



NOTE DE RECHERCHE

AVRIL 2014 • N°4.

ANALYSE DE L'IMPACT DE L'EXTRACTION À L'EAU ET À LA SOUDE AINSI QUE LA PRÉPARATION DES FIBRES D'ÉCORCES SUR LEURS LONGUEURS, DIAMÈTRES ET RATIO L/D

Les écorces représentent des résidus générés en quantités importante lors de la transformation du bois, cependant, elles ne sont pas valorisées (actuellement elles sont brûlées pour produire de l'énergie). Les fibres lignocellulosiques sont ajoutées couramment dans des matrices polymères en tant qu'agent de renfort pour produire des composites bois plastiques (Wood - plastic composites - WPC). Les écorces ont un potentiel à déterminer pour ce type de composites (WPC). Cette étude a été menée afin de mesurer les dimensions des fibres d'écorce d'épinette noire (*Picea mariana*), car leurs morphologies ne sont pas référencées dans la littérature. Les longueurs (L), diamètres (D) et leur rapport de forme (L/D) donnent des indices sur l'efficacité de ces fibres à agir en tant qu'agent de renfort (le plus élevé le ratio L/D, le plus élevé l'efficacité) dans les WPC. De plus, l'extraction de molécules bioactives représente une valorisation très intéressante des écorces dans le contexte actuel de bioraffinage forestier. Le rapport de forme des écorces a été modifié par extraction à l'eau (-14% L/D) et à la soude (+55% L/D) mais également par les trois techniques de préparation des fibres post-extraction, soit une macération (+33% L/D), une trituration (+45% L/D) ou une sonication (+49% L/D). Cette analyse démontre l'intérêt d'étudier l'effet de l'extraction à la soude ainsi que la préparation par sonication sur des fibres d'écorces avant leurs usages dans un WPC afin d'optimiser leur potentiel d'action en tant qu'agent de renfort dans ce matériau.

INTRODUCTION

Les dimensions des fibres d'écorces sont peu étudiées. Le rapport de forme, correspondant au ratio longueur/diamètre (L/D), constitue un paramètre majeur pour les propriétés de composites bois plastique (WPC). En effet, avec un rapport de forme faible (<10), les fibres agiraient plus en tant que charge, n'ayant pas d'influence sur les caractéristiques mécaniques du matériau. Un ratio L/D plus élevé (>30), par contre, offre une morphologie plus allongée avec une surface spécifique intéressante pour obtenir un WPC plus performant. Les extractions et traitements post-extraction peuvent améliorer le rapport de forme des fibres d'écorces. D'autre part, le problème majeur dans les WPC est la nature hydrophile et polaire des écorces (ou fibres lignocellulosique) qui est incompatible avec la matrice polyoléfine non-polaire et hydrophobe. Cette difficulté pourrait être surmontée grâce à une extraction à l'eau ou à la soude¹, qui rendrait la fibre moins polaire en ayant permis d'extraire certains composés hydrophiles et polaires. De plus, la présence d'extractibles dans l'écorce d'épinette noire a un certain potentiel dans les domaines de la nutraceutique et pharmaceutique qui a déjà été démontré avec extraction à l'eau².

I. MATÉRIEL ET MÉTHODE

• Les fibres d'écorces raffinées d'épinette noire (*Picea mariana*) ont été obtenues de *FPIinnovations*[®] (Québec, Canada). Après avoir enlevé les contaminants par tamisage à 10 mesh, l'écorce a été conditionnée et raffinée avec un disque de raffinage *Andritz*. Les paramètres de raffinage utilisés étaient : une pression de vapeur de 12 bars, une distance de plaque de 0,1 mm, une vitesse de rotation de 2200 rpm et un temps de rétention de 3,5 min, le tout à 189°C. Une fraction a été gardée, après séchage, pour les mesures avec l'analyseur de fibres (FOA). Les fibres ont été observées

au microscope optique à des grossissements de x100 et de x400 avec une coloration au phloroglucinol (Figure 1).

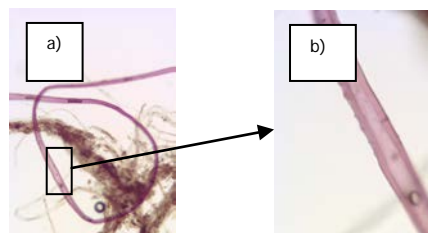


Figure 1. Observations au microscope optique de fibres d'écorces après raffinage *Andritz* et coloration au phloroglucinol ([a] x100 et [b] x400).

- Une partie des écorces obtenues ont été extraites à l'eau, en accord avec la littérature³, avec une concentration en écorces de 30 g/L pendant trois heures à ébullition. Il en résulte une perte de 18% en masse des fibres d'écorces. Une fraction a été prélevée, avant séchage, pour les mesures FOA.
- Une autre partie a été extraite à la soude selon la norme ASTM D1109 avec une concentration d'écorce de 20 g/L pendant une heure à ébullition. 36% de perte de masse a été mesurée après extraction. Une fraction a été prélevée, avant séchage, pour les mesures FOA.
- La macération post-extractions (à l'eau ou à la soude) des fibres, après séchage, a été réalisée avec de la liqueur de Franklin (50% peroxyde d'hydrogène à 20% et 50% d'acide acétique à 100%) à ébullition pendant 20 minutes. Une analyse FOA a été réalisée avant séchage.
- Trois triturations de 1200 tours ont été réalisées post-extractions, après séchage, en diminuant la concentration en fibres dans le triturateur après chaque cycle. Le tout a été filtré sur Büchner avec papier filtre Whatman #1. Ces fibres ont été analysées avant séchage avec le FOA.

- La sonication post-extraction a été réalisée avec une sonde à ultrason pendant 15 minutes dans de l'eau distillée sur des fibres d'écorces après séchage. Avant séchage, une analyse FOA a été effectuée sur ces fibres.

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

- Une analyse statistique (ANOVA, Tableau 1), permet de découvrir qu'il existe une interaction entre le type d'extraction (eau ou soude) et la préparation post-extraction (macération, trituration ou sonication). Il est logique que la préparation agisse de façon différente en fonction de la morphologie initiale des fibres qui semble différente avant versus après extraction.

Tableau 1. Résultat de l'ANOVA (valeurs de F) du rapport de L/D

Facteur simple	L/D
Extraction	634**
Préparation post-extraction	1580**
<i>Interaction</i>	
Extraction x Préparation	141**

** = significatif à un niveau de probabilité de 0,01.

- Les fibres d'écorces raffinées par disque *Andritz* ont une longueur ($0,89 \pm 0,03$ mm) plus faible que les fibres de xylème macérées ($1,42 \pm 0,02$ mm) qui ont été utilisées comme témoin dans ce travail. Ce résultat n'est pas surprenant, car les fibres de xylème des résineux sont théoriquement plus longues que celle des écorces. D'autre part, le diamètre des fibres d'écorces (46 ± 2 µm) est semblable à celui des fibres de xylème macérés (43 ± 1 µm), ce qui tend à prouver que le raffinage par disque *Andritz* est efficace pour séparer les fibres. Le rapport de forme (L/D) est supérieur pour les fibres de xylème (36 ± 1) par rapport aux fibres d'écorces (28 ± 1). Il faut donc prévoir un traitement après le raffinage à disque pour rendre les écorces plus intéressantes que les fibres de xylème en vue d'une utilisation en tant qu'agent de renfort dans les WPC.

- L'extraction à l'eau n'a pas d'influence sur les dimensions (L, D et L/D) des fibres d'écorces (Figure 2). Toutefois, l'extraction à la soude (NaOH) contribue à un défilage (mise en pâte - séparation des fibres par une défilification) proche du procédé papetier Soda, en diminuant le diamètre des fibres et en les « dépliant », ce qui fait augmenter leur longueur et donne ainsi un L/D amélioré significativement par rapport aux écorces raffinées par disque *Andritz* (Figure 2).

- La macération a un effet de séparation des fibres, diminuant leur diamètre, et tend aussi à les « déplier », augmentant leur longueur par rapport aux fibres raffinées sans traitement ni extraction. Ces deux actions permettent d'augmenter le rapport L/D (Figure 2). La trituration a un effet similaire à la macération (Figure 2).

- La sonication est la technique la plus rapide pour améliorer le rapport de forme (L/D) de façon significative (Figure 2) par rapport aux extractions et aux autres traitements post-extraction étudiés ici.

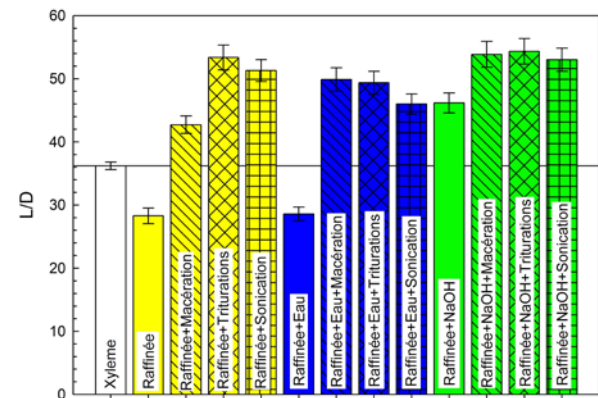


Figure 2. Évolution du rapport de forme L/D pour chaque traitement étudiés.

III. CONCLUSIONS

- Les résultats démontrent que les fibres d'écorces ont une longueur plus faible que celles du xylème, et ainsi un rapport de forme L/D significativement inférieur.

- L'extraction à la soude est la plus efficace, versus celle à l'eau, pour modifier les dimensions des fibres d'écorces et augmenter le rapport de forme L/D.

- La sonication est un traitement plus rapide ayant un impact plus significatif que les autres traitements, donnant ainsi les meilleurs rapports de forme (L/D), qui peuvent doubler.

- Le traitement par sonication peut être un prétraitement à étudier sur des fibres raffinées (*Andritz*) avant de les intégrer dans des WPC afin d'optimiser leur potentiel d'action en tant qu'agent de renfort dans ce nouveau matériau.

¹ Belgacem et Gandini 2005. The surface modification of cellulose fibers for use as reinforcing elements in composite materials. *Composite Interfaces* 12(1-2): 41-75.

² Garcia-Perez M.E., Royer M., Desjardins Y., Pouliot R. et Stevanovic T. 2012. Picea mariana bark: A new source of trans-resveratrol and other bioactive polyphenols. *Food Chemistry* 135: 1173-1182.

³ Ngucho-Yemele. M. C., Koubaa. A., Cloutier. A., Soullounganga. P., Stevanovic. T., et Wolcott. M. (2013). Effects of hot water treatment of raw bark. coupling agent. and lubricants on properties of bark/HDPE composites. *Industrial Crops and Products*. 42. 50-56.

Auteurs: Nicolas Mariotti M.Sc., Alexis Achim Ph.D. et Tatjana Stevanovic Ph.D.

Pour plus d'informations: Tatjana Stevanovic, professeur titulaire

Tatjana.Stevanovic@sbf.ulaval.ca ; (418) 656-7337

Centre de recherche sur les matériaux renouvelables, Pavillon Gene-H.-Kruger,
2425 rue de la Terrasse, Université Laval, Québec, Qc, Canada G1V 0A6

<http://www.materiauxrenouvelables.ca>