

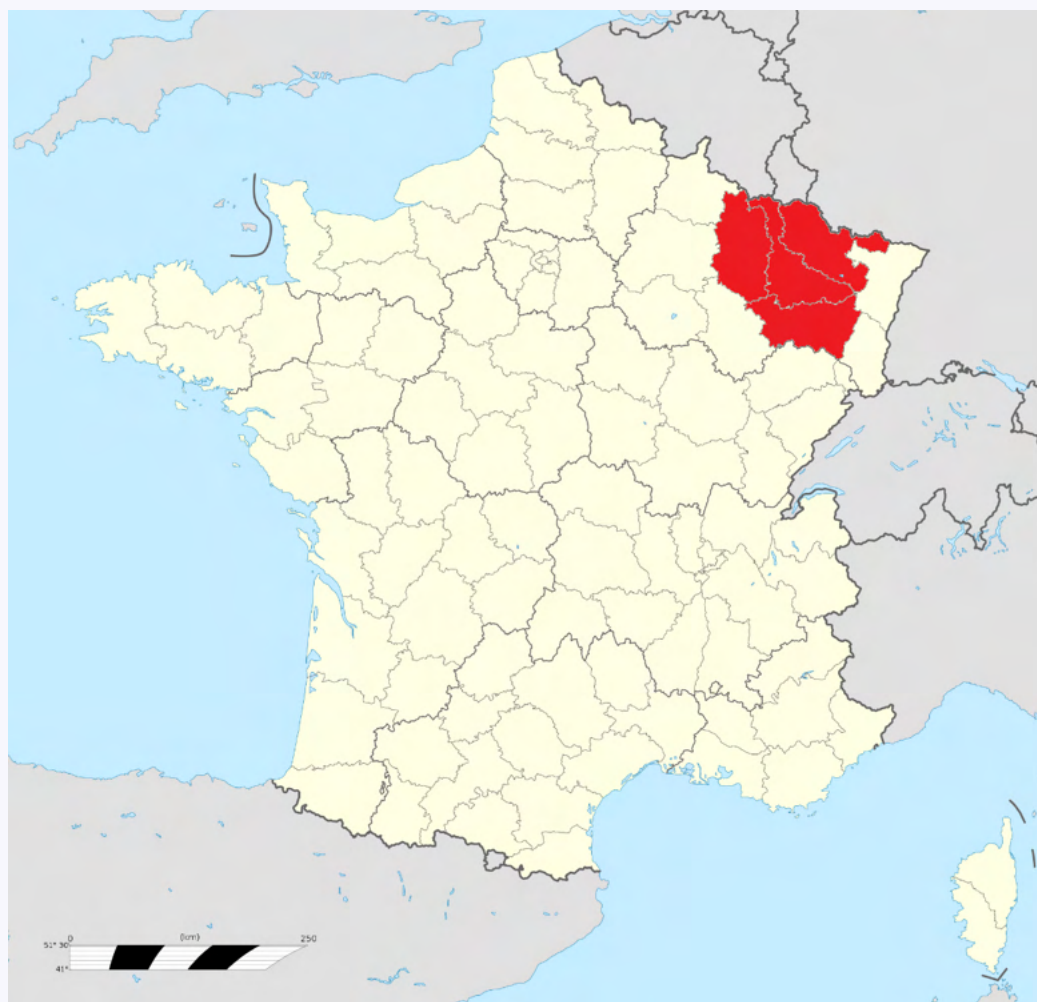
Retardateur de flamme biosourcé pour le bois et les matériaux à base de fibres naturelles



César SEGOVIA

Chargé projets – LERMAB - Université de Lorraine

Un laboratoire multidisciplinaire dédié à la science du bois



Staff :

- 12 professeurs,
- 30 professeurs assistants,
- 9 techniciens,
- 30 doctorants, 10 post doc

Chiffres clés:

- budget annuel : > 6M€
- 80 publications/an
- 40 conférences/an

4 équipes

● Matériaux en bois

- Anatomie, morphologie
- Durabilité, préservation
- Molécules du bois

● Valorisation de la biomasse

- Bois déconstruction, recyclage
- Lignine, biopolymers..
- Energie (gazéification, pyrolyses)

● Bâtiment

- Assemblage du bois
- Protection au feu
- Construction durable en bois

● Efficacité énergétique des bâtiments

- Integrating different types of energy
- Hybridization of resources

● Thématiques de mon groupe de recherche

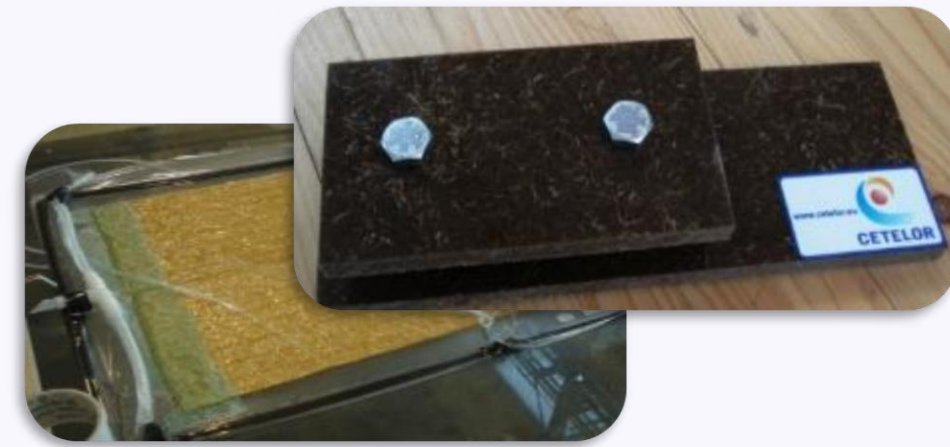
- ✓ Recyclage du bois déchet (BR1, BR2, C)
 - Elimination de la colle/produits de traitement
 - Recyclage en cascade (production de panneaux et composites)
- ✓ Extraction de molécules/ polymères
 - Molécules phénoliques
 - Lignine et autres biopolymères
- ✓ Prétraitement avant fermentation (levure et champignon)
 - Bioéthanol
 - Mycocomposites à partir de bois et bois déchet
- ✓ Défibrage, affinage de fibres libériennes (chanvre, lin etc...)
 - Textile
 - Composites
 - Panneaux de fibres, non tissés

**Production de
matériaux innovants
biosourcés**

● Moyenne de transfère technologique



Nontissés : Composites



Nontissés : Isolation



Textile : microfilature



● Moyenne de transfère technologique



Projets :

- Développement d'un procédé de recyclage écologique du MDF
- Valorisation de déchets de panneaux de fibres de densité moyenne par la formulation d'un composite imprimable en 3D sur un support à base de bois

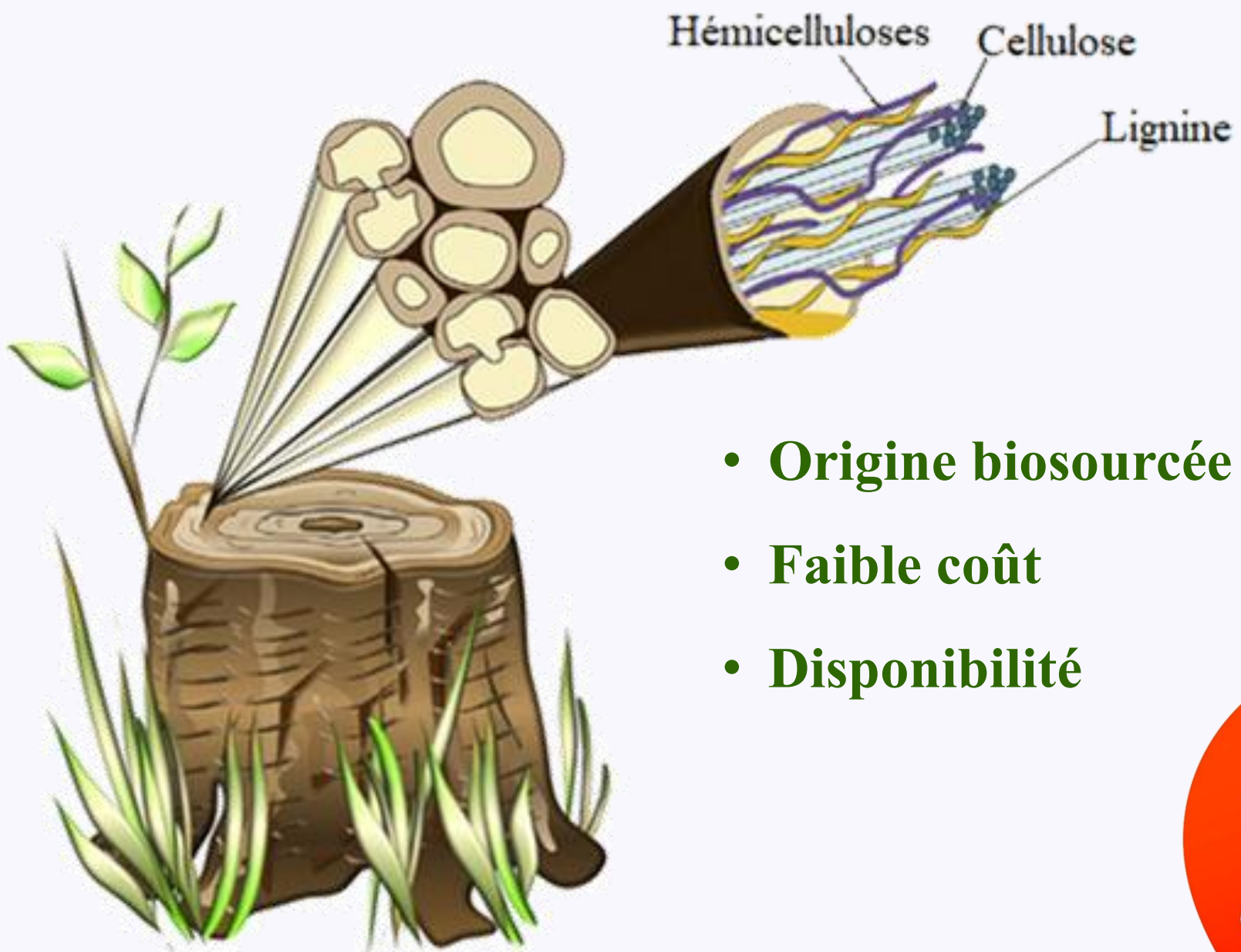
Production de myco-composite à partir de biomasse bois déchets

Projets européen :

Projet **Horizon** Europe Wood2Wood

Projet CBE In2Wood :
Innovative integral approach for wood waste depollution and multi-sector valorisation.

● Projets d'innovation biocourcés



- Origine biosourcée
- Faible coût
- Disponibilité



**Comportement
au feu**

Applications



● Les retardateurs de flamme



Joseph Louis Gay-Lussac

XIX^e siècle

1735 Premier brevet
Obadjah Wyld

400 av. J.C.
Egyptiens



- **Minéraux**
- **Halogénés**
- **Azotés**
- **Phosphorés**

Greffage du phosphore

- Plasma
- Ionisation
- Chimique
- Corona
- Physique
- Thermique

● Procédé d'ignifugation

- Retardateurs de flamme biosourcé
- Traitement durable, résistant à la lixiviation / lavage

**Solution
ignifugeante**

Application

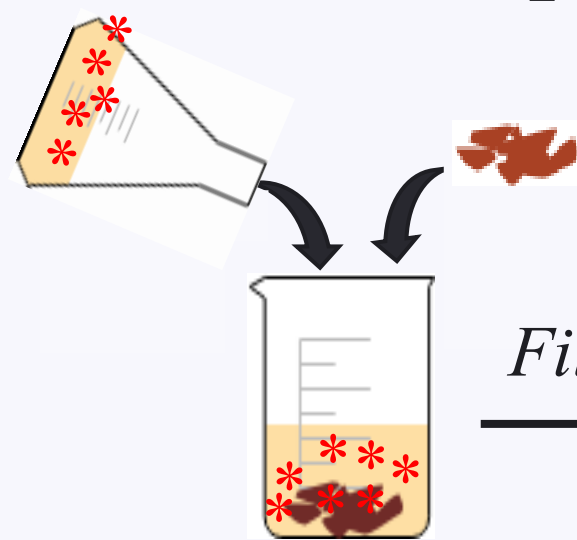
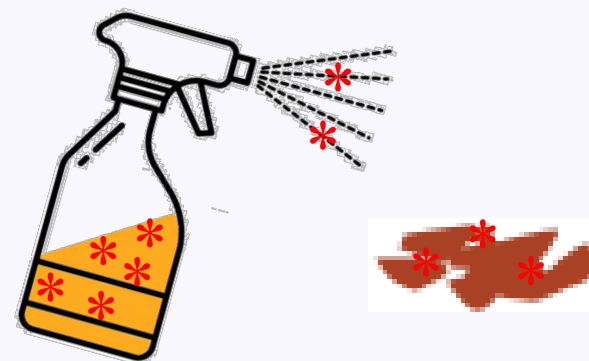
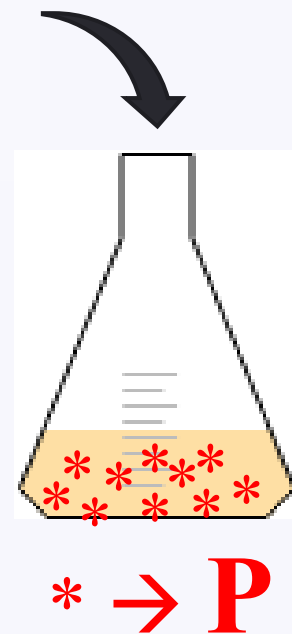
**Greffage
thermique**

Lavage

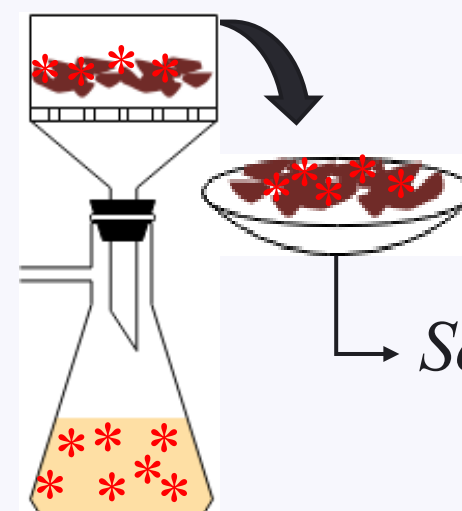
Badigeonnage

Pulvérisation

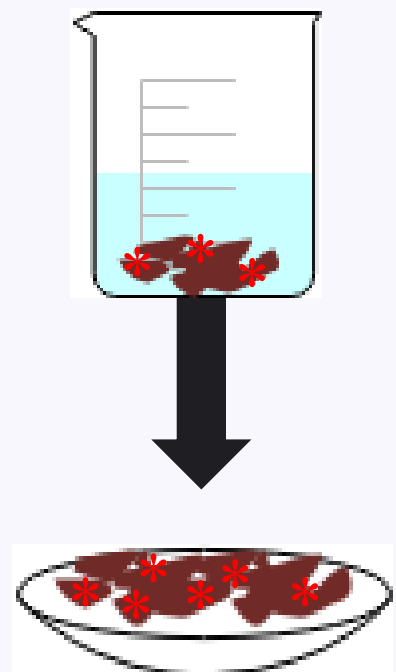
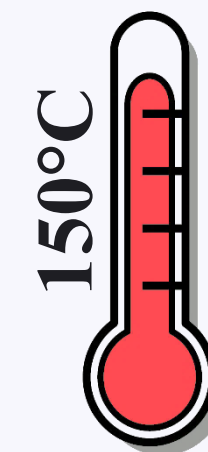
Imprégnation



Filtration



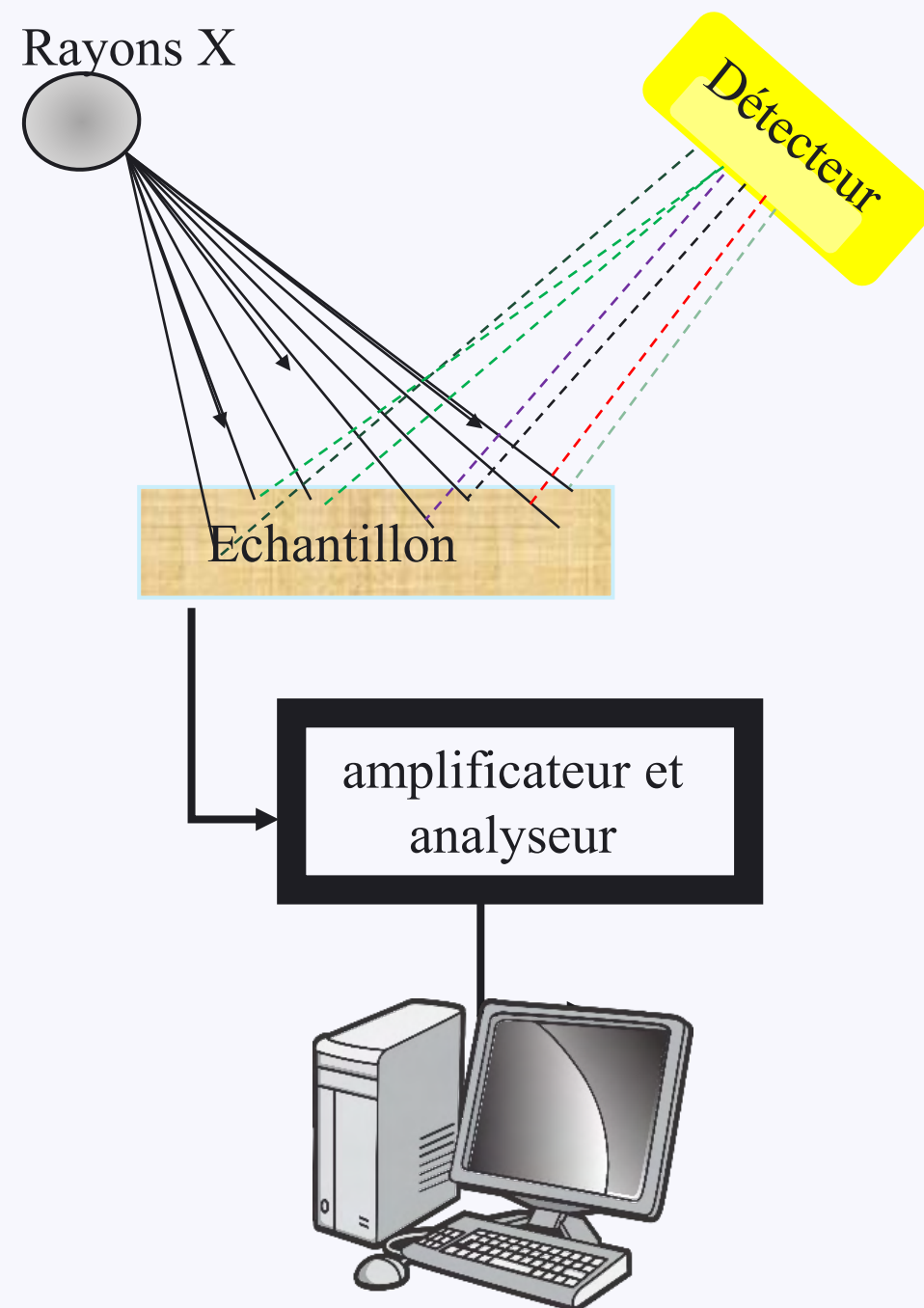
Séchage



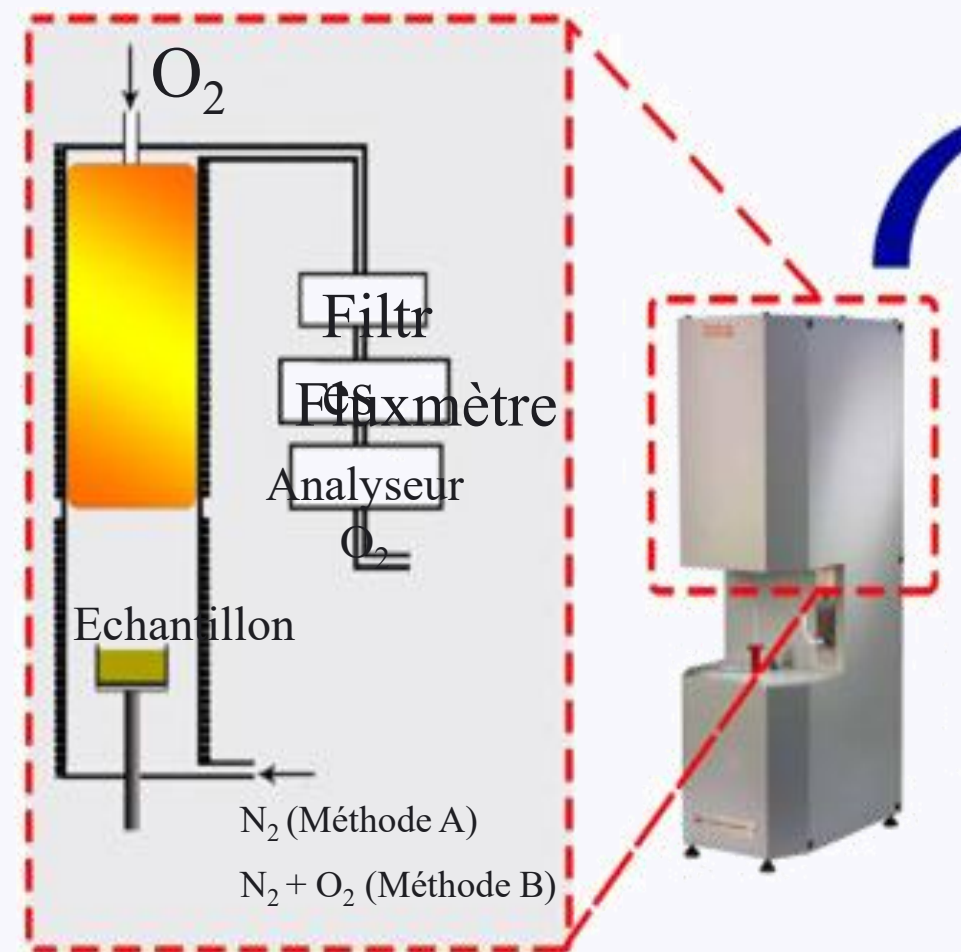
● Techniques de caractérisation

XRF → Dosage P

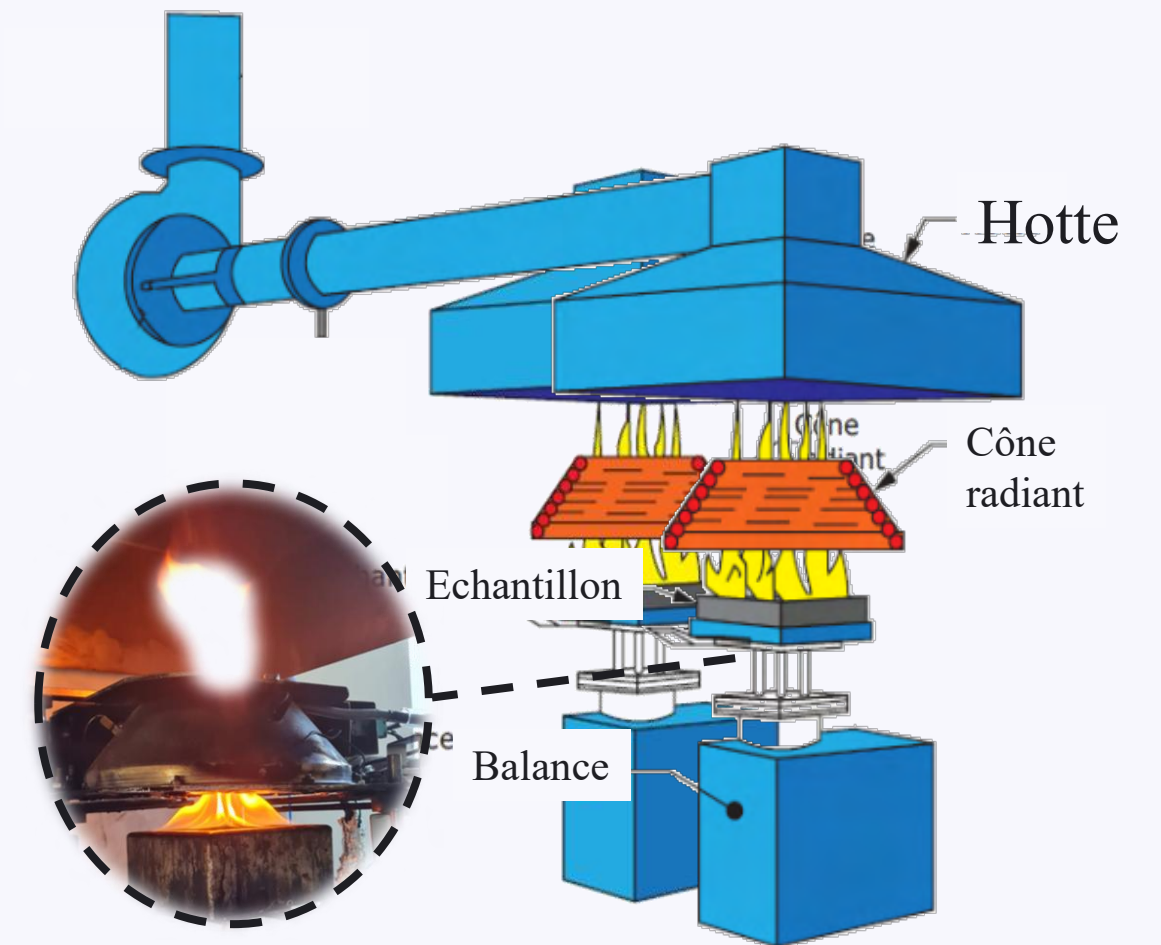
Analyse par fluorescence des rayons X



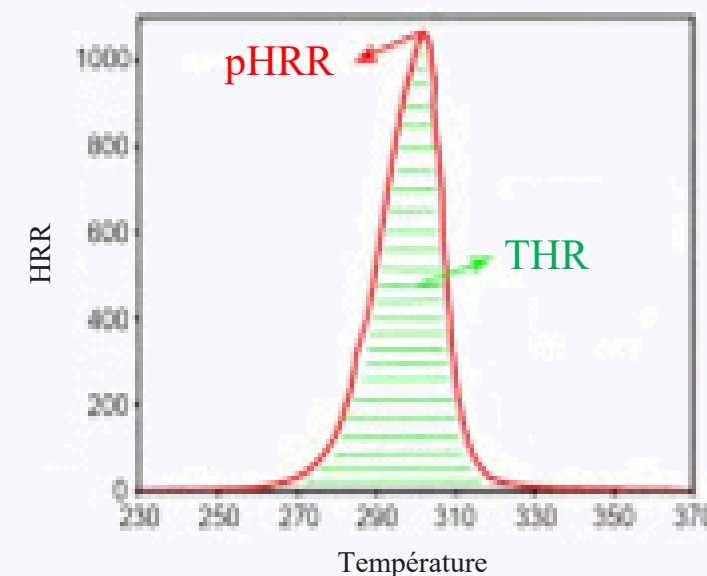
Microcalorimètre à combustion



Cône Calorimètre



Acquisition de données

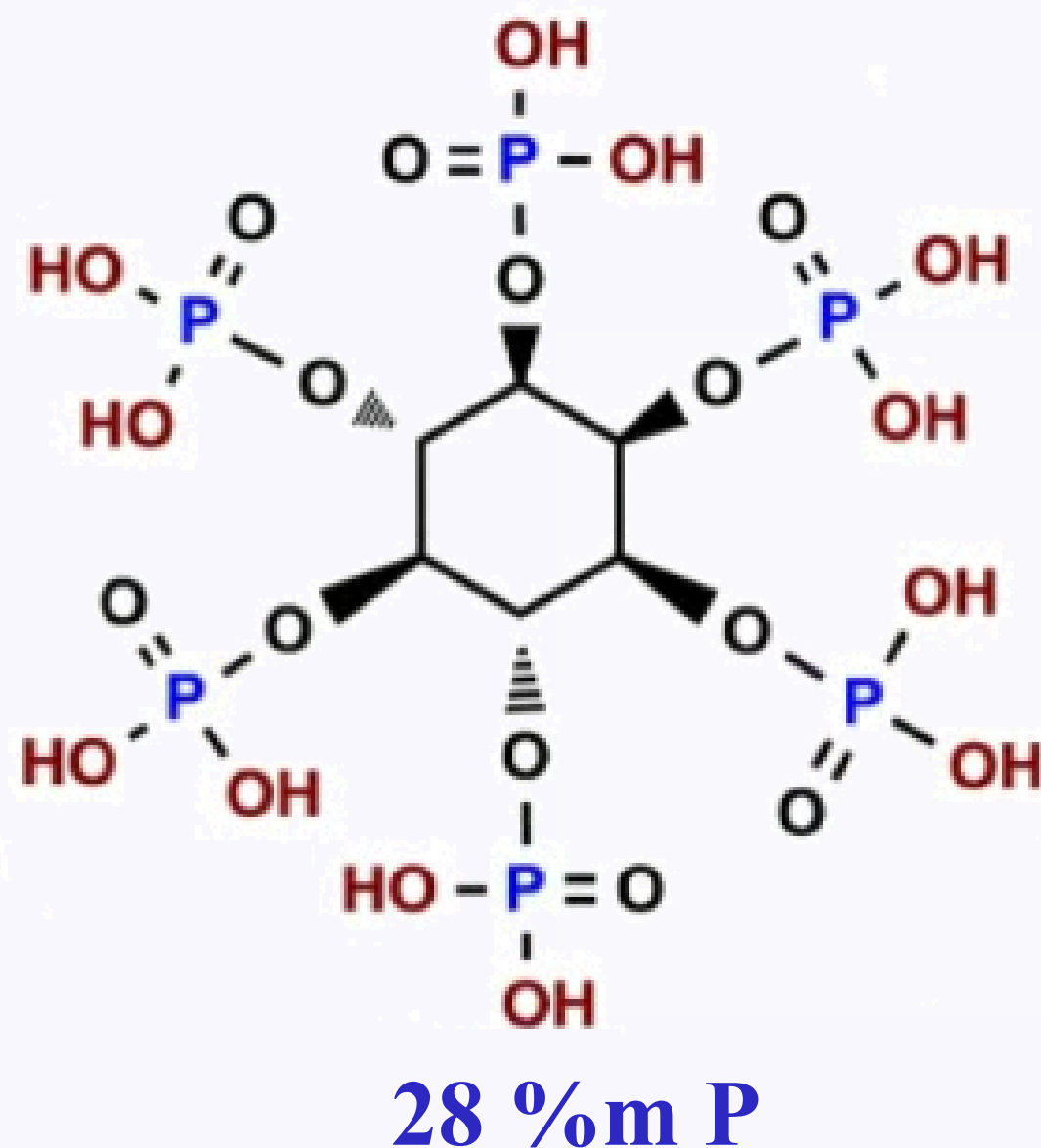


● Les retardateurs de flamme

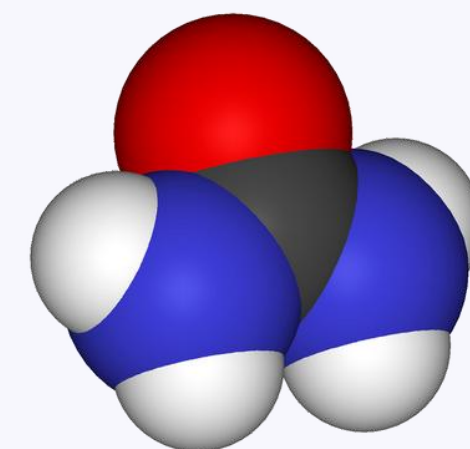
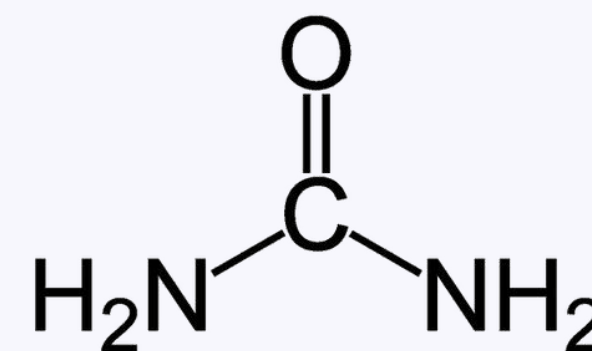
Respectueux de l'environnement
Biosourcé



Acide Phytique

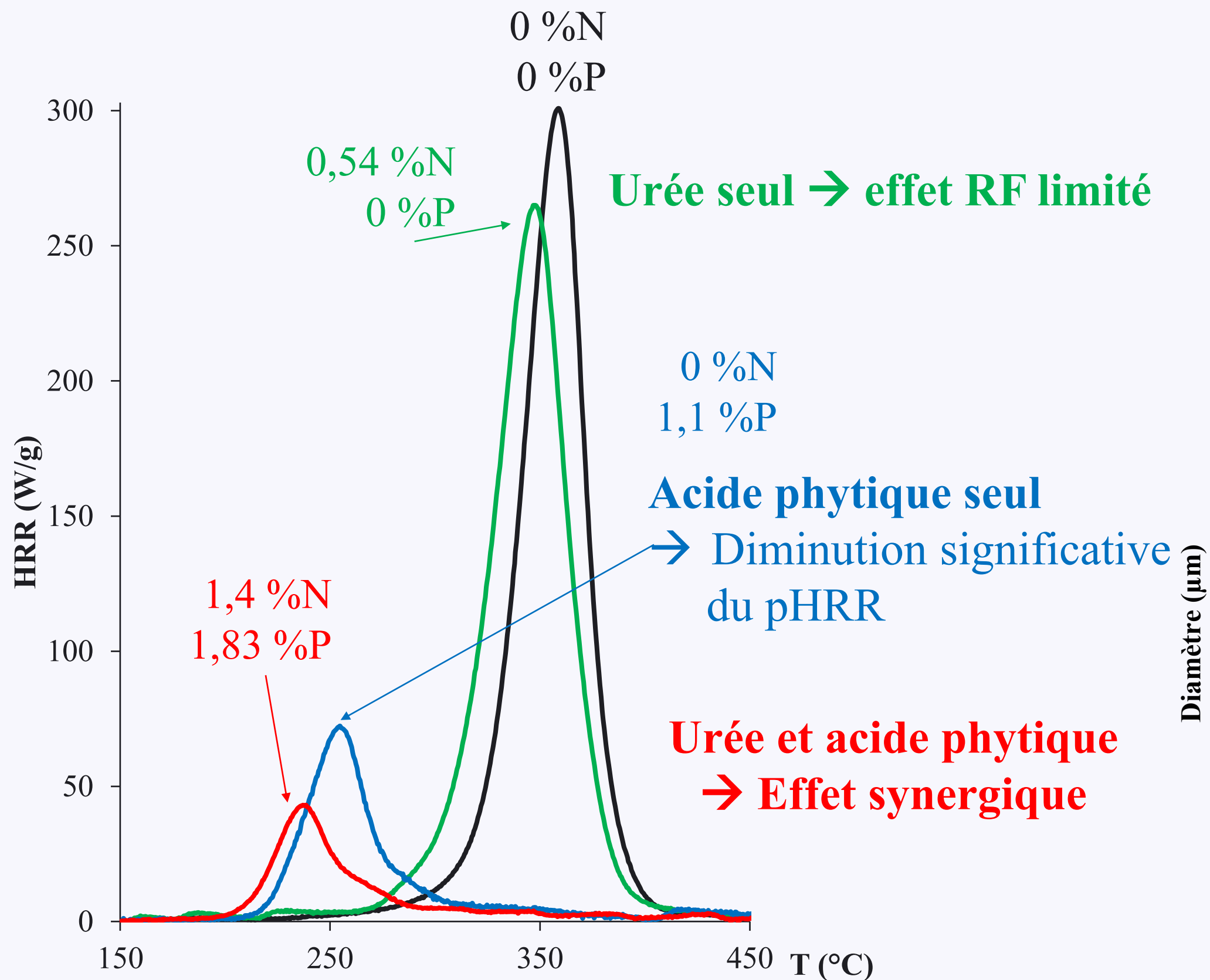


Urée



● Pourquoi l'acide phytique et l'urée ?

● Rôle des réactifs

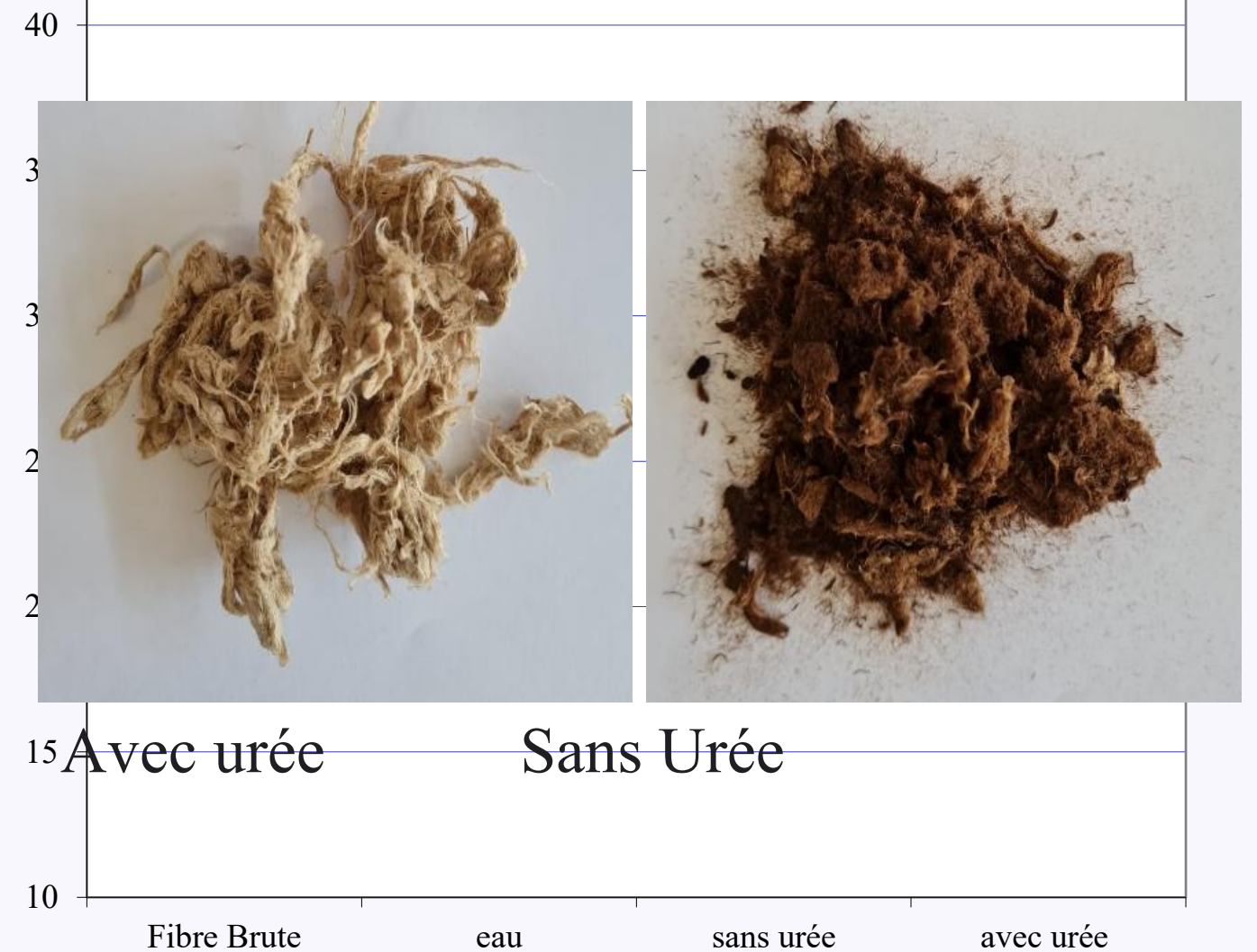


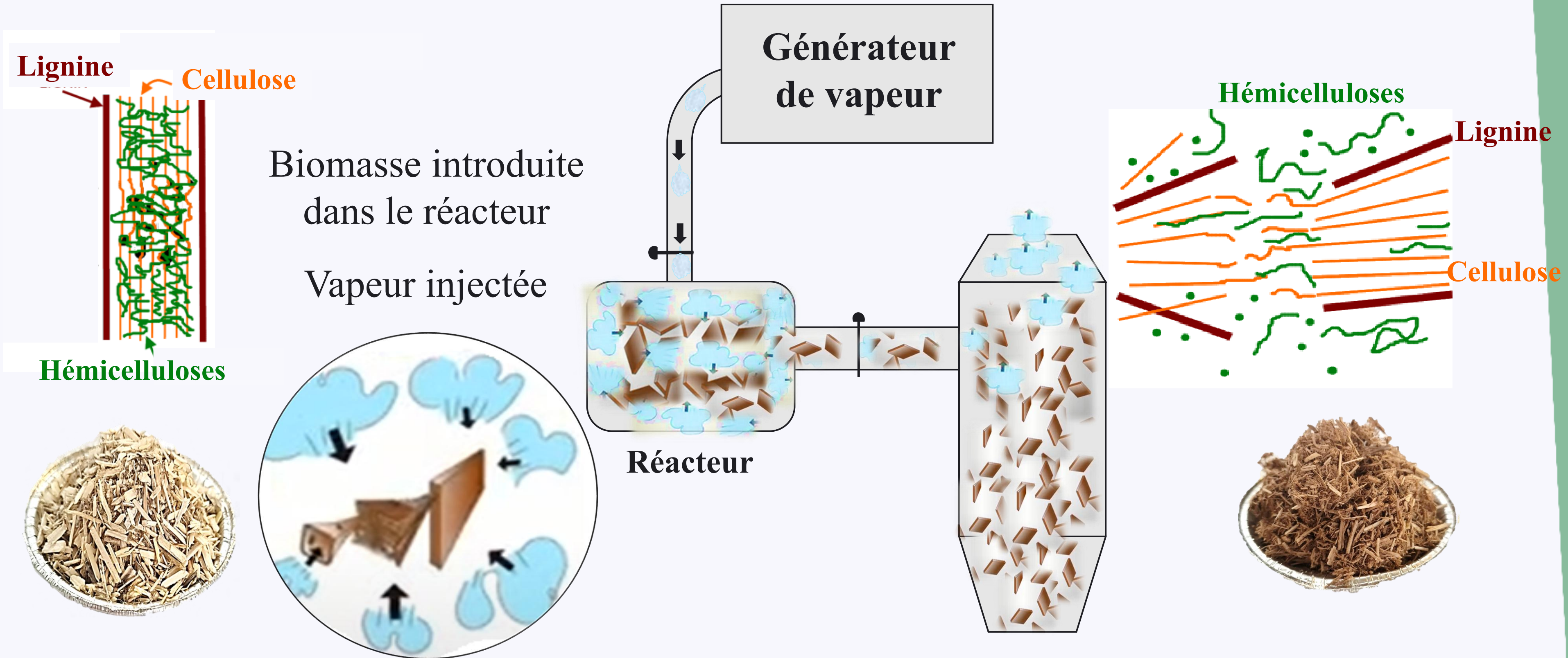
PCFC / pyrolyse anaérobie

Pourquoi alors l'utilisation de l'urée?

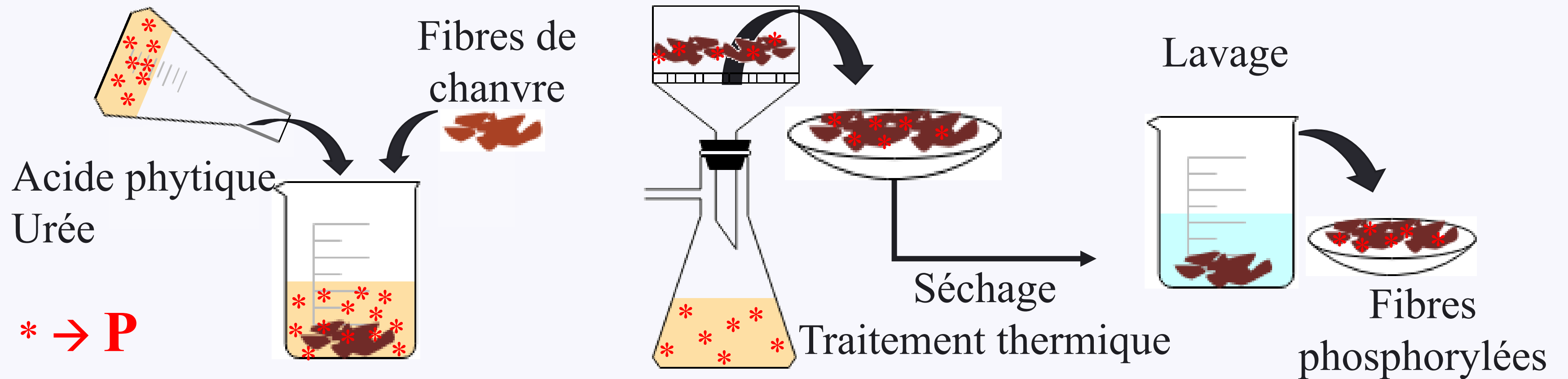
1- Meilleur gonflement des fibres
→ cellulose plus accessible

2- Protection des fibres



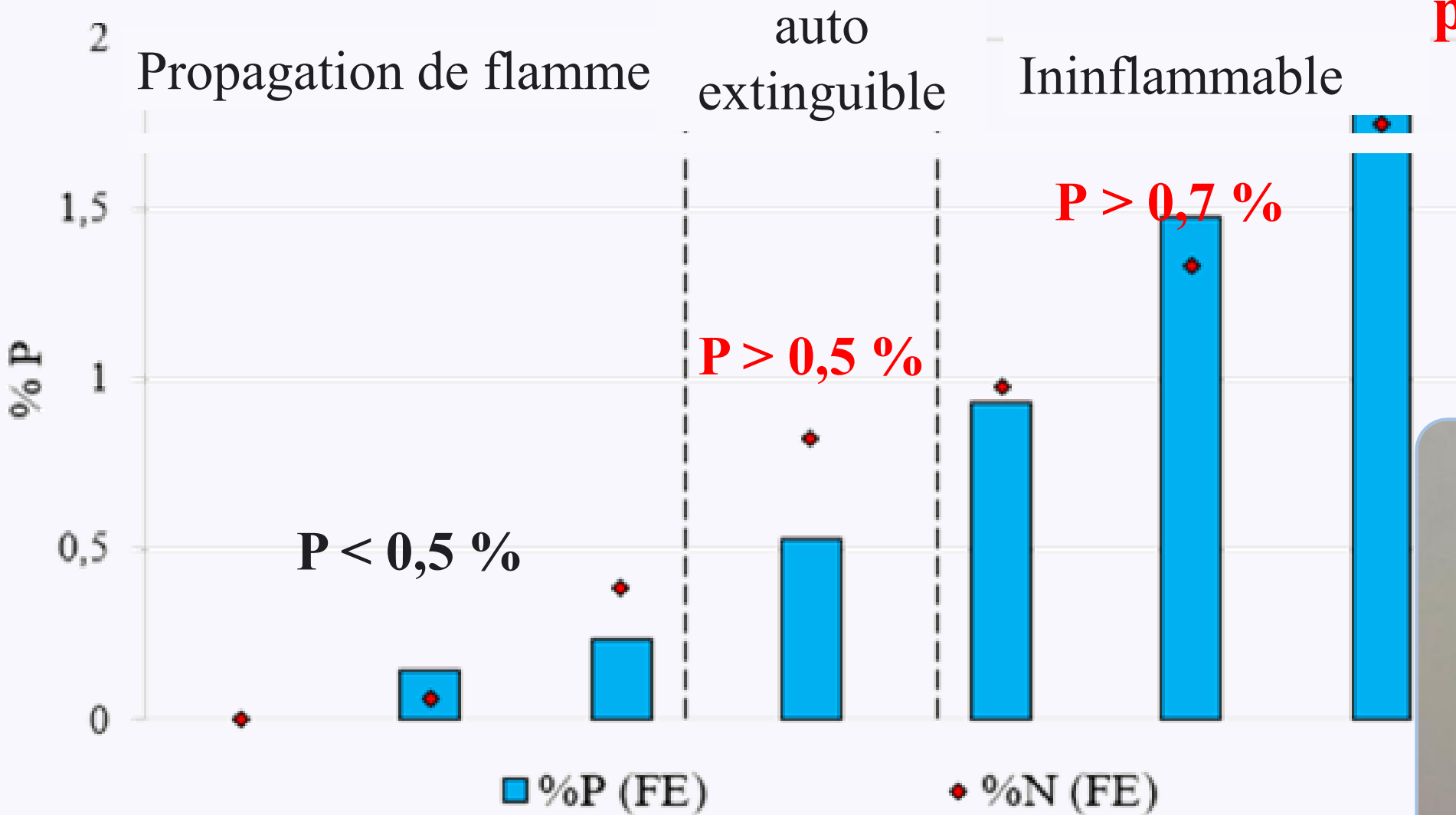


● Fibres de chanvre explosées

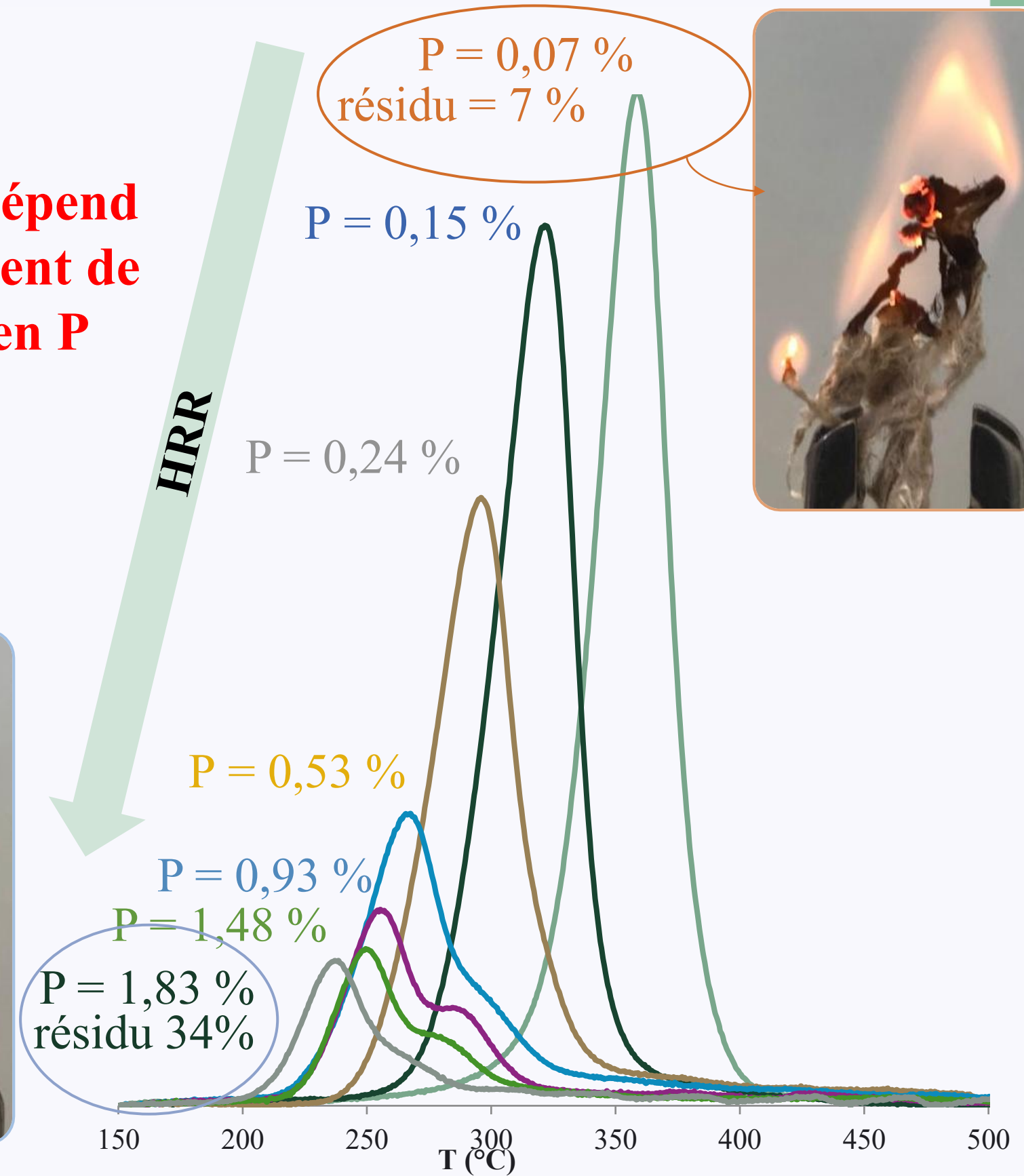


● Comportement au feu des fibres de chanvre

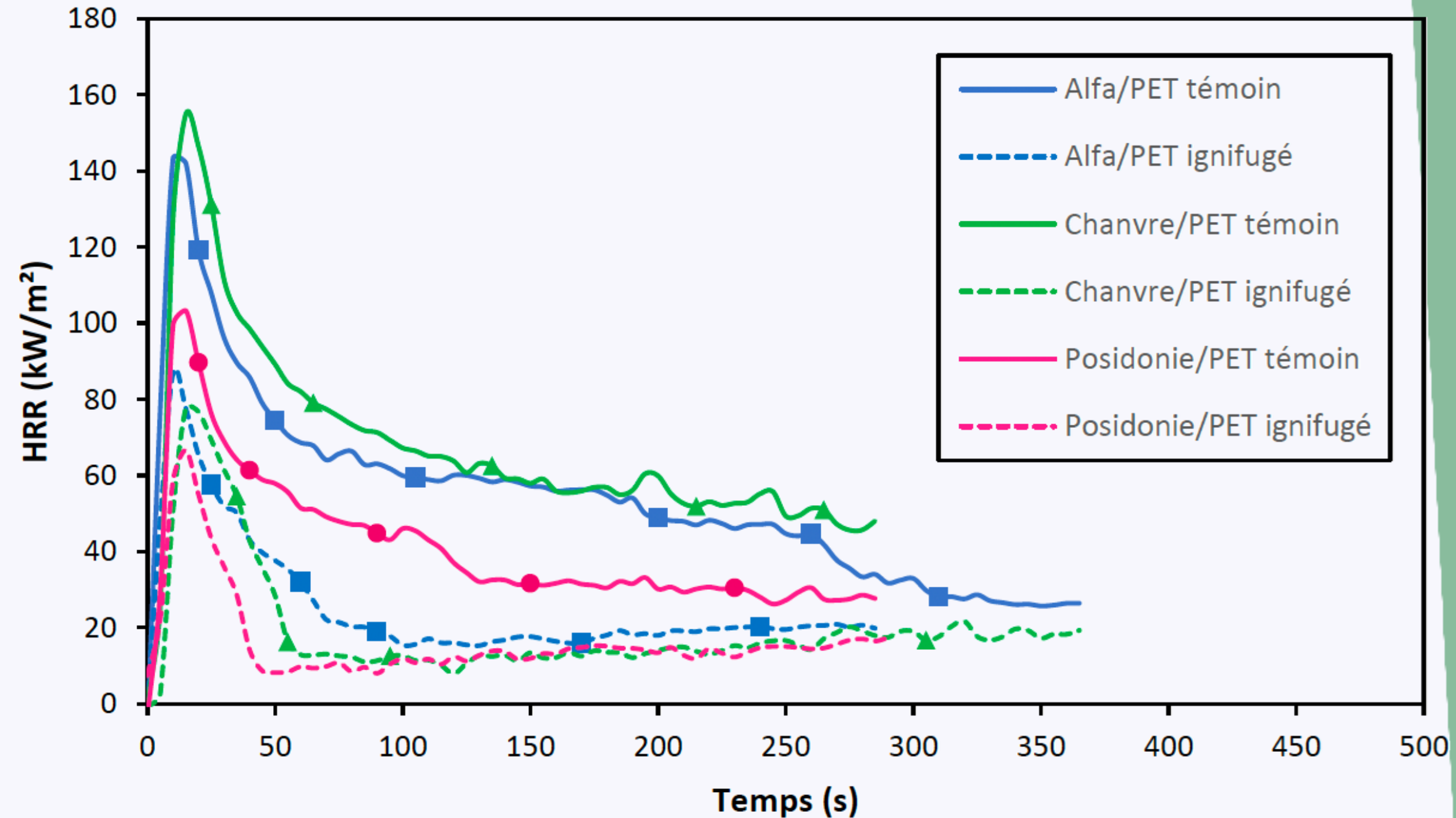
Test au briquet



L'effet RF dépend principalement de la teneur en P



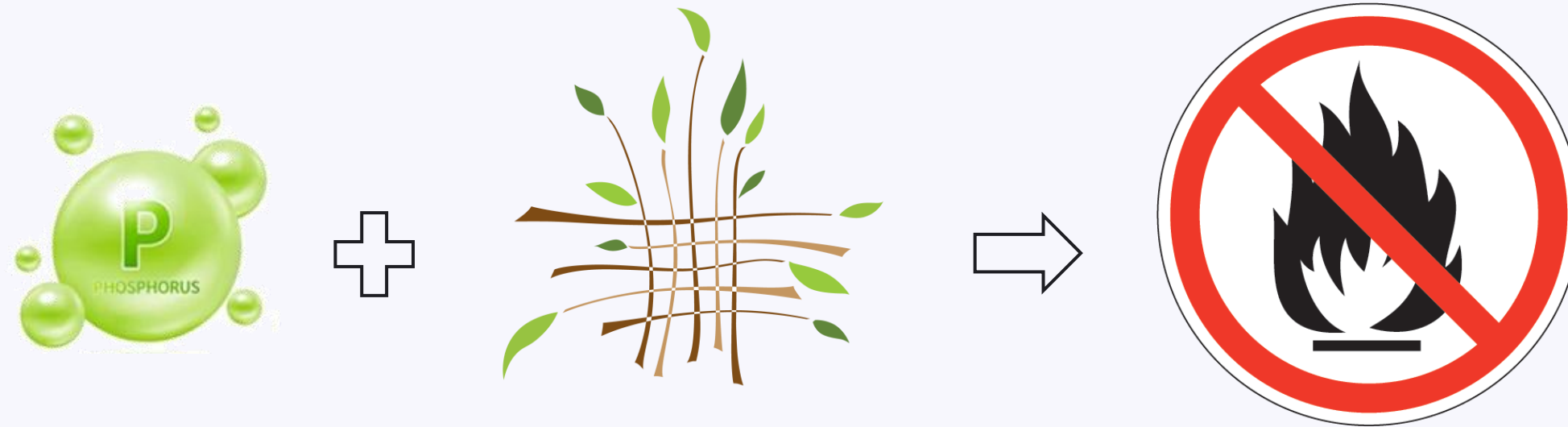
● Application à des panneaux de fibres (Airlay)



Traitement des panneaux de fibres (posidonie, chanvre, alpha) par pulvérisation

Figure 100 : Courbes HRR des panneaux témoins et ignifugés

● Conclusion



Greffage Durable

Taux de **Phosphore** greffé > **0,5 %**

Acide Phytique : **P** \ pHRR
/ Stabilité thermo-oxydative des chars

Urée : **N** Protection des fibres
Amélioration du gonflement des fibres

● Les panneaux de bois

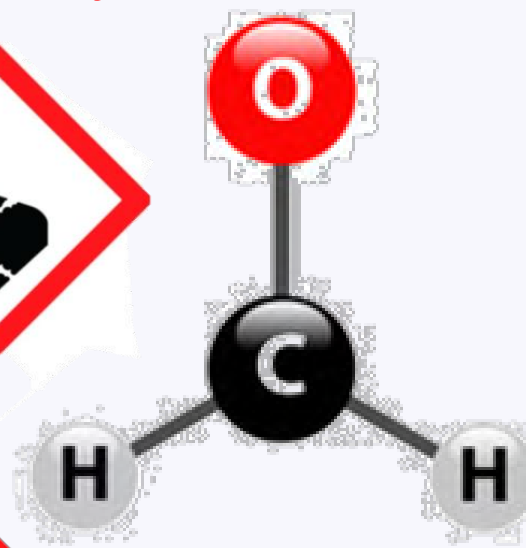


Bois ou des fibres
lignocellulosiques



Liant

Formaldéhyde



Fin de Vie !

Réglementations



**Panneau
sans liant**

Développés à partir du XIX^e siècle



Comportement au feu

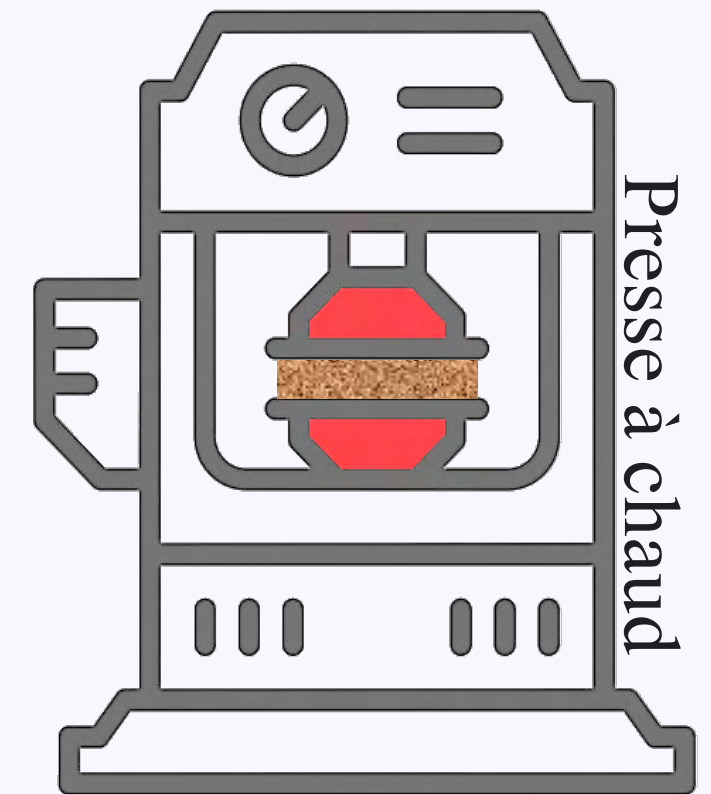
RF Biosourcé

● Panneaux sans liant



Le panneau est principalement lié à l'aide des composants naturels présents dans les fibres

Les matières premières riches en lignine



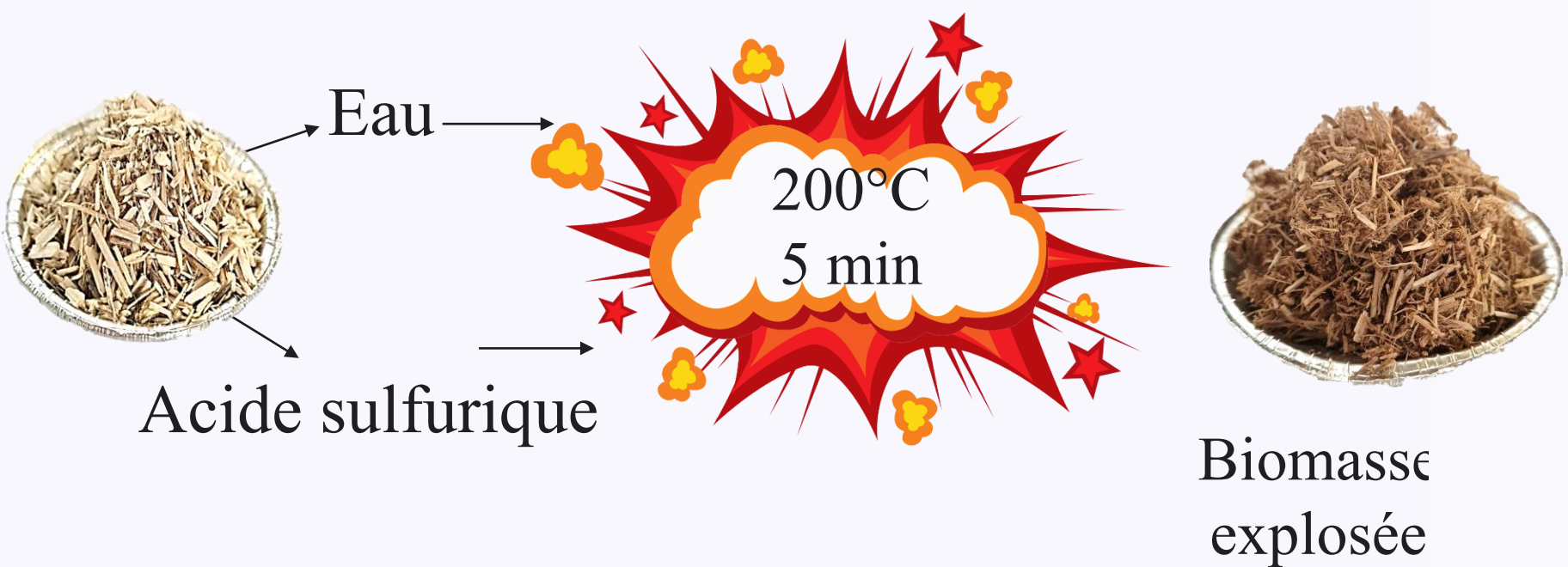
Les prétraitements ↙
↘

- Raffinage (*Tarnaise des panneaux*)
- Explosion à la vapeur → Modification de la composition chimique des fibres
→ Rôle important dans l'auto-liaison

● Préparation de panneau sans liant

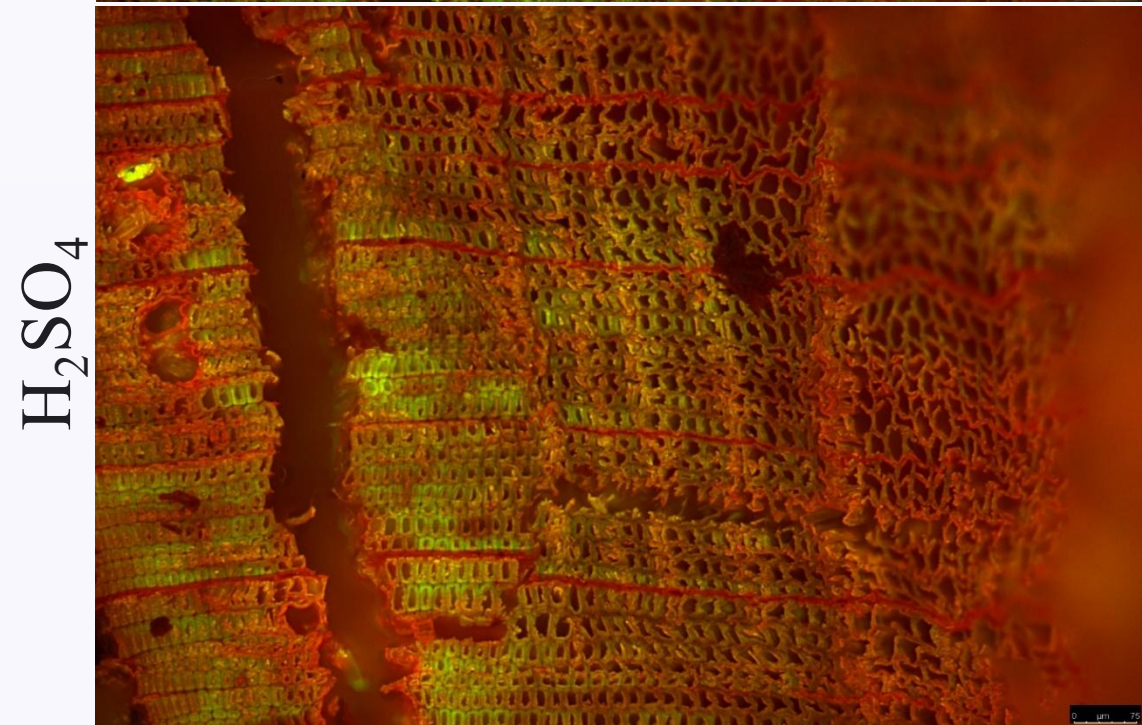
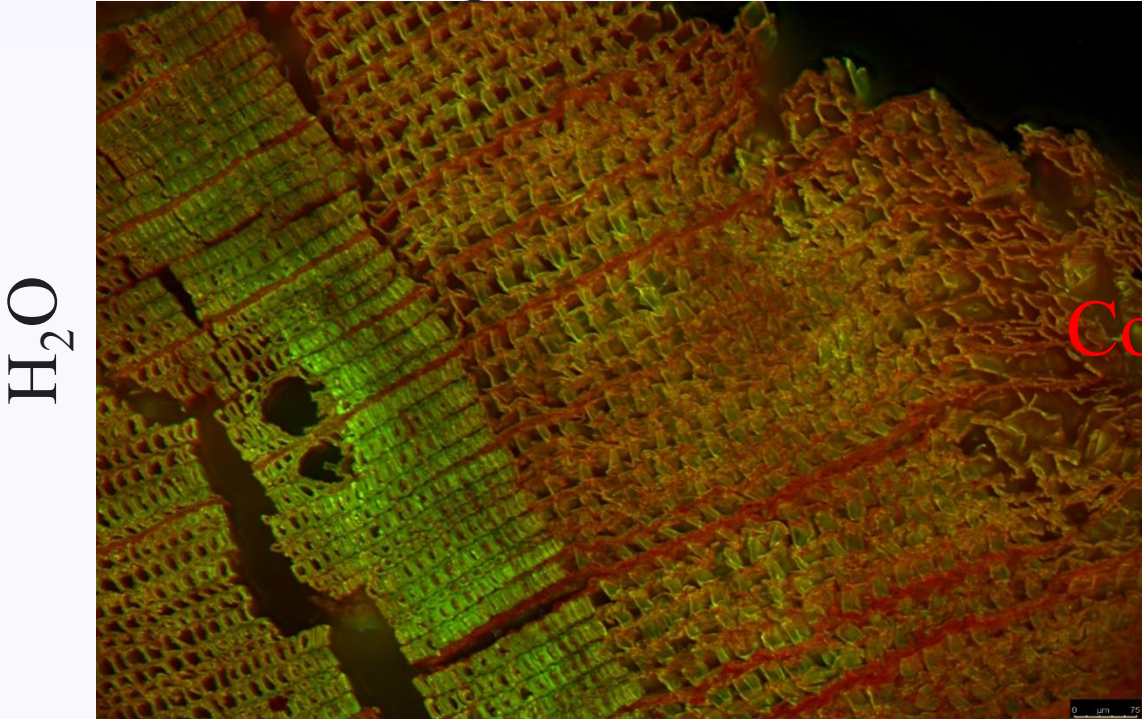
Imprégnation

Explosion



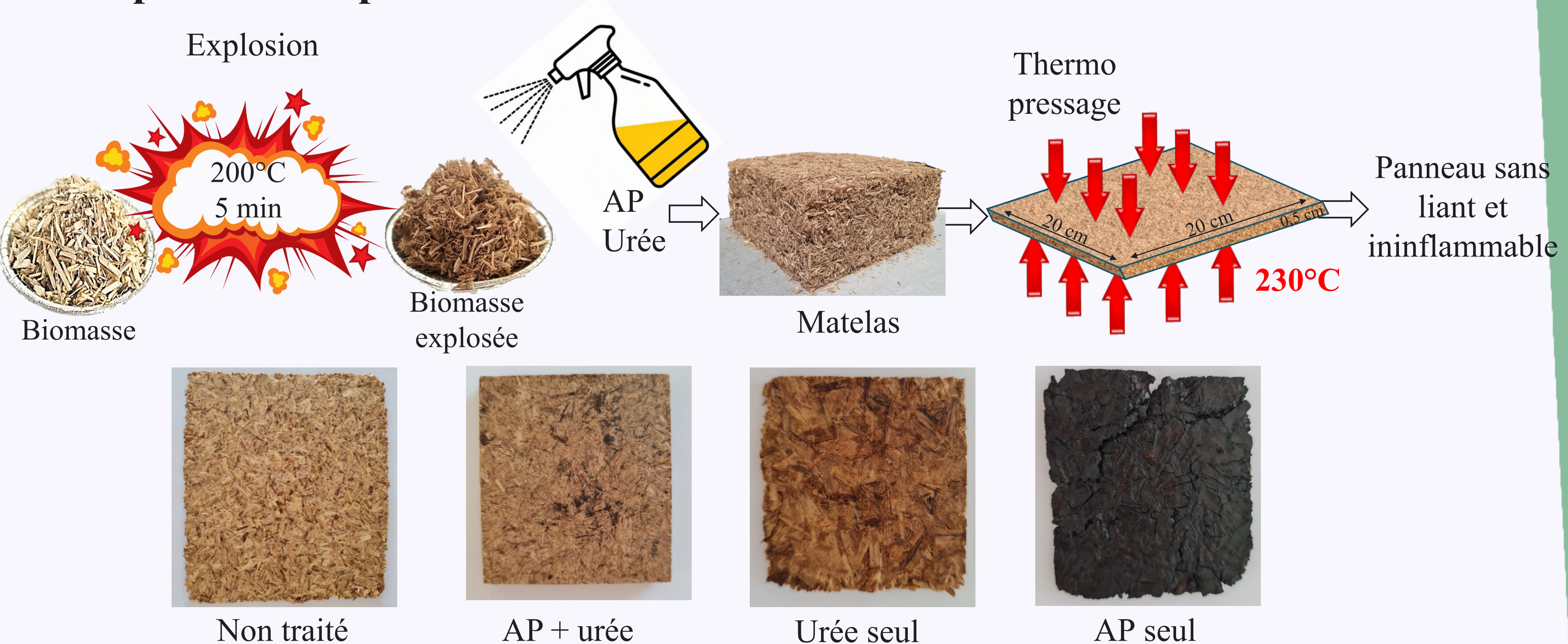
Matière première		Composition chimique		
		Cellulose	Lignine	Hémicellulose
Epicéa Brut		28,3	26,6	14,2
Epicéa explosé	H ₂ O	35,5	30,4	10,9
	H ₂ SO ₄	35,7	42,3	3,4

Microscopie à Fluorescence

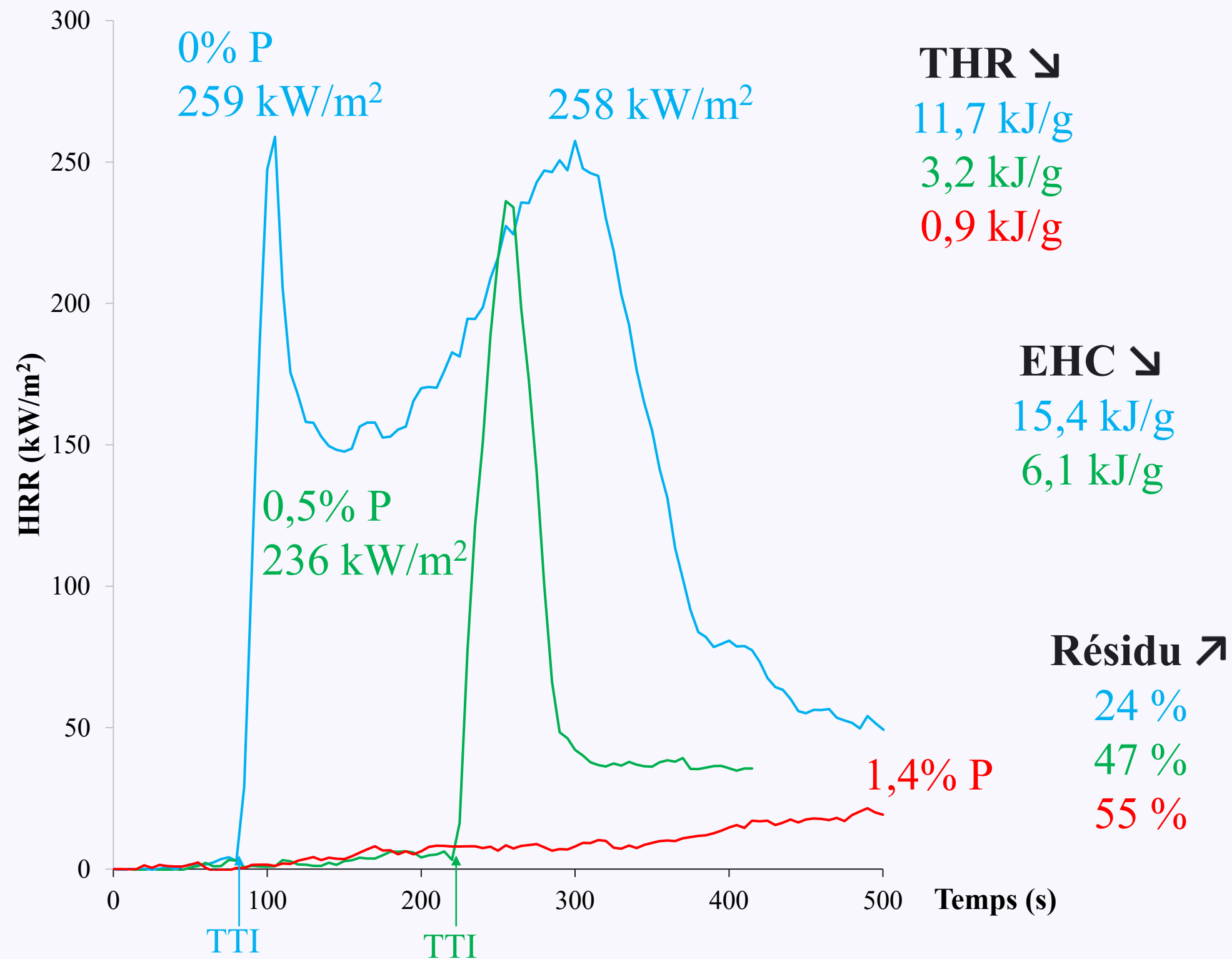


↓
Lignine

● Préparation de panneau sans liant et **ININFLAMMABLE**



● Propriétés des panneaux



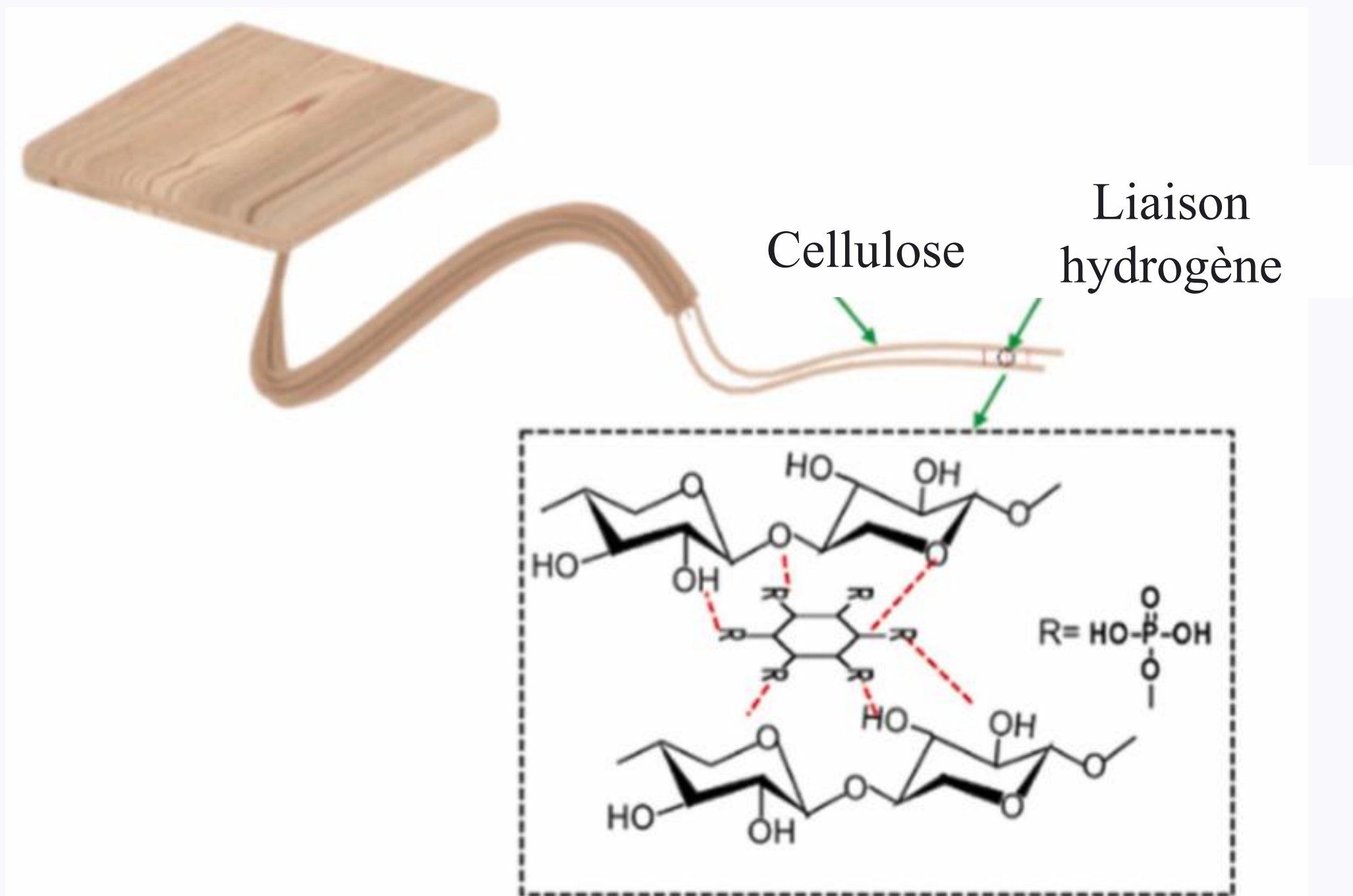
Cône calorimètre

Test au feu- non standardisé





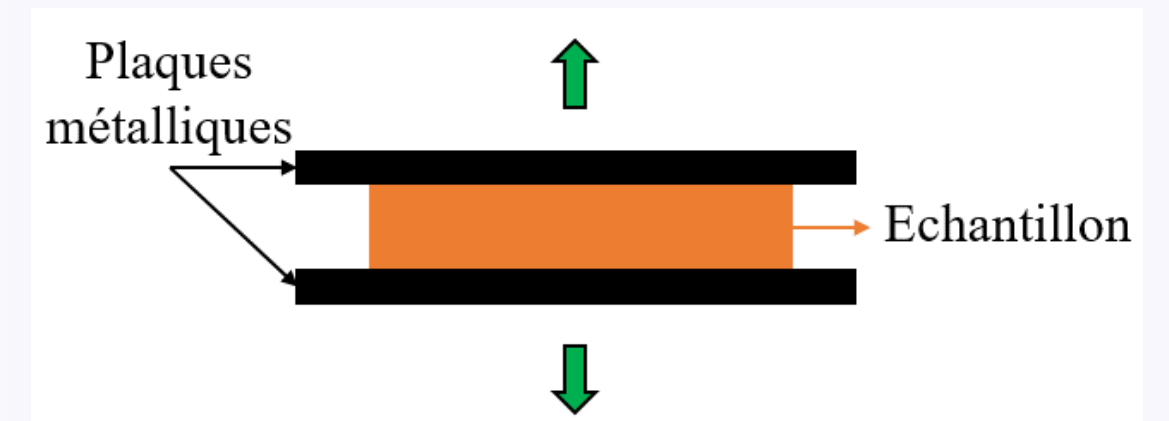
Non traité traité 5% AP traité 10% AP

La liaison hydrogène entre l'acide phytique et la cellulose → Amélioration des performances mécaniques

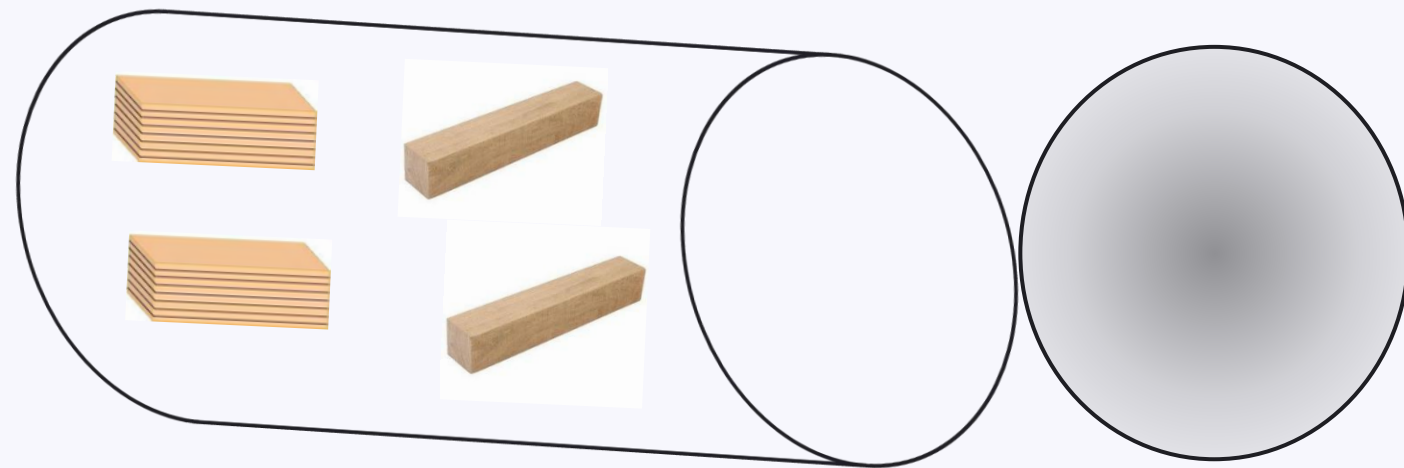


Cohésion interne (MPa)

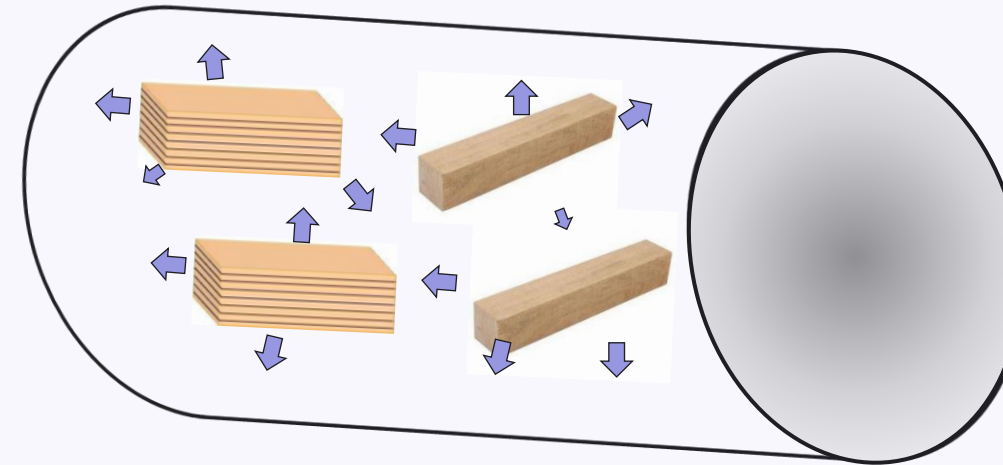
	NT	10% AP
Epicéa (H ₂ O)	0,06	0,17 
Epicéa (H ₂ SO ₄)	0,44	0,54 



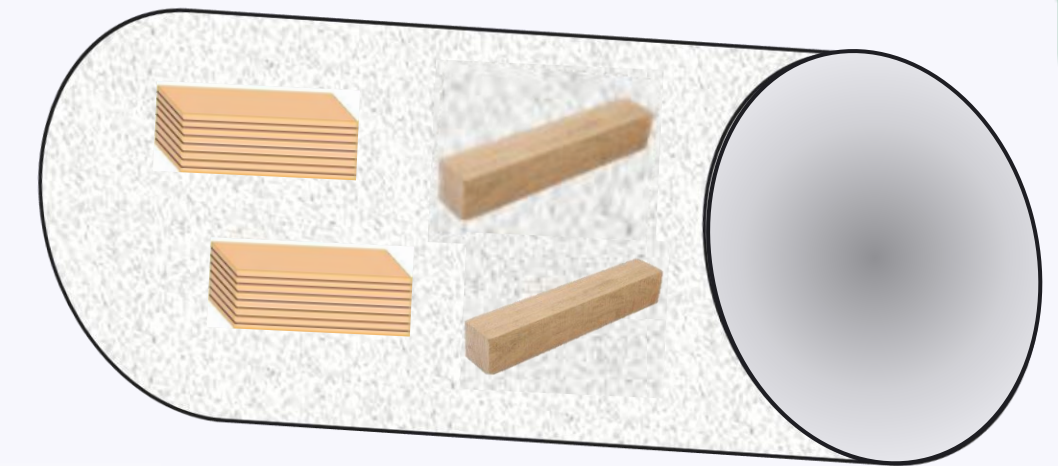
● Imprégnation en autoclave (Bois massif et lamifié)



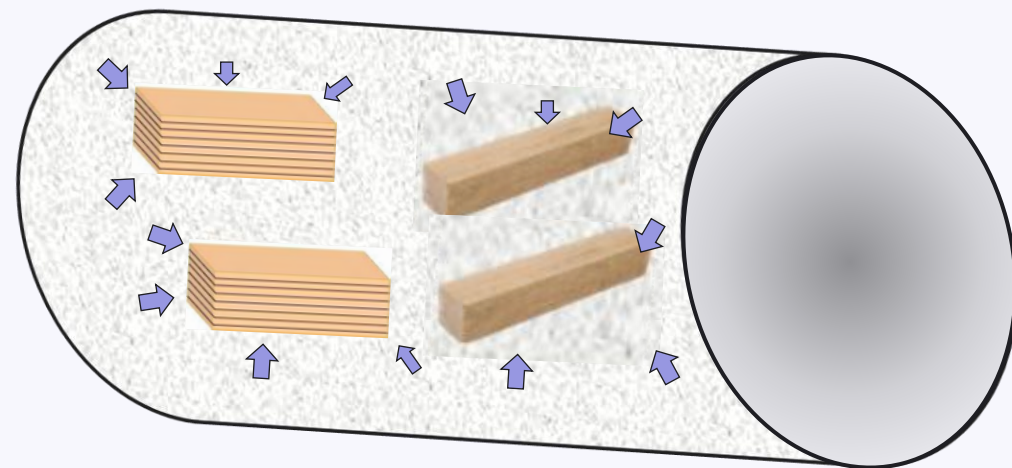
1- Les éprouvettes du bois sont introduits dans l'autoclave



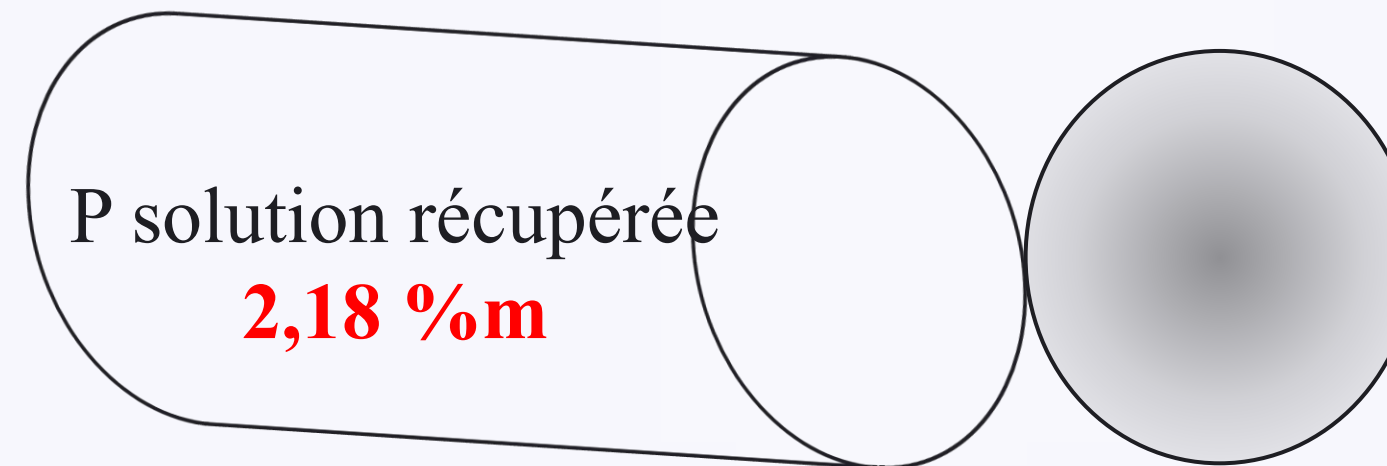
2- Une mise sous vide progressive de l'autoclave



3- La solution ignifugeante remplit l'autoclave

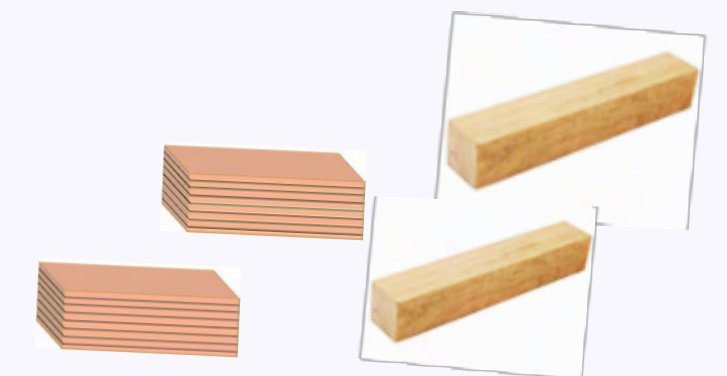


4- L'autoclave est pressurisée, forçant l'entrée de la solution dans le bois



5- La solution ignifugeante est évacuée vers la cuve de stockage

P solution initiale
2,20 %m



Le bois est séché et cuit

● Eprouvettes bois massif

THR ↘

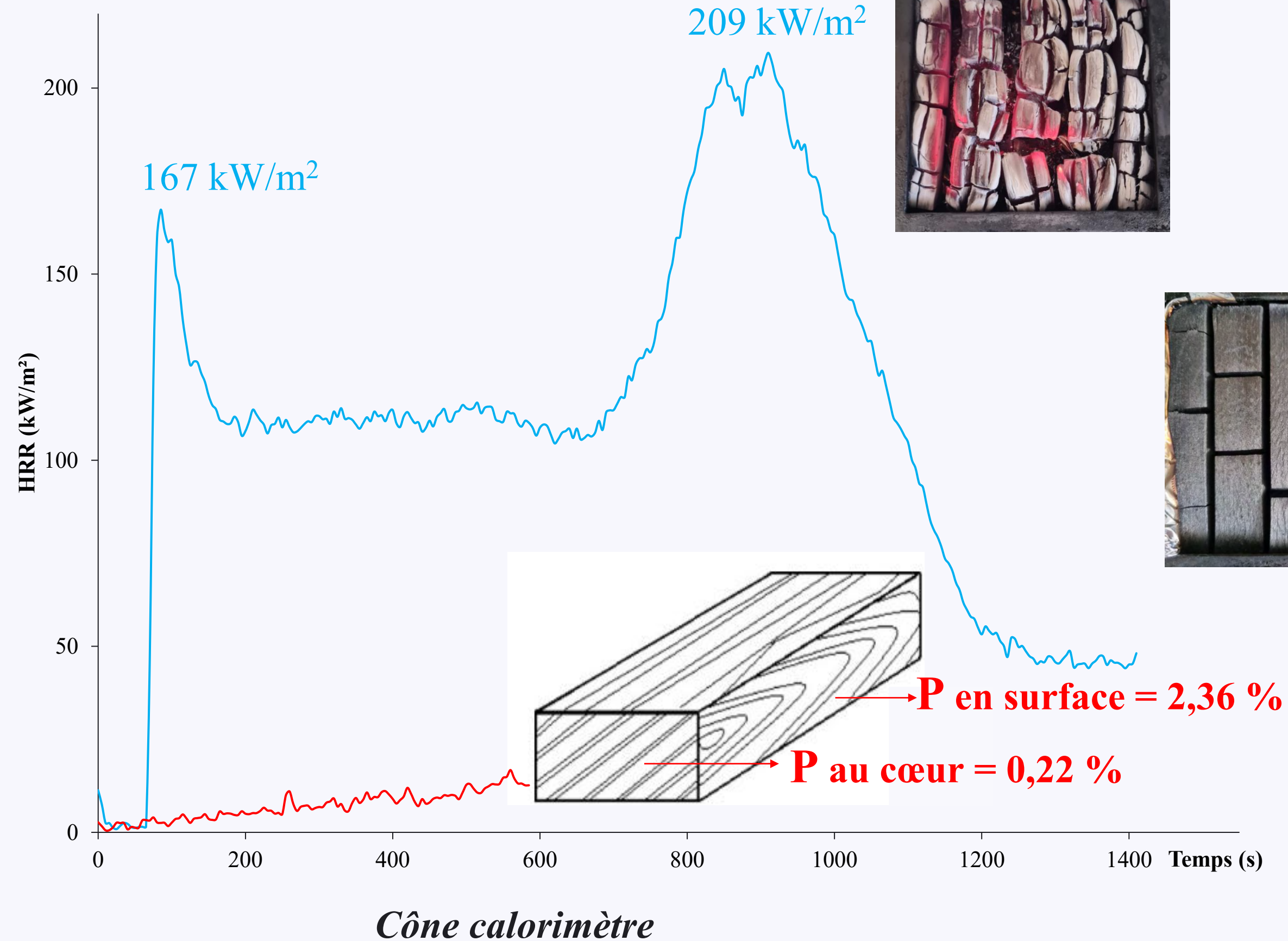
9,6 kJ/g

0,23 kJ/g

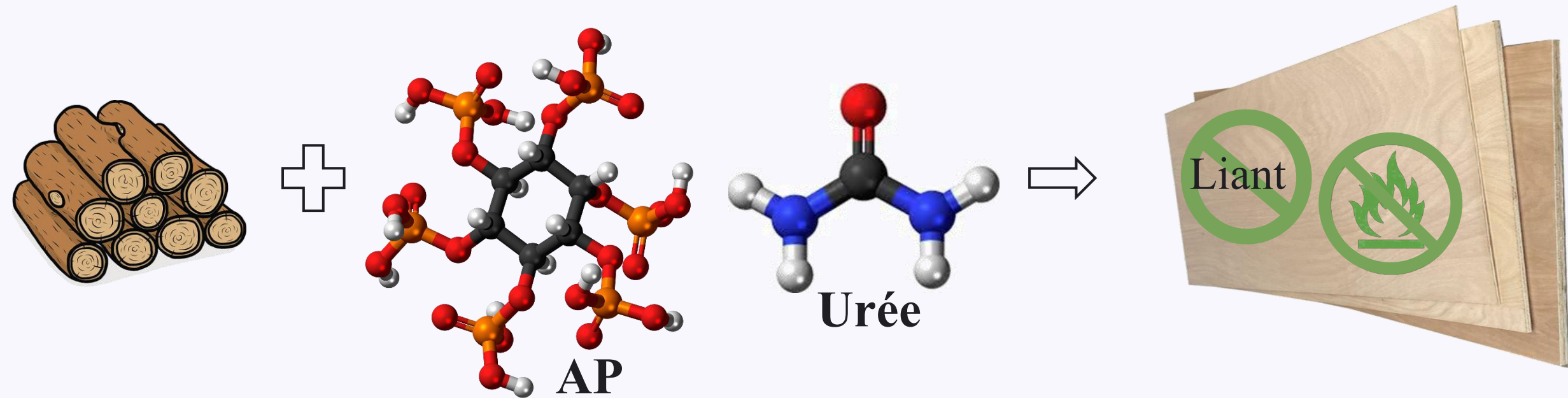
Résidu ↗

20,2 %

84,5 %



● Conclusion



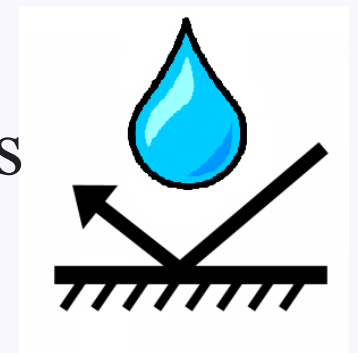
P / Résistance au feu des panneaux

\ Energies de combustion

/ Résidu

Propriétés mécaniques → améliorées

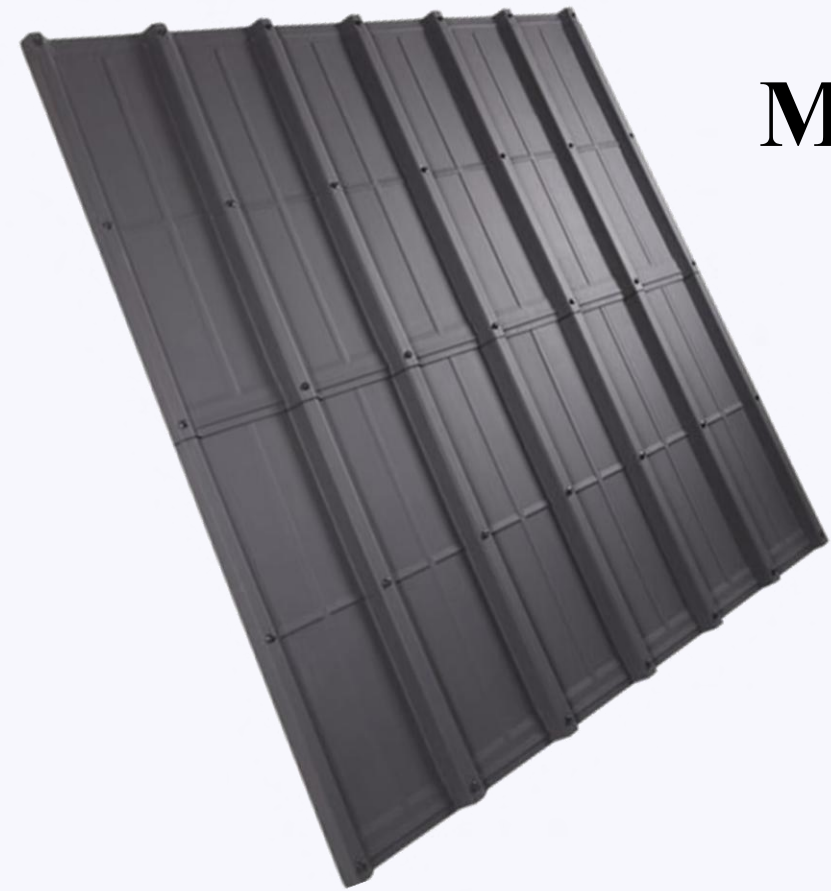
Propriétés hygroscopiques → améliorées



L'imprégnation sous vide → Incorporation du **P** jusqu'au cœur des éprouvettes de bois

Collaborations Industrielles





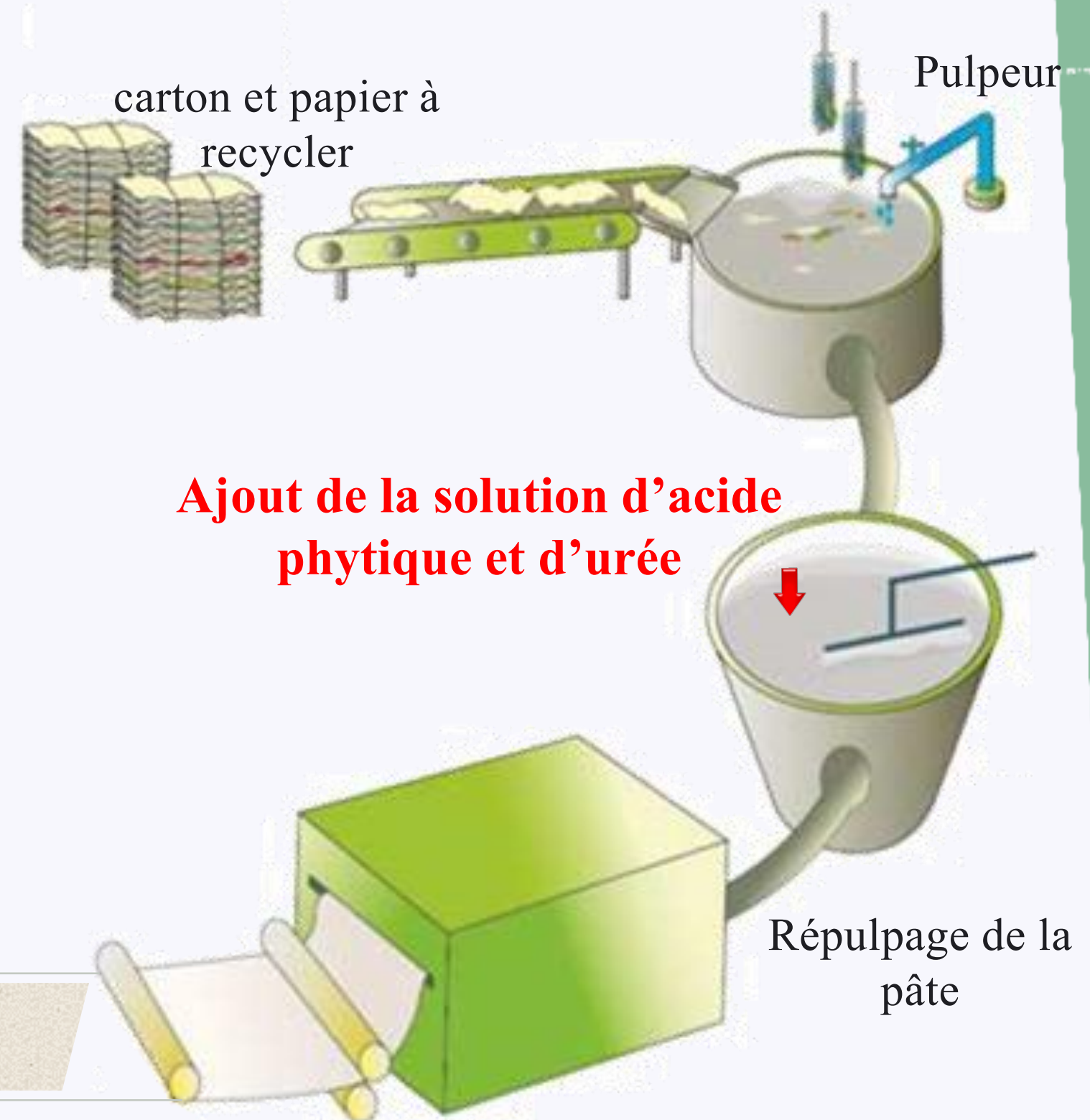
Matériau entièrement biosourcé

Fibres de cellulose
+
Résines végétales



Revêtement résine
biosourcée hydrophobe

Obtention de
plaques



● Test au feu



Plaque non traitée



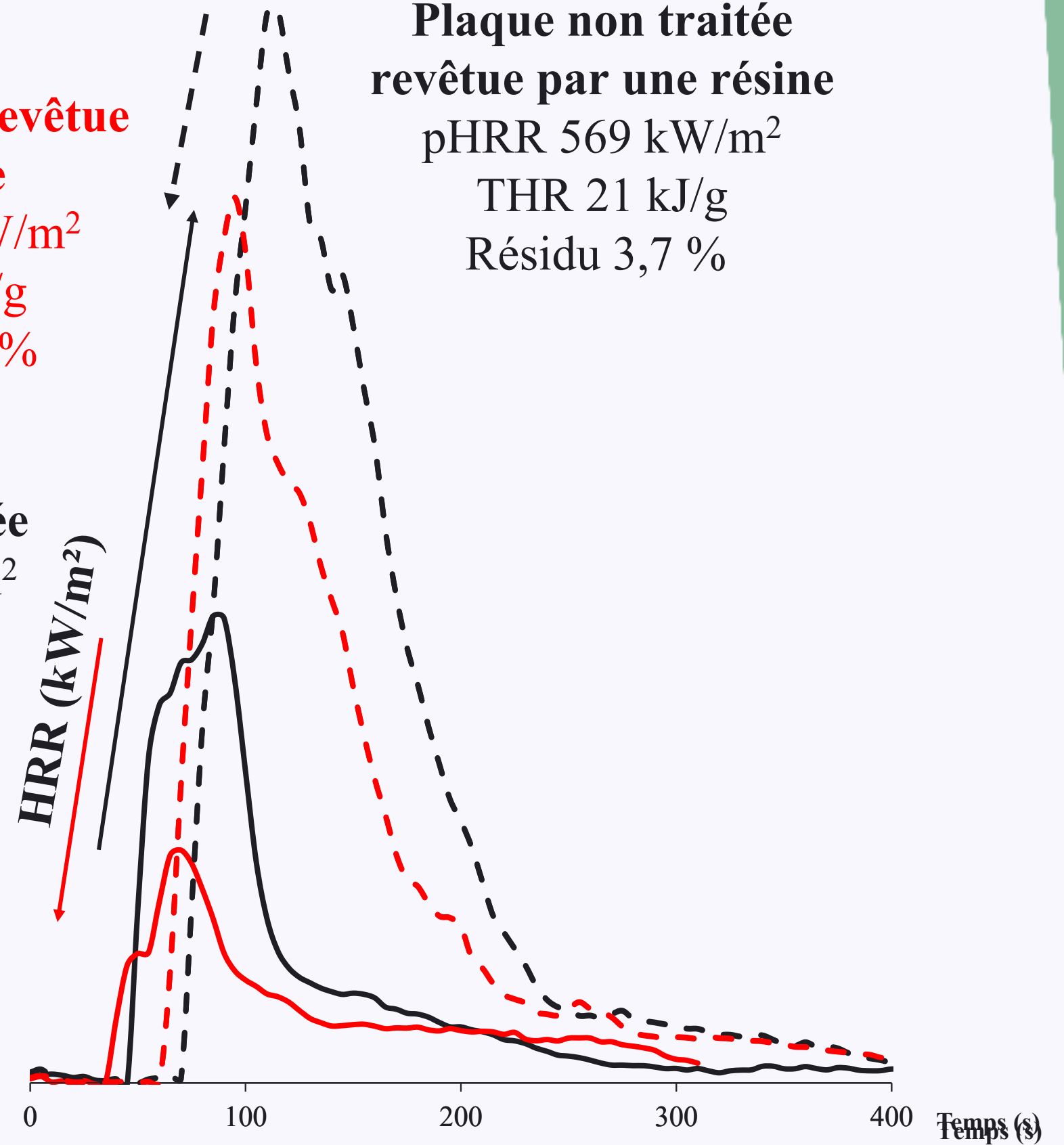
Plaque traitée

**Plaque traitée revêtue
par résine**
pHRR 472 kW/m²
THR 17 kJ/g
Résidu 13,1 %

Plaque non traitée
pHRR 247 kW/m²
THR 23 kJ/g
Résidu 9,4 %

Plaque traitée
pHRR 123 kW/m²
THR 8,5 kJ/g
Résidu 22,6 %

**Plaque non traitée
revêtue par une résine**
pHRR 569 kW/m²
THR 21 kJ/g
Résidu 3,7 %



Cône calorimètre²⁸

● Compagnie française des panneaux



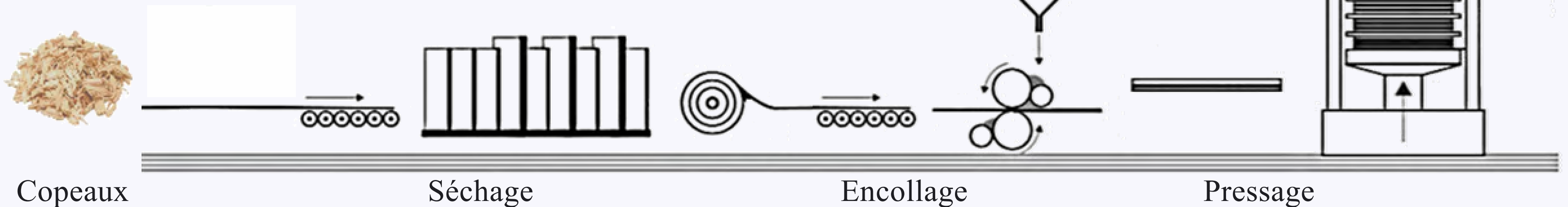
L'entreprise fondée en 1969, utilise les techniques les plus modernes pour la production de panneaux de particules bruts et revêtus.

10 % de la production française
35 % exporté

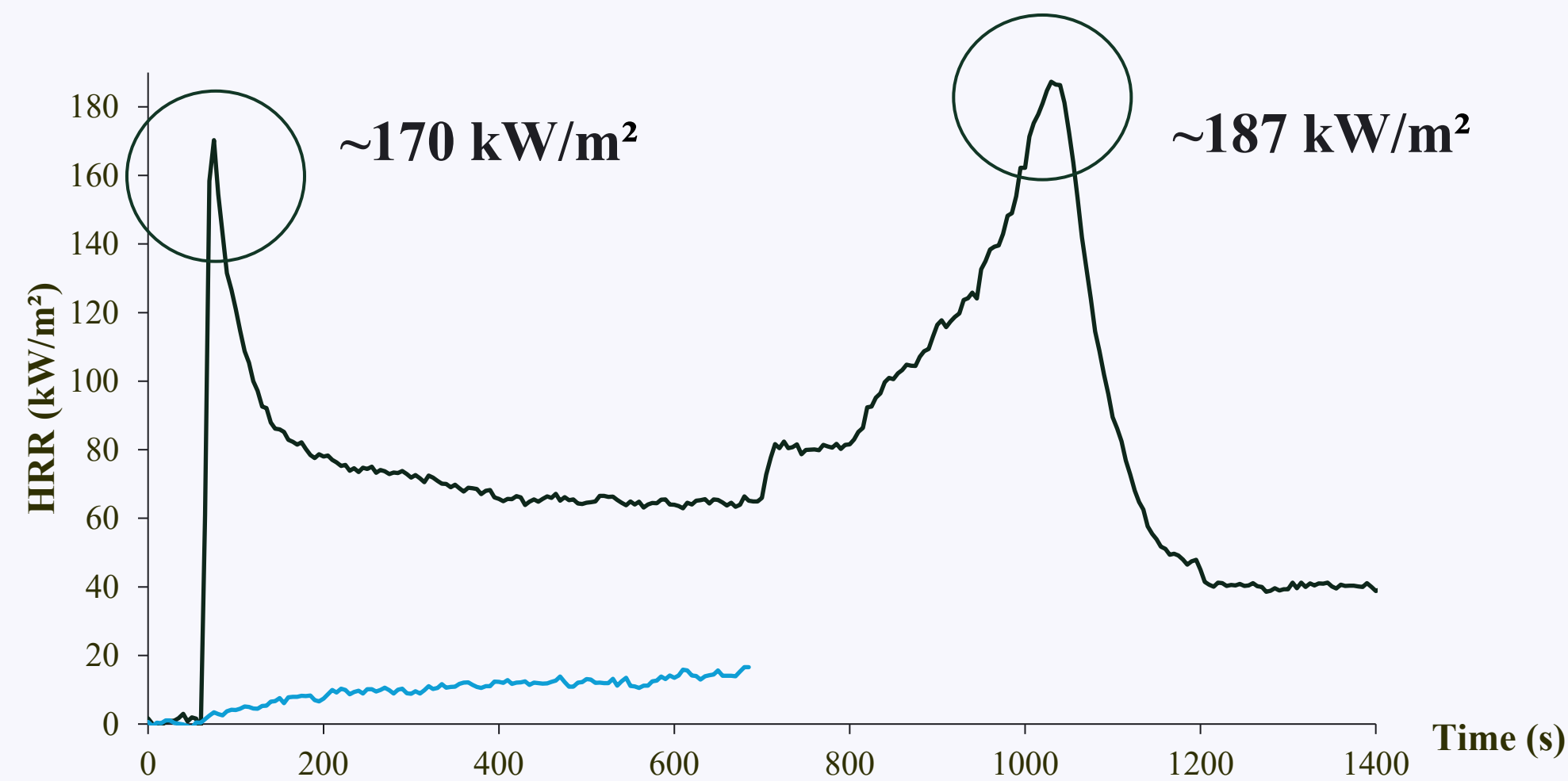
Panneaux monocouches : 1 couche de copeaux de bois

Panneaux tri-couches : 3 couches de copeaux de bois

**Pulvérisation de la
solution ignifugeante**



● Panneau monocouche : Test au feu



Cône calorimètre

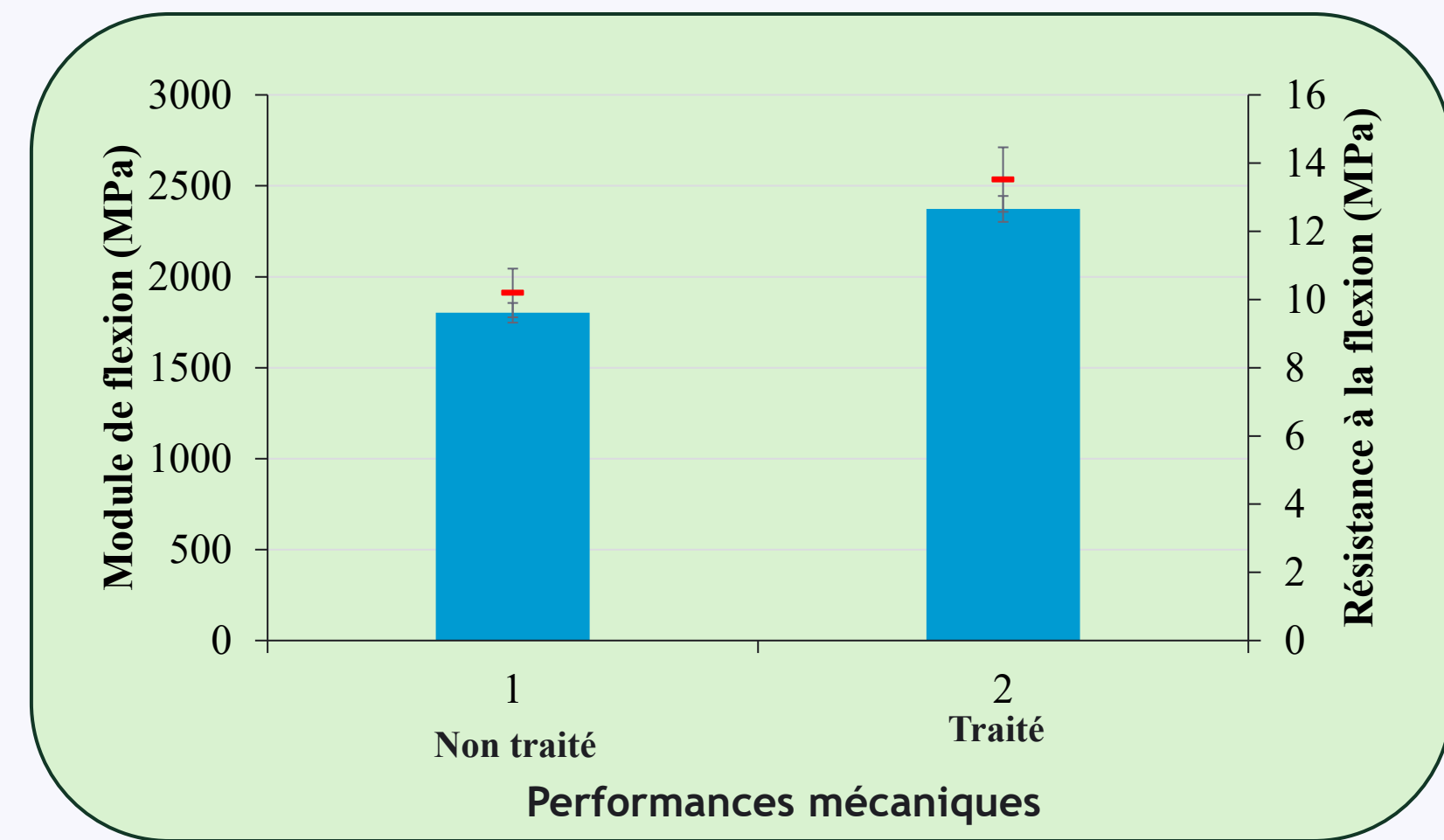


P = 0 %

Temps d'ignition : 65 sec
THR : 9,22 kJ/g
Résidu : 24 %

P = 1,3 %

Pas d'ignition
THR : 0,53 kJ/g
Résidu : 69 %



● Tarnaise Panneaux



Compagnie française
Producteur de panneaux d'Isoresel®

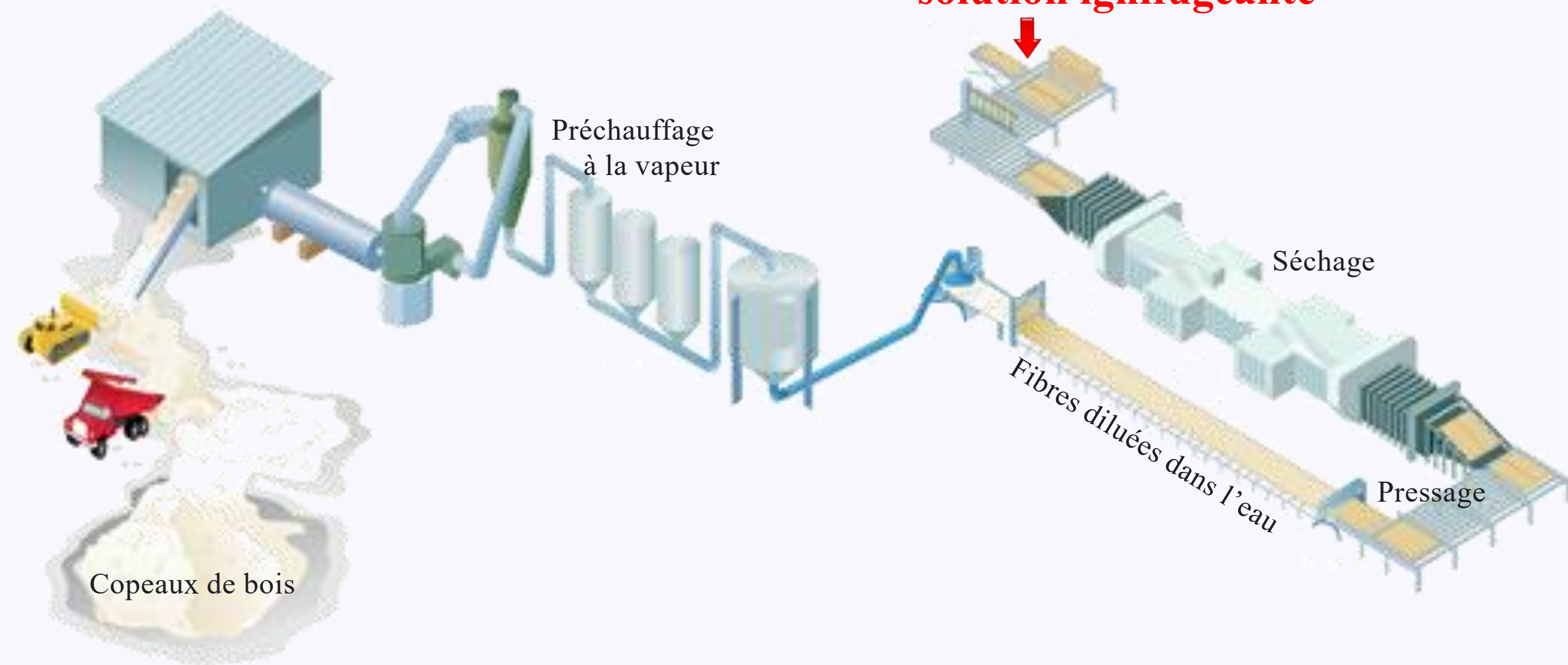


Panneaux haute densité
Sans liant synthétique

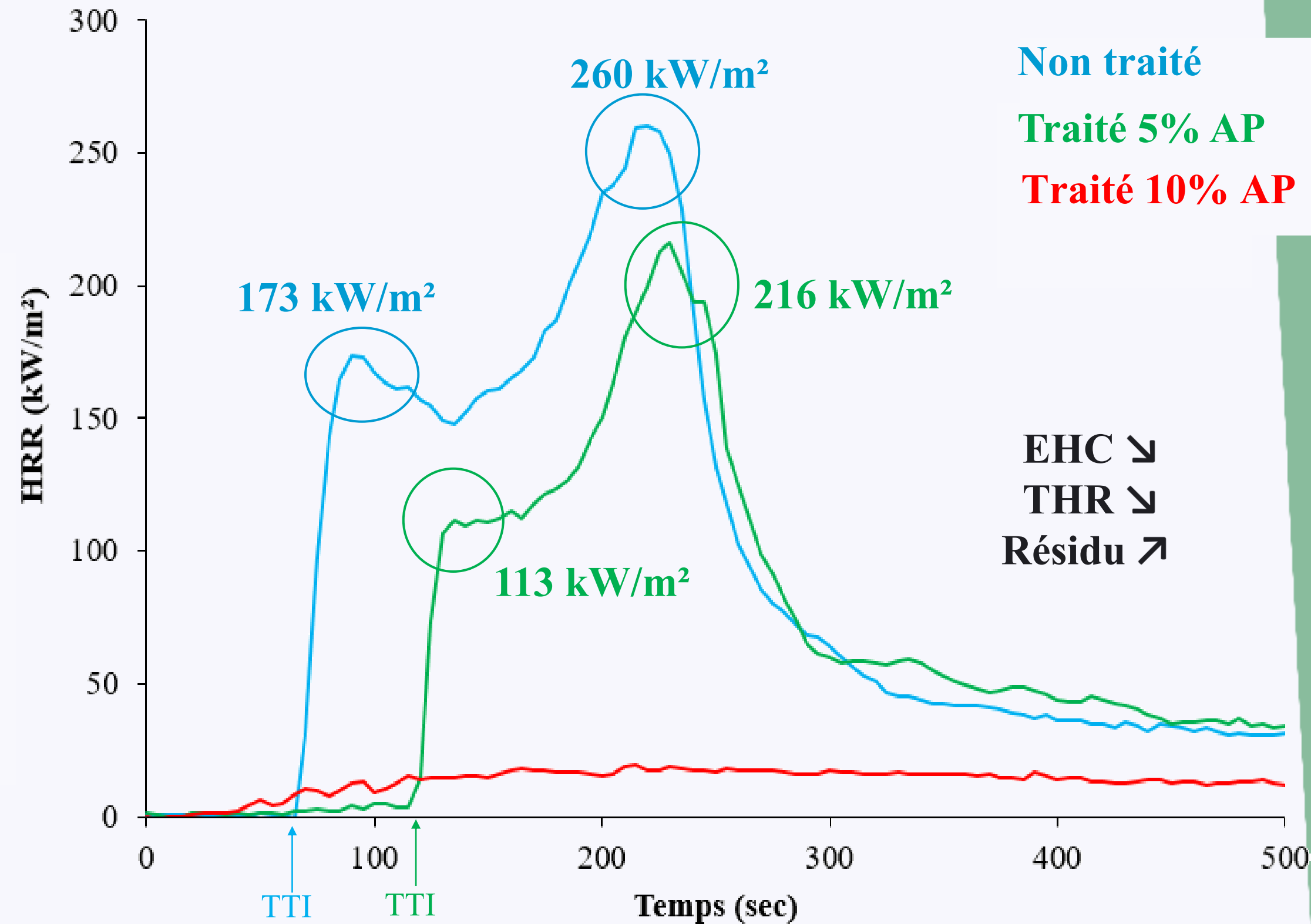


Intégration du Procédé

**Pulvérisation de la
solution ignifugeante**



● Caractérisation des panneaux traités



● Conclusion

5 % AP + 10 % Urée



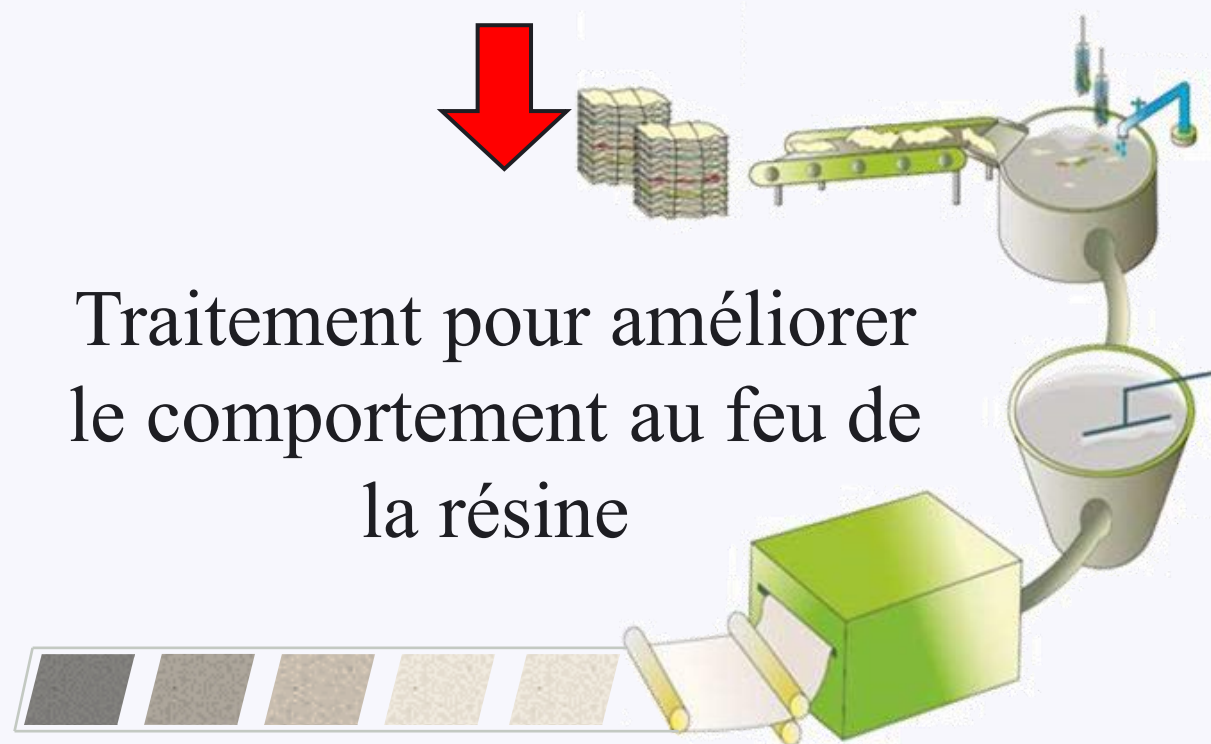
Plaques avec résistance au feu **améliorée**



Revêtement de Résine
(Résistance au feu faible)



Traitement pour améliorer
le comportement au feu de
la résine



TARNAISE DES
PANNEAUX
Naturellement !



Amélioration du comportement au feu
Panneau ininflammable



Propriétés mécaniques → Améliorées

Propriétés hygroscopiques
améliorées



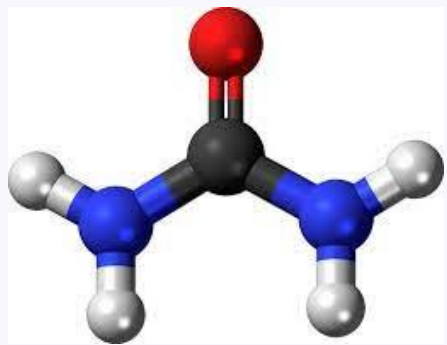
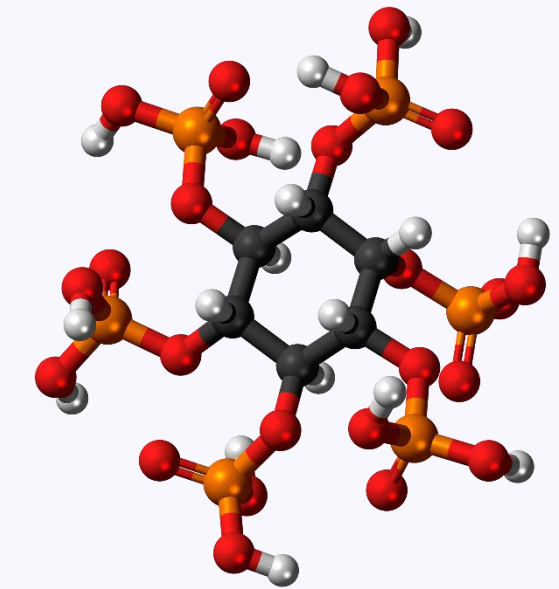


Conclusions et perspectives

Développement d'un procédé vert, facilement industrialisable, pour améliorer le comportement au feu des matériaux lignocellulosiques

L'acide phytique → source de phosphore

L'amélioration du comportement au feu dépend du taux de **phosphore**



L'urée est important : 1 - protection à haute température
2 - favoriser le gonflement lors de l'imprégnation

La phosphorylation influence les propriétés mécaniques des panneaux:

↗ Densité

↗ Flexion

↗ Hydrophobie

↗ Cohésion interne



● Perspectives

Adaptation du procédé d'ignifugation pour le traitement des textiles

Extraction et purification de l'acide phytique de la farine des tourteaux de colza



Adaptation du système d'ignifugation pour des procédés secs

Finalisation des essais avec les industriels



Merci beaucoup

Staff

Dr Nicolas Brosse (chemistry)

Dr Laurent Chrusciel (process)

Dr Isabelle Ziegler-Devin (analysis)

Dr Arnaud Bresserer (microscopy, biotech)

Dr Hubert Chapuis (chemistry)

Dr Laura Figel (Biotech)

Dr César Segovia (CETELOR, fibers, composites)



César Segovia

Cesar.segovia@univ-lorraine.fr

