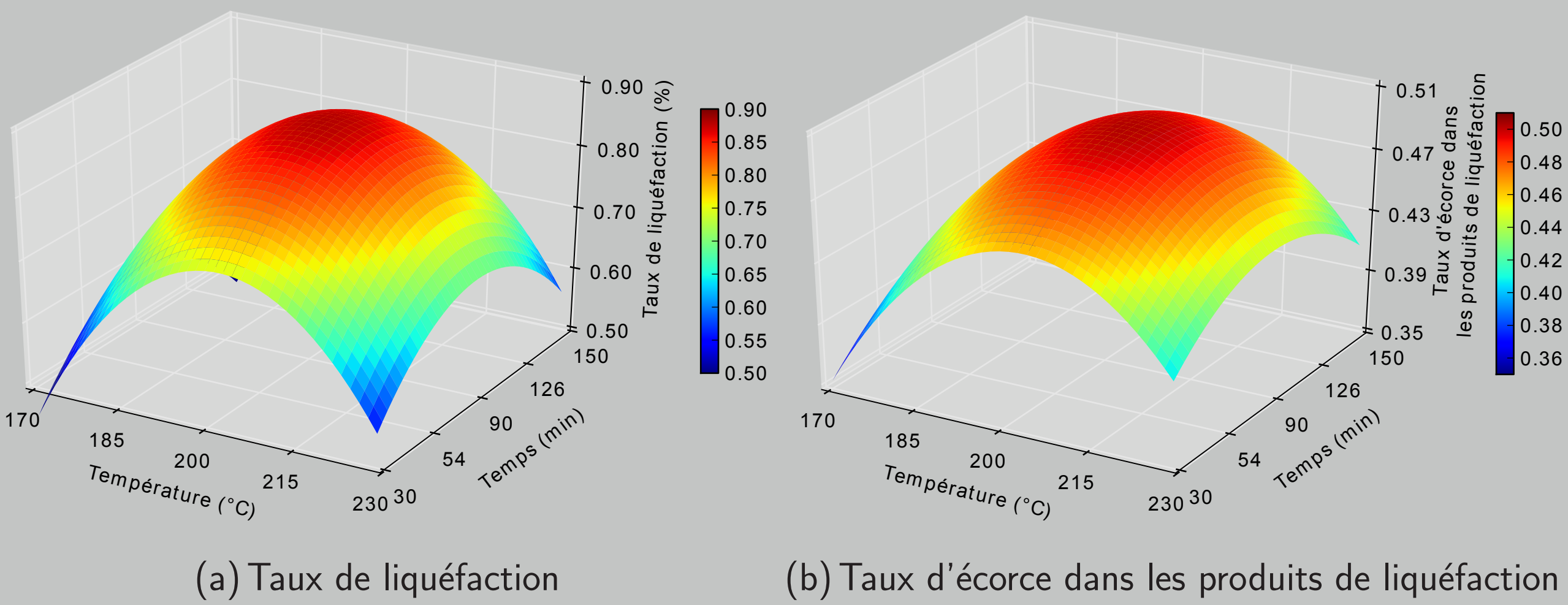


FIGURE 3 : Surfaces de réponse de la liquéfaction des écorces d'épicéa

Synthèse de résines d'imprégnation thermodurcissables

Tableau 2 : Caractéristiques des résines d'imprégnation

Solvant de liquéfaction	Agent de réticulation	Solvant de dilution
Phénol	formaldéhyde hexamine	Eau
Éthylène glycol	Autocondensation	Eau
Phénol/éthanol/Eau	Autocondensation	Ethanol

- Un Agent de réticulation n'est pas forcément nécessaire, voir gênant (réactivité trop importante).
- Obtention de résines diluables soit dans l'eau, soit dans l'éthanol (tableau 2).

Imprégnation du bois et caractérisation du composite

- Imprégnation du bois sous vide par des résines phénoliques diluées à 10 %, 20 %, et 30 % (figure 4)
- Caractérisation des composites
 - ▷ Lessivabilité <15 %
 - ▷ Efficacité antigonflement >40 %
 - ▷ Mouillabilité
 - ▷ Durabilité vis-à-vis des champignons lignivores (figure 5)



FIGURE 4 : Éprouvettes de hêtre imprégnées



FIGURE 5 : Test de résistance aux attaques fongiques

Conclusions

- Difficile de liquéfier les écorces dans peu de solvant et donc d'obtenir des produits de liquéfaction riche en écorce
- Obtention de produit visqueux avec des masses moléculaires très élevées souvent difficile à imprégner
- Cependant, les résultats obtenus sont satisfaisants avec une lessivabilité faible, une bonne efficacité antigonflement, les expériences sur la durabilité conférée au bois sont prometteuses.