

Valorisation de l'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble

Alain Cloutier¹, Pierre Blanchet^{2,1}, Ahmed Koubaa^{3,1}, Tatjana Stevanovic¹,
Papa Niokhor Diouf¹, Martin-Claude Ngueho-Yemele¹, Patrice Soulounganga¹, Aziza Lizdaoui¹

¹Centre de recherche sur le bois
Pavillon Gene-H.-Kruger
2425, rue de la Terrasse
Université Laval
Québec, Qc, G1V 0A6

²FPIInnovations – Division Forintek
319, rue Franquet
Québec, Qc, G1P 4R4

³Unité d'enseignement et de recherche en sciences appliquées
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue
445 boul. de l'Université
Rouyn-Noranda Qc, J9X 5E4

Collaborateurs: Produits forestiers Arbec, L'Ascension, Québec
 Lousiana-Pacific OSB, Chambord, Québec
 Washington State University, Pullman, WA, USA

Résumé

Ce projet avait pour but d'identifier des voies de valorisation des résidus d'écorce de deux espèces commercialement importantes, l'épinette noire et le peuplier faux-tremble. Des composés chimiques connus sous le nom de proanthocyanidines (PAS) ont été isolés à partir des extraits à l'eau chaude de l'écorce d'épinette noire, l'extrait brut en contenant 29,0%. Il a été démontré que ces composés possèdent des propriétés anti-oxydantes remarquables: anti-allergénique, antimicrobienne, anti-inflammatoire et anti-analgésique. Dans le cas des écorces de peuplier faux-tremble, le rendement d'extraction à l'eau chaude est de 14 %. L'extrait brut à l'eau chaude et ses fractions ont également démontré un potentiel anti-oxydant. Les travaux ayant porté sur la fabrication de panneaux à base d'écorce démontrent qu'il est possible de fabriquer des panneaux contenant jusqu'à 50% d'écorce non extraite d'épinette noire et de peuplier faux-tremble dont les propriétés physiques et mécaniques satisfont aux exigences des normes en vigueur dans l'industrie suggérant des possibilités d'utilisation dans le domaine de la fabrication des meubles et des armoires de cuisine, comme sous-plancher ou comme substrat pour la lamination. Les résultats de caractérisation des panneaux composite écorce-plastique extrudés démontrent que leurs propriétés physiques et mécaniques varient en fonction de l'espèce, de la proportion d'écorce et de la longueur des fibres. Les composites d'écorce d'épinette noire présentent de meilleures performances mécaniques que ceux de peuplier faux-tremble. Les travaux effectués dans le cadre de ce projet ont le potentiel de permettre le développement de trois types de produits novateurs à partir de l'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble: les extraits, les panneaux de particules et les composites écorce-plastique.

Introduction

L'écorce peut être considérée comme un sous produit de la production de bois de sciage, de panneaux agglomérés et dans certains cas des pâtes et papiers. Ces écorces sont en bonne partie utilisées pour la production d'énergie thermique et électrique (cogénération). Au moment de démarrer ce projet en 2004, environ 25 % de l'écorce produite demeurait non utilisée au Québec, ce qui correspondait à environ un million de tonnes métriques anhydres. Au Saguenay Lac Saint-Jean, la masse d'écorce disponible annuellement était de l'ordre de 112 000 tonnes métriques anhydres. La situation a changé depuis en raison de la hausse importante des coûts de l'énergie et de l'utilisation de pratiquement la totalité des résidus d'écorce pour la production d'énergie thermique et électrique. Il demeure toutefois pertinent de chercher des utilisations alternatives de l'écorce permettant de valoriser davantage cette ressource. Le but de ce projet était donc d'explorer comment on pourrait valoriser l'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble au niveau des extraits ainsi que de la fabrication de panneaux de particules et de composites écorce-plastique.

La valorisation de la biomasse par l'identification des composés bioactifs représente une avenue intéressante afin d'accéder à de nouveaux marchés. Il est connu que les résidus de l'industrie de transformation du bois sont disponibles en grande quantité et contiennent une quantité importante d'extractibles, en particulier dans le cas des écorces. Ces extraits peuvent entrer dans la formulation des produits pharmaceutiques, cosmétiques et nutraceutiques. D'autre part, l'industrie québécoise du panneau aggloméré à base de bois fait présentement face à une rareté de matière première causée par le ralentissement de l'industrie du sciage. L'intérêt pour une source de matière première alternative telle que les résidus d'écorce devient intéressante. Le contexte est donc très favorable pour le développement d'utilisations nouvelles et à plus grande valeur ajoutée de l'écorce.

Objectifs

Les principaux objectifs du projet étaient :

1. Caractériser les propriétés des extraits de l'écorce de peuplier faux-tremble et d'épinette noire et évaluer leur potentiel pour divers produits;
2. Optimiser la proportion et la granulométrie de l'écorce extraite et non extraite pour la production de panneaux de particules;
3. Déterminer les propriétés physiques et mécaniques des panneaux de particules produits à partir d'écorce extraite et non extraite;
4. Évaluer le potentiel de fabrication de composites écorce-plastique par extrusion.

Méthodologie et principaux résultats par objectif

Objectif 1. Caractérisation des propriétés des extraits de l'écorce de peuplier faux-tremble et d'épinette noire et évaluation de leur potentiel pour divers produits.

Proanthocyanidines (PAs) des écorces d'épinette noire

Les écorces d'épinette noire ont d'abord été extraites à l'aide de deux solvants dont le premier est un mélange acétone/eau (70/30, v/v), mélange considéré dans la littérature comme étant le meilleur solvant pour recueillir les PAs, et le second étant l'eau chaude. Les rendements d'extraction obtenus sont respectivement de 8% et de 10% par rapport à la masse d'écorces anhydres. Les études préliminaires concernant l'activité anti-oxydante par DSC (Differential Scanning Calorimetry) ont montré que l'extrait d'écorces à l'eau chaude est plus efficace que celui obtenu au mélange acétone/eau. Un fractionnement de ces deux extraits bruts a été effectué. Les mesures de l'activité anti-oxydante des fractions démontrent que la fraction la plus efficace est celle contenant les PAs polymères quelque soit le solvant d'extraction.

Dans un souci d'ordre environnemental et selon les rendements d'extraction obtenus, les PAs ont été isolés à partir des extraits à l'eau chaude. Deux fractions ont été obtenues: la fraction OWP contenant essentiellement des PAs oligomères (11,8 % extrait brut anhydre) et la fraction WP contenant essentiellement des PAs polymères (49,1 % extrait brut anhydre). Les analyses HPLC (High-Performance Liquid Chromatography) et spectro-photométriques nous ont permis de déterminer la nature des PAs. Ces deux fractions, OWP et WP, contiennent respectivement 14,8% et 60,8 % de proanthocyanidines, l'extrait brut en contenant 29,0%. En plus des PAs oligomères s'ajoute une quantité intéressante de taxifoline (43,0 mg/g) dans la fraction OWP. La taxifoline est connue dans la littérature comme un produit possédant des propriétés anti-oxydantes remarquables, anti-allergéniques, antimicrobiennes, anti-inflammatoires et anti-analgésiques. Une étape d'isolation et de purification des PAs a été effectuée et nous a permis d'affirmer que les PAs contenues dans les extraits à l'eau chaude de l'écorce d'épinette noire sont des procyanidines dont les unités monomériques sont principalement la catéchine.

La thiolysse nous a permis de déterminer les degrés de polymérisation moyens (DPM) des fractions étudiées. La fraction OWP est une source de PAs oligomères et de taxifoline avec un DPM de 3,3, tandis que la fraction WP une source de PAs polymères dont le DPM est de 7,6. Ces deux fractions sont d'autant plus intéressantes d'un point de vue bioactivité de par leur efficacité anti-oxydante remarquable. Elles présentent des propriétés anti-oxydantes supérieures à celle du Trolox (analogue hydrophyle de l' α -tocophérol, plus connu sous le nom de vitamine E), un anti-oxydant de synthèse couramment utilisé par les industries. L'activité anti-oxydante de la fraction OWP provient essentiellement de la taxifoline tandis que celle de la fraction WP des PAs polymères purifiés (DPM = 10).

Propriétés anti-oxydantes des extraits d'écorce de peuplier faux tremble

Comme dans le cas des écorces d'épinette noire, nous avons étudié les propriétés anti-oxydantes de l'extrait d'écorces de peuplier faux tremble à l'eau chaude et de ses fractions obtenues par extraction liquide-liquide en fonction de la polarité (fraction terbutyl méthyl éther, fraction acétate d'éthyle, fraction n-butanol et fraction aqueuse). Les solvants utilisés ont été choisis selon les directives du programme des produits thérapeutiques de Santé Canada qui autorise l'usage de ces solvants pour l'extraction de produits naturels de santé. Le rendement d'extraction à l'eau chaude est de 14 %. En ce qui concerne les quatre fractions, les rendements d'extraction sont 1,5%, 2,0%, 2,8% et 7,6% respectivement pour la fraction à l'éther, à l'acétate d'éthyle, au butanol et enfin à l'eau. Nos résultats montrent que la fraction à l'éther est la plus riche en composés phénoliques auxquels on attribue généralement les propriétés anti-oxydantes (218,0 mg GAE/g d'extraits en phénols totaux dont 12,5 mg QE/g d'extraits en flavonoïdes et 18,3 mg CE/g d'extraits en flavanol). À ce jour, aucune étude n'a été effectuée sur l'activité anti-oxydante des extractibles d'écorce de peuplier faux tremble. Trois méthodes ont été utilisées pour l'évaluer. L'extrait brut à l'eau chaude et ses fractions ont démontré un potentiel anti-oxydant. La fraction au butanol semble la plus intéressante de par son activité anti-oxydante, comparée aussi bien à l'extrait brut et aux autres fractions car elle présente la meilleure activité sur deux des trois méthodes utilisées. À noter que les deux méthodes pour lesquelles la fraction au butanol a présenté la meilleure activité anti-oxydante mesurent l'influence globale d'un produit face aux phénomènes d'oxydation tandis que la troisième méthode (méthode DPPH) mesure l'aptitude des extraits à stabiliser un radical libre qu'on pourrait qualifier d'activité antiradicalaire plutôt que d'activité anti-oxydante. Ainsi, la fraction à l'éther présente la meilleure efficacité anti-radicalaire.

Objectifs 2 et 3. Optimisation de la proportion et la granulométrie de l'écorce extraite et non extraite pour la production de panneaux de particules et caractérisation de leurs propriétés

Fabrication de panneaux de particules et caractérisation des propriétés

Des écorces fraîches d'épinette noire et de peuplier faux-tremble ont été obtenues dans deux usines de la région du Saguenay Lac Saint Jean (Produits forestiers Arbec, l'Ascension et Louisiana-Pacific OSB, Chambord). La préparation et la caractérisation de ces écorces (séchage, extraction, broyage, tamisage, détermination de la masse volumique, etc.) a ensuite eu lieu dans les laboratoires du Centre de recherche sur le bois de l'Université Laval.

Soixante-quinze panneaux ont été fabriqués conformément au dispositif expérimental. Des essais mécaniques ont été effectués sur les panneaux d'écorce fabriqués. Les propriétés physiques et mécaniques suivantes ont été déterminées selon les normes en vigueur : module d'élasticité (MOE), module de rupture (MOR), cohésion interne (CI), dureté Janka, dilatation linéaire (DL), gonflement en épaisseur (GE). Les données recueillies ont fait l'objet d'analyses statistiques.

Les résultats obtenus démontrent une forte influence de la proportion et de la géométrie des particules d'écorce sur les propriétés des panneaux. Ainsi, les propriétés mécaniques des panneaux de particules diminuent avec l'augmentation de la proportion d'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble. Pour les mêmes raisons, on observe des augmentations légère et substantielle respectivement pour le gonflement en épaisseur (GE) et la dilation linéaire (DL). La géométrie des particules influence surtout la cohésion interne des panneaux. Pour des panneaux contenant 50% d'écorce, la cohésion interne diminue lorsque la taille des particules d'écorce augmente. Pour les autres propriétés mécaniques et physiques, la géométrie des particules a affecté surtout les panneaux à 100% d'écorce. Le traitement (ou l'extraction) à l'eau chaude des écorces a affecté les propriétés physico-chimiques des écorces en diminuant leur mouillabilité, leur acidité et la quantité de polyphénols susceptibles de réagir avec le formaldéhyde. Ainsi, à l'exception de la dureté, toutes les propriétés des panneaux d'écorce extraite étaient moins élevées que celles des panneaux d'écorce non extraite.

Ces résultats démontrent aussi qu'il est possible de fabriquer des panneaux contenant jusqu'à 50% d'écorce non extraite d'épinette noire et de peuplier faux-tremble dont les propriétés physiques et mécaniques satisfont les exigences de la norme ANSI A208.1-1999. Les performances physiques et mécaniques obtenues pour ces panneaux suggèrent des possibilités d'utilisation dans le domaine de la fabrication des meubles et des armoires de cuisine, comme sous-plancher ou comme substrat pour la lamination.

Les résultats obtenus suggèrent des travaux ultérieurs quant à l'amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux à base d'écorce.

Objectif 4. Évaluation du potentiel de fabrication de composites écorce-plastique par extrusion.

Préparation des écorces

Les écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble ont été raffinées et une partie extraite à l'eau chaude. Les écorces destinées à la production de composites écorce-plastique ont été séchées à une teneur en humidité inférieure à 1% et classifiées par tamisage en trois groupes (16-32 mesh; 32-60 mesh et 60-80 mesh) pour caractériser la longueur des fibres et étudier leur influence sur les propriétés des composites écorce-plastique.

Caractérisation des écorces

Les écorces ont été caractérisées en fonction des paramètres suivants :

1. *Teneurs en extractibles* : Les méthodes normées TAPPI 204 om-88 et TAPPI 207 om-93 ont été utilisées pour la détermination des différents constituants du matériel lignocellulosique. Elles consistent à extraire le matériel lignocellulosique par une série de solvants organiques, puis par de l'eau chaude. La méthode ASTM D1102-84 a été utilisée pour déterminer les cendres (résidus minéraux) qui subsistent après la combustion complète de la matière végétale.
2. *Morphologie des fibres* : L'analyseur de fibre (Fiber Quality Analyzer, FQA) a été utilisé pour la caractérisation de la morphologie des fibres. Cet appareil a permis de déterminer les paramètres suivants : Longueur et largeur moyenne des fibres, forme (ondulation et déformation), teneur en bûchettes et la grossièreté moyenne des fibres (coarseness).

3. *Propriétés thermogravimétriques* : Nous avons utilisé l'analyse thermogravimétrique (ATG) soit le système TGA/SDT A51 de Mettler Toledo pour déterminer si les caractéristiques thermiques des matières premières à associer (écorce extraite ou non et polymères) sont compatibles lorsqu'ils sont mis en forme. Le balayage de température a été effectué entre 25 et 600°C avec une vitesse de chauffe de 10°C/min sous atmosphère d'azote.

Mise en œuvre des composites écorce-plastique

Nous avons utilisé la technologie d'extrusion pour la mise en œuvre des composites écorce-plastique. Le renfort fut la fibre d'écorce ou de bois alors que la matrice fut le polyéthylène haute densité. L'agent coupleur utilisé fut le polyéthylène maléaté (MAPE). Les lubrifiants que nous avons utilisés sont : le OP-100 (un ester gras industriel), et le Zn-St/EBS (mélange de stéarate de zinc et de *N,N*-éthylène bis- stearimide). Pour certaines conditions, nous avons utilisé une charge soit le talc. Cette charge permet d'améliorer l'isolation thermique et la résistance à l'eau, et faciliter l'opération de moulage. Au total, 41 conditions expérimentales ont été testées pour étudier l'effet de l'espèce, de la morphologie, et du traitement des fibres (extraction).

La mise en forme des composites a été réalisé par extrusion à l'aide d'une extrudeuse double-vis conique Cincinnati de 35 mm au Wood Materials Engineering Laboratory du Washington State University, Pullman, Washington, USA. Les paramètres de mise en forme ont été maintenus constants pour tout le processus d'extrusion soit une température de 171,1 °C et une pression de – 28 pouces de mercure (p/Hg). Les vitesses de rotation optimisées sont de : 6 à 7 rpm pour les composites écorce/plastique d'épinette noire et 10 à 12 rpm pour les composites écorce/plastique de peuplier faux-tremble. Le profilé obtenu est d'une dimension de 1,5 par 0,375 pouce. Ce profilé est refroidi par des jets d'eau très froide, puis des jets d'air. Il peut ensuite être coupé aux longueurs standards.

Caractérisation des composites écorce-plastique

Les composites écorce-plastique obtenus furent caractérisés selon les méthodes normalisées appropriées. Les propriétés que nous avons mesurées sont : la masse volumique et la résistance à la flexion et à la traction.

Principaux résultats

Nos travaux ont permis de caractériser les propriétés chimiques ainsi que le comportement thermique des écorces d'épinette noire et du peuplier faux-tremble. Les résultats de caractérisation des panneaux composites écorce-plastique extrudés démontrent que leurs propriétés physiques et mécaniques varient en fonction de l'espèce, de la proportion d'écorce et de la longueur des fibres. Les modules d'élasticité (MOE) en flexion et en traction augmentent lorsque la proportion d'écorce dans les composites augmente. Les composites de fibres grossières d'écorce ont obtenu les valeurs les plus élevées de MOE comparativement à ceux de fibres moyennes ou fines. Les composites d'écorce d'épinette noire présentent de meilleures performances mécaniques comparativement à ceux de peuplier faux-tremble. Les extraits et les minéraux des écorces ne semblent pas avoir une influence significative sur les propriétés des composites. Certaines combinaisons des caractéristiques étudiées ont permis d'obtenir des propriétés mécaniques semblables à celle du témoin bois-plastique et même supérieures par exemple dans le cas de la déformation à la rupture.

Applicabilité des résultats et retombées escomptées

Les travaux effectués dans le cadre de ce projet ont démontré le potentiel de développement de trois types de produits novateurs à partir de l'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble: les extraits pour leurs propriétés anti-oxydantes, les panneaux de particules et les composites écorce-plastique.

Des composés chimiques connus sous le nom de proanthocyanidines (PAs) ont été isolés à partir des extraits à l'eau chaude de l'écorce d'épinette noire, l'extrait brut en contenant 29,0%. Il a été démontré que ces composés possèdent des propriétés anti-oxydantes remarquables: anti-allergénique, antimicrobienne, anti-inflammatoire et anti-analgésique.

Les travaux ayant porté sur la fabrication de panneaux à base d'écorce démontrent qu'il est possible de fabriquer des panneaux contenant jusqu'à 50% d'écorce non extraite d'épinette noire et de peuplier faux-tremble dont les propriétés physiques et mécaniques satisfont aux exigences des normes en vigueur dans l'industrie suggérant des possibilités d'utilisation dans le domaine de la fabrication des meubles et des armoires de cuisine, comme sous-plancher ou comme substrat pour la lamination.

Les résultats de caractérisation des composites écorce-plastique extrudés démontrent que leurs propriétés physiques et mécaniques varient en fonction de l'espèce, de la proportion d'écorce et de la longueur des fibres. Certaines combinaisons de ces caractéristiques ont permis d'obtenir des propriétés mécaniques semblables à celle du témoin bois-plastique et même supérieures par exemple dans le cas de la déformation à la rupture.