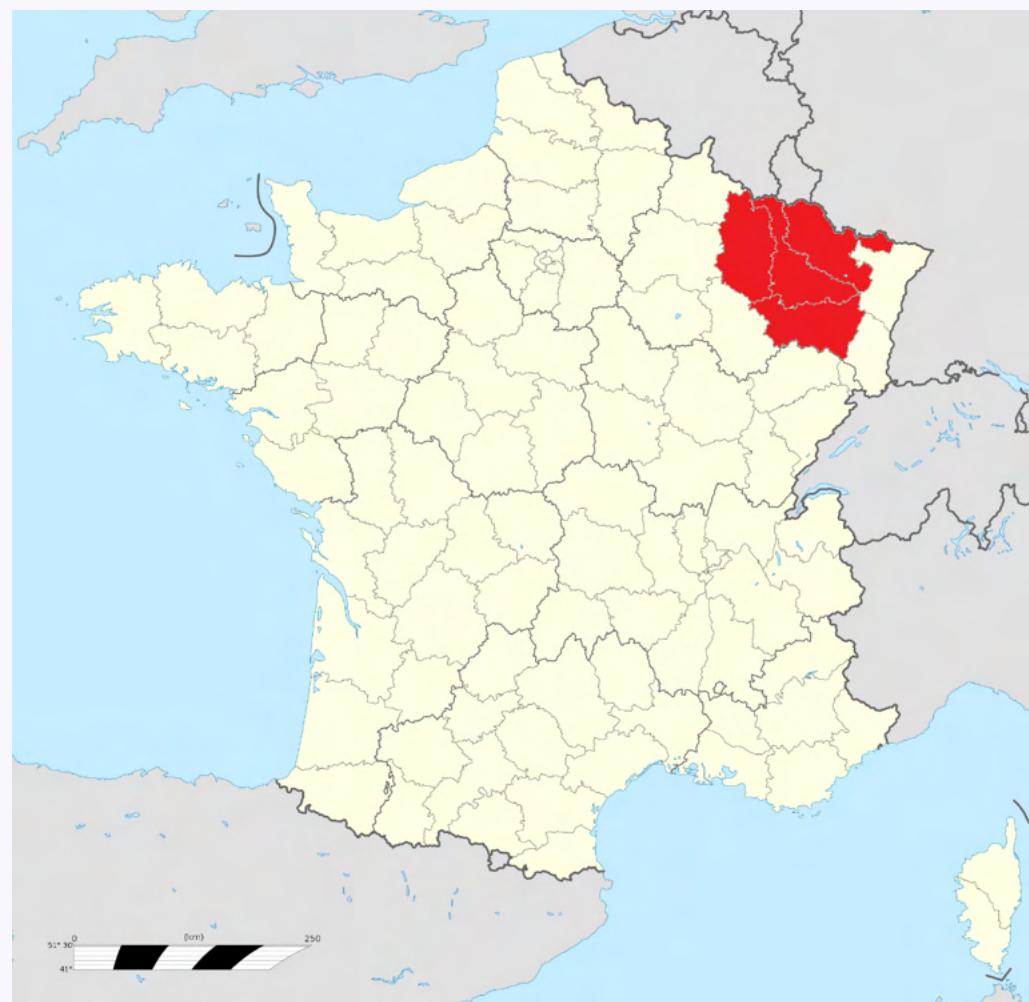




Retardateur de flamme biosourcé pour le bois et les matériaux à base de fibres naturelles

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

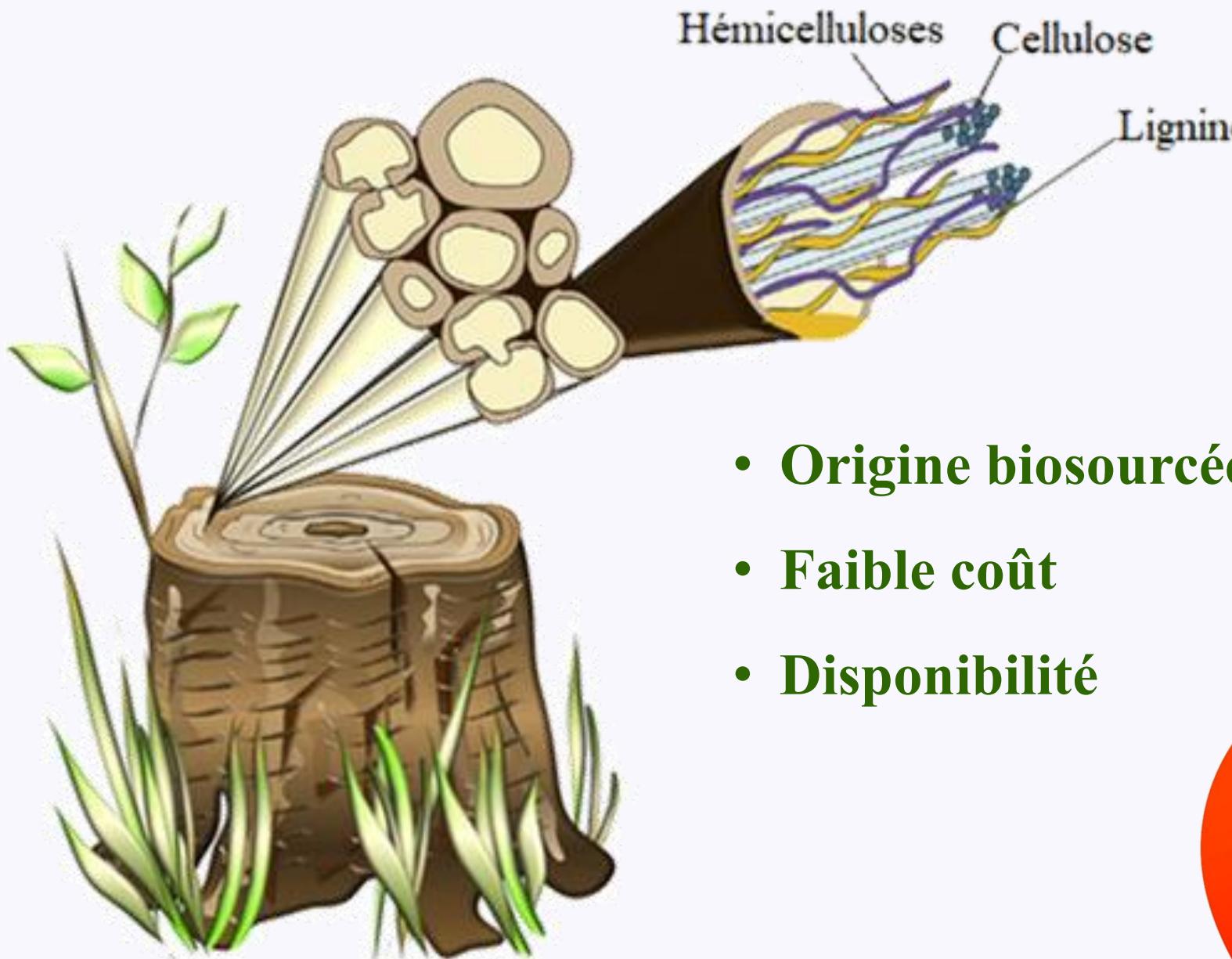
Production de myco-composite à partir de biomasse bois déchets

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

- Minéraux
- Halogénés
- Azotés
- Phosphorés

1735 Premier brevet

Obadjah Wyld

400 av. J.C.
Egyptiens

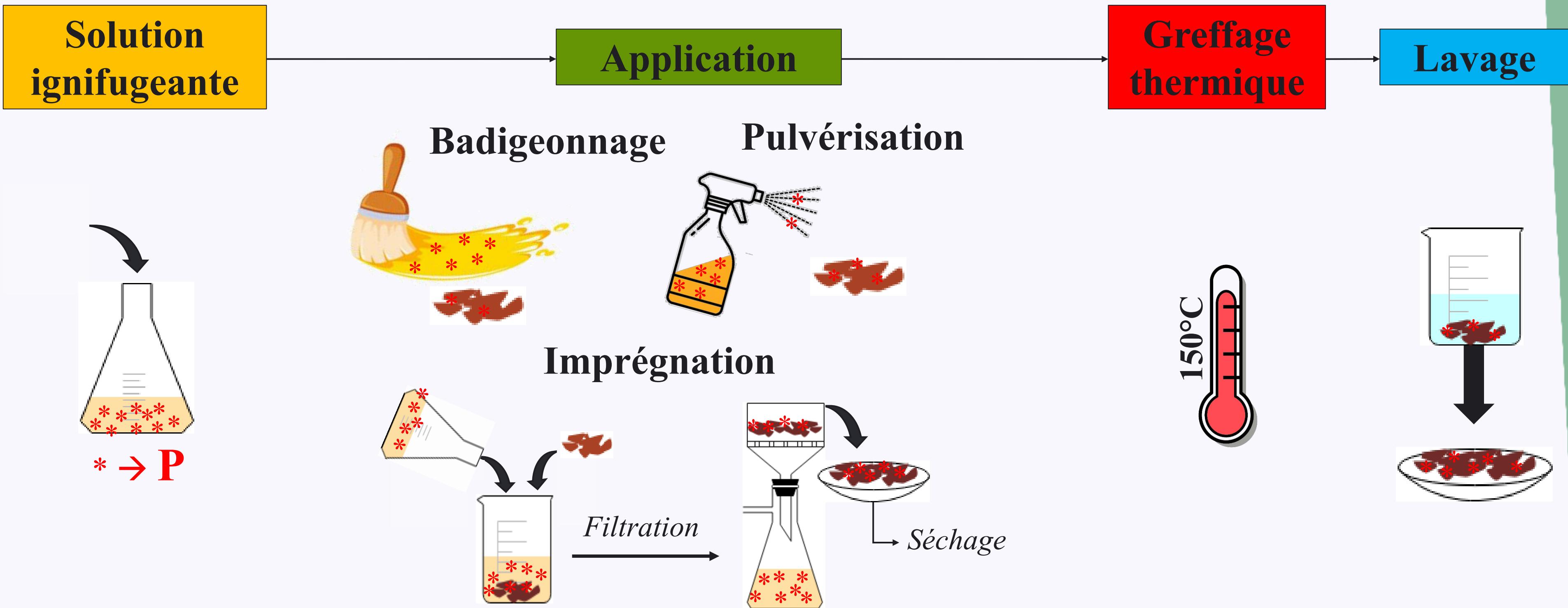


Greffage du phosphore

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

● Procédé d'ignifugation

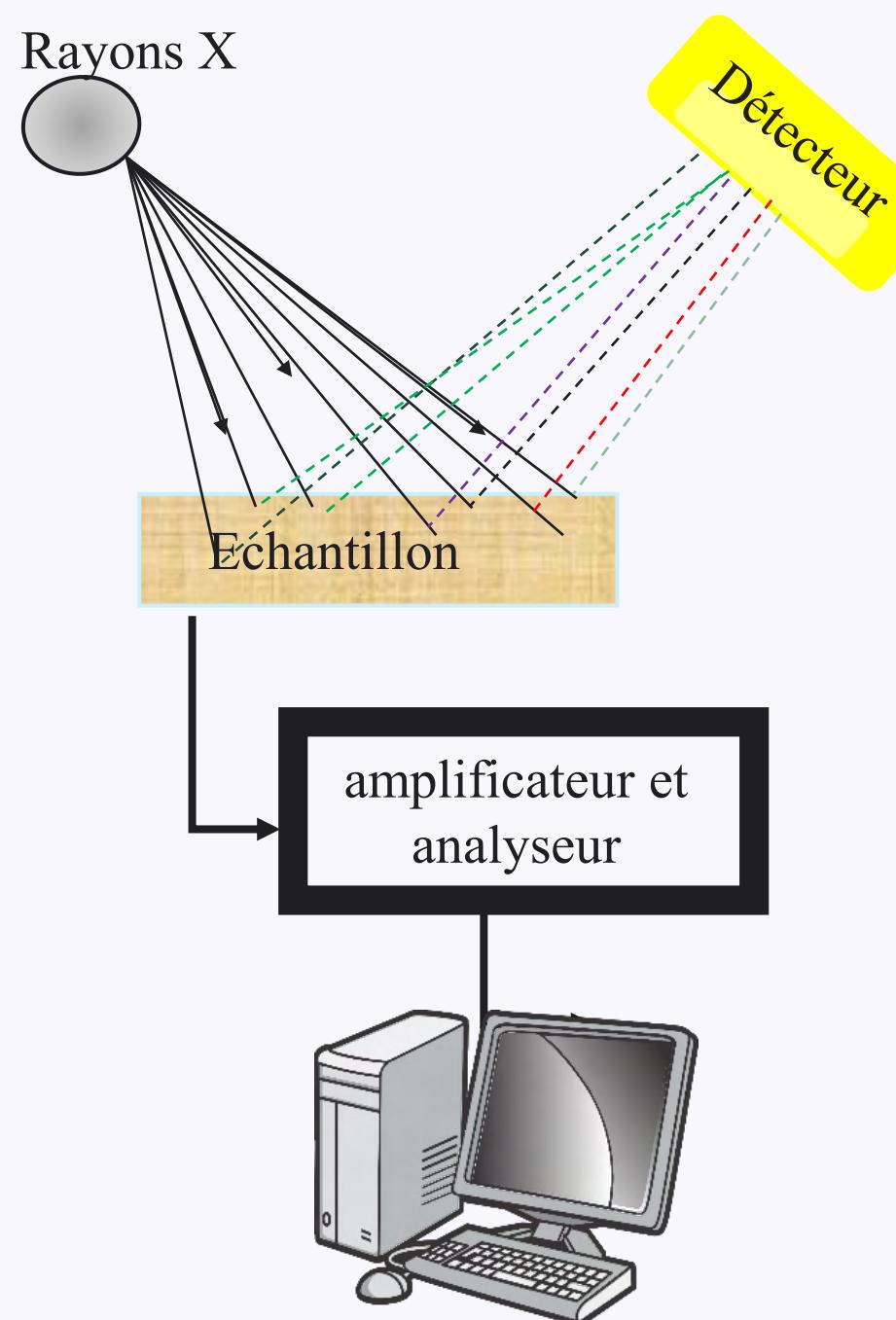
- Retardateurs de flamme biosourcé
- Traitement durable, résistant à la lixiviation / lavage



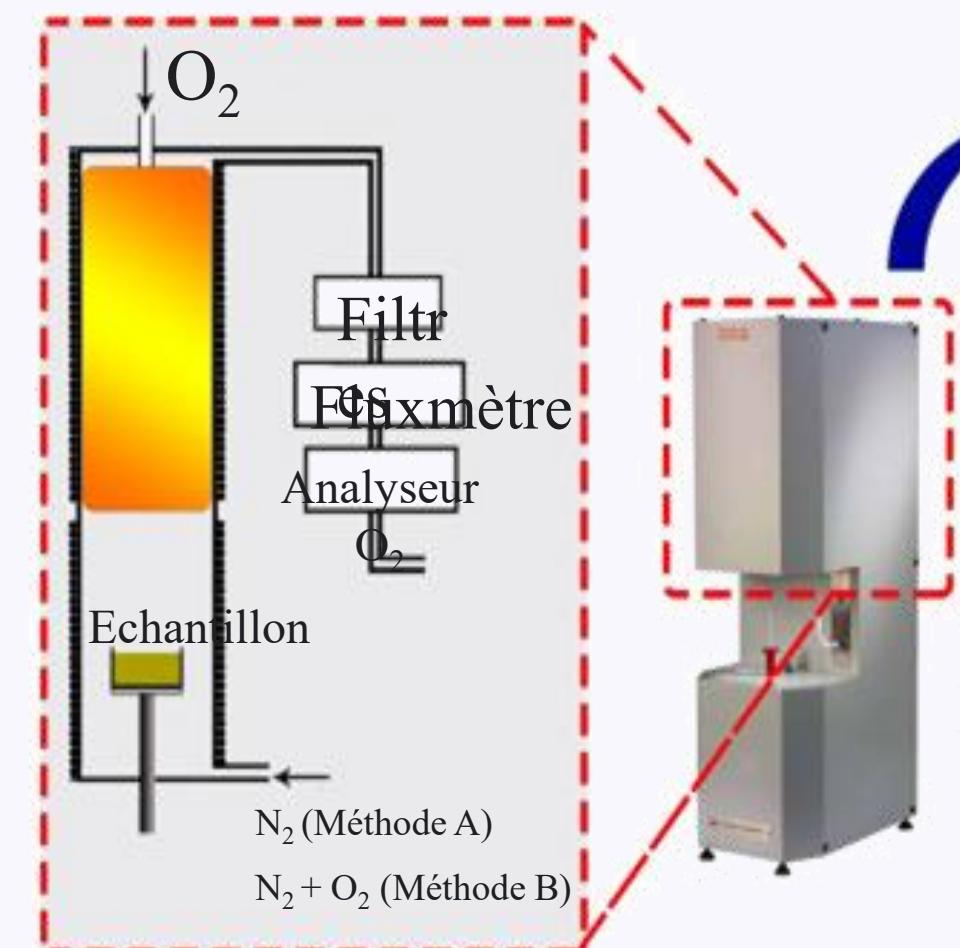
● Techniques de caractérisation

XRF → Dosage P

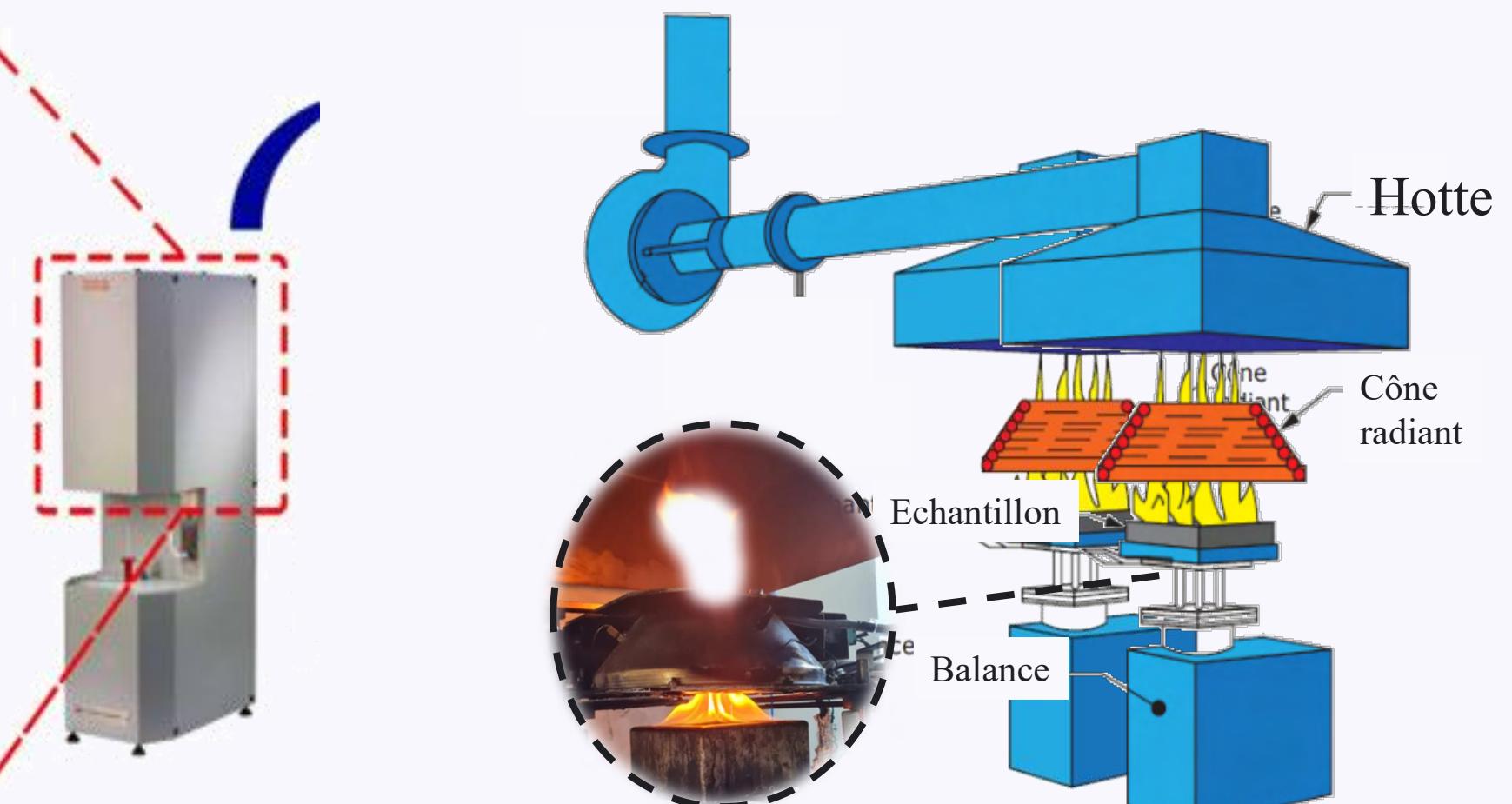
Analyse par fluorescence des rayons X



Microcalorimètre à combustion



Cône Calorimètre

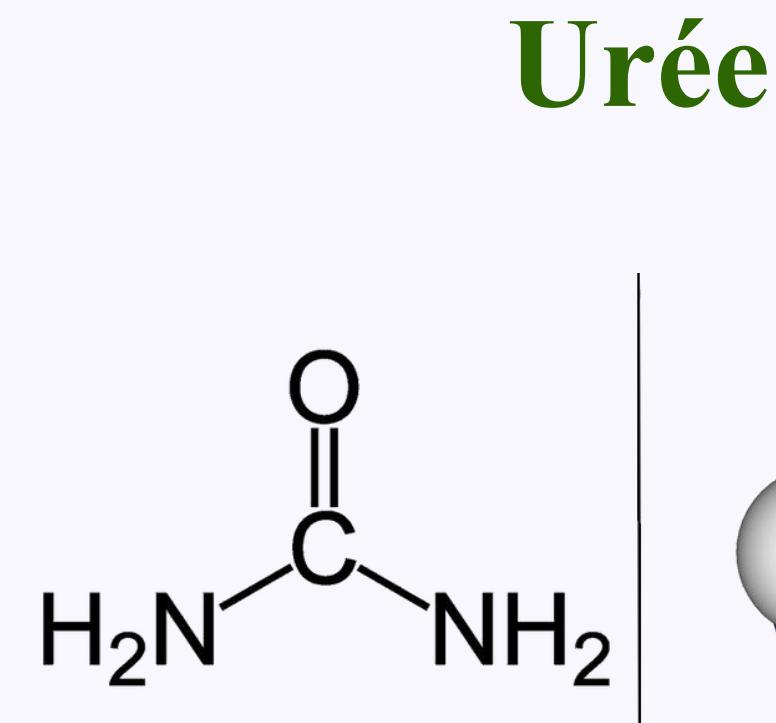
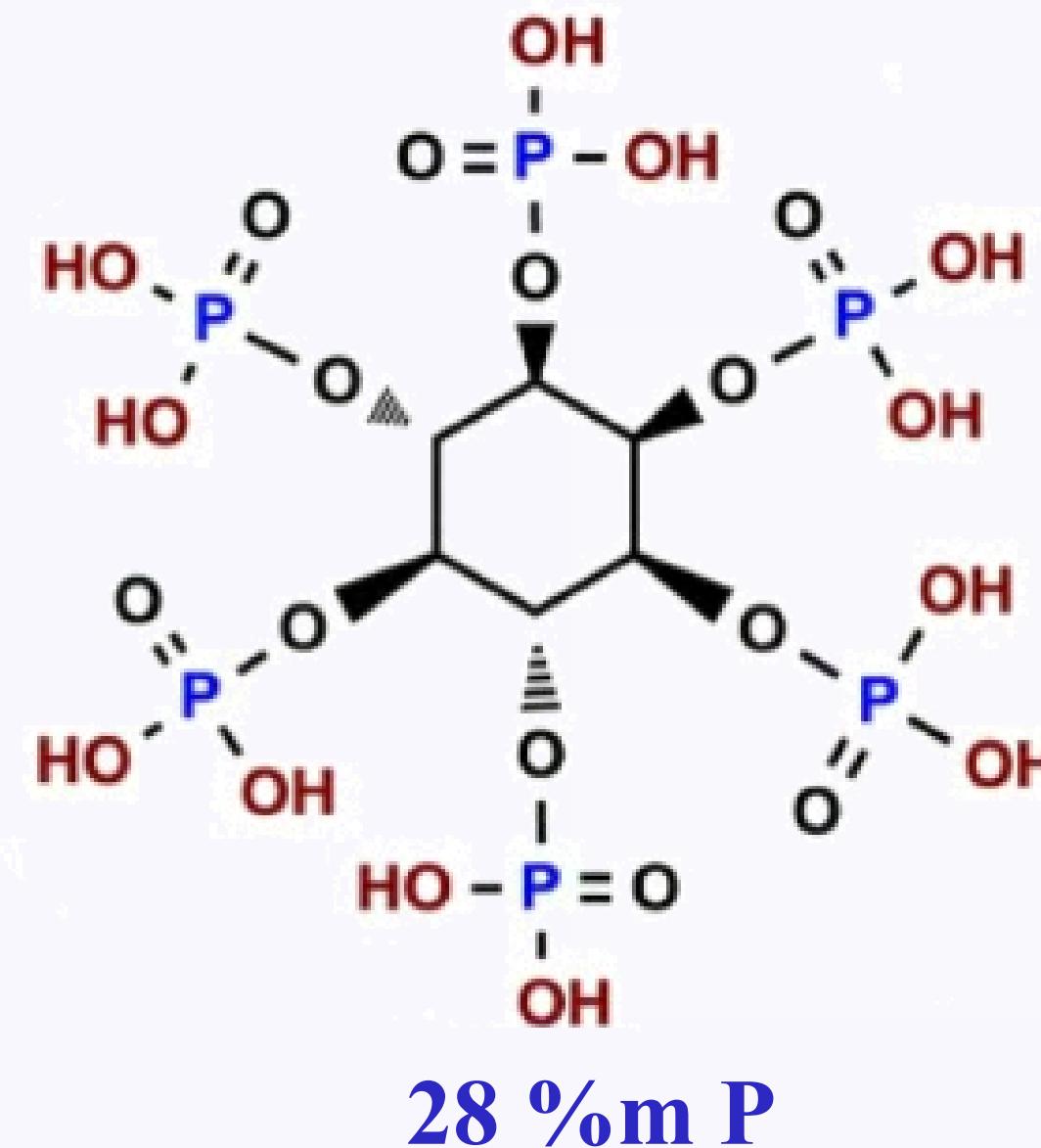


● Les retardateurs de flamme

Respectueux de l'environnement
Biosourcé

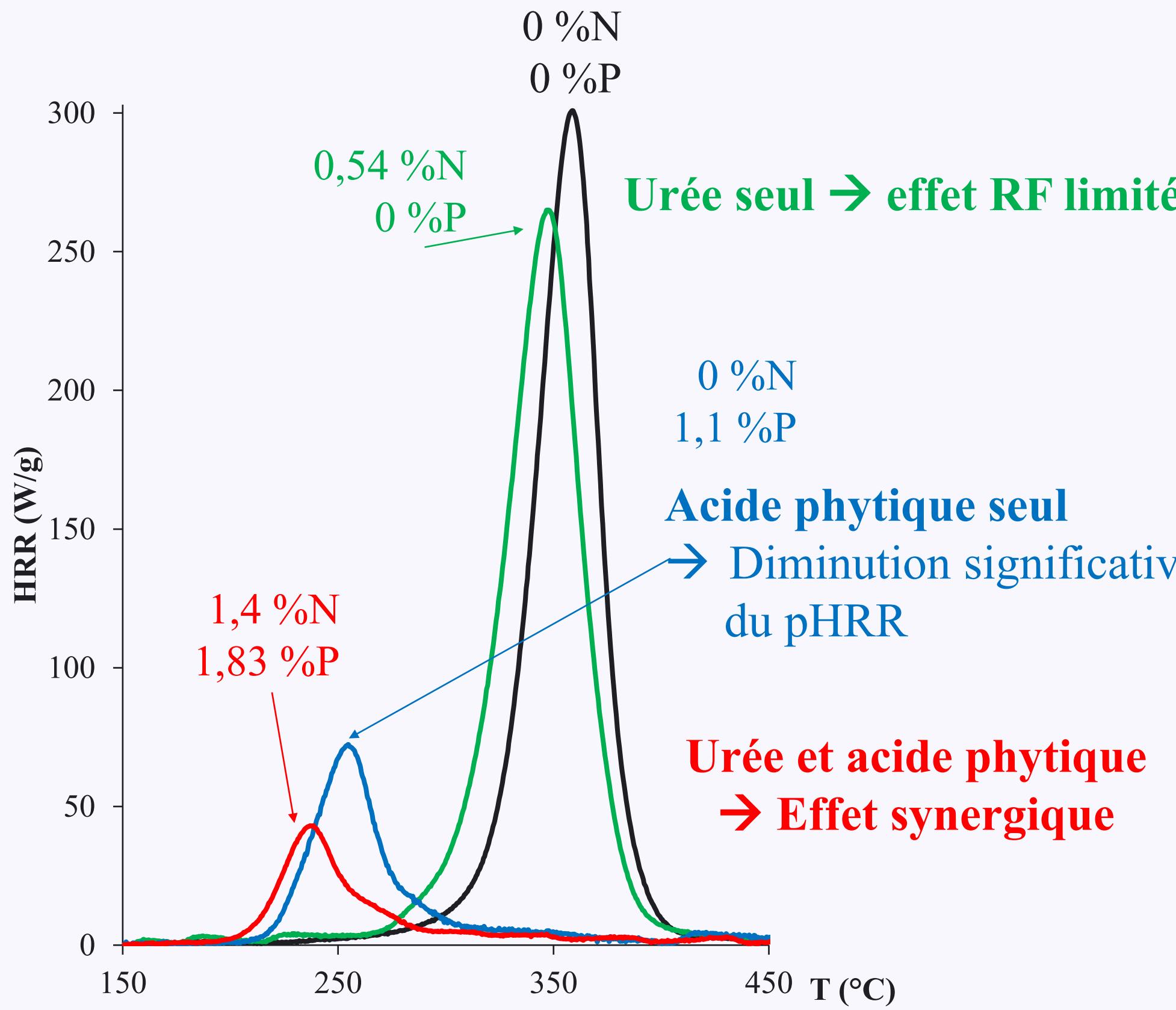


Acide Phytique



● Pourquoi l'acide phytique et l'urée ?

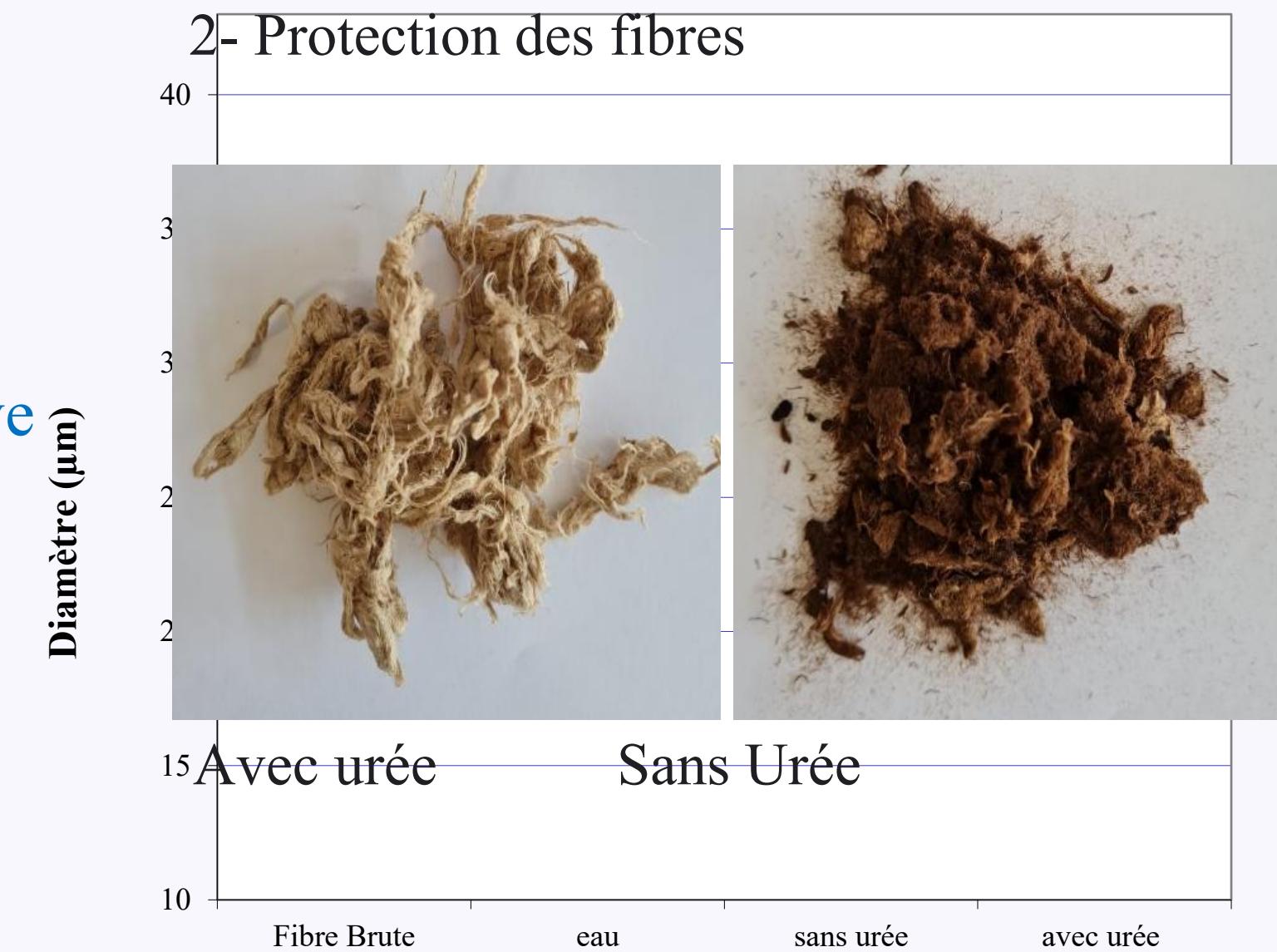
● Rôle des réactifs

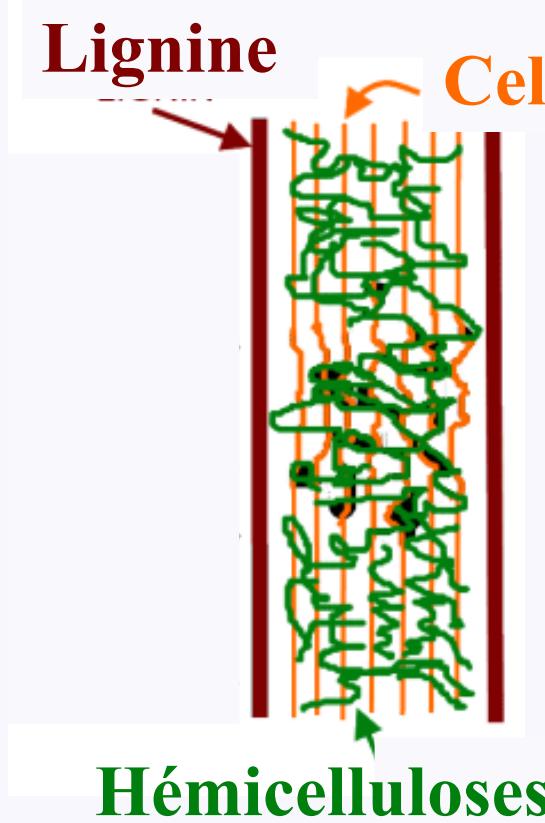


PCFC / pyrolyse anaérobie

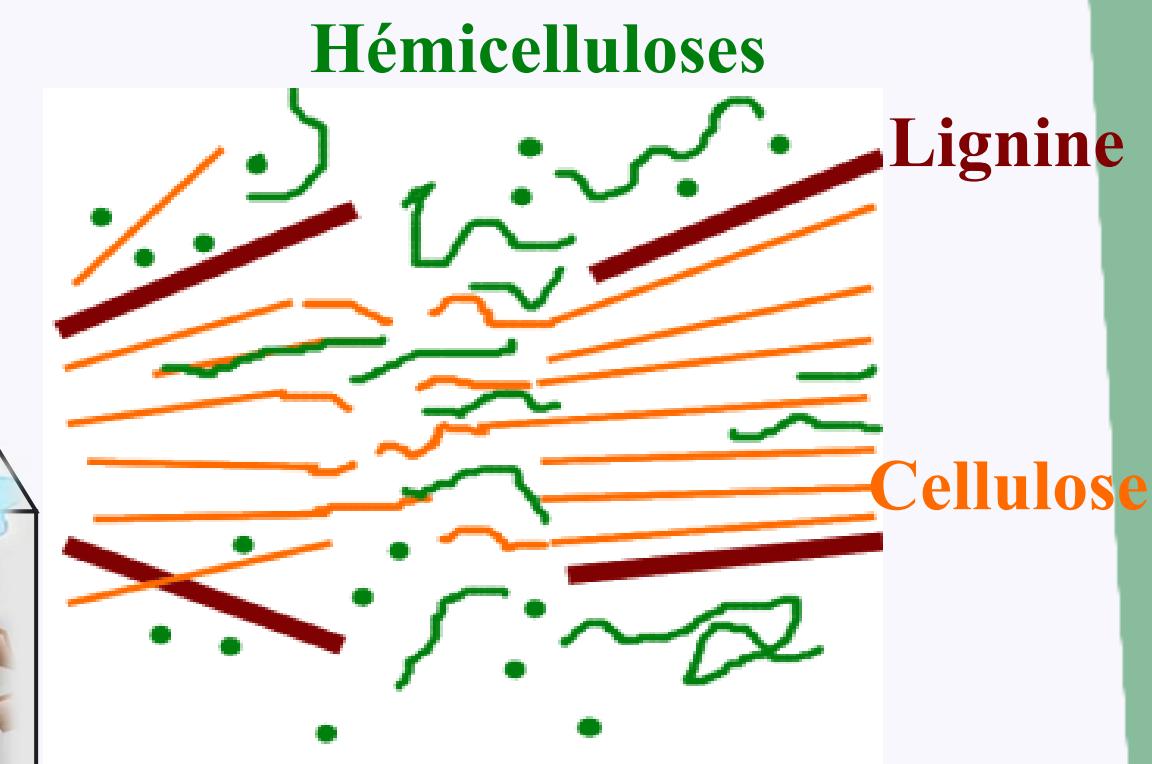
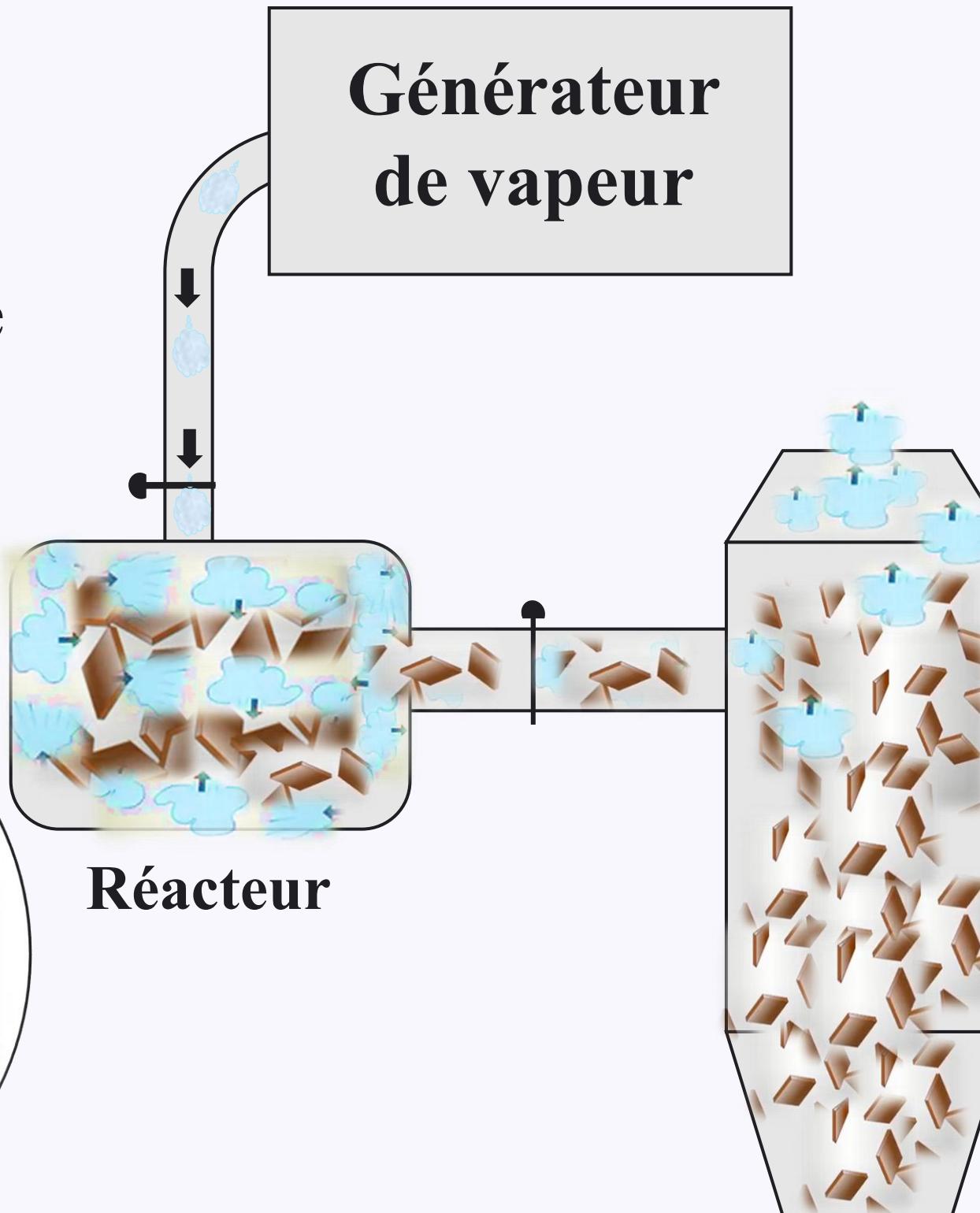
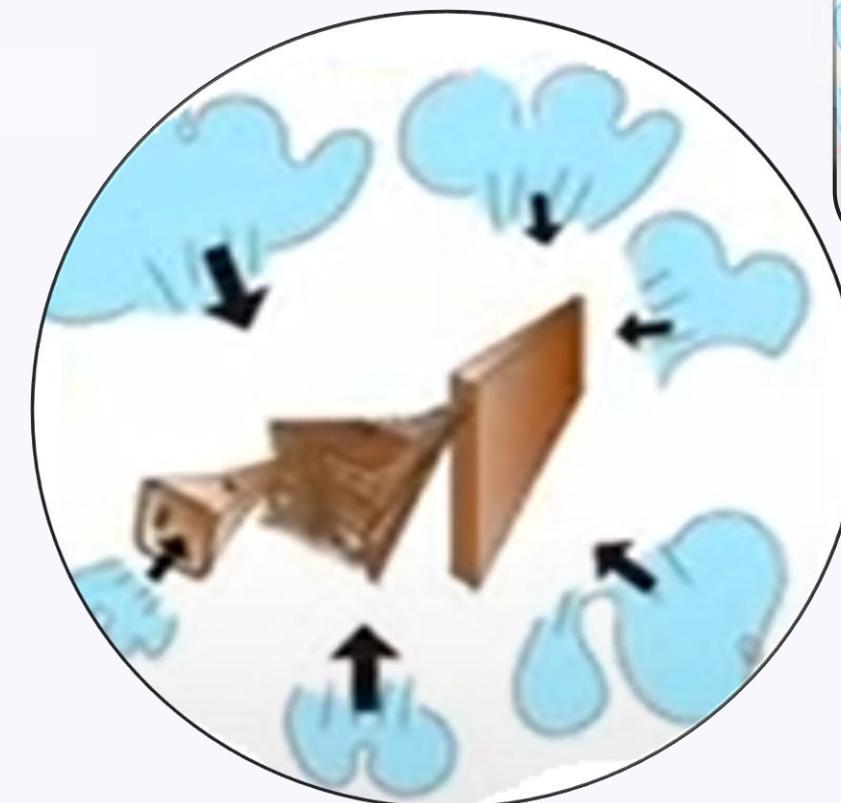
Pourquoi alors l'utilisation de l'urée?

- 1- Meilleur gonflement des fibres
→ cellulose plus accessible

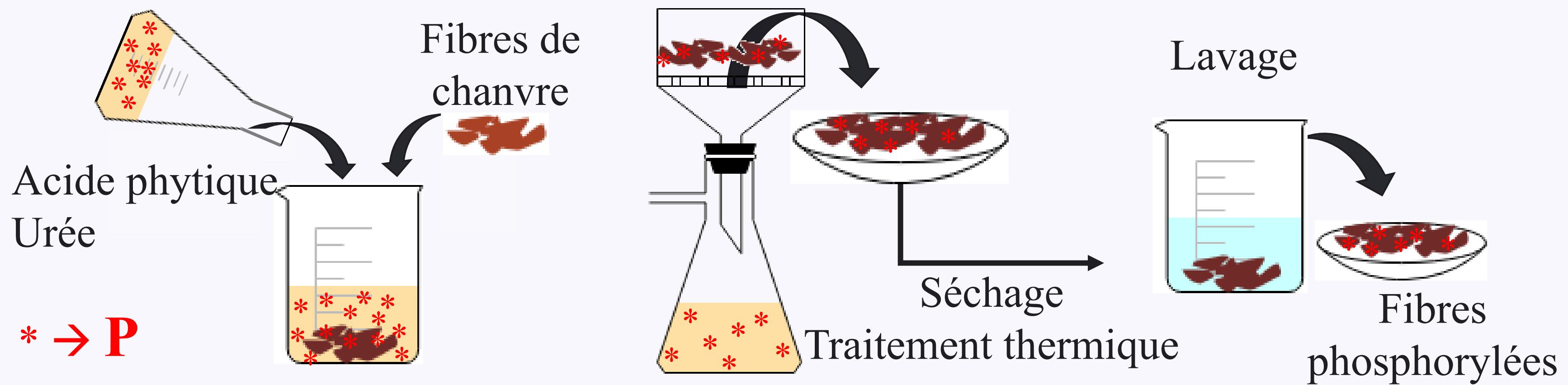




Biomasse introduite
dans le réacteur
Vapeur injectée

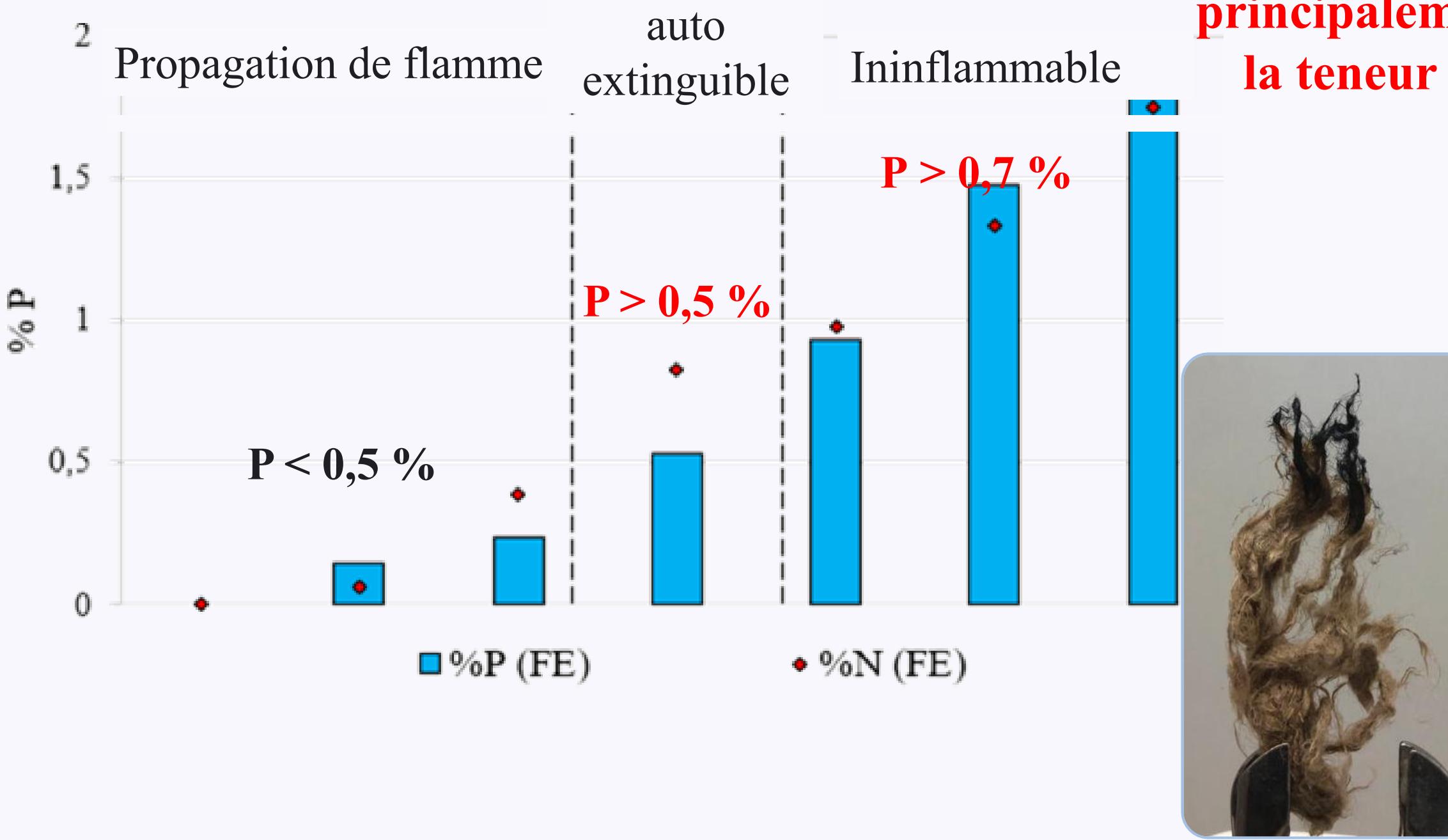


● Fibres de chanvre explosées

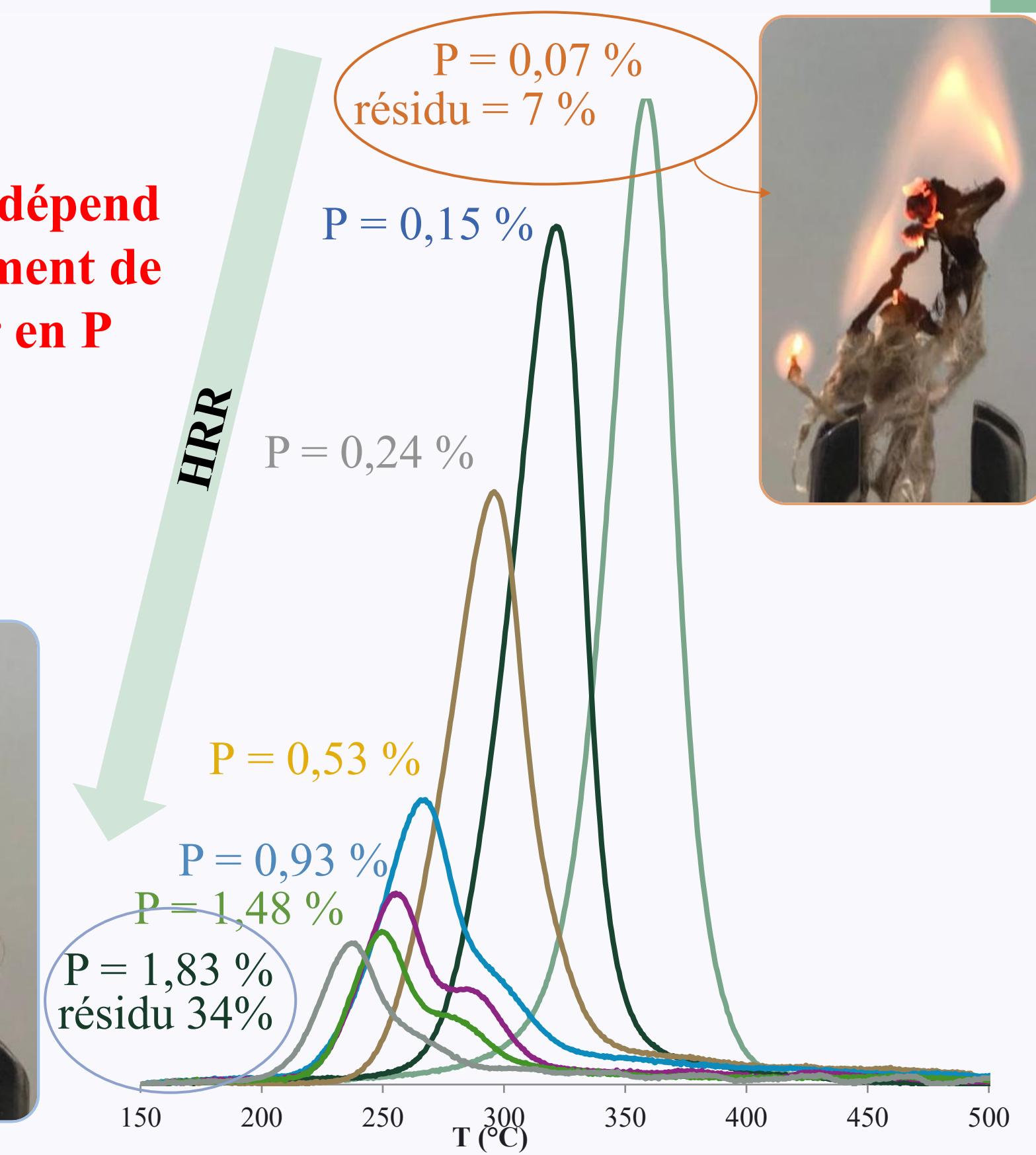
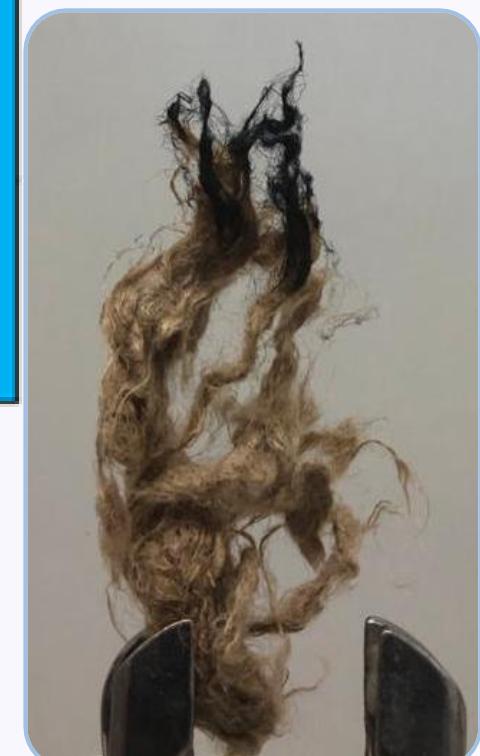


● Comportement au feu des fibres de chanvre

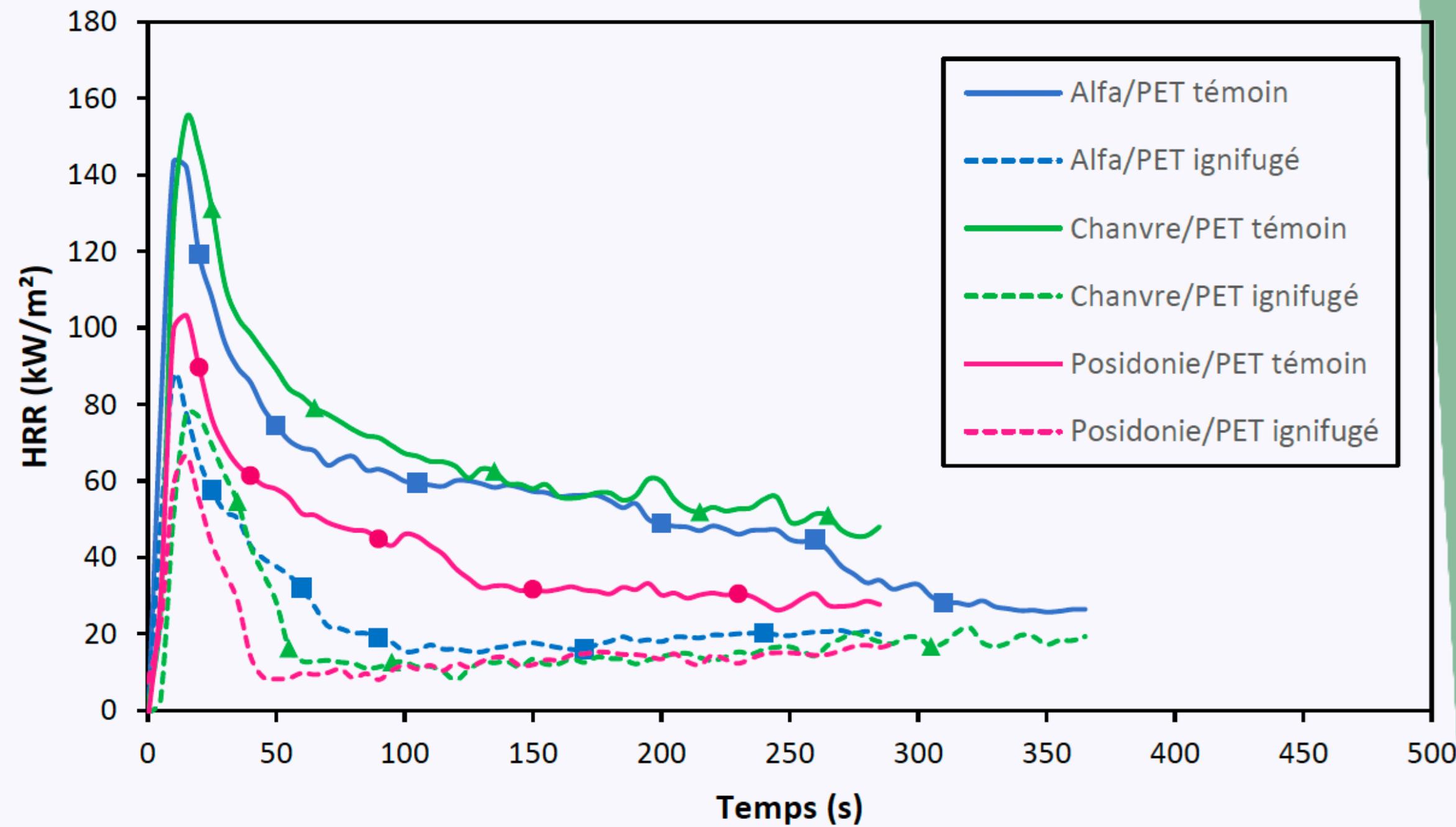
Test au briquet



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



Acide Phytique : P ↴ pHRR

/ Stabilité thermo-oxydative des chars

Greffage Durable

Taux de Phosphore greffé > 0,5 %

Urée : N Protection des fibres

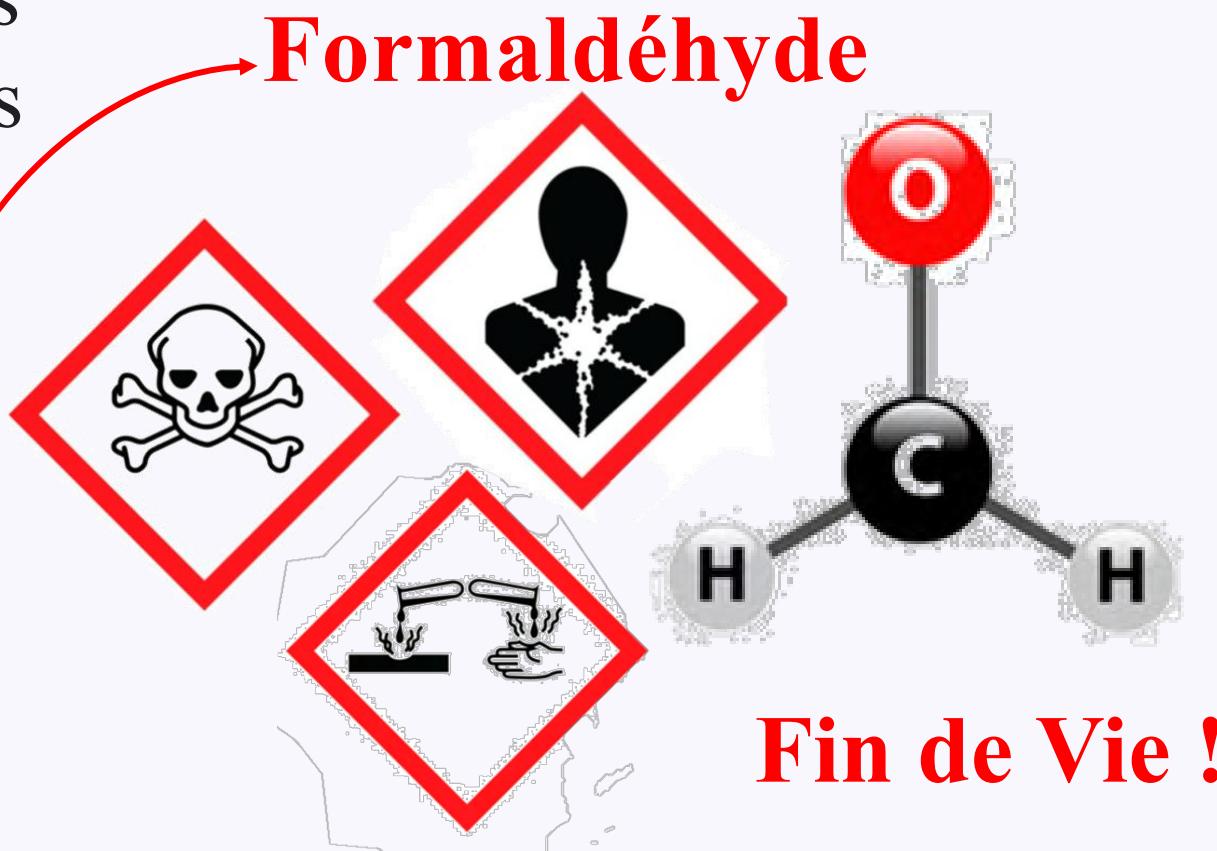
Amélioration du gonflement des fibres

● Les panneaux de bois



Bois ou des fibres lignocellulosiques

+
Liant



Développés à partir du XIX^e siècle



Comportement au feu

Réglementations



Panneau sans liant

RF Biosourcé

● Panneaux sans liant



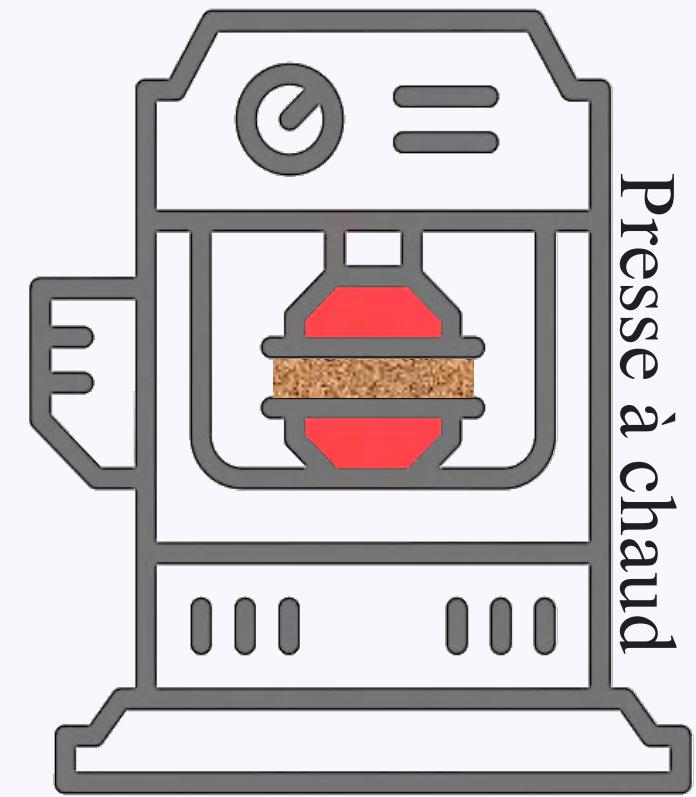
Le panneau est principalement lié à l'aide des composants naturels présents dans les fibres

Les matières premières riches en lignine

Les prétraitements

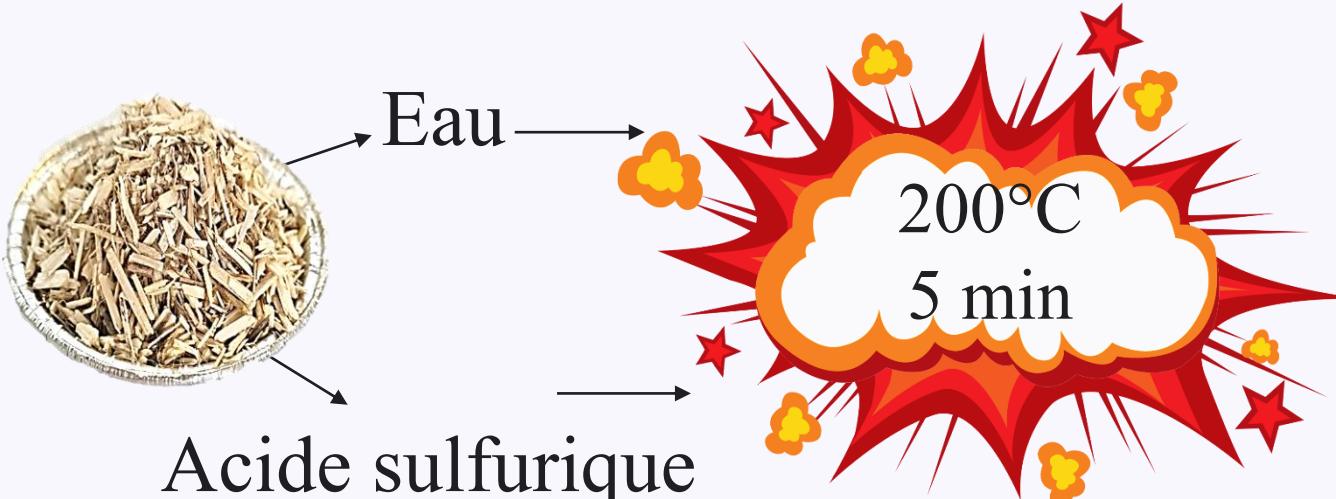
Raffinage (*Tarnaise des panneaux*)

Explosion à la vapeur → Modification de la composition chimique des fibres
→ Rôle important dans l'auto-liaison



● Préparation de panneau sans liant

Imprégnation



Explosion

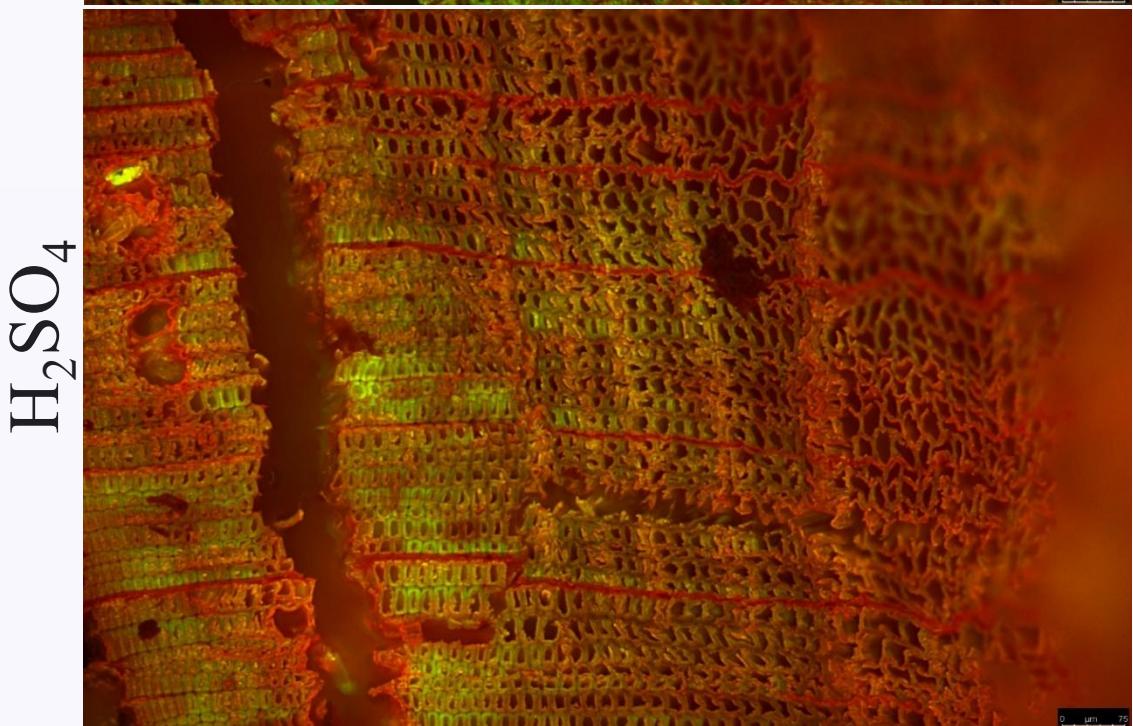
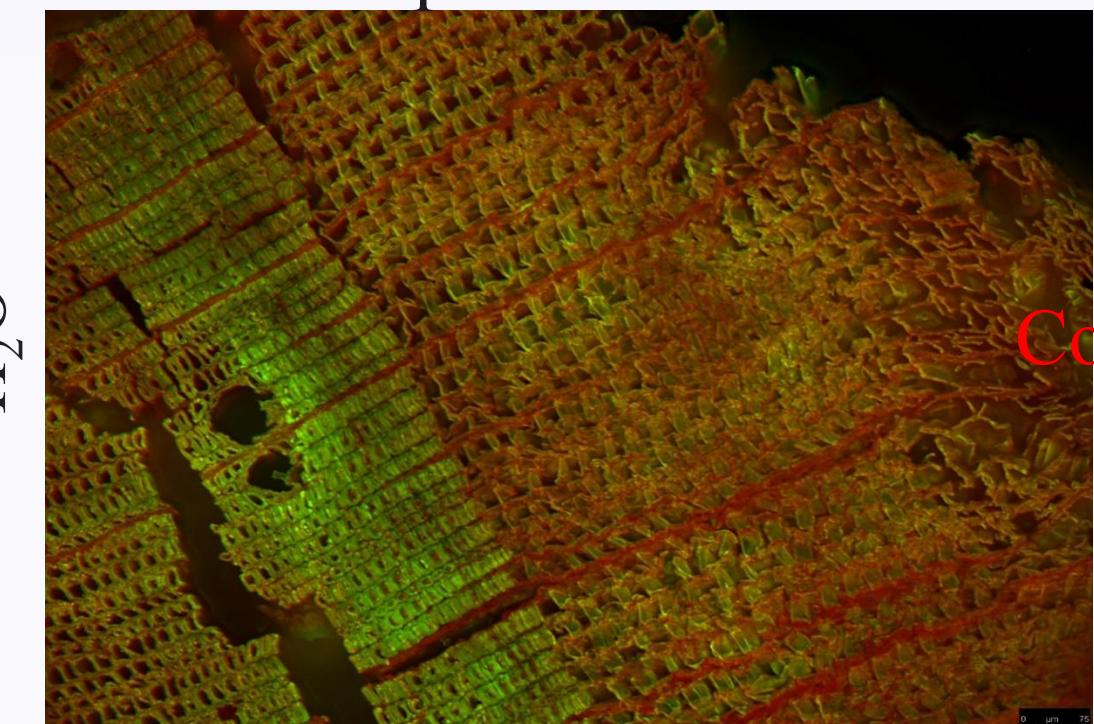


Biomasse explosive

Matière première

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

Microscopie à Fluorescence



Relocalisation de la lignine

● Préparation de panneau sans liant et ININFLAMMABLE

Explosion

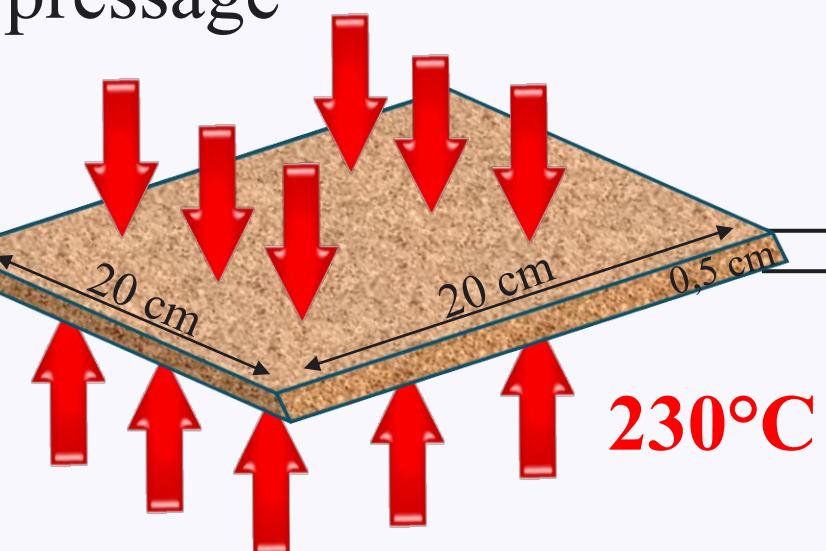


Biomasse
explosée



Matelas

Thermo
pressage



Panneau sans
liant et
ininflammable



Non traité



AP + urée

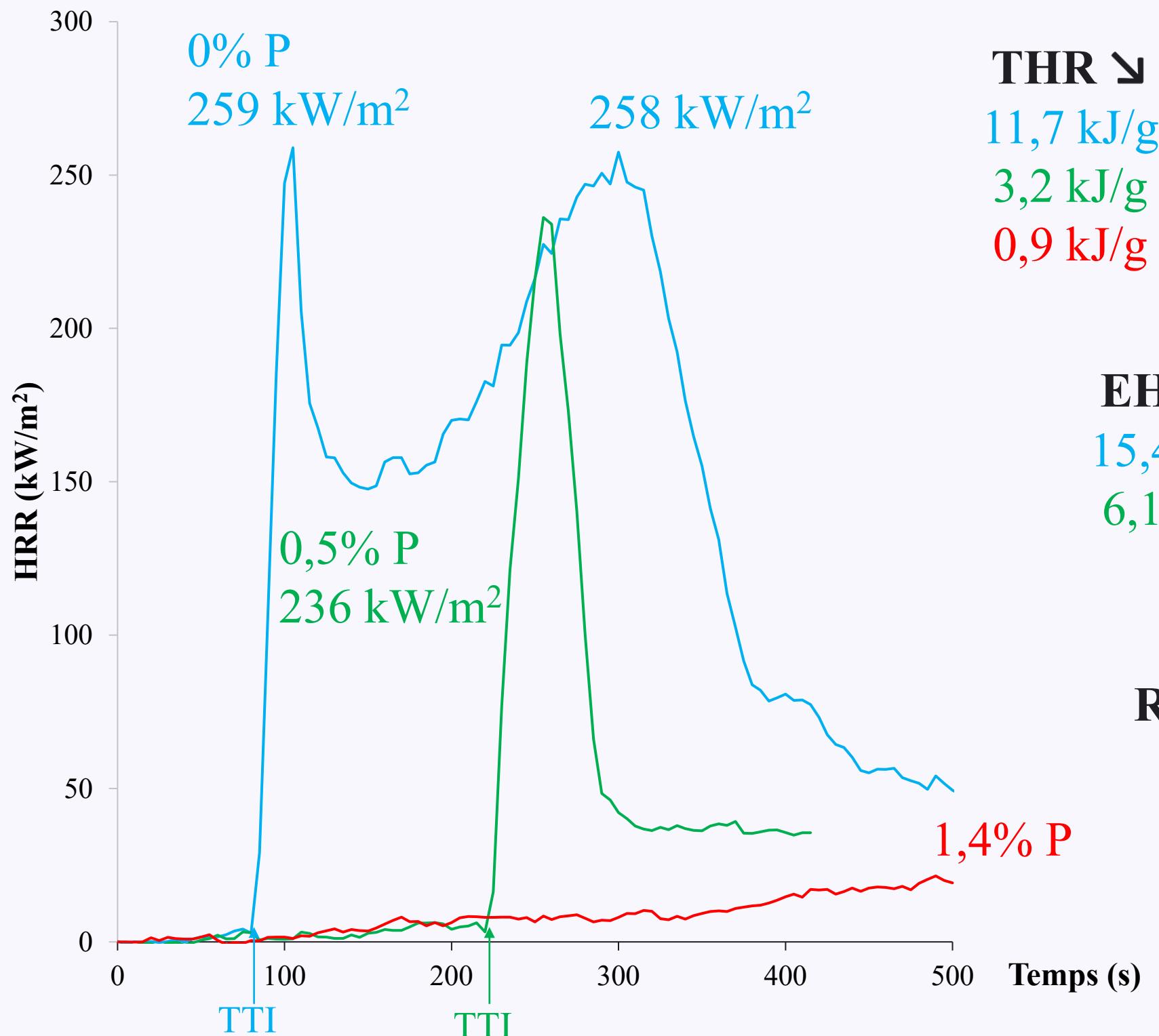


Urée seul



AP seul

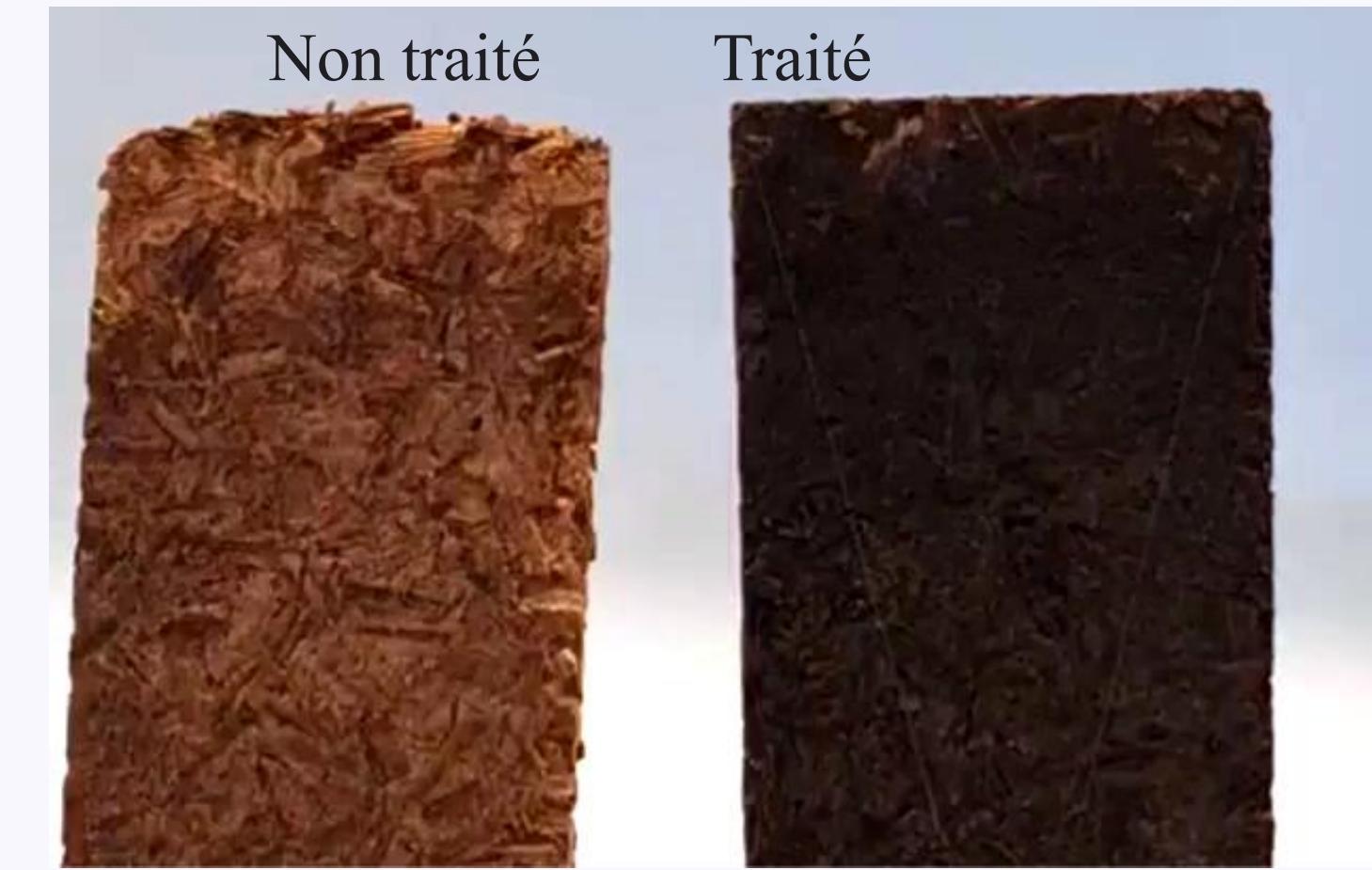
● Propriétés des panneaux



Cône calorimètre

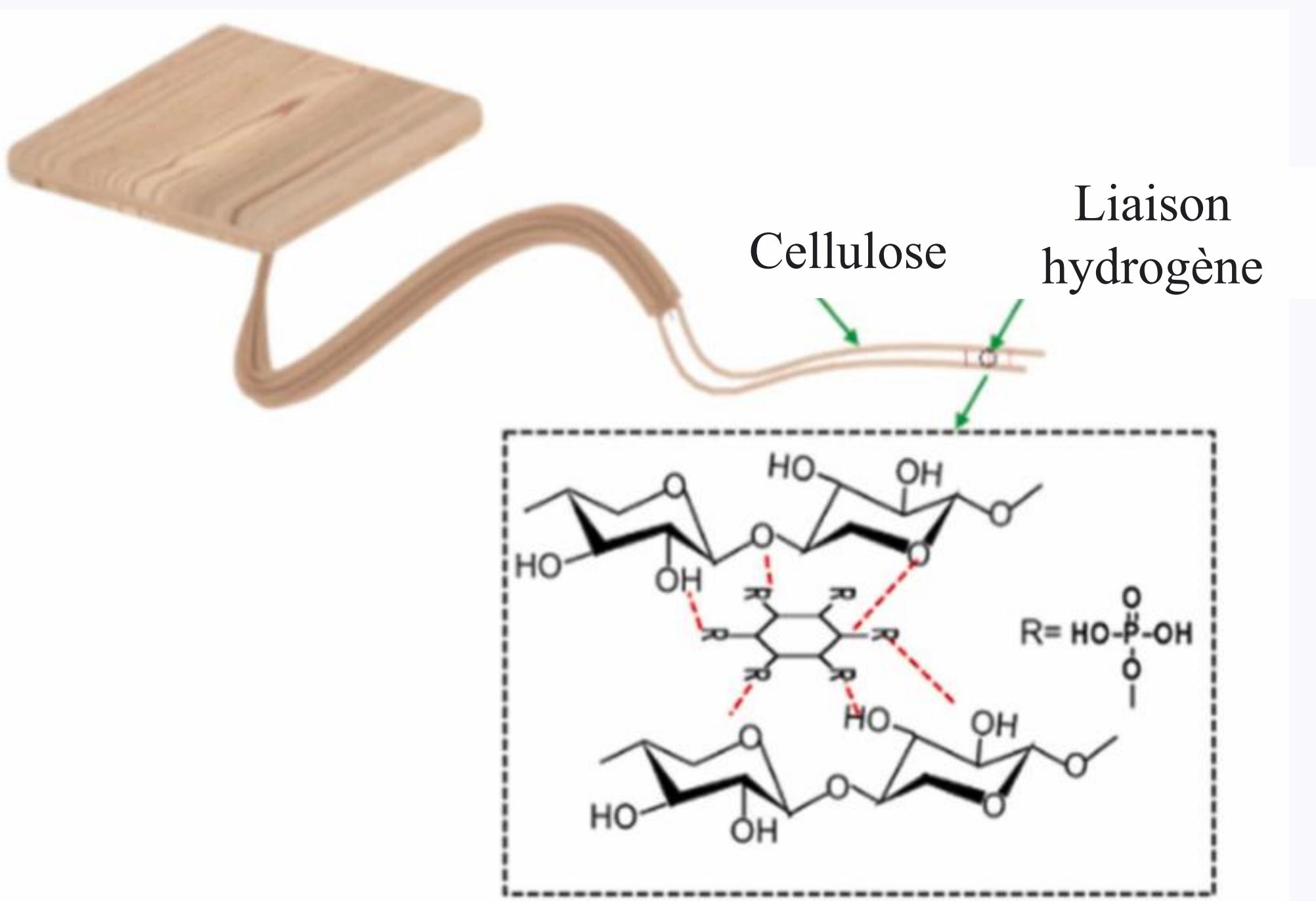
THR ↴**11,7 kJ/g****3,2 kJ/g****0,9 kJ/g****EHC ↴****15,4 kJ/g****6,1 kJ/g****Résidu ↗****24 %****47 %****55 %**

Test au feu- non standarisé



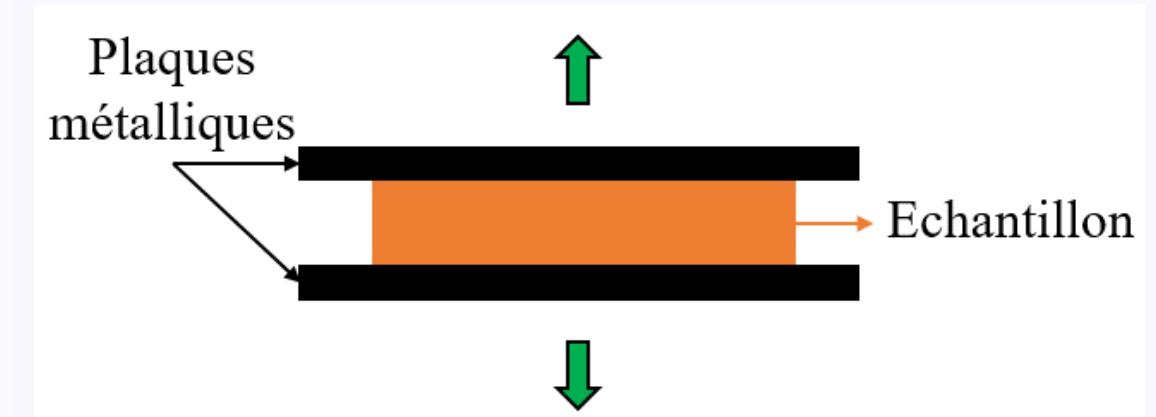
Non traité traité 5% AP traité 10% AP

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

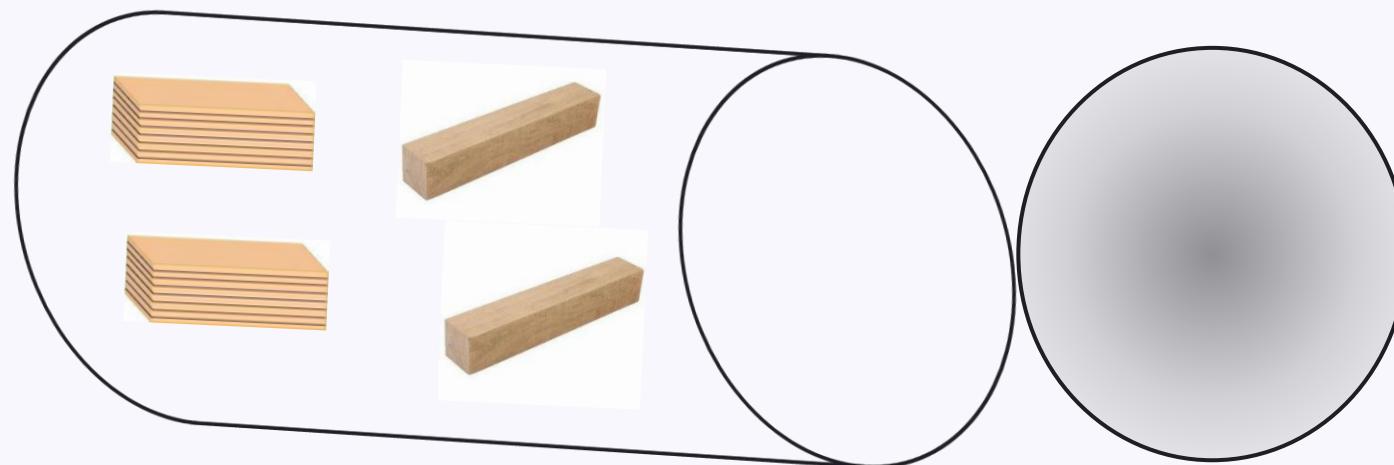


Cohésion interne (MPa)

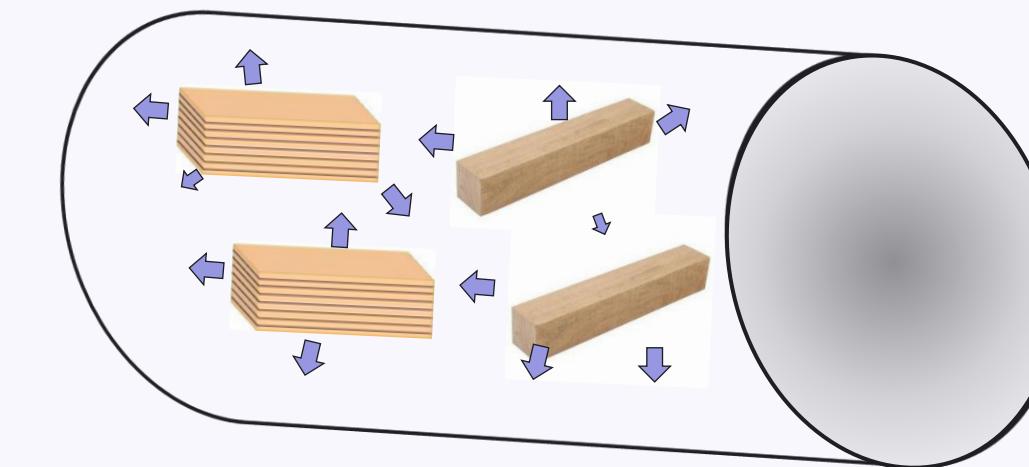
	NT	10% AP
Epicéa (H_2O)	0,06	0,17
Epicéa (H_2SO_4)	0,44	0,54



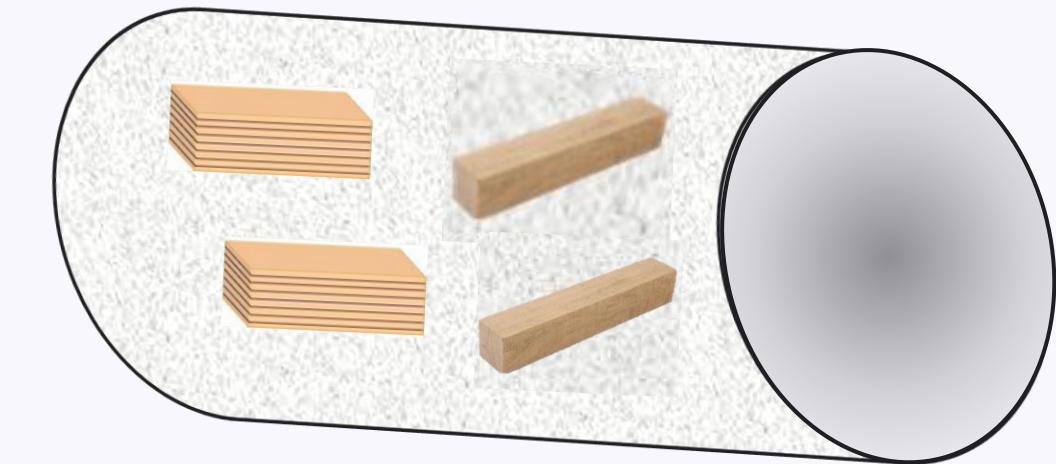
● Imprégnation en autoclave (Bois massif et lamifié)



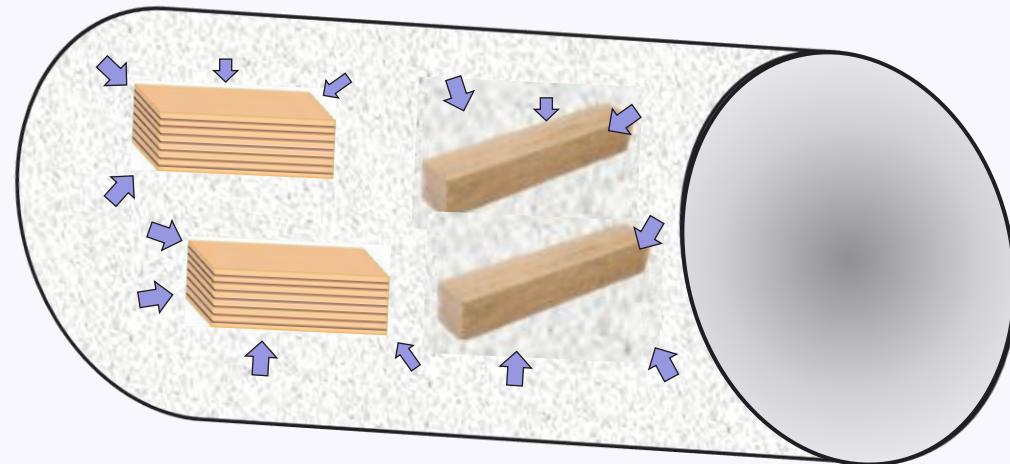
1- Les éprouvettes du bois sont introduits dans l'autoclave



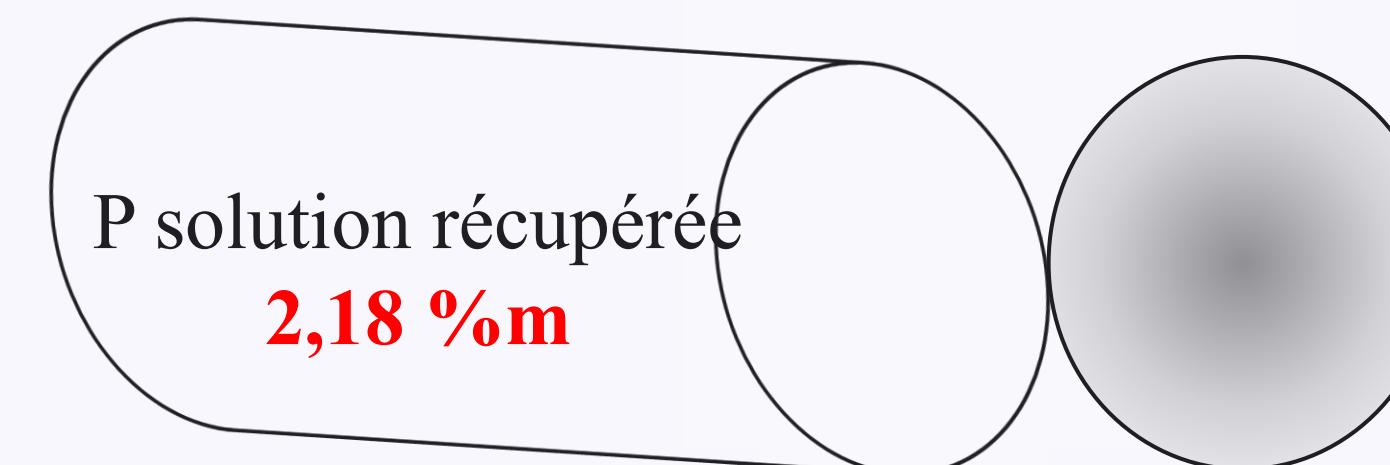
2- Une mise sous vide progressive de l'autoclave



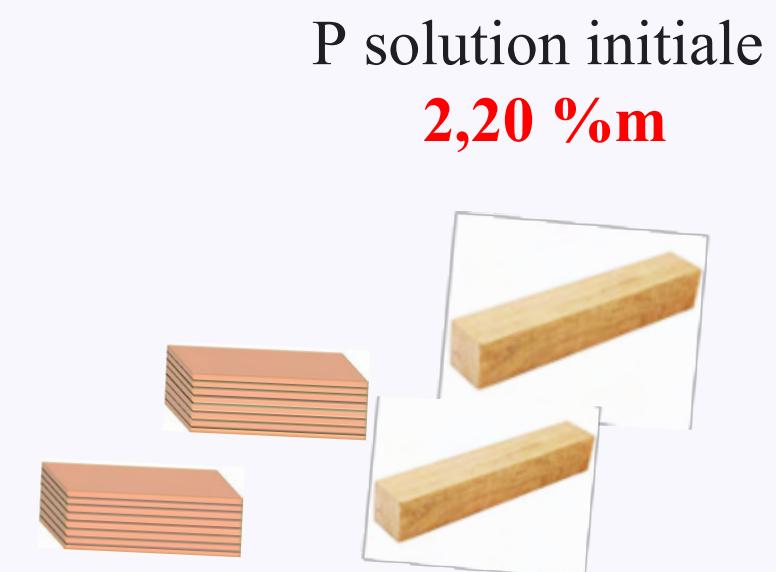
3- La solution ignifugeante remplit l'autoclave



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



P solution récupérée
2,18 %m



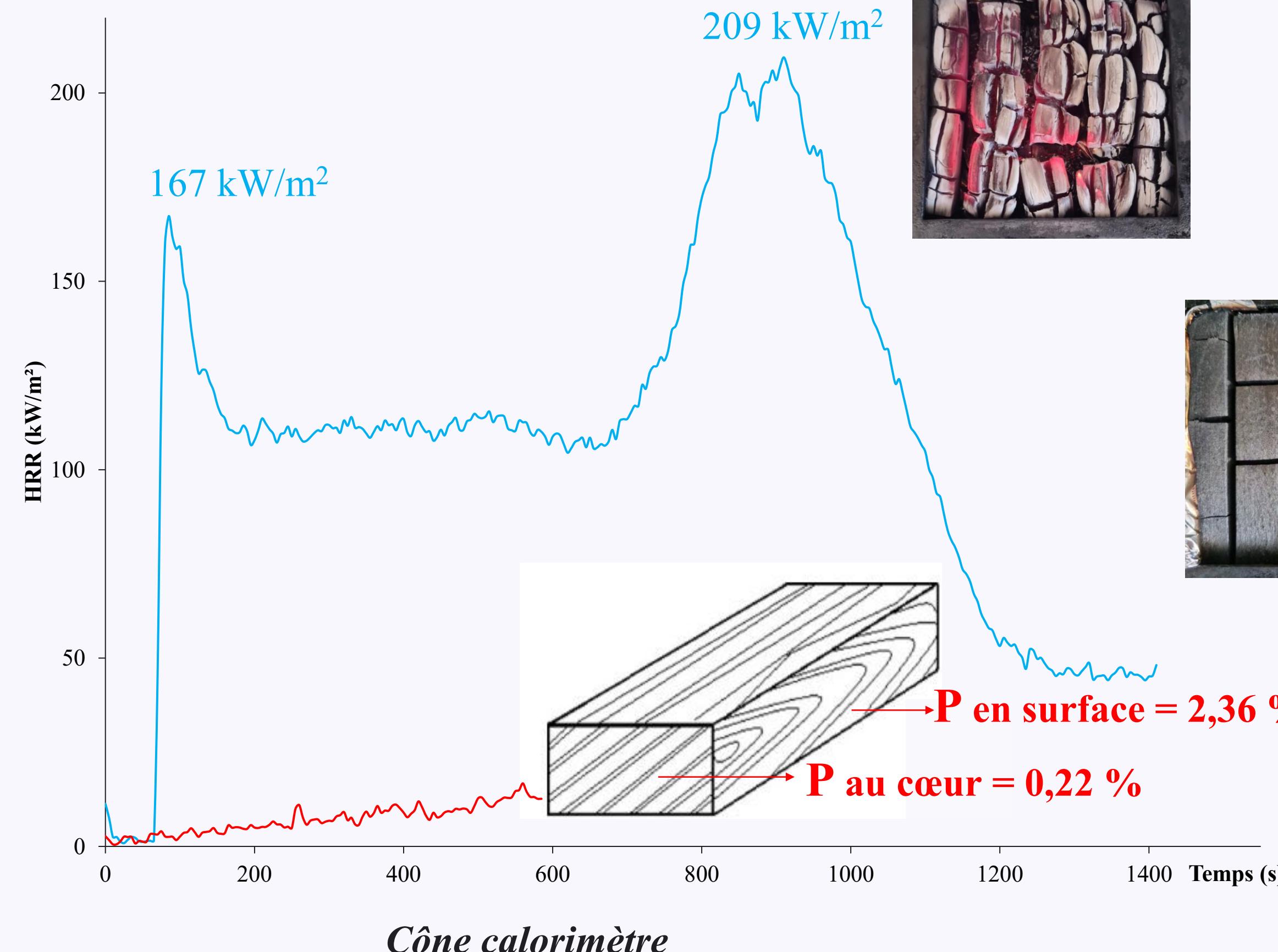
P solution initiale
2,20 %m

Le bois est séché et cuit

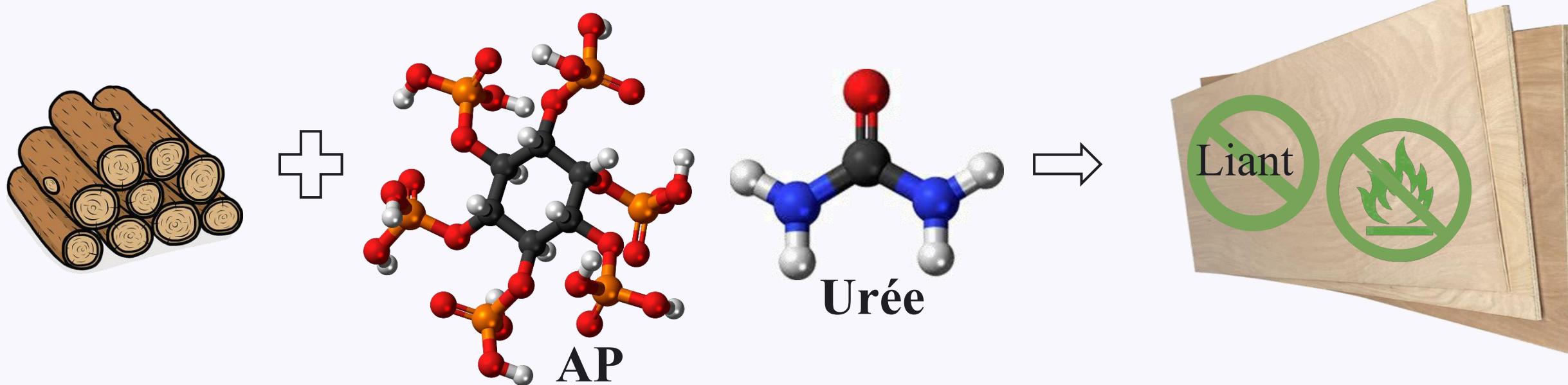
● Eprouvettes bois massif

THR ↴
9,6 kJ/g
0,23 kJ/g

Résidu ↗
20,2 %
84,5 %



● Conclusion



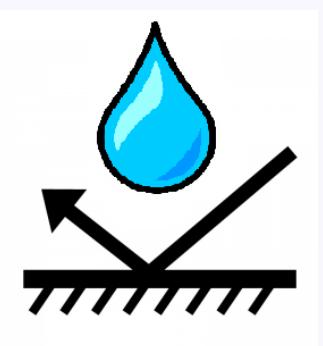
P / Résistance au feu des panneaux

↓ 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

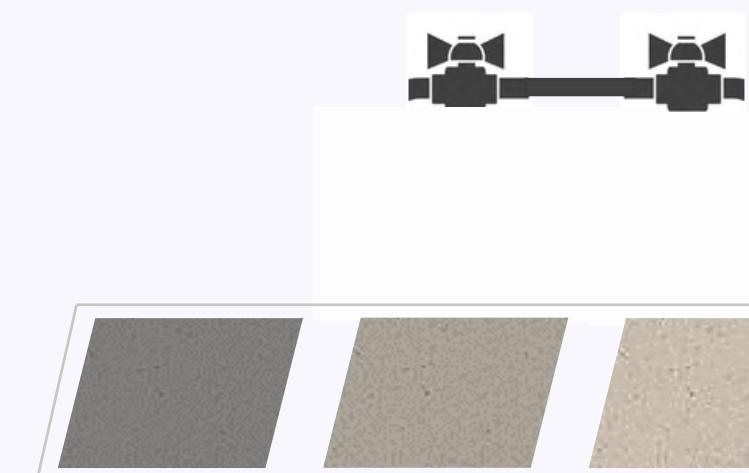


● Celloz



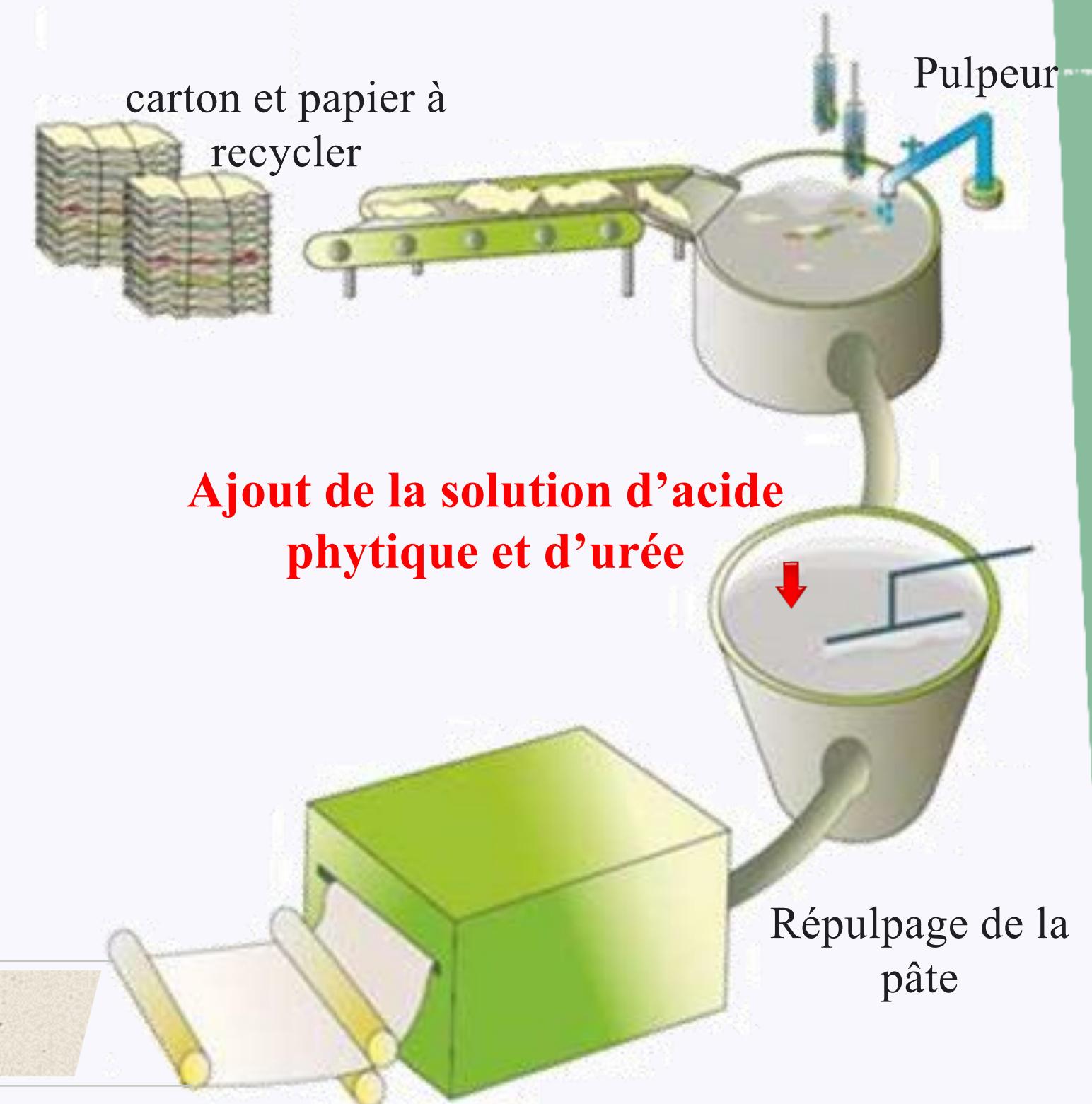
Matériau entièrement biosourcé

Fibres de cellulose
+
Résines végétales



Revêtement résine
biosourcée hydrophobe

Obtention de
plaques



Ajout de la solution d'acide
phytique et d'urée

Répulpage de la
pâte

● Test au feu



Plaque non traitée

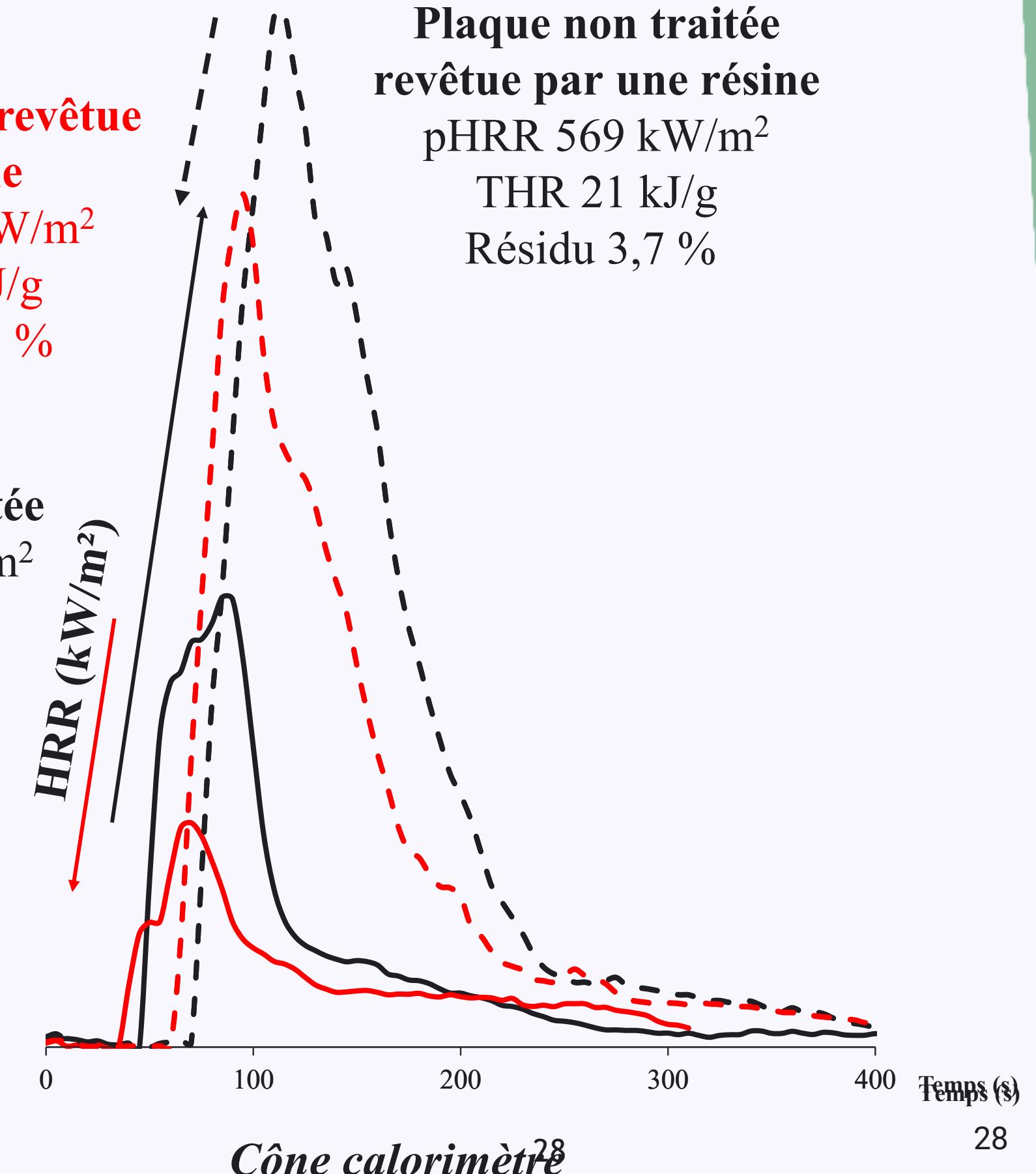


Plaque traitée

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 %



● Compagnie française des panneaux



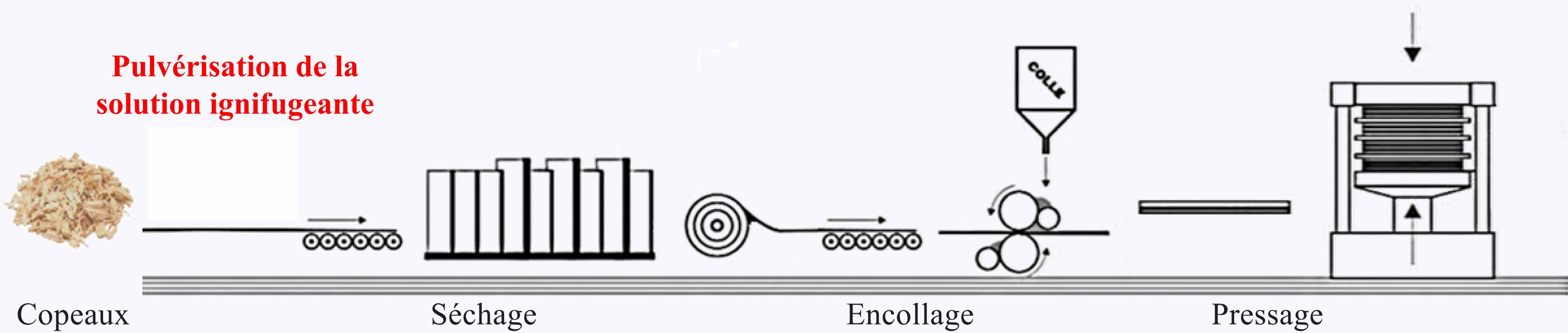
L'entreprise fondée en 1969, utilise les techniques les plus modernes pour la production de panneaux de particules bruts et revêtus.

**10 % de la production française
35 % exporté**

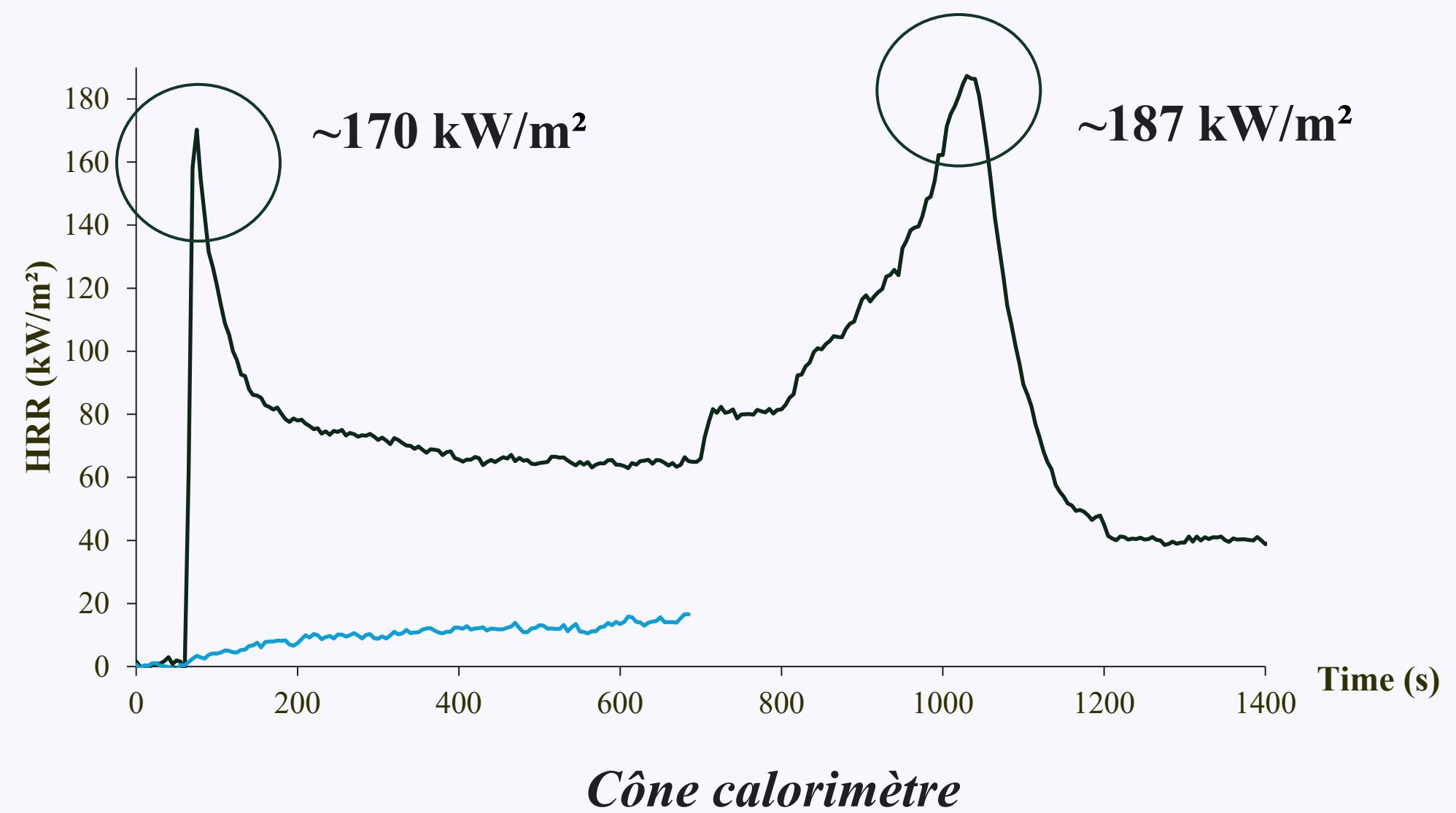
Panneaux monocouches : 1 couche de copeaux de bois

Panneaux tri-couches : 3 couches de copeaux de bois

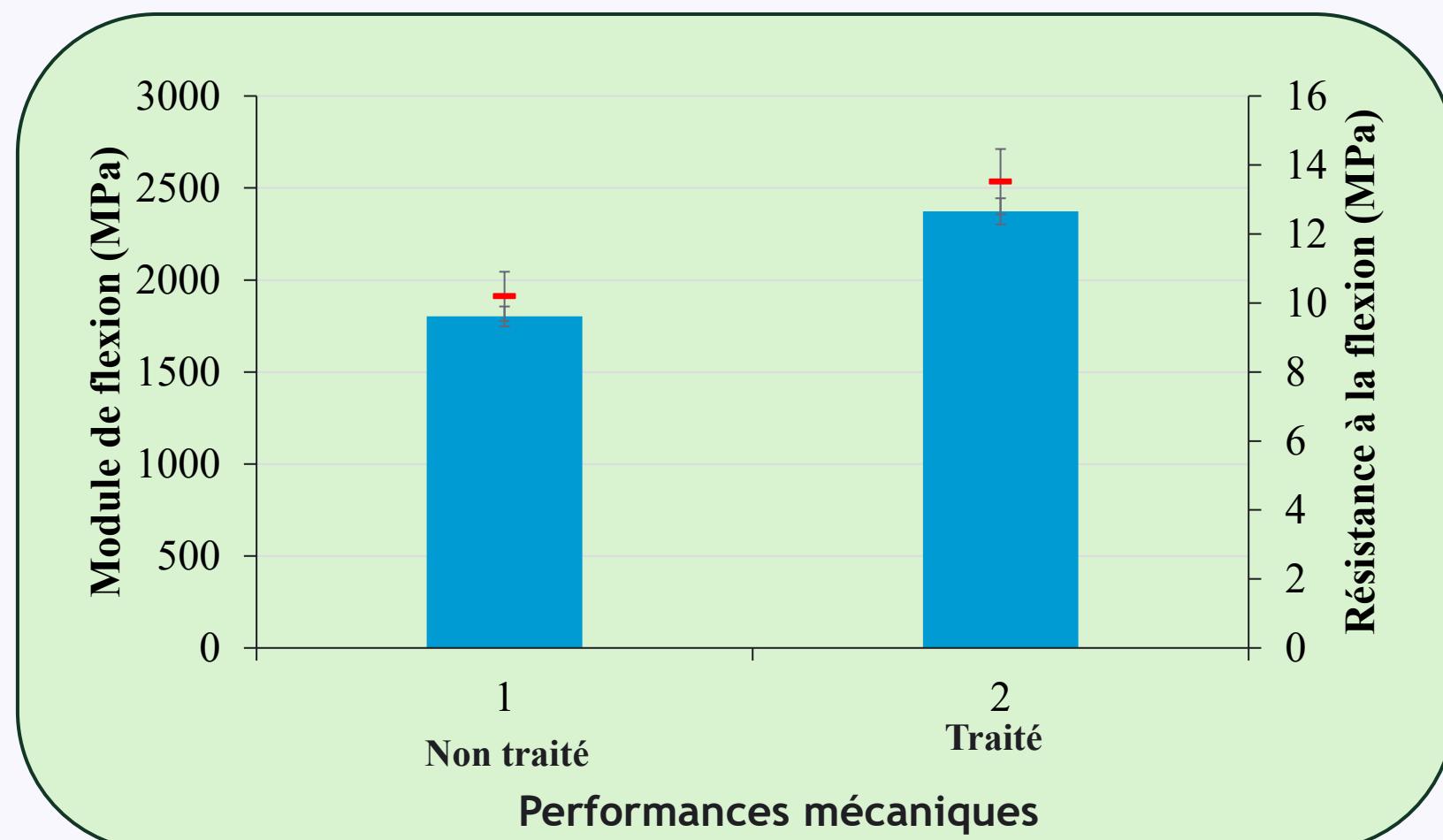
Pulvérisation de la solution ignifugeante



● Panneau monocouche : Test au feu



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'Isorel®



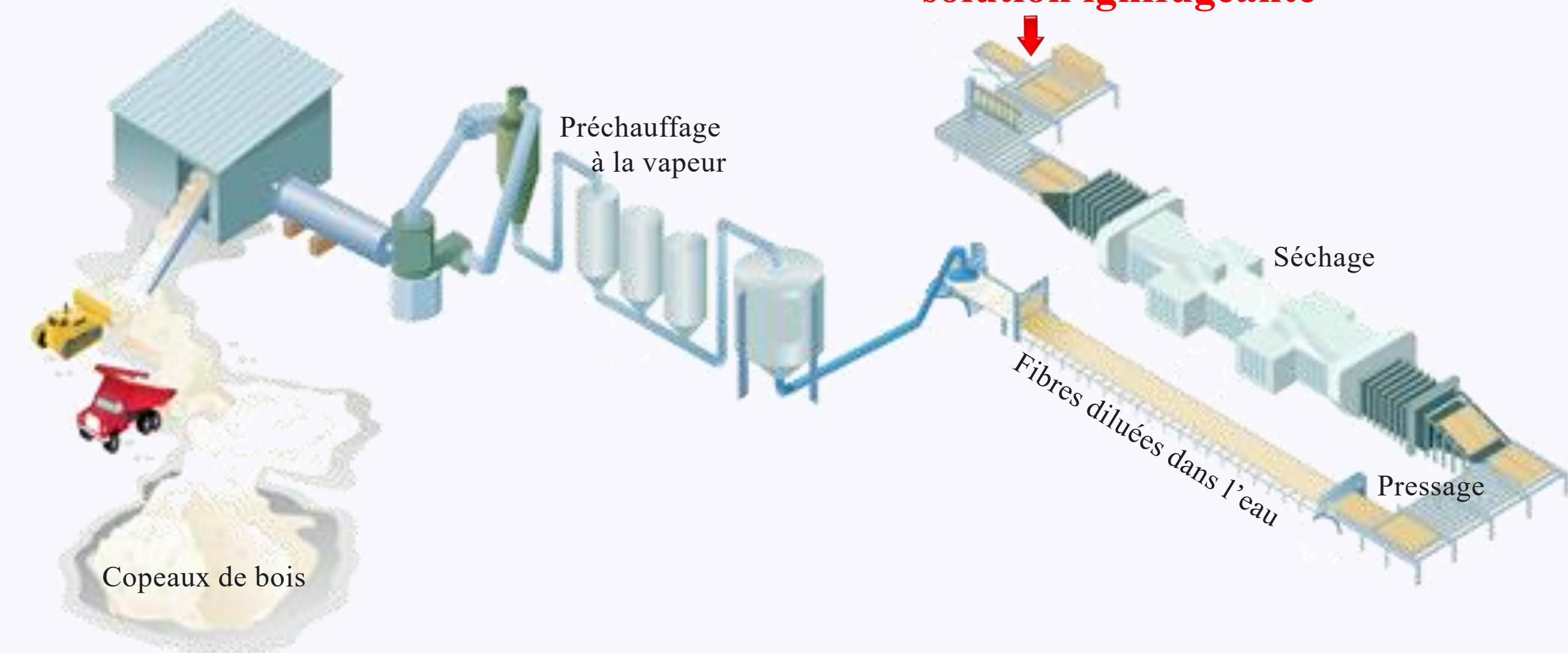
Panneaux haute densité

Sans liant synthétique

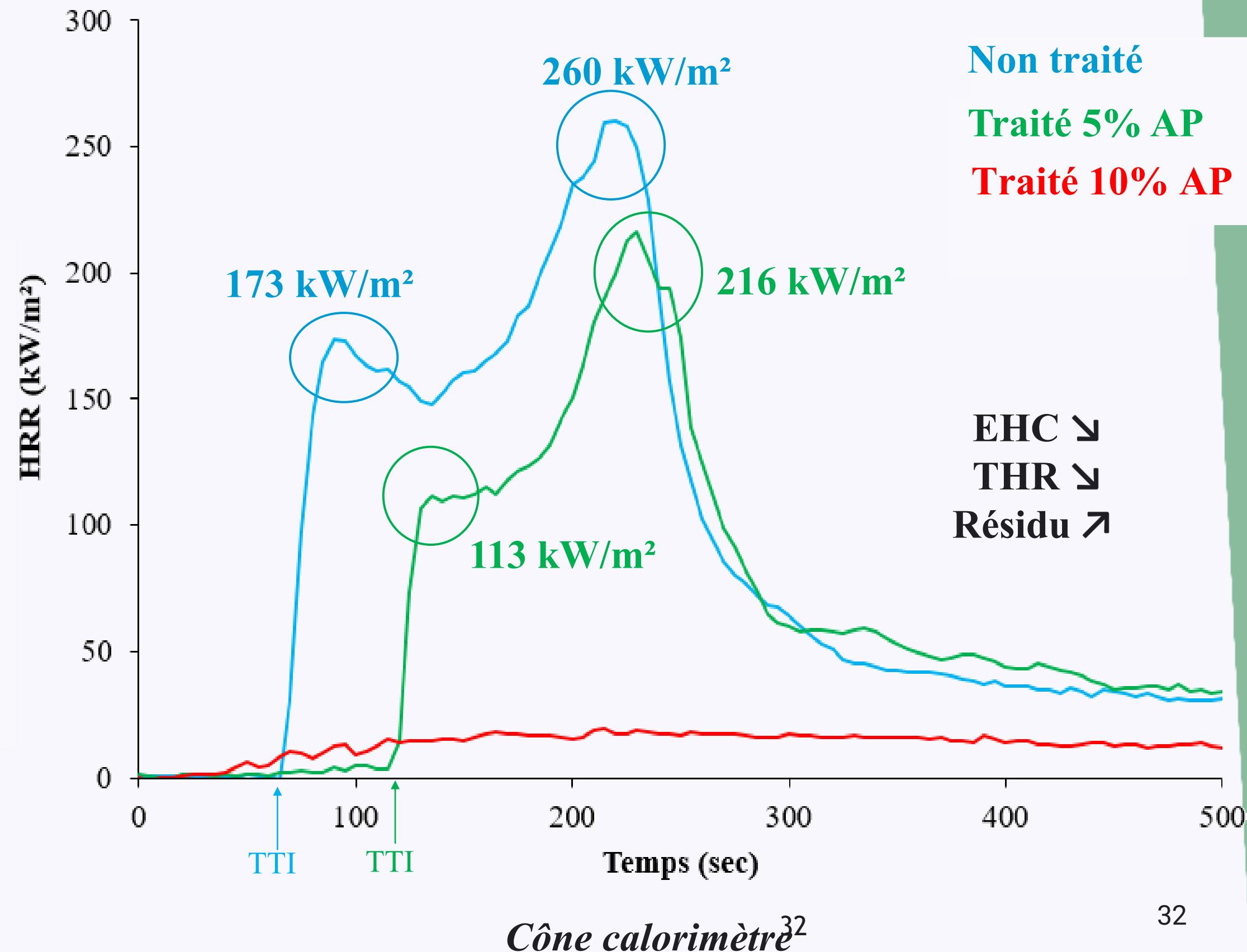


Intégration du Procédé

Pulvérisation de la
solution ignifugeante



● Caractérisation des panneaux traités



● Conclusion

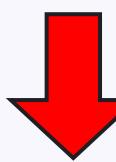
5 % AP + 10 % Urée



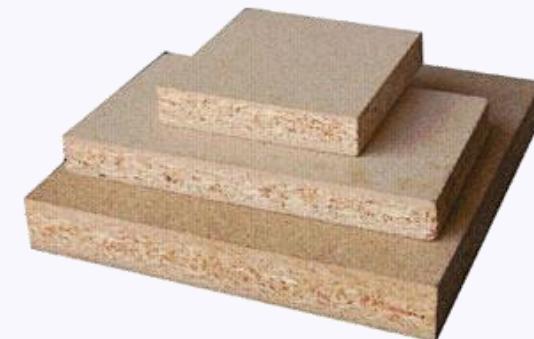
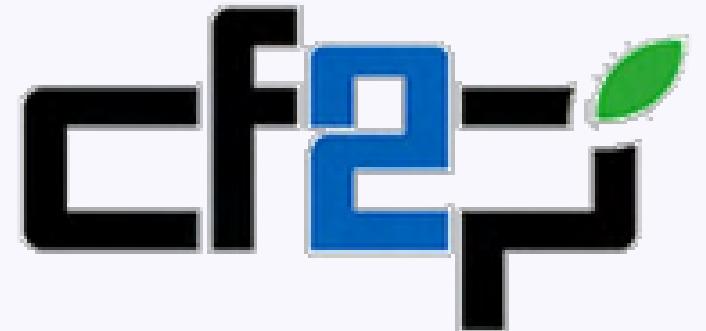
Plaques avec résistance au feu améliorée



Revêtement de Résine
(Résistance au feu faible)



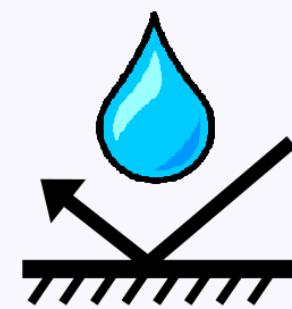
Traitement pour améliorer
le comportement au feu de
la résine



Amélioration du comportement au feu
Panneau ininflammable



Propriétés mécaniques → Améliorées



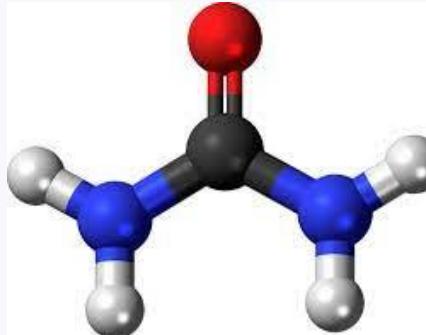
**Propriétés hygroscopiques
améliorées**

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

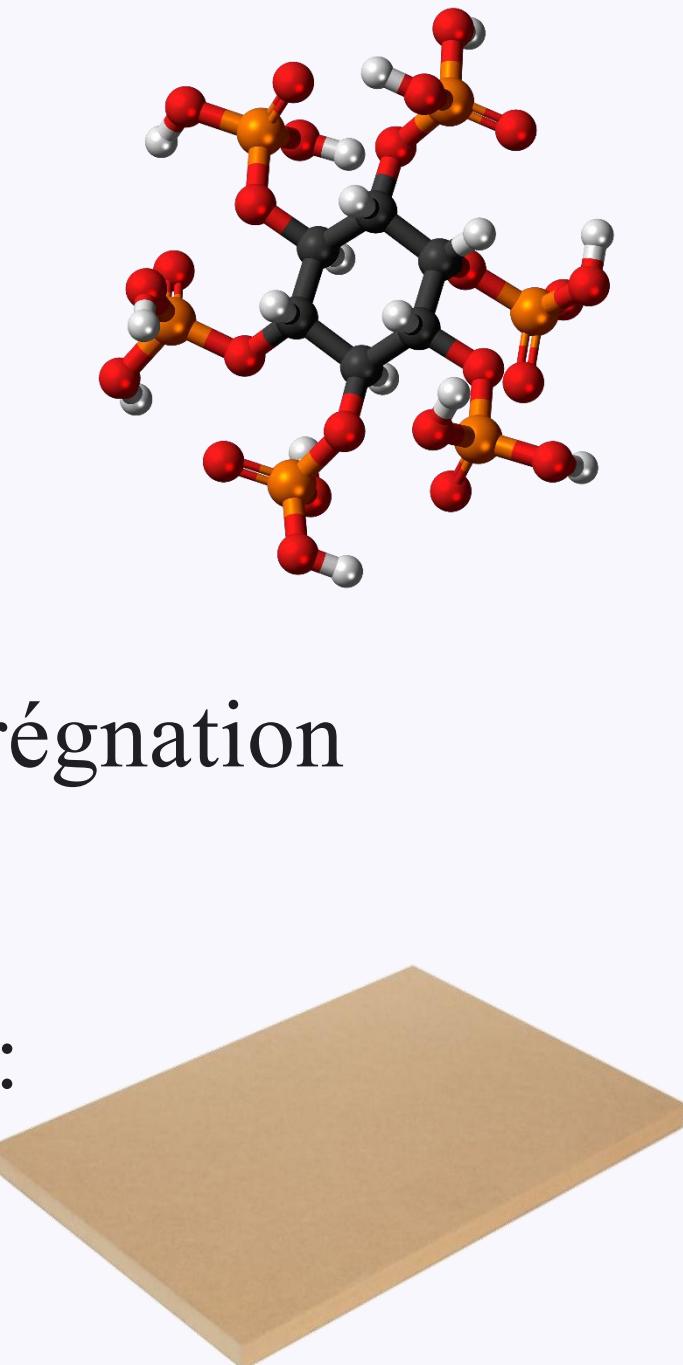
L'amélioration du comportement au feu dépend du taux de phosphore



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





UNIVERSITÉ
DE LORRAINE



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

