



NOTE DE RECHERCHE

MAI 2016 • v.3, N°5.

ÉTUDE DE L'OXYDATION TEMPO SUR UNE PÂTE THERMOMÉCANIQUE POUR LA FABRICATION DE FILMS DE NANOCELLULOSE

Résumé : Ce travail met en avant la possibilité de fabriquer des films de nanocellulose à partir d'une pâte thermomécanique (PTM) à l'aide d'une oxydation au TEMPO. De manière à approfondir les connaissances sur l'effet de l'oxydation d'une PTM, la pâte initiale est séparée en plusieurs fractions de fibres suivant leur taille. Après oxydation, un gel est formé à partir de la pâte puis séché pour obtenir des films. Les caractéristiques de ces films diffèrent d'une fraction à l'autre, pouvant entraîner des écarts d'angle de contact jusqu'à 12,8°, un module de Young de 2022 MPa à 3240 MPa ou encore une transmission de lumière allant de 50% à 80%. Des images obtenues au microscope électronique permettent de confirmer la présence de fibres à l'échelle nanométrique, mais montrent également la présence de fibres à l'échelle microscopique.

Applications potentielles et retombées industrielles : Donner une technique de production de nanocellulose à partir d'une pâte thermomécanique, contenant de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine, permettant ainsi aux industries québécoises de diversifier leur domaine d'activité.

INTRODUCTION

La production de nanocellulose est de plus en plus étudiée depuis quelques années pour ses nombreuses applications (domaine médical, renfort papetier, etc.). Cette nanocellulose est, à l'heure actuelle, principalement obtenue à partir de pâte Kraft (procédé chimique) composée quasi exclusivement de cellulose. Au Québec, la majeure production de pâte à papier est obtenue à l'aide d'un procédé thermomécanique moins dispendieux et plus écologique. Cette technique ne permet cependant pas d'obtenir une pâte composée uniquement de cellulose. Les autres constituants majoritaires du bois sont conservés, à savoir les hémicelluloses et la lignine.

L'oxydation TEMPO permettant d'obtenir la nanocellulose à partir de la pâte Kraft a un comportement différent en présence de l'ensemble des constituants. En effet, des études ont montré que l'oxydation TEMPO a un impact sur la lignine¹, ce qui explique la différence de réactivité entre la pâte Kraft et la pâte thermomécanique (PTM).

L'objectif de cette étude est donc de montrer qu'il est possible de produire des films de nanocellulose à partir de PTM malgré la présence d'hémicelluloses et de lignine puis de déterminer quelques caractéristiques de ces films.

I. MATÉRIEL ET MÉTHODE

• Les PTM primaire et secondaire obtenues chez Kruger sont fractionnées dans un Bauer McNett selon la taille des fibres. Ainsi les fractions R14, P14/R28, P28/R48 et R48 correspondent à des fractions de fibres longues et les fractions P48/R200, P200 et P48 à des fractions de fibres courtes.

• Le procédé d'oxydation TEMPO effectué suit la méthodologie décrite par Isogai². Les quantités des réactifs TEMPO/NaBr/NaOCl à utiliser sont déterminées en fonction de la masse de pâte sèche à oxyder (quantités respectives des réactifs : 0,30 mmol/kg ; 1,80 mmol/g ; 18,6 mmol/g).

• La pâte oxydée est dispersée à une consistance de 0,7% dans de l'eau déminéralisée à l'aide d'un mélangeur domestique pendant 24 min (cycle de 45s de marche et 15s de repos pour limiter l'augmentation de la température). La solution obtenue est versée dans des coupelles en aluminium de 60 mL placées dans une enceinte à air forcé (à température ambiante). Après 48h, les films de nanocellulose sont obtenus.

• Des imageries de surface des films sont faites avec un microscope électronique à balayage (MEB). Des tests d'angle de contact sont réalisés pour déterminer l'hydrophobicité des films. Des essais de traction sont effectués pour observer la résistance des films et leur aptitude à la déformation. Enfin, la quantité de lumière transmise à travers les films est mesurée.

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

• Les images obtenues au MEB (Figure 1) montrent qu'on retrouve des fibres à l'échelle nanométrique (flèche blanche), mais aussi à l'échelle microscopique (flèche noire) dans les films. Les chaînes de cellulose ne sont pas suffisamment attaquées lors de l'oxydation TEMPO pour obtenir uniquement des fibres à l'échelle nanométrique probablement dû à la présence de lignine.

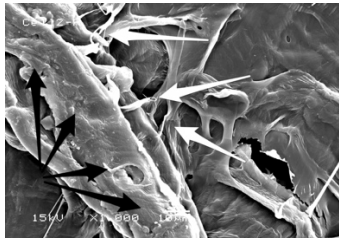


Figure 1. Image MEB d'un film de nanocellulose de PTM

- La mesure d'angle de contact permet de déterminer l'hydrophobicité des films, un angle inférieur à 90° correspond à un matériau hydrophile, tandis qu'un angle supérieur à 90° dénote un comportement hydrophobe. La surface des films est hydrophile (Tableau 1), mais plus hydrophobe (maximum 24% d'augmentation) qu'un film de nanocellulose pure (60°) qui s'explique par la présence de lignine hydrophobe dans le matériau.

Tableau 1. Angle de contact (°)

Primaire entière	66,0
Primaire R48 (long)	67,7
Primaire P48 (court)	74,0
Secondaire entière	77,6
Secondaire R14 (long)	72,8
Secondaire P14/R28 (long)	71,6
Secondaire P28/R48 (long)	76,9
Secondaire P48/R200 (court)	78,8
Secondaire P200 (court)	76,0

- Le comportement des films face à une elongation longitudinale peut être assez différent suivant les fractions de pâte initiale (Figure 2). On peut constater que les résistances sont plus importantes pour la pâte secondaire que pour la pâte primaire. En effet, le second raffinage permet de libérer des microfibrilles à la surface des fibres, qui une fois oxydées, augmenteront le potentiel de liaison entre les fibres et vont accroître la rigidité du film.

- La détermination de la transmission de lumière à travers les films montre également une importante disparité selon les fractions (Figure 3). Pour un

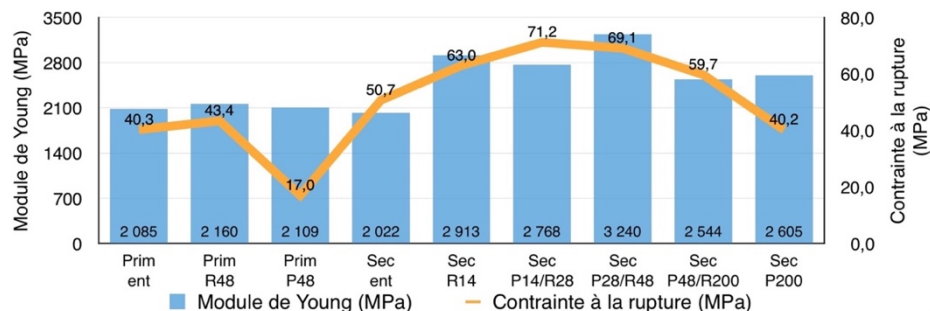


Figure 2. Comportement physique des films face à une tension longitudinale

grammage relativement semblable, des épaisseurs de film et des transmissions de lumière bien différentes peuvent être obtenues. La quantité de lumière transmise pouvant être influencée par la composition du matériau (en lignine notamment) et les longueurs de fibres, on peut considérer que la fraction de fibres les plus courtes (P200) est défavorable au passage de la lumière et donc probablement que le contenu en lignine est important dans cette fraction.

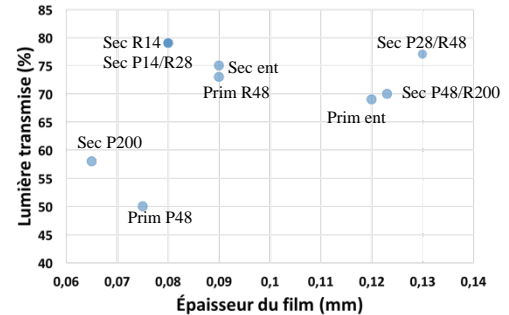


Figure 3. Transmission de la lumière à travers les films

III. CONCLUSIONS

- La valorisation des pâtes thermomécaniques québécoises par la production de nanocellulose est possible grâce à l'oxydation TEMPO.

- La présence de lignine dans la pâte modifie le comportement de celle-ci lors de l'oxydation et également les propriétés du matériau final obtenu.

- La fraction initiale pour l'oxydation a un effet sur le comportement physique des films de nanocellulose. Pour des applications spécifiques, il peut être intéressant de faire des essais sur plusieurs fractions et voir celle qui possède les propriétés recherchées.

¹ P. Ma, S. Fu, H. Zhai, K. Law, C. Daneault, Influence of TEMPO-mediated oxidation on the lignin of thermomechanical pulp, *Bioresource Technology* (2012), Vol. 118, 607-610

² A. Isogai, T. Saito, H. Fukuzumi, TEMPO-oxidized cellulose nanofibers, *Nanoscale* (2011), Vol. 3, 71-85

Auteurs : David Myja M.Sc.A., Éric Loranger Ph.D., Ing. et Robert Lanouette Ph.D., Ing.

Pour plus d'informations : Éric Loranger, professeur
Eric.loranger1@uqtr.ca ; (819) 376-5011 poste 4518

Centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques, UQTR

www.uqtr.ca/crml

www.materiauxrenouvelables.ca