



Université
de Toulouse

THESE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE TOULOUSE

Délivré par : *L'Institut National Polytechnique de Toulouse*
Discipline ou spécialité : *Sciences des Agroressources*

Présentée et soutenue par : *NENONENE Amen Yawo*

Le 10 juillet 2009

Titre : *Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*

JURY

Mme Marie-Elisabeth BORREDON
M. Luc RIGAL
M. Komla SANDA
M. Magolmèèna BANNA
M. Moussa GOMINA
M. Kokou Esso ATCHOLI

Présidente
Directeur de thèse
Directeur de thèse
Rapporteur
Rapporteur
Invité

Ecole doctorale : *Transferts, Dynamique des Fluides, Energétiques et Procédés (TYFEP)*

Unité de recherche : *Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle*

Directeur(s) de Thèse : *RIGAL Luc, SANDA Komla*

A Sylvie & Karen

REMERCIEMENTS

Les travaux de ce mémoire ont bénéficié du concours technique et financier de plusieurs personnes et institutions. Je voudrais saisir l'opportunité de leur présentation pour exprimer à tous, mes sincères sentiments de gratitude.

Que le Ministère Français de la coopération trouve en ces lignes, l'expression de notre profonde reconnaissance pour l'appui accordé à ce travail à travers le financement des mes multiples voyages de Lomé à Toulouse et les moyens techniques offerts pour le bon déroulement des tous les travaux de cette thèse.

Mes sentiments de gratitude vont également aux autorités de l'Université de Lomé qui n'ont jamais manqué de m'appuyer dans la recherche et la collecte des matériaux, les présentations orales découlant de ces travaux dans des congrès et pour l'obtention de toutes les autorisations nécessaires à la bonne évolution des travaux.

Je voudrais exprimer à Madame le Professeur Marie-Elisabeth BORREDON, Directrice du Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle de l'Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques (ENSIACET) de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (INPT) où se sont déroulés une bonne partie de mes travaux, toute ma reconnaissance pour m'avoir accepté dans son laboratoire et pour tout l'appui technique et financier offert. Ces contributions ont été déterminantes dans la réussite de nos travaux.

Que Monsieur Luc RIGAL soit assuré de toute ma reconnaissance. Vous m'avez accepté dans votre groupe de recherche et vous avez accepté de diriger ce travail de thèse. Malgré vos multiples occupations, vous avez toujours été disponible pour apporter moyens techniques et conseils scientifiques à mes travaux. Je vous prie de trouver en ces mots, la marque de ma profonde gratitude pour votre grandeur d'âme et pour tout l'appui multiforme que vous n'avez jamais cessé de m'apporter.

Mes pensées vont au Professeur Komla SANDA, Chef de l'Unité de Recherche sur les Agro-ressources et la Santé Environnementale, Directeur de l'Ecole Supérieure d'Agronomie de l'Université de Lomé. Vous m'avez offert l'opportunité des travaux, objets de ce mémoire en m'ouvrant vos bras au moment où je perdais l'espoir de trouver un directeur de thèse ;

merci d'avoir cru en moi. Vous m'avez fait profiter de votre rigueur et de votre perspicacité dans la conduite des travaux de recherche. Accepter ici, l'expression de toute mon admiration.

Je voudrais prier Monsieur Moussa GOMINA de trouver en ces mots, l'expression de toute ma reconnaissance pour avoir accepté sans aucune hésitation, et ce malgré toutes vos occupations, de rapporter puis de participer au jury de ce mémoire.

Que monsieur Magolmèèna BANNA, professeur à l'Université de Lomé, soit assuré de toute ma gratitude pour avoir accepté de bon cœur de rapporter sur cette thèse et de participer à son jury.

Mes remerciements vont au Professeur Kokou Ezzo ATCHOLI professeur à l'UTBM qui a manifesté spontanément sa disponibilité à participer au jugement de ce mémoire. Merci d'avoir acceptée d'être membre du jury.

Je voudrais dire à monsieur Gérard VILAREM toute ma gratitude pour vos appuis et toutes l'assistance financière et technique que vous m'avez accordée au cours de nos travaux.

Plusieurs personnes ont contribué de prêt ou de loin au bon déroulement de ces travaux à travers leur assistance technique, les coups de pouce, les conseils et le climat amical et paisible créé autour de moi.

Je garde un merveilleux souvenir de Anne, Cathy, Michel, Didier, Antoine, Virginie, Laure, Jérôme, Eric, Géraldine et Philippe, tous au LCA qui ont toujours été là à chaque fois que j'ai eu besoin d'eux. Merci infiniment à tous pour tous les moments passés ensemble.

Que mes amis et collègues Dan Koffi, Kwasi, Roger, Georges, Banito, Batalia, Sékaya de l'ESA trouvent ici, toute ma reconnaissance pour leur présence et pour les moments de peine et de bonheur passés ensemble.

Que Sylvie mon épouse et Karen ma fille soient assurées de la conscience que j'ai des sacrifices qu'elles ont consentis en supportant stoïquement toutes mes absences et mes fréquentes manques d'attention tout au long de ces travaux. Merci de tout cœur.

TABLE DES MATIERES

Remerciements	ii
Table des Matières.....	iv
Liste des tableaux	vii
Liste des figures.....	ix
Liste des photos	xiii
Introduction générale.....	1
Chapitre 1.....	4
les panneaux de particules lignocellulosiques : situation des connaissances.....	4
Introduction	5
1.1. Généralités sur les panneaux de particules lignocellulosiques.....	6
1.1.1. Définitions	6
1.1.2. Importance des panneaux de particules lignocellulosiques.....	6
1.1.3. Importance économique des panneaux composites au Togo	7
1.1.4. Les renforts lignocellulosiques des panneaux de particules lignocellulosiques.....	8
1.1.5. Les matrices, liants des panneaux de particules lignocellulosiques	20
1.1.6. Les additifs dans les panneaux de particules lignocellulosiques.....	24
1.1.7. Classifications des panneaux de particules	24
1.2. Les procédés de fabrication des panneaux de particules lignocellulosiques	26
1.2.1. La préparation du matériel ligneux	26
1.2.2. L'imprégnation du matériel fibreux avec la résine ou collage	26
1.2.3. La mise en forme ou formage.....	27
1.2.4. La finition	28
1.3. Caractérisation mécanique des panneaux de particules	28
1.3.1. Découpe des panneaux de particules.....	29
1.3.2. Détermination de la densité des panneaux de particules	29
1.3.3. Mesure des propriétés de flexion des panneaux de particules.....	29
1.3.4. Détermination de la cohésion interne des panneaux de particules.....	29
1.3.5. Détermination de l'arrachement de surface des panneaux de particules	30
1.3.6. Détermination du gonflement en épaisseur	30
1.4. Problèmes posés par les panneaux à liants à base de formaldéhyde	30
1.4.1. Emission de formaldéhyde	30
1.4.2. Faiblesse des propriétés physico-chimiques.....	31
1.5. Procédés de réduction des émissions de formaldéhyde par les panneaux.....	31
1.5.1. Diminution de la proportion de formaldéhyde dans les résines à base de formaldéhyde,.....	32
1.5.2. Modification chimique des résines à base de formaldéhyde.....	32
1.5.3. Utilisation de matériaux de substitution et de piégeage du formaldéhyde libre	33
1.5.4. L'utilisation des barrières de réduction des émissions de formaldéhyde.....	34
1.5.5. Les alternatives aux résines à base de formaldéhyde des panneaux de particules.	34
1.6. Méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques des panneaux	44
1.6.1. Transformation physique et chimique des fibres végétales.....	45
1.6.2. Protection des panneaux de particules contre les agressions environnementales.....	47
1.7. Conclusion et présentation des choix pour les travaux de la thèse	49
1.7.1. <i>Hibiscus cannabinus</i> L. (Kénafe), une source de particules lignocellulosiques	51
1.7.2. Les plantes source de liants pour les panneaux de particules.....	53

Problematique et objectifs de l'etude.....	61
Caractérisation des matières premières pour l'élaboration des panneaux de	
particules.....	62
Introduction	63
2.1. Les matières premières	63
2.1.1. La matière première lignocellulosique	63
2.1.2. La colle d'Os	63
2.1.3. Les matières premières pour l'obtention de liants riches en tannins.....	63
2.1.4. Les matières premières pour l'obtention de liants riches en mucilages	64
2.2. Méthodes d'analyse.....	65
2.2.1. Composition chimique des matières végétales.....	65
2.2.2. Composition chimique des extraits	70
2.2.3. Détermination du taux de formaldéhyde dans la colle d'os.....	74
2.2.4. Caractérisation morphologique des matières végétales.....	75
2.2.5. Analyses thermiques.....	76
2.2.6. Analyse rhéologique des extraits.....	77
2.3. Resultats et discussion.....	77
2.3.1. Caractéristiques de la tige d' <i>Hibiscus cannabinus</i> (kénaf)	77
2.3.2. Caractérisation de la colle d'os	90
2.3.3. Caractérisation des plantes (riches en tannins) : <i>Parkia biglobosa</i> ou Néré, <i>Sorghum caudatum</i> et <i>Pithecellobium dulce</i>	97
2.3.4. Caractérisation des plantes riches mucilages <i>Bombax costatum</i> et <i>Grewia</i> <i>venusta</i>	112
Conclusion.....	122
Chapitre 3.....	124
Etude de la mise en œuvre des différents bioadhésifs dans l'élaboration des	
panneaux de particules.....	124
INTRODUCTION.....	125
3.1. Etude de l'élaboration des panneaux de particules de kénaf avec une résine urée-formol.....	125
3.1.1. Matériel et méthodes	125
3.1.2. Résultats et discussion.....	129
3.2. Etude de l'élaboration des panneaux de particules de tige de kénaf écorcée avec la colle d'os	136
3.2.1. Matériel et méthode.....	136
3.2.2. Résultats et discussion.....	136
3.3. Etude de l'effet des extraits d'organes des plantes sélectionnées pour l'élaboration de panneaux de particules de tige écorcée de kénaf	140
3.3.1. Matériel et méthodes	140
3.3.2. Résultats et discussions	142
3.4. Etude de l'élaboration des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf avec un liant mixte colle d'os-extrait d'organe de plante sélectionné	144
3.4.1. Matériel et méthode.....	144
3.4.2. Résultats et discussion.....	145
3.5. Conclusions pour l'élaboration de panneaux de particules de tige écorcée de kénaf	148
Chapitre 4.....	151

Mise au point d'un nouveau procédé de production de panneaux de particules

de tige de kénaf écorcé à base de liants issus des agroressources.....	151
Introduction	152
4.1. Etude de l'incorporation directe des poudres d'organes de plantes sélectionnées aux particules de tige de kénaf écorcé.....	153
4.1.1. Matériel et méthode.....	153
4.1.2. Résultats et discussion.....	153
4.2. Etude du prétraitement du mélange particules de tige de kénaf – poudre d'organe de plantes sélectionnés	157
4.2.1. Matériel et méthode.....	157
4.2.2. Résultats et discussion.....	158
4.3. Etude de l'influence de la colle d'os sur les propriétés des panneaux des mélanges particules de kénaf – poudre d'organe de plante sélectionnées traitées par la soude à 1 % dans l'eau.....	162
4.3.1. Matériel et méthode.....	162
4.3.2. Résultats et discussion.....	162
4.4. Mise au point d'un nouveau procédé de fabrication de panneaux de particules de tige de kénaf écorcé.....	165
4.4.1. Matériel et méthodes	166
4.4.2. Résultats et discussion.....	167
4.5. Conclusion.....	171
CONCLUSION	173
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	179

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.....	10
Tableau 1.2 : Dimensions des fibres de kénaf.....	11
Tableau 1.3 : Composition Chimique de quelques plantes à fibres	13
Tableau 2.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la tige de kénaf.....	78
Tableau 2.2 :Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige entière de kénaf	88
Tableau 2.3 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige écorcée de kénaf	89
Tableau 2.4: Composition chimique de la colle d'os	90
Tableau 2.5 : Composition chimique des organes de plantes riches en tannins.....	97
Tableau 2.6 : Composition chimique des organes de plantes mucilagineuses.....	113
Tableau 2.7 : teneur en extractibles totaux et en pectines des organes de plantes mucilagineuses en pourcentage de matière sèche d'organe	117
Tableau 2.8 : Teneur en acide galacturonique dans les extraits de calice de <i>B. costatum</i> et d'écorce de <i>G. Venusta</i>	118
Tableau 2.9 : Composition des extractibles totaux et des pectines lyophilisées du calice de <i>B. costatum</i> et de l'écorce de tige de <i>G. venusta</i> en sucres simples (en pourcentage de sucres totaux non compris les acides galacturoniques).	118
Tableau 3.1 : Densité moyenne des panneaux de particules de tige de kénaf à matrice de la résine urée formaldéhyde	130
Tableau 3.2 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules fabriqués avec de la colle d'os : influence de la température, du taux de liant et de la durée de thermopressage.....	137
Tableau 3.3 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules fabriqués avec de la colle d'os.....	140
Tableau 3.4 : Composition des extraits des organes de plantes riches en tannins et en mucilage retenues.....	141
Tableau 3.5 : Caractéristiques des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf obtenus avec les extraits aqueux d'organes de plantes sélectionnées.....	142
Tableau 3.6 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules à base de liants mixtes associant les extraits d'organes de plantes et la colle d'os.	147
Tableau 3.7 : Récapitulatif des propriétés mécaniques des meilleurs panneaux de particules de kénaf contenant 10 % de liant et thermopressé à 180 °C pendant 5 minutes.	150
Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules de tige de kénaf et à matrice d'organes végétaux bruts	154
Tableau 4.2 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules à base de liants mixtes associant les poudres d'organes de plantes à la colle d'os.	156
Tableau 4.3 : Caractéristiques des panneaux de particules de kénaf traitées à la soude à 1 % dans l'eau en présence des poudres d'organe des plantes	

	sélectionnées ou avec incorporation post-traitement d'extraits des organes de plantes sélectionnées	159
Tableau 4.4 :	Caractéristiques des panneaux de mélange de particules de kéraf – poudre d'organe prétraité par la soude à 1 % dans l'eau, et thermopressés en présence de colle d'os.....	163
Tableau 4.5 :	Caractéristiques des panneaux de particules de kéraf traitées à la solution de soude 1 % et thermopressées en présence de colle d'os et d'extraits de poudres d'organe de plantes sélectionnées.	164
Tableau 4.6 :	Caractéristiques des panneaux de particules de kéraf traités par la soude 1% dans l'eau dans l'extrudeur bi-vis.....	169

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1. : Variation du diamètre le long de l'axe de la fibre de lin (Charlet, <i>et al.</i> 2006)	10
Figure 1.2 : Structure de la fibre végétale (Harrington, 1998).....	12
Figure 1.3 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale (Bledzki et Gassan, 1999).....	12
Figure 1.4 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin (Gomina <i>et al.</i> , 2007).....	15
Figure 1.5 : Variation du module d'Young axial avec l'angle microfibrillaire de fibre simple (Navi, 1988).....	16
Figure 1.6 : Evolution du module d'élasticité de MDF en fonction du module d'élasticité des fibres individuelles (Groom <i>et al.</i> , 1998).....	20
Figure 1.7 : Structure chimique d'une résine urée formaldéhyde (Wikipedia, 2008).....	21
Figure 1.8 : Un exemple de structure chimique d'un phénol formaldéhyde (Wikipedia, 2008)	22
Figure 1.9: Structure chimique de quelques diisocyanates (Anonyme, 2000).....	23
Figure 1.10 :Structures chimiques de quelques polymères thermoplastiques (Anonyme, 2000)	23
Figure 1.11 : Molécule de la cellulose (n répétitions du motif cellobiose)	36
Figure 1.12 : Structure chimique d'une amylose : glucose- α -1,4-glucose (Wikipédia, 2008)	37
Figure 1.13 : Structure chimique d'une amylopectine (Wikipédia, 2008).....	37
Figure 1.14 : Structures chimiques des lignines (deux exemples, Wikipédia, 2008).....	40
Figure 1.15 : Structure d'un tannin condensé (Li <i>et al.</i> , 2004)	40
Figure 1.16 : Exemple structure chimique d'un tannin hydrolysable à base d'acide gallique : B-1, 2, 3, 4, 6 -pentagalloyl-O-D-glucose. (Hagerman, 2002)	41
Figure 1.17 : Exemple de Structure chimique de tannin hydrolysable à base d'acide ellagique [castalagine (R1=H, R2=OH) ; vescalagine (R1=OH, R2=H)] (Hagerman, 2002)	41
Figure 1.18 : Structure chimique de Triglycéride (Aranguren <i>et al.</i> , 2006, Wikipédia, 2008)	42
Figure 1.19 : Structure chimique de composant principal des résines naturelles (Blayo, 2002)	43
Figure 1.20 : Schéma général de procédé de fabrication de panneaux de particules	49
Figure 2.1 : Principe du dosage de l'acide galacturonique par la méthode de Blumenkrantz et Asboe-Hansen (1973).....	72
Figure 2.2 : Courbes de perte de masse de la tige entière de kénaf en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote	81
Figure 2.3 : Courbes de perte de masse de la tige sans écorce de kénaf en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote	82
Figure 2.4 : Courbes de calorimétrie différentielle des tiges de kénaf (TE : tige entière ; TSE : tige sans écorce).....	83
Figure 2.5 : Distribution granulométrique des particules de kénaf utilisées	84

Figure 2.6 :	Evolution du pourcentage cumulé de la masse de particules de kénaf en suivant la taille de la maille du tamis.....	85
Figure 2.7 :	Dimensions des particules de kénaf de grosse taille (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 7,5).....	86
Figure 2.8 :	Dimensions des particules de kénaf de taille moyenne (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 10).....	86
Figure 2.9 :	Dimensions des particules fines de kénaf (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 40).....	87
Figure 2.10 :	Courbe de calorimétrie différentielle de la colle d'os suivant la température.....	92
Figure 2.11 :	Spectroscopie infrarouge de de la colle d'os non chauffée.....	92
Figure 2.12 :	Spectroscopie infrarouge de de la colle d'os chauffée à 80 °C pendant 6 heures.....	93
Figure 2.13.:	Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution de colle d'os à 5 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	94
Figure 2.14.:	Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution de colle d'os à 10 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	94
Figure 2.15.:	Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution de colle d'os à 15 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	95
Figure 2.16.:	Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution de colle d'os à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	95
Figure 2.17. :	Evolution de la viscosité apparante η sous contraintes de cisaillement τ imposées de 0,04 Pa et 0,08 Pa à 25 °C de solutions de colle d'os en fonction de leur teneur en matière sèche (%)......	96
Figure 2.18 :	Courbes de perte de masse de la cosse de <i>Parkia biglobosa</i> en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote.....	102
Figure 2.19 :	Courbes de perte de masse de l'écorce de <i>Pithecellobium dulce</i> en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote.....	102
Figure 2.20 :	Courbes de perte de masse de la gaine de <i>Sorghum caudatum</i> en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote.....	103
Figure 2.21 :	Courbes de calorimétrie différentielle des plantes à tannins.....	104
Figure 2.22 :	Evolution du taux d'extractible (Matière sèche extraite/Matière sèche initiale) à l'eau, en fonction du ratio liquide/solide (masse/masse) à 70 °C.....	105
Figure 2.23 :	Evolution du taux d'extractible (Matière sèche extraite/Matière sèche initiale) à l'eau, en fonction de la température à L/S=16.....	105
Figure 2.24 :	Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.....	106

Figure 2.25 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.	106
Figure 2.26 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe) à 70 °C et L/S = 16.	107
Figure 2.27 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>P. dulce</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.	107
Figure 2.28 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>P. dulce</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.	108
Figure 2.29 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), à 70 °C et à L/S = 16.	108
Figure 2.30 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>P. biglobosa</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.	109
Figure 2.31 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>P. biglobosa</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.	109
Figure 2.32 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), à 70 °C et à L/S = 16.	110
Figure 2.33 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i> à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).	111
Figure 2.34 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait d'écorce de <i>P. dulce</i> à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).	111
Figure 2.35 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).	112
Figure 2.36 : Courbes de perte de masse de sépales de <i>Bombax costatum</i> en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote	115
Figure 2.37 : ATG Courbes de perte de masse d'écorce de tige de <i>Grewia venusta</i> en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote	116
Figure 2.38 : Courbes de calorimétrie différentielle de calices de <i>B. costatum</i> et de d'écorce de <i>G. venusta</i>	117
Figure 2.39 : Schéma de structure de substances pectiques complexes (Gidley <i>et al.</i> , 2002).	119

Figure 2.40 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution d'extrait de calice de <i>B. costatum</i> à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	121
Figure 2.41 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m ⁻²) d'une solution d'extrait d'écorce de <i>G. venusta</i> à 9 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s ⁻¹).....	121
Figure 3.1 : graphe de montées en pression dans l'élaboration des panneaux de particules	128
Figure 3.2 : Evolution du module d'élasticité en flexion (MOE) des panneaux de particules de kéraf en fonction de la température de thermopressage.....	132
Figure 3.3 : Evolution du module de rupture en flexion (MOR) des panneaux de particules de kéraf en fonction de la température de thermopressage.....	133
Figure 3.4 : Evolution de la cohésion interne IB des panneaux de particules de tige écorcée de kéraf en fonction de la température	134
Figure 3.5 : Evolution du taux de gonflement en épaisseur des panneaux de particules de tige de kéraf écorcée en fonction de leur cohésion interne (IB).....	135
Figure 3.6 : Evolution des caractéristiques mécaniques MOE, MOR, IB et du taux de gonflement en épaisseur (TS) des panneaux de particules de tige de kéraf écorcée thermopressée avec la colle d'os en fonction de la température	138
Figure 3.7 : Cohésion interne des panneaux de particules de tige de kéraf élaborés à 10 ou 15 % de colle d'os	139
Figure 3.8 : Cohésion interne des panneaux de particules de tige de kéraf thermopressés pendant 5 ou 15 minutes	139
Figure 4.1 : Schéma du procédé de fabrication de panneaux de particules de tige écorcée de kéraf.....	152
Figure 4.2 : Profils de vis adoptés pour l'extrusion dans le réacteur bivis BC45	166
Figure 4.3 : Schéma du nouveau procédé simplifié de fabrication de panneaux de particules de tige écorcée de kéraf.....	172

LISTE DES PHOTOS

Photo 1.1 : Jeunes plants d' <i>Hibiscus cannabinus</i>	52
Photo 1.2 : Fleurs d' <i>Hibiscus cannabinus</i>	52
Photo 1.3 : Plant de <i>Parkia biglobosa</i>	54
Photo 1.4 : Inflorescence de <i>Parkia biglobosa</i> : (J. Tiquet).....	54
Photo 1.5 : Plant de <i>Pithecellobium dulce</i>	56
Photo 1.6 : Fruits de <i>Pithecellobium dulce</i>	56
Photo 1.7 : Jeune plant de <i>Sorghum caudatum</i>	57
Photo 1.8 : Gaines foliaires de <i>Sorghum caudatum</i>	57
Photo 1.9 : Plant en fleurs de <i>Bombax costatum</i>	58
Photos 1.10 : <i>Bombax costatum</i> : fleur (a : J. Tiquet) et calice (b)	59
Photo 1.11 : Tige en fleurs de <i>Grewia venusta</i>	60
Photo 1.12 : Tige avec fruits de <i>Grewia venusta</i>	60
Photo 3.1 : Particules grossières de tige sans écorce de kénaf.	126
Photo 3.2 : Particules de tige sans écorce de kénaf.	126
Photo 3.3 : Moule mis en œuvre pour l'étude du thermopressage.....	127
Photo 3.4 : Presse à plateau chauffant PE1 10 T.....	127
Photo 3.5 : Cloques au centre de panneaux de particules de tige de kénaf et de résine U.F.....	129
Photo 3.6 : Panneau de particules de tige sans écorce de kénaf et de résine U.F. délaminé.....	130
Photo 4.1 : Gonflement en épaisseur de panneaux de particules à matrice de poudres d'organes bruts de plantes après 2 heures d'immersion.....	155
Photo 4.2 : Eprouvettes de panneaux de particules de tige de kénaf et poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i> extrudées	170

INTRODUCTION GENERALE

La mise en œuvre des fibres naturelles cellulosiques de plantes annuelles ou de résidus agricoles ou agro-industriels dans l'élaboration de matériaux de structure composites pour diverses applications à valeur ajoutée, incluant notamment les industries du bâtiment et de l'automobile, est aujourd'hui un domaine de recherche d'intérêt croissant dans de nombreuses régions du monde.

Les matériaux composites à matrice minérale et à renforts de fibres naturelles cellulosiques sont dignes d'intérêt mais ce sont les composites à renforts de fibres lignocellulosiques et à matrice organique qui vont retenir notre attention dans ce travail.

Au plan du développement, l'option est indiscutablement prometteuse. De même, au plan scientifique les perspectives d'innovation technologique sont attrayantes, mais le défi est de taille : il faut non seulement trouver un liant approprié qui joue le rôle de matrice dans le matériau composite, mais aussi assurer l'innocuité pour la santé humaine et environnementale et la durabilité de ce composite contre les intempéries, les insectes térébrants et les agents microbiologiques (champignons et bactéries fermentaires notamment).

Pour garantir la durabilité, on a recours à des additifs divers à visée pesticide et/ou antimicrobienne. Parfois, le liant est choisi de manière à ce qu'il puisse servir non seulement de matrice, mais aussi d'agent biocide effectif. C'est à cette fin que les tannins, qui sont des polyphénols naturels, retiennent actuellement l'attention des chercheurs. Outre les tannins, on s'intéresse également aux formulations de liants basées sur des huiles végétales fixes (huiles insolubles dans l'eau et très peu solubles dans l'alcool, et ne pouvant se décomposer et se volatiliser qu'au-delà d'une température de 250 - 300 °C), des hydrates de carbone spécifiques ou des isolats protéiques tels que la caséine du lait, les protéines de soja, etc.

S'agissant de liants organiques, les colles de type urée - formaldéhyde, phénol - formaldéhyde et d'autres encore ont fait la preuve de leurs performances techniques. Toutefois, elles sont aujourd'hui mises à l'index pour des impératifs de protection de la santé environnementale en raison de la toxicité avérée de leurs émissions de formaldéhyde. Ainsi les panneaux de particules garantis sans rejets de formaldéhyde sont recherchés par le

consommateur soucieux de préserver sa santé. Du coup, le développement de nouveaux liants à faibles rejets de formaldéhyde ou avec zéro émission de formaldéhyde est un objectif de recherche tout à fait actuel et pertinent.

La démarche orientée vers l'utilisation des biomolécules comme liants naturels avec ou sans activité biocide constitue une approche originale et fort intéressante dans la mesure où elle permettrait non seulement d'obtenir un matériau 100 % naturel, mais aussi d'éviter ou pour le moins de réduire le recours aux liants de synthèse impliquant le formaldéhyde. C'est l'option de mise en œuvre de liants naturels que nous avons choisie d'explorer dans le cadre de cette thèse dont le sujet est : "*Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*".

S'agissant des matières premières lignocellulosiques, le bois et les coproduits de l'industrie du bois constituent traditionnellement l'essentiel de la ressource en fibre pour la fabrication des agglomérés et du contreplaqué. Mais aujourd'hui, l'industrie des panneaux de particules et de fibres tend à utiliser d'autres matières premières telles que des plantes annuelles et des coproduits de leur culture. C'est le cas des pailles de céréales au Canada ou d'autres résidus plus lignifiés tels que les tiges du cotonnier en Inde. En Italie par exemple, la culture du kénaf (*Hisbiscus cannabinus* L.) se développe dans le cadre d'une filière organisée pour fournir des fibres de haute qualité utilisables dans la fabrication des matériaux de construction et de matériaux hautes performances pour l'industrie automobile entre autres applications. De même, en France, la filière lin et chanvre développe de telles applications.

L'utilisation des plantes annuelles a retenu tout particulièrement notre attention dans ce travail car une industrie locale de fabrication de panneaux de particules pour faux plafonds, revêtements muraux, doublage de murs, etc., à partir de ce type de matières premières aurait de sérieuses chances de pérennité et de profit. Dans ce travail, le kénaf, qui est une plante annuelle typiquement d'origine tropicale, à croissance rapide (3 à 6 mois), à haut rendement de biomasse et à fort potentiel de fertilisation des sols par ses feuilles mortes a retenu notre attention pour servir de modèle.

Nous avons conduit notre investigation en faisant l'hypothèse que des panneaux de particules de résistance fonctionnelle suffisante peuvent être obtenus en liant des particules

de tige de kénaf avec une colle d'os commerciale ou avec des extraits d'organes de plantes de la flore locale contenant des tannins ou des mucilages.

La colle d'os est un produit commercial couramment utilisé dans la formulation de revêtement à base de chaux. Les extraits tanniques ou mucilagineux envisagés pourraient être obtenus à partir d'organes renouvelables de plantes répandues.

Notre approche illustre parfaitement la démarche des recherches sur la Valorisation Non-Alimentaire des Agroressources du Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle (LCA) et de l'Unité de Recherche sur les Agroressources et la Santé Environnementale (URASE) qui s'appuie sur une approche globale des matières premières renouvelables, visant à élaborer des procédés de fractionnement et transformation intégrés à la bioraffinerie, pour un développement durable.

La première partie de ce mémoire est un bilan bibliographique. Il explore le domaine de la fabrication des panneaux de particules en mettant l'accent sur la description et la caractérisation des constituants de la matière première lignocellulosique, les procédés d'élaboration des panneaux, et les perspectives pour l'amélioration de leurs propriétés. La description des plantes choisies comme matières premières pour notre étude ainsi que la problématique et les objectifs spécifiques de notre recherche seront ensuite exposés.

Les trois chapitres suivants de ce mémoire présentent notre contribution expérimentale pour l'élaboration de panneaux de particules à partir de tige de kénaf et de liants « naturels ». Les caractérisations chimique, physicochimique et thermique des matières premières fibreuses et liantes retenues dans notre étude sont présentées dans le chapitre 2. Le chapitre 3 est consacré à l'étude de la mise en œuvre de la colle d'os et des extraits des tanniques et mucilagineux ainsi que des propriétés des panneaux qui en résultent. Enfin, la mise au point d'un procédé d'élaboration des panneaux de particules adapté et facile à mettre en œuvre dans les conditions de moyens spécifiques au contexte togolais, est abordée dans le chapitre 4.

CHAPITRE 1

LES PANNEAUX DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES : SITUATION DES CONNAISSANCES

INTRODUCTION

Depuis l'Antiquité, l'homme a élaboré des matériaux composites par combinaison de matières de natures différentes dans le but d'obtenir des matériaux aux propriétés spécifiques. De nombreux matériaux naturels lui ont fourni des modèles, tels que l'os, rigide mais léger, formé de fibres de collagène dans une matrice minérale d'apatite dure et fragile, ou le bois, souple mais résistant, formé de fibres de cellulose associées à une matrice de lignines et d'hémicelluloses. Ainsi, les torchis et les adobes associant des argiles et des pailles en constituent un exemple pour la construction des habitations depuis la haute antiquité. De même, plus de 2 000 ans avant notre ère, les Egyptiens exploitaient déjà les liants naturels du papyrus pour agglomérer les fibres de ce roseau. Ils connaissaient également le bitume, la poix et la cire d'abeille, et l'utilisation de colles naturelles extraites de peaux, de sang, d'os, de poisson, d'œuf ou de lait s'est développée du Moyen-Age à nos jours pour des applications dans l'art et l'artisanat. Les caséines ont été utilisées au début du vingtième siècle pour la fabrication des contreplaqués et des bois lamellés collés. Mais si les premiers essais d'agglomération de déchets de bois par collage remontent au début de ce siècle, il faut attendre l'apparition des résines synthétiques vers 1930 pour observer les premiers développements industriels de la fabrication des panneaux de particules. Avec l'essor de la chimie de synthèse et en particulier des polymères dérivés de l'industrie pétrochimique, la famille des matériaux composites à fibres, apparue dans les années 1940, n'a cessé de se développer en raison de leurs propriétés mécaniques associées souvent à une plus faible densité. Leur bon rapport coût/performance leur a ouvert une très large gamme d'applications comme matériaux de structure ou de parement dans des domaines aussi variés que la construction aéronautique, maritime, ferroviaire, automobile, le bâtiment, l'ameublement, la décoration, le loisir, etc.

Cependant, de nombreuses interrogations sur le développement durable de nos sociétés sont apparues ces dernières années, face au risque d'épuisement des matières premières non renouvelables, aux émissions de gaz à effet de serre, en particulier de CO₂, responsable de bouleversements climatiques, à l'accumulation de déchets solides, d'effluents liquides et de gaz toxiques, et leurs effets sur l'environnement et la santé humaine (qualité des sols, des eaux et de l'air). Déjà inscrites dans la perspective d'une réponse aux défis du développement durable, à travers l'allègement des structures et l'économie de consommation d'énergie fossile, et donc de rejet de CO₂, qu'elle génère dans le transport, les recherches sur

l'élaboration de nouveaux matériaux composites sont orientées aussi vers une économie des matières premières non renouvelables et un meilleur recyclage en fin de vie, à travers :

- d'une part, la substitution des fibres synthétiques par des fibres végétales ;
- d'autre part, la mise au point de polymères et de résines à partir de ressources renouvelables.

Appliquée au domaine des panneaux de particules lignocellulosiques et au contexte de l'économie togolaise, la démarche nous a conduits à rechercher une source de fibres renouvelable et un liant extractible d'une ressource locale.

1.1. GENERALITES SUR LES PANNEAUX DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES

1.1.1. Définitions

Un panneau composite à renfort lignocellulosique est une combinaison de matériaux fibreux lignocellulosiques et d'une matrice adhésive dans laquelle les composants gardent leur identité, ils ne se dissolvent pas ou ne se mélangent pas complètement. Ces deux composants du composite sont de formes et de compositions différentes à l'échelle macroscopique et peuvent être physiquement identifiables avec leur interface remarquable (ASM international, Elgun, 1999).

Se basant essentiellement sur la norme EN 309 (1992), les panneaux de particules lignocellulosiques peuvent se définir comme des bio-composites en plaque mono ou multi couches d'épaisseur variable fabriqués sous pression et chaleur, essentiellement à partir de particules constitués de copeaux de bois ou d'autres déchets ligneux provenant du façonnage du bois et/ou d'autres matières fibreuses lignocellulosiques (anas de lin, bagasse de canne à sucre, chènevotte de chanvre, etc.) avec ou sans apport de liant (Chow *et al.*, 1992 ; Youngquist *et al.*, 1994 ; Rowell 1995a ; Drzal *et al.*, 2002).

1.1.2. Importance des panneaux de particules lignocellulosiques

Les panneaux de particules, à l'instar des autres composites, offrent des propriétés spécifiques qui les rendent très utiles et bien appropriés dans des applications ciblées et

diversifiées. D'une manière générale, le composite combine la force du renfort avec la dureté de la matrice pour réaliser un matériau aux propriétés spécifiques souhaitées telles que : grande force, grande résistance, poids modéré, ratio force/poids très élevé, grande ouvrabilité, degré élevé d'intégration à d'autres matériaux, excellente résistance contre les agents chimiques, etc. (English *et al.*, 1997 ; Elgun, 1999).

Les panneaux de particules sont des composites à grande diffusion, à coût de production modéré et grande productivité. Ils sont utilisés dans les applications courantes et variées tels que l'emballage (palettes et conteneurs), l'habitat (installations fixes de magasin, lambris, portes, montants et pièces de menuiserie usinées, plans de travail, platelage des maisons préfabriquées, sous-couches de plancher, etc.), le mobilier (meubles résidentiels et de bureaux, armoires de cuisine, rayonnage, etc.), la construction automobile et maritime, les constructions industrielles, le génie civil, le sport, la décoration (bardage, boiserie extérieure, , panneaux perforés, parement de porte, moulures ...), etc. (EN 309, 1992 ; Tetlow, 2006).

1.1.3. Importance économique des panneaux composites au Togo

Le Togo n'est pas un pays producteur de panneaux de particules, de panneaux de fibres, de panneaux contre plaqués ni de feuilles de placage diverses. Tous ces types de matériaux sont importés pour la plupart du Ghana (source : Direction de la Statistique et de la Comptabilité Nationale (DSCN) et en partie d'Europe. Les importations de panneaux de fibres, panneaux de particules, panneaux contre-plaqués, de plaqués stratifiés et de feuilles de placage au Togo qui étaient dans les années 2000 à 2003 de 572 t.an⁻¹ en moyenne ont augmenté de 46 % en moyenne en 2004 et 2005 (soit 834 t.an⁻¹) et de 80 % en moyenne en 2006 (soit 1 500 t.an⁻¹) (DSCN). L'accroissement de l'importation de ce type de matériaux s'est accompagné d'une augmentation de 57,5 % des coûts liés à cette activité. Ces importations sont certes modestes, mais elles connaissent ces dernières années un essor considérable du fait d'une explosion des quantités de ce type de matériaux qui entrent dans le pays sous forme de meubles en panneaux de particules revêtus. Il est à signaler que ces matériaux en plaque ayant servi à la confection de ces mobiliers importés de Chine ne sont pas comptabilisés comme panneaux de particules ou panneaux de fibres.

1.1.4. Les renforts lignocellulosiques des panneaux de particules lignocellulosiques

Les particules lignocellulosiques sont donc des structures à renfort fibreux issues de bois natifs ou recyclées (copeaux, sciures, et chutes), de déchets de bois de post-consommation (palettes et matériau d'emballage rejetés, débris de la construction), de résidus agricoles (chaumes, tiges de cotonnier, etc.), de plantes à fibres (kénaf, chanvre, jute, etc.) (Youngquist *et al.*, 1996 ; English *et al.*, 1997a ; Mohanty *et al.*, 2002).

La disponibilité, le coût de production relativement bas, la capacité de renouvellement, la légèreté, la capacité acoustique, la faible conductivité thermique et les bonnes propriétés mécaniques militent en faveur du choix des fibres végétales pour leur transformation en matériaux composites (Youngquist *et al.*, 1996 ; Rowell *et al.*, 1997 ; Drzal *et al.*, 2002).

La morphologie, la structure et la composition chimique des fibres lignocellulosiques ont un effet sur les caractéristiques et le comportement physicochimique des composites qui en sont issus.

1.1.4.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres lignocellulosiques sont des structures biologiques fibrillaires d'origine végétale majoritairement composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine (Jodin, 1994; Neto *et al.*, 1996), et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale (Rowell *et al.*, 1997). Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante (Neto *et al.*, 1996 ; Nishimura, *et al.*, 2002 ; Ververis *et al.*, 2004).

1.1.4.2. Classification des fibres végétales

La classification des fibres végétales n'est pas aisée car il existe plusieurs critères de différenciation des fibres.

Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées,

etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.) (Youngquist *et al.*, 1996 ; Drzal *et al.*, 2002).

Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que bois d'œuvre, résidus d'industrie du bois, etc.), les plus utilisées pour la fabrication des panneaux de particules, et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que kénaf, chanvre, sisal, jute, lin, etc.) (Wretfors et Svennerstedt, 2006).

De par leur longueur, les fibres végétales peuvent être sériées en deux catégories : les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues, dites libériennes, provenant de tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles sont douces. Par contre, les fibres longues lignocellulosiques issues de feuilles, de tronc d'arbres, d'enveloppe de fruits, etc, sont plus dures et rigides du fait de leur richesse en lignines. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres lignocellulosiques qui sont associées aux fibres longues.

Un cas particulier est celui des fibres longues des poils de la graine de coton qui sont monocellulaires et quasiment totalement cellulosiques.

1.1.4.3. Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'espèce (tableau 1.1) et au sein de la même espèce, de l'organe de provenance (tableau 1.2), de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale (figure 1.1., Charlet *et al.* 2006).

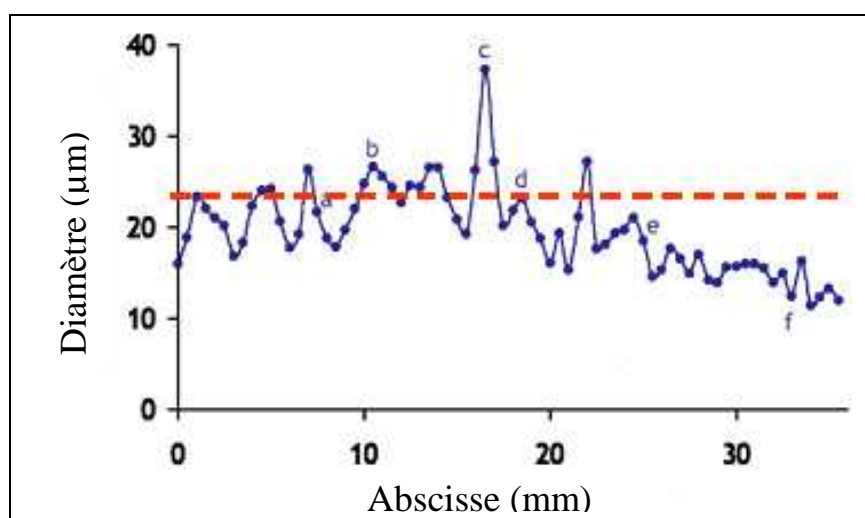


Figure 1.1. : Variation du diamètre le long de l'axe de la fibre de lin (Charlet, *et al.* 2006)

Tableau 1.1 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales

Nature des fibres	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Angle microfibrillaire (°)	Ratio L/D
Lin	4-77	5-76	10	1 687
Chanvre	5-55	10-51	6,2	960
Ramie	40-250	16-126	7,5	3500
Kéna (filasse)	1,4 - 5	14 - 23	-	124
Kéna (bois)	0,4 - 1,1	18 - 37	-	20
Jute	-	25-200	8	110
Sisal	0,8-8	7-47	20	100
Noix de coco	0,3-1	12-24	45	35
Pin	2,7 - 4,6	32 - 43	-	97
Sapin	2,7 - 4,6	32 - 43	-	97
Tremble	0,7 - 1,6	20 - 30	-	48

Sources : Anonyme, 1996 ; CTP, 1996 in Etude AGRICE, 1998 ; Charlet *et al.*, 2006

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire (Morrison *et al.*, 1999 ; Ververis *et al.*, 2004) qui découle de celle de la porosité des fibrilles. La porosité des fibrilles (rapport du diamètre du lumen par le diamètre total de la fibre) déterminant du caractère hydrophile de la fibre végétale (Robertson *et al.*, 2000) peut diverger dans de larges proportions (Ververis *et al.*, 2004). Par exemple le lin a une porosité de $6,8 \% \pm 3,5 \%$, et la fibre de palmier, une porosité de 10 % alors que celle du coton peut être supérieure à 90 % (Charlet *et al.*, 2006).

Tableau 1.2 : Dimensions des fibres de kénaf

Origine des fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Auteurs
Ecorce	2,5 - 4,5	14 - 33	Bledzki et Gassan, 1999 ; Rowell <i>et al</i> , 1997
	2,32	22	Ververis <i>et al.</i> , 2004
	1,4 - 5,0	14 - 23	Danforth International, 1996
	2,88	20	CTP, 1996 in Etude Agrice, 1998.
Tige sans écorce	0,6	37,4	Webber <i>et al.</i> 2002
	0,74	22	Ververis <i>et al.</i> , 2004
	0,4 – 1,1	18 - 37	Danforth International, 1996
	0,6	30	CTP, 1996 in Etude Agrice, 1998.
Tige entière	1,29	22	Ververis <i>et al.</i> , 2004

1.1.4.4. Structure de la fibre végétale

La variabilité de structure des fibres végétales est aussi très grande : constituée quasi exclusivement de fibrille de cellulose dans le cas du poil unicellulaire de la graine de coton, elle est le plus souvent un assemblage de fibrilles constituées de plusieurs couches de cellules longues reliées entre elles par des hémicelluloses et de la lignine. La fibre végétale est donc en elle-même un composite dont le renfort est constitué par les couches de microfibrilles cellulosiques en partie cristalline, enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicelluloses et pectine) qui est associée par liaisons hydrogène et covalentes à la lignine (Bledzki et Gassan, 1999 ; Wretfors et Svennerstedt, 2006).

La fibre végétale est constituée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposées en couches superposées dans le sens radial. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire, la paroi secondaire, bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce (figure 1.2 : Harrington, 1998). La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2 et S3).

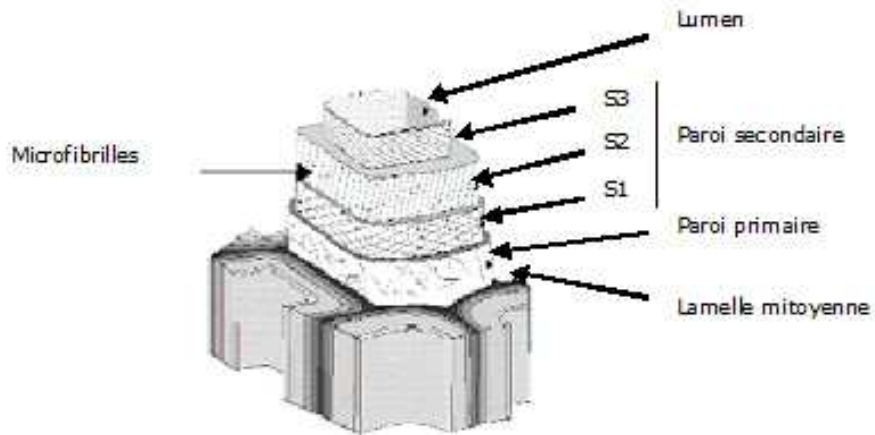


Figure 1.2 : Structure de la fibre végétale (Harrington, 1998)

Dans les fibres natives, les microfibrilles sont disposées de manière à décrire par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire (figure 1.3) dont la valeur varie d'une espèce végétale à l'autre. L'angle microfibrillaire détermine en partie les caractéristiques mécaniques d'allongement et de rigidité de la fibre (Pavithran *et al*, 1987 ; Charlet *et al.*, 2006).

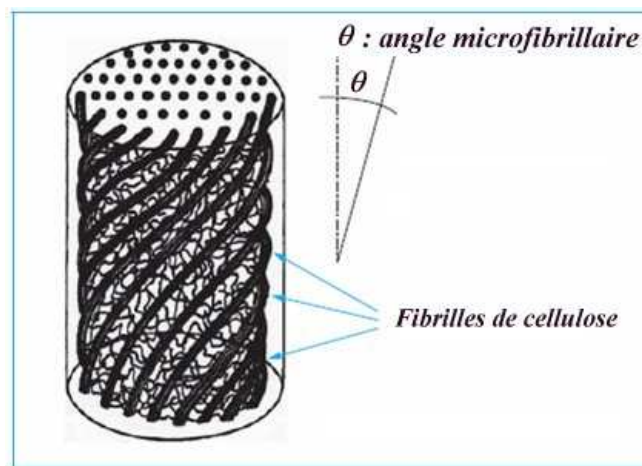


Figure 1.3 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale (Bledzki et Gassan, 1999)

1.1.4.5. Composition chimique des fibres végétales

De nombreuses études ont confirmé l'irrégularité de la composition chimiques des fibres végétales variable d'une espèce à l'autre, pour un même type de fibre (longue ou courte)

(Danforth International, and TAPPI ; English *et al.*, 1994 ; Han, 1998 ; Charlet *et al.* 2006). Dans la même espèce, la composition chimique dépend du degré de maturité de la plante (Neto *et al.*, 1996 ; Morrison *et al.*, 1999 ; Nishimura, *et al.*, 2002), de la géomorphologie de cette dernière (Morrison *et al.*, 1999 ; Nishimura, *et al.*, 2002), de l'organe de provenance de la fibre.

Suivant l'espèce, la teneur de la fibre en cellulose peut varier de 35 % à plus de 90 % pour la fibre technique de coton (Lewin et Pearce, 1998 ; Keller *et al.* 2001). De même, pour une espèce, cette teneur peut connaître des variations de l'ordre de 50 % (Charlet, *et al.*, 2006).

A l'instar de la teneur en cellulose, le taux de lignine dans la fibre végétale montre une variabilité aussi bien interspécifique qu'intraspécifique (tableau 1.3). La teneur en lignine de la fibre végétale varie également par rapport à la géomorphologie de la plante (Ververis *et al.*, 2004).

Les fibres végétales se caractérisent par des proportions cellulose-hémicellulose-lignine très variables d'une espèce à l'autre. Dans la même espèce, ces proportions dépendent de l'organe de provenance des fibres, de l'état de maturité et de l'environnement de croissance des plantes.

Tableau 1.3 : Composition Chimique de quelques plantes à fibres

Types de fibre	Cellulose	Hémicellulose / Pentosanes	Lignine	Cendre
Chanvre	57 - 77	14-17	9-13	2,5
Kénaf (Ecorce)	44 - 60,8	20,3 - 23	10 -19	2 - 5
Kénaf (bois)	37 - 49	18-24	15 - 21	2 - 4
Jute (Ecorce)	45-63	18-21	21-26	0,5-2
Jute (bois)	41-48	18-22	21-24	0,8
Sisal	47-62	21-24	7-9	0,6-1
Résineux	48,0	15,0	25,3	0,2
Feuillus	52,8	21,8	22,3	0,4

Sources : Danforth International, and TAPPI ; Han, 1998, CTP, 1996 in Etude Agrice, 1998.

1.1.4.6. Effet de la morphologie, de la structure et de la composition chimique sur les propriétés mécaniques de la fibre végétale

La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques (Banks et Lawther, 1994 ; Rowell *et al.*, 1997).

Effet de la morphologie des fibres végétales

Les caractéristiques que sont la masse volumique, la longueur, le facteur de forme, la porosité (diamètre du lumen) constituent des paramètres de variabilité des propriétés mécaniques des fibres végétales. En effet, si la faiblesse de la masse volumique des fibres lignocellulosiques donne à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes, selon Lillholt (2002), les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes chances de contenir des défauts de formation. De plus, la taille des particules ou des fibres, et principalement le facteur de forme, influencent les propriétés mécaniques des panneaux. Ainsi, suivant que le facteur de forme est faible ou élevé (inférieur ou supérieur à 10), les renforts se comportent comme des charges ou comme des éléments d'amélioration des caractéristiques mécaniques des composites (Stark et Sanadi, 2000 ; Sanadi *et al.*, 1995). Selon Stark (1997), les particules de grandes tailles induisent au niveau des composites à la fois une meilleure résistance à la propagation de fissures et une diminution de la résistance à l'initiation de fissures. Les particules les plus fines et les plus fibreuses bien dispersées conduisent à de meilleures propriétés mécaniques (Beaudoin, 1976 ; Oksman et Clemons, 1998).

Effet de la structure des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par une très grande variabilité interspécifique et intraspécifique de leurs propriétés mécaniques qui dépendent de l'espèce, de l'organe d'origine des fibres, de la proportion cellulose-hémicelluloses-lignine, du degré de polymérisation et de la cristallinité de la cellulose, de l'angle microfibrillaire, des défauts structuraux (Mott *et al.*, 1996 ; Lillholt, 2002 ; Charlet *et al.*, 2006), etc.

La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé (90 – 137 GPa), comparé à celui de la fibre de verre qui est de 75 GPa (Ishikawa *et al.*, 1997 ;

Sakurada *et al.*, 1997 ; Bledzki et Gassan, 1999). Ainsi, pour Vignon *et al.*, (2004), un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevé est un indicateur de propriétés mécaniques élevées de cette fibre.

Les fréquents défauts structuraux (figure 1.4) observés à la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres (Groom *et al.*, 1998; Charlet *et al.*, 2006 ; Gomina *et al.*, 2007). Ces défauts surviennent en réponse aux différents stress intervenus dans la vie des plantes (Mott *et al.*, 1996 ; Lillholt, 2002 ; Charlet *et al.*, 2006).

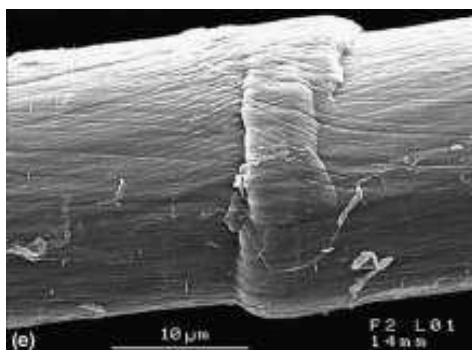


Figure 1.4 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin (Gomina *et al.*, 2007).

La masse volumique de la fibre végétale est relativement faible (1,2 à 1,5 g/cm³) en comparaison avec les fibres de verre (2,55 g/cm³) par exemple. De par la faiblesse de ces valeurs, la masse volumique est l'un des critères de choix des fibres cellulosiques et lignocellulosiques pour l'élaboration des matériaux composites structuraux et non structuraux recherchés pour leur légèreté (Zarate *et al.*, 2003).

L'angle microfibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. En effet, sous l'action de forces de traction relativement faibles, la fibre lignocellulosique subit une déformation réversible du fait de l'alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l'axe de la fibre et une déformation élasto-visco-plastique des polymères amorphes (Charlet *et al.*, 2006). Si la sollicitation de la fibre est plus forte, la déformation de celle-ci entre dans une phase irréversible qui peut se poursuivre jusqu'à la rupture. Un angle microfibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible.

Ainsi pour Navi (1988), il existe une corrélation négative entre l'angle microfibrillaire de la fibre et le module d'Young correspondant (figure 1.5).

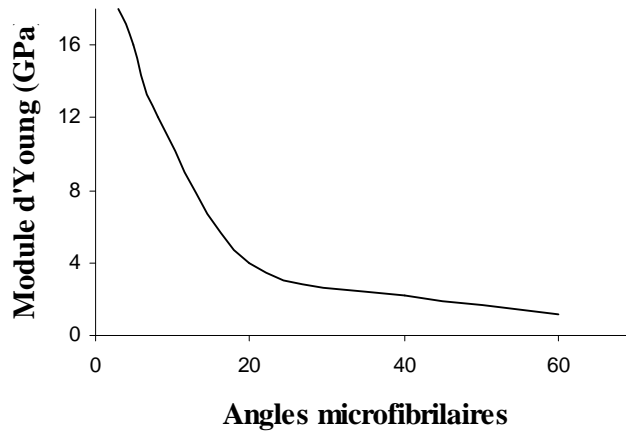


Figure 1.5 : Variation du module d'Young axial avec l'angle microfibrillaire de fibre simple (Navi, 1988).

Effet de la composition chimique des fibres végétales sur leurs propriétés mécaniques

Pour plusieurs auteurs, les bonnes propriétés mécaniques des fibres cellulosiques proviennent des liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques, et de l'état de cristallinité de la cellulose (English *et al.*, 1994 ; Bledzki et Gassan, 1999 ; Felby *et al.*, 2002 ; Zhang *et al.*, 2003). Les hémicelluloses, qui constituent un liant amorphe, jouent un rôle déterminant dans les propriétés plastiques de la fibre cellulosique, alors que la lignine a un rôle d'adhésif, de rigidifiant et de durcisseur dans la fibre lignocellulosique (Felby *et al.*, 2002 ; Zhang *et al.*, 2003).

1.1.4.7. Effet des caractéristiques des fibres végétales sur les propriétés des biocomposites

De nombreuses études ont établi la preuve de l'effet des caractéristiques des fibres sur les propriétés mécaniques du papier (Kaldor *et al.*, 1990 ; Khristova *et al.*, 2002 ; Ververis *et al.*,

2004). Par contre, le rapport direct entre les propriétés mécaniques des composites et les caractéristiques morphologiques, structurales, chimiques et mécaniques des fibres constitutives n'a pas été bien démontré. Toutefois, de par la forte polarité et le pouvoir tampon relativement élevé des fibres végétales, leur utilisation dans les composites pose souvent des problèmes de compatibilité avec la plupart des résines conventionnelles notamment les résines thermoplastiques.

Effet de la morphologie des fibres végétales

Dans l'élaboration des composites, notamment celle des thermopressés et des thermoformés, la compression sous température contrôlée est une étape importante pour la consolidation du matériau. Dans cette étape de la production, la densité des fibres de renfort qui relève de la porosité, de l'épaisseur des parois primaire et secondaire des fibres cellulosiques et lignocellulosiques, influence fortement la compressibilité du mat (Dix *et al.*, 1999) et par conséquent les propriétés mécaniques des panneaux. Le ratio de compressibilité (rapport de la densité du panneau à la densité du bois) peut être un indicateur des propriétés de résistance des panneaux. En effet, un ratio de compressibilité élevé implique un contact fibre-matrice et fibres-fibres plus intimes, donnant au composite une cohésion plus forte et certainement des propriétés de résistance plus intéressantes (Pugel *et al.*, 1989 ; Groom *et al.*, 1998).

L'utilisation des fibres trop longues pose le problème de leur répartition dans le composite, créant ainsi une forte hétérogénéité dans le comportement mécanique de ce dernier. Zarate *et al.*, 2003, ont monté dans une étude sur différentes fibres végétales dont le sisal en particulier, que l'usage de fibres de longueur supérieure à 23 mm entraîne une réduction des propriétés physiques des fibres et des composites.

De par la rugosité de leur surface et leur porosité, les fibres végétales se prêtent beaucoup plus à des liaisons de type mécanique, dues à l'imbrication de structure entre les résines thermodurcissables et le substrat fibreux (Frazier et Jianwen, 1998 ; Shi et Gardner, 2001).

Effet de la structure des fibres végétales

Il découle des observations de Navi (1988) (figure 1.5) que l'amplitude de la déformation élastique induite par l'angle microfibrillaire peut être un élément déterminant du comportement en déformation du composite, notamment au niveau de l'interface fibre-

matrice. Cette proposition est renforcée par Groom *et al.* (1998) qui ont démontré une corrélation positive entre l'angle microfibrillaire et le module d'élasticité de panneaux de fibres de densité moyen (MDF) à base de bois de pin (*Pinus taeda* L.).

Outre la structure microfibrillaire, les composants amorphes de la fibre peuvent influencer sur la plasticité du composite. De plus, la structure moléculaire de la cellulose cristalline qui suit un agencement hélicoïdal entraîne lors de l'élongation des fibres, un couplage torsion/traction qui peut influencer différemment sur la déformation du composite suivant que les composants fibres et matrice présentent une compatibilité de déformation ou non.

Effet de la composition chimique des fibres végétales sur le comportement mécanique des composites

La nature des liens chimiques entre les composants du substrat fibreux et la matrice influence diversement le comportement mécanique des composites. Une bonne adhésion fibre-matrice permet un transfert aisé et continu des contraintes de la matrice aux fibres, ce qui confère aux composites d'excellentes propriétés mécaniques.

Les groupes fonctionnels hydroxyle de la cellulose et des hémicelluloses de la surface des fibres se lient entre-eux et avec les groupements fonctionnels de la matrice polymère pour former des liaisons chimiques plus ou moins fortes, qui déterminent le comportement mécaniques du composite. Ces groupes hydroxyle sont également en partie responsables de la grande affinité des fibres végétales pour l'eau, rendant ainsi difficile leur liaison chimique avec les résines thermoplastiques qui sont le plus souvent hydrophobes. De par leur polarité (40 à 54,3 mJ.m⁻²), les fibres peuvent se lier par interaction électrostatique (liaisons de type van der Waals et acide-base) à des matrices de polarité compatible.

La lignine est souvent utilisée comme source de phénols en association avec d'autres résines phénoliques, des isocyanates, des carbohydrates ou du formaldéhyde pour produire des colles thermodurcissables utilisées pour l'élaboration des panneaux de particules lignocellulosiques ou pour le collage des contreplaqués (Kharazipour *et al.* 1997 ; Felby *et al.*, 2002 ; Zhang *et al.*, 2003). La lignine forme des liaisons covalentes avec les autres composants de la fibre cellulosique.

Dans le processus de production de panneaux de fibres et de panneaux de particules, les hémicelluloses et la lignine, en présence de l'eau et sous l'effet de la chaleur et de la pression, sont en partie hydrolysées en hydrates de carbone de faible masse moléculaire hydrosolubles et en d'autres produits de décomposition, qui peuvent réagir comme adhésif dans les panneaux élaborés (Hsu *et al.*, 1988 in Xu *et al.*, 2003)

Le caractère souvent faiblement acide (pH : 4,3 à 5,9) des fibres lignocellulosiques et leur pouvoir tampon peuvent également influencer favorablement ou non la force d'adhésion fibre-matrice. Notons que le pH de compatibilité des résines synthétiques conventionnelles les plus utilisées varie considérablement de très acide à très basique. Les résines urées formaldéhyde par exemple requièrent un pH basique et un pouvoir tampon faible (Hsu 1997 ; Albert *et al.* 2002)

De par leur forte polarité, leur caractère hautement hydrophile, leur aptitude au gonflement relativement élevé, les fibres lignocellulosiques présentent souvent beaucoup de problèmes de compatibilité avec la plupart des résines conventionnelles impliquées dans la fabrication des composites, notamment les résines thermoplastiques (Rowell, 1995 ; Zafeiropoulos *et al.*, 2002).

Effet des propriétés mécaniques des fibres végétales

D'après Groom (1998), il existe une corrélation négative entre le module d'élasticité en traction des panneaux de fibres de densité moyenne et le module d'Young les fibres constitutives individuelles (Figure 1.6). Il signale le même type de relation entre la rigidité et la résistance des panneaux MDF en traction et les propriétés mécaniques de la fibre individuelle en traction. Le choix des fibres lignocellulosiques pour servir de renfort dans les composites doit être gouverné par leurs propriétés mécaniques qui sont fonction de leur teneur en cellulose et de l'angle microfibrillaire (Williams et Wool, 2000).

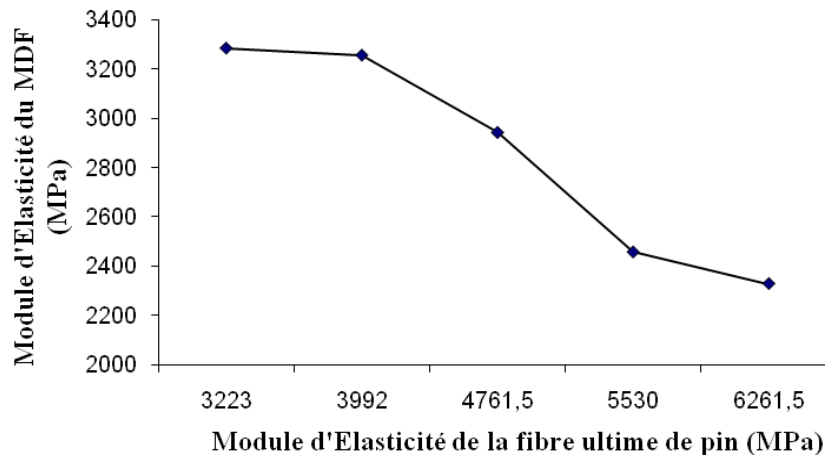


Figure 1.6 : Evolution du module d'élasticité de MDF en fonction du module d'élasticité des fibres individuelles (Groom *et al.*, 1998)

Le transfert des propriétés physicochimiques des fibres lignocellulosiques vers celles des panneaux n'étant pas systématique, il y a nécessité de porter un intérêt aux moyens d'amélioration de ces fibres qui permettent d'utiliser au mieux leurs caractéristiques physiques dans l'élaboration des composites.

1.1.5. Les matrices, liants des panneaux de particules lignocellulosiques

La matrice est le constituant du matériau composite qui assure la liaison des éléments de renfort. Elle joue des rôles de protection, de transmission des sollicitations et de limitation de la propagation des fissures. Bien que souvent de propriétés mécaniques relativement faibles, la matrice influence beaucoup les propriétés mécaniques des panneaux de particules (rigidité, résistance aux contraintes transversales, aux contraintes de cisaillement, aux contraintes inter laminaires, au comportement en fatigue et la résistance à la compression). La matrice est un polymère adhésif thermodurcissable ou thermoplastique de composition et de caractéristiques physiques variables.

1.1.5.1. Les résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont des polymères à l'état de liquide visqueux dont la polymérisation se fait sous l'effet de la chaleur, et en présence ou non d'un durcisseur chimique, d'un catalyseur et d'un accélérateur éventuel, pour former un réseau

tridimensionnel qui durcit de façon irréversible. Les principaux liants thermodurcissables utilisés dans la fabrication des panneaux de particules lignocellulosique sont :

Les résines aminoplastes : ce sont des produits de synthèse obtenus par condensation d'un composé aminé (urée, mélamine) avec du formaldéhyde (Corner, 1996). Les représentants les plus connus sont les résines urée-formaldéhyde (U.F.) et la mélamine-urée-formaldéhyde (M.U.F.).

La résine U.F. (figure 1.7) de loin la plus utilisée, sert de matrice thermodurcissable dans les panneaux de fibres et de particules et dans le collage des stratifiés et du contreplaqué. Sensible à l'humidité, elle est recommandée pour les panneaux à usage intérieur.

La résine M.U.F., plus chère que l'U.F., est utilisée pour la fabrication des panneaux destinés pour les usages extérieurs car ils sont mécaniquement et physiquement plus performants, résistants à l'eau, aux solvants, à l'huile et aux températures élevées.

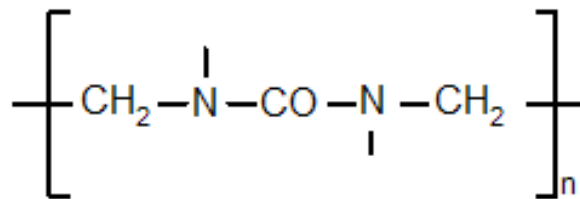


Figure 1.7 : Structure chimique d'une résine urée formaldéhyde (Wikipedia, 2008)

Les résines phénoplastes proviennent de la synthèse par condensation de phénoplastes ou d'une substance phénolique (phénol, résorcine, crésol) avec du formaldéhyde. Les plus connues sont les résines phénol formaldéhyde (P.F.) dont la figure 1.8 est une représentation structurale et la résorcine formaldéhyde (R.F.).

Les résines phénol-formaldéhyde (P.F.) et résorcine-formaldéhyde sont des copolymères formaldéhyde et phénol (résols ou novolaques selon que le pH du milieu de production est alcalin ou acide) qui durcissent sous l'action de la température pour les résols et sous l'action combinée de la température et de l'hexaméthylène tétramine en présence de l'anhydride hexahydrophthalique (catalyseur) pour les novolaques. Elles sont utilisées dans le moulage plastique, les panneaux de particules, les contreplaqués, charpente lamellées collées et

stratifiés décoratifs, le collage du bois, etc. Les résines phénoplastes sont résistantes à l'eau et aux agents chimiques et présentent une résistance mécanique élevée.

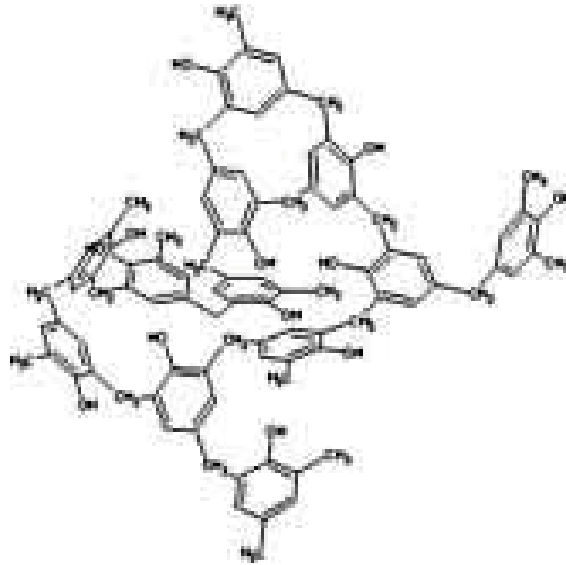


Figure 1.8 : Un exemple de structure chimique d'un phénol formaldéhyde (Wikipedia, 2008)

Les résines polyesters insaturés (U.P.) sont des thermo-chimicodurcissables. Elles sont constituées d'une solution polyacide + polyalcool qui se polymérise et durcit sous l'effet d'un catalyseur et de la chaleur. Les UP sont les plus utilisées dans les composites de grande diffusion.

Les résines polyépoxydes (E.P.) sont comme les polyesters insaturés thermo-chimicodurcissables. Elles constituent la résine type des composites HP.

Les polyuréthanes (PUR), dont font partie les colles isocyanates (figure 1. 9) peuvent être thermoplastiques ou thermodurcissables, selon la réticulation et le caractère tridimensionnel (cas des triols). Les colles isocyanates sont issues de la polyaddition de polyisocyanates (et polymères dérivés isocyanates) avec des polyols. Les plus connues sont le Toluène Diisocyanate (TDI) et le Diphényl Méthane Diisocyanate (MDI, PMDI). Elles servent de colles pour les contreplaqués et les bois de charpente, et de matrice thermodurcissable dans les panneaux de particules et de fibres. Elles présentent une bonne résistance aux huiles et essences mais sont très sensibles à l'hydrolyse.

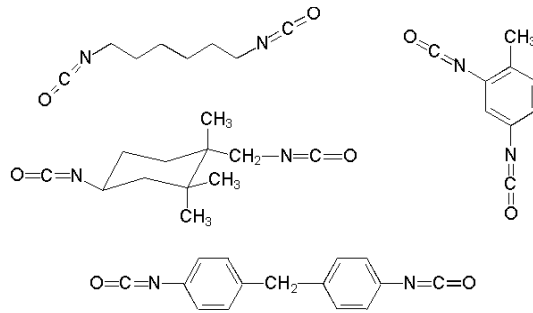
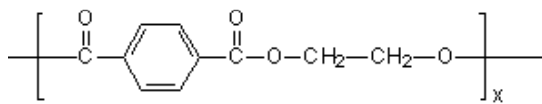


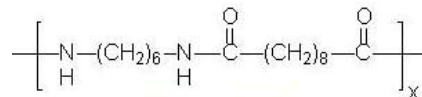
Figure 1.9: Structure chimique de quelques diisocyanates (Anonyme, 2000)

1.1.5.2. Les résines thermoplastiques

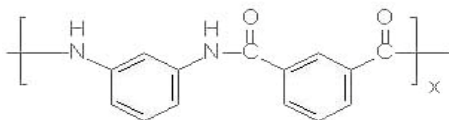
Les résines thermoplastiques (TP) sont des polymères à structure linéaire et d'état initial solide dont la mise en forme se fait par chauffage et le durcissement intervient au cours du refroidissement. La transformation est réversible. Les résines thermoplastiques sont principalement utilisées pour fabriquer des composites à renfort de fibres. Les principales résines thermoplastiques employées dans le domaine des composites sont : les polyamides (PA), les polytéréphthalates éthyléniques (PET : figure 1.10) et butylénique (PBT), les polycarbonates (PC) tels que les polyamides (figure 1.10), les polyoxides de phénylène (PPO ou PPE), les polyoléfines, les polyoxyméthylènes (POM), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polyamide-imide (PAI), le polyétherimide (PEI), le polyéther-sulfone (PES), le polyéther-éther-cétone (PEEK), etc.



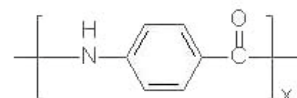
Polyéthylentéréphthalate (PET)



Nylon 610 (Polyamide)



Nomex (Polyamide)



Kevlar (Polyamide)

Figure 1.10 : Structures chimiques de quelques polymères thermoplastiques (Anonyme, 2000)

1.1.6. Les additifs dans les panneaux de particules lignocellulosiques

Les additifs sont des substances minérales ou des réactifs chimiques qui sont introduits dans la formulation de panneaux pour améliorer leur présentation ou leurs propriétés physico-chimiques ou pour augmenter la vitesse de prise des adhésifs. Ce sont des colorants (pigments minéraux, végétaux ou synthétiques), des tensioactifs, des dispersants (soude), des épaississants (bore, alginate, hydroxyéthyl-amylose, polyvinyl alcool, etc.), des plastifiants (eau, polyol, glycérine, etc.), des émulsifiants (acétate de polyvinyle), des agents de texture (sorbitol, talc, glycérine, cire, urée, etc.), des agents réticulants (acétone, formaldéhyde, etc.), des agents compatibilisant (isocyanates, phénol, soude, etc.), des agents antifongiques ou antimicrobiens (benomyl, formol, phénol, bentonites, tétrahydridoborate de sodium : NaBH_4 , etc.), etc. (Mani *et al.*, 1998 ; Rigal et Marechal 2002 ; Li et Genk, 2005).

1.1.7. Classifications des panneaux de particules

La grande variété des panneaux de particules conduit à une multiplicité de critères de classification de ces composites. En effet, la nature et la géométrie des éléments de renfort, la nature et la réactivité de la matrice, la proportion renfort/matrice, la spécificité fonctionnelle des panneaux, les conditions de leur utilisation ainsi que les procédés de fabrication sont quelques uns des critères de classification des panneaux de particules (EN 309, 1992 ; EN 312, 2004 ; ANSI, A208.1, 1999).

Classiquement, d'après Suchsland et Woodson (1986), les panneaux de particules et les panneaux de fibres sont classés suivant la taille des particules, la densité, et le procédé d'élaboration. Ainsi, suivant la taille des particules, on distingue les panneaux de fibres, les panneaux de particules, les panneaux de copeaux, les panneaux de lamelles minces et longues et les contre plaqués. Suivant la densité, il y a les panneaux d'isolation thermique et acoustique de faible densité ($150 \leq \rho \leq 450$), les panneaux de fibres (MDF) et les panneaux de particules de densité moyenne ($450 < \rho \leq 800$) pour l'ameublement principalement et les panneaux structuraux de haute densité ($\rho > 800$). Suivant le procédé de fabrication, on distingue les panneaux obtenus par voie sèche et ceux produits par voie humide.

La norme EN 309 (1992) définit 6 critères de classification des panneaux de particules : le procédé de fabrication, l'état de la surface, la forme, la dimension et la forme des particules, la structure du panneau et l'usage final du panneau.

Suivant le ***procédé de fabrication***, on distingue les panneaux pressés à plat, les panneaux à pressage par cylindre et les panneaux extrudés pleins ou tubulaires.

L'état de la surface des panneaux de particules permet de définir les panneaux bruts non poncés, des panneaux poncés ou rabotés, des panneaux revêtus avec un verni ou une peinture et des panneaux revêtus sous pression avec un matériau solide par placage tels que les panneaux de particules surfacés mélaminés (PPSM) et enfin des panneaux surfacés papier sec ou revêtus d'un stratifié décoratif.

Selon la forme, les panneaux de particules sont plats, en forme ou en chant profilé.

La ***dimension et la forme des particules*** font distinguer des panneaux de particules arrondies, de particules plates (waferboard), de particules en lamelles minces, longues et orientées (Oriented Strand Board OSB) et des panneaux avec d'autres types de particules comme les anas de lin.

Suivant la ***structure des panneaux de particules***, les panneaux peuvent être monocouche, et plus fréquemment "trois couches", ou multicouches avec souvent différents types de particules disposées avec ou sans orientation spécifique.

Suivant ***l'usage et les conditions d'utilisation*** des panneaux, la norme EN 312 définit 7 types de panneaux de particules : P1 – P7.

P1 : Panneaux pour usage général en milieu sec

P2 : Panneaux pour agencements intérieurs (y compris les meubles) utilisés en milieu sec

P3 : Panneaux non travaillants utilisés en milieu humide

P4 : Panneaux travaillants utilisés en milieu sec

P5 : Panneaux travaillants utilisés en milieu humide

P6 : Panneaux travaillants sous contrainte élevée utilisés en milieu sec

P7 : Panneaux travaillants sous contrainte élevée utilisés en milieu humide

Ces panneaux peuvent être traités pour en améliorer la résistance vis-à-vis des attaques biologiques, pour les ignifuger ou pour leur conférer des propriétés d'isolation acoustique, etc.

1.2. LES PROCÉDES DE FABRICATION DES PANNEAUX DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES

Les panneaux de particules mis au point en 1940, dans le but d'utiliser les déchets de bois connaissent aujourd'hui un essor important avec la mise au point et le développement de nouveaux procédés de fabrication.

D'une manière générale, la fabrication des panneaux de particules se fait en 4 étapes principales : le fractionnement, l'imprégnation, le formage et la finition (English *et al.*, 1997a ; Mehta *et al.*, 2005 ; Drzal *et al.*, 2002)

1.2.1. La préparation du matériel ligneux

La préparation du matériel fibreux se fait suivant le type et les caractéristiques des panneaux ciblés. Cette préparation peut donc consister en un simple fractionnement mécanique (simple découpe du matériau lignocellulosique en copeaux ou simple broyage dans le cas des panneaux de particules traditionnels) ou en un défibrage thermomécanique (dans le cas des panneaux de fibres). Ce dernier peut, dans certains cas, être précédé d'une attaque chimique ou enzymatique. Quel que soit le procédé de fractionnement utilisé, le matériel fibreux obtenu est séché et classé afin d'obtenir des fragments ou particules homogènes.

1.2.2. L'imprégnation du matériel fibreux avec la résine ou encollage

Cette étape consiste en un mélange du matériel fibreux avec la matrice liante. Elle est réalisée par pulvérisation de la résine en suspension colloïdale dans l'eau, dans un mélangeur contenant la matière fibreuse. La répartition de la résine est un facteur déterminant pour la qualité des panneaux. Signalons le cas particulier de la fabrication des panneaux de fibres pour lesquels les liants peuvent être injectés en sortie du raffineur thermomécanique sous pression, avant l'étape de séchage des fibres sous courant d'air chaud (flash-drying). Dans le cas des matrices thermoplastiques, le mélange peut être réalisé par incorporation des fibres dans le polymère en phase fondue (compoundage).

Les particules ou fibres ainsi encollées sont alors distribuées pour former un matelas (ou MAT) d'épaisseur contrôlée, ou introduites dans un moule.

1.2.3. La mise en forme ou formage

Les techniques de mises en forme des panneaux de particules peuvent être classées en trois grandes catégories : le thermopressage, le thermoformage, et le moulage.

1.2.3.1. Le thermopressage

Le thermopressage consiste à la fabrication de panneaux de particules par compression de mat dans un moule avec application de la chaleur en présence d'un plastifiant éventuellement.

1.2.3.2. Le thermoformage

Le thermoformage est une méthode de production de panneaux de particules en deux phases qui consiste à faire acquérir, sous l'action de la chaleur et de la pression, une forme particulière à un matériau fibreux précédemment pressé en plaque. Le matériau de base est ramolli sous l'effet de la chaleur puis mis en forme sur un moule de forme simple. Le thermoformage de plaques lignocellulosiques pré-pressées peut se faire sous pression, par drapage, sous ventilation libre ou par simple collage de feuilles. Cette voie a été souvent utilisée pour la mise en forme des panneaux intérieurs des portières des automobiles (English, *et al.* 1997)

1.2.3.3. Le moulage

Le moulage est un procédé de mise en forme qui consiste à introduire dans un moule le mélange amorphe ou pulvérulent qui durcit ou se consolide en adoptant la forme de l'intérieur du moule. La consolidation se fait par simple séchage, par refroidissement (pour les matrices thermoplastiques) ou par apport de chaleur ou d'un précurseur physique ou chimique qui amorce la réticulation des matrices thermodurcissables.

Le moulage par compression et le moulage par stratification sont les procédés les plus adaptés au moulage des particules.

1.2.4. La finition

La finition des panneaux de particules intervient après le démoulage. Elle concerne les opérations visant la stabilité dimensionnelle des panneaux (traitements contre la prise d'humidité), la mise au format par sciage, ponçage, découpe et conditionnement et les traitements post-formage tels que la peinture, l'enduction de vernis, de produit de protection contre les agressions biologiques, et le placage.

1.3. CARACTERISATION MECANIQUE DES PANNEAUX DE PARTICULES

La garantie de qualité et de performance des panneaux de particules exige de ces derniers des propriétés mécaniques stables et qui soit effectivement conformes aux utilisations auxquelles ils sont destinés. Suivant leur domaine d'application et les conditions spécifiques de leur utilisation, les panneaux de particules doivent donc satisfaire à des exigences mécaniques générales et des exigences spécifiques ; qui sont régies par les normes, notamment les normes européennes EN 312-1 à EN 312-7 ou les normes américaines ANSI A208.1.

Ainsi, quel que soit le type de panneaux de particules, les exigences générales concernent la stabilité dimensionnelle dont la méthode d'essai est régie par la norme EN 324-1, la teneur en humidité (EN 322), la tolérance de la masse volumique (EN 323) et le potentiel d'émission de formaldéhyde (EN 120).

La nature des tests physiques et mécaniques auxquels les panneaux de particules sont soumis dépend du type et de la norme de certification utilisée. Ainsi, selon la norme EN 312, en plus des exigences générales, seules la résistance à la flexion (EN 310) et la cohésion interne (EN 319) sont requises pour les panneaux de type P1. Pour les panneaux P2, la mesure de module d'élasticité en flexion (EN 310) et les tests d'arrachement de surface (EN 311) sont exigés en plus des paramètres requis pour les panneaux P1. Les valeurs de résistance à la flexion, de module d'élasticité en flexion, de cohésion interne et de gonflement en épaisseur après immersion (EN 317) sont requises par la norme EN 312 pour tous les autres types de panneaux. Par contre la norme ANSI 208.1 requiert la mesure de tous les paramètres cités plus haut quel que soit le type de panneau.

1.3.1. Découpe des panneaux de particules

Chaque panneau de particules est découpé suivant les recommandations de la norme NF-EN 326-1 (1993) en éprouvettes de dimension 150 mm x 50 mm pour les essais en flexion trois points et de 50 mm x 50 mm pour les essais de cohésion interne et de gonflement en épaisseur. Avant tout essai mécanique, chaque éprouvette est conditionnée dans une enceinte de conditionnement pendant 14 jours à 20 °C et sous une d'humidité relative de 65 %.

1.3.2. Détermination de la densité des panneaux de particules

La densité d'un panneau de particules est déterminée suivant les exigences de la norme NF EN 323 sur les éprouvettes de dimension 150 mm x 50 mm. La densité apparente est la moyenne des densités mesurées sur les éprouvettes de chaque panneau. Cette densité apparente est le rapport de la masse de chaque éprouvette par son volume.

1.3.3. Mesure des propriétés de flexion des panneaux de particules

Conformément à la norme NF-EN 310, six éprouvettes de dimensions 150 mm x 50 mm de chaque panneau de particules sont été employés pour déterminer la résistance mécanique en flexion trois points. Le module d'élasticité en flexion (MOE) et de résistance à la flexion (MOR) sont calculés suivant les formules suivantes :

$$MOE = \frac{L^3}{4 \times b \times e^3} \times \frac{F_2 - F_1}{a_2 - a_1} \quad \text{où} \quad \begin{array}{l} F_i : \text{la force mesurée pour un déplacement } a_i \\ L : \text{distance entre les points d'appui} \\ b : \text{largeur de l'éprouvette} \\ e : \text{épaisseur de l'éprouvette} \end{array}$$

$$MOR = \frac{3 \times L}{2 \times b \times e^2} \times F_{rupture} \quad \text{où} \quad \begin{array}{l} F_{rupture} : \text{la charge mesurée à la rupture} \\ L : \text{distance entre les points d'appui} \\ b : \text{largeur de l'éprouvette} \\ e : \text{épaisseur de l'éprouvette} \end{array}$$

1.3.4. Détermination de la cohésion interne des panneaux de particules

Les tests de cohésion interne (Internal Bond : IB) de chaque panneau de particules sont réalisés suivant la norme NF-EN 319 sur 6 éprouvettes de dimensions 50 x 50 soumises à la traction perpendiculaire aux faces. La contrainte de cohésion interne est calculée suivant la formule ci-après.

$$\sigma_{(IB)} = \frac{\text{Force de rupture}}{\text{Surface sollicitée}} \quad (\text{MPa})$$

1.3.5. Détermination de l'arrachement de surface des panneaux de particules

Les tests d'arrachement de surface (SS) de chaque panneau de particules sont réalisés suivant la norme NF-EN 311 sur 10 éprouvettes de dimensions 50 x 50 soumises à la traction perpendiculaire aux faces dans un système de cardan. La contrainte d'arrachement de surface est calculée suivant la formule suivante :

$$\sigma_{(SS)} = \frac{\text{Force de rupture}}{\text{Surface rainure}} \quad (\text{MPa})$$

1.3.6. Détermination du gonflement en épaisseur

Conformément à la norme EN 317, le gonflement en épaisseur (TS : Thickness Swelling) de chaque panneau de particules est déterminé par la mesure des épaisseurs de 6 éprouvettes de 50 x 50 avant et après leur immersion dans l'eau pendant 2 heures ou 24 heures.

Le taux de gonflement en épaisseur de chaque éprouvette est calculé suivant la formule ci-dessous.

$$TS (\%) = \frac{t_2 - t_1}{t_1} \times 100 \quad \text{où} \quad \begin{array}{l} t_1 : \text{Epaisseur de l'éprouvette avant immersion (mm)} \\ t_2 : \text{Epaisseur de l'éprouvette après immersion (mm)} \end{array}$$

1.4. PROBLEMES POSES PAR LES PANNEAUX A LIANTS A BASE DE FORMALDEHYDE

1.4.1. Emission de formaldéhyde

Les adhésifs les plus couramment employés par l'industrie des panneaux composites sont l'urée formaldéhyde, la mélamine urée formaldéhyde, le phénol formaldéhyde, etc. Le formaldéhyde utilisé dans la synthèse de ces résines est un produit chimique qui fait partie de la large famille de "composés organiques volatils" (COV), susceptibles de passer l'état gazeux à température ambiante. Les résines conventionnelles à base de formaldéhyde

contiennent du formaldéhyde résiduel ou libre qui est libéré dans l'atmosphère au moment de la fabrication des panneaux, pendant leur vie et à la fin de leur usage.

Or les panneaux sont d'usage quotidien dans l'ameublement, les installations fixes de magasin, rayonnage, plan de travail, sous-couches de plancher, etc. faisant courir aux populations ainsi exposées à ces émissions dans leur environnement intérieur, un risque sanitaire plus ou moins grave (Kim et Kim, 2004 ; Collins et Lineker, 2004). En effet, le formaldéhyde est classé par l'Agence Internationale pour la Recherche sur le Cancer (IARC) comme substance du groupe A. (une substance du groupe A est considérée comme probablement cancérigène aux humains). De plus, les consommateurs exposés à des émissions de formaldéhyde présentent divers symptômes dont les plus communs sont l'irritation des yeux et des voies respiratoires supérieures. Le formaldéhyde s'est également avéré pour produire des carcinomes nasaux chez les souris et les rats après exposition à des émissions de formaldéhyde de 14,1 et 5,6 ppm respectivement, sur une longue période (IARC, 1995).

1.4.2. Faiblesse des propriétés physico-chimiques

Les fibres lignocellulosiques, de par leur forte propension à la prise et à la rétention d'humidité, leur forte susceptibilité à la dégradation biologique, à la photo-dégradation, la forte polarisation de leur surface et aussi l'incompatibilité chimique entre leur surface et celle des résines conventionnelles, posent souvent des problèmes d'adhésion qui ont pour conséquence la faiblesse des propriétés mécaniques des panneaux de particules et leur faible résistance aux agressions des facteurs biotiques et abiotiques de l'environnement.

La revue de quelques une des multiples tentatives de résolution de ces problèmes fait l'objet de la section suivante.

1.5. PROCÉDES DE RÉDUCTION DES ÉMISSIONS DE FORMALDÉHYDE PAR LES PANNEAUX

La toxicité avérée des liants conventionnels à base de formaldéhyde à travers leurs émissions de composants organiques volatils, notamment le formaldéhyde, a conduit à la mise en place de mesures de protection de la santé humaine et environnementale. Ainsi des dispositions

légales ou normatives sont prises (EN 312 et ANSI A208 par exemple) pour la réduction drastique des émissions de formaldéhyde ou leur suppression en fixant des limites relativement basses pour les émissions de formaldéhyde.

La volonté de respect des limites des émissions de formaldéhyde a depuis quelques années, incité les chercheurs à orienter leurs travaux vers plusieurs voies qui peuvent être regroupées dans les 5 stratégies suivantes :

- la diminution de la proportion de formaldéhyde dans les résines à base de formaldéhyde ;
- la substitution du formaldéhyde volatil par du formaldéhyde non volatil ou d'autres produits ;
- l'utilisation de matériaux de piégeage du formaldéhyde libre ;
- l'application des enduits, de stratifiés ou autres revêtements ;
- le remplacement des résines à base de formaldéhyde avec des adhésifs totalement différents.

1.5.1. Diminution de la proportion de formaldéhyde dans les résines à base de formaldéhyde,

La stratégie de diminution de la proportion de formaldéhyde dans la formulation des résines à base de formaldéhyde consiste à la diminution du ratio molaire de F/U, F/MU ou de F/P (Conner, 1996 ; Zanetti *et al.*, 2003). Ce ratio qui était d'environ 1,6 dans les années 1980 pour la résine U.F. est maintenant réduit en moyenne à 1,0 ou moins dans certains cas (Lehmann, 1983 ; Taylor, 1986 ; Conner, 1996 ; Breyer, 1997). Malheureusement, la diminution du ratio F/U réduit les limites de tolérance pour les résines à l'égard des variations possibles dans les procédés de fabrication, et les panneaux qui en sont issus ont souvent des propriétés physiques et structurales plus faibles (Myers, 1984 in Conner, 1996).

1.5.2. Modification chimique des résines à base de formaldéhyde

Les modifications chimiques des résines à base de formaldéhyde ont pour but d'améliorer leur longévité et leur stabilité en diminuant les efforts internes développés pendant la cuisson

de la résine et d'augmenter la capacité de la résine traitée à résister aux stress cycliques (Ebewele *et al.*, 1991 a ; Ebewele *et al.*, 1991 b ; Ebewele *et al.*, 1993 a Ebewele *et al.*, 1993 b ; Ebewele *et al.*, 1994 ; River *et al.*, 1994 tous cités par Conner, 1996).

Les résines à base de formaldéhyde sont modifiées par addition de polyamines (Hexaméthylènediamine, bis-hexaméthylènetriamine, hexaméthylènetetramine, triéthylaminetriamine, poly(propylèneoxide)triamine, poly(propylèneglycol)diamine, etc.) pendant la synthèse ou au moment de la cuisson des résines (Serantes et al., 1985 in Youngquist *et al.*, 1994 ; Conner, 1996 ; Zanetti *et al.*, 2003). Ainsi les polyamines sont :

- Incorporées directement sous forme simple ou sous forme de dérivés d'urée complexe, pendant la synthèse de résine ;
- Utilisées sous forme de sel (chlorhydrate de polyamine par exemple) comme catalyseurs de réticulation de la résine en remplacement du chlorure d'ammonium lors de la cuisson ;
- Utilisées à la fois dans la synthèse et comme catalyseur de réticulation.

L'addition directe d'amines libres pendant la cuisson de la résine urée-formaldéhyde empêche sa réticulation (Conner, 1996). En général, la modification des résines UF par des amines complexes dérivées d'urée, ainsi que leur cuisson en présence de chlorhydrate d'amine induisent non seulement des taux de réticulation comparables à ceux de résine UF non modifiées, réticulées en présence de chlorure d'amine, mais également une réduction des émissions de formaldéhyde.

1.5.3. Utilisation de matériaux de substitution et de piégeage du formaldéhyde libre

Les matériaux de substitution et de piégeage du formaldéhyde libre sont des réactifs chimiques incorporés directement lors de la synthèse de la résine, pendant la phase de réticulation de cette résine. Les panneaux de particules après leur fabrication peuvent être également traités par enduction totale avec des matériaux de piégeage du formaldéhyde. Les réactifs de piégeage de formaldéhyde libre les plus utilisés sont le paraformaldéhyde, l'hexaméthylènetetramine, le tris(hydroxylméthyl)nitrométhane (Detlefsen *et al.*, 1991 in

Conner, 1996 ; Kim et Kim, 2004), les polyamides tels que l'acétoacétamide (Greene, 1992 ; Belmares, 2005), le carbohydrazide, le dimethyloldihydroxyethylene (Turner, 1981), etc.

1.5.4. L'utilisation des barrières de réduction des émissions de formaldéhyde

Les barrières de réduction des émissions de formaldéhydes sont issues de traitements qui consistent à recouvrir complètement toute les surfaces des panneaux de particules avec des matériaux imperméables au formaldéhyde. Les barrières efficaces peuvent réduire le niveau d'émission de 95 % ou plus, à condition que toutes les surfaces soient traitées, y compris les bords, les entailles, et les trous (Conner, 1996 ; Barry et Corneau, 2006). Ces traitements peuvent être appliqués par enduction ou par placage des matériaux de protection. Ces matériaux de protection des panneaux de particules contre les émissions de formaldéhyde sont de natures très diversifiées. Il s'agit par exemple de laques, peintures, vernis, huiles, poudre époxy, etc. (Orica, 1999) et de formica, de films polyéthylène, poly(éthylène vinyl acétate), polypropylène, polystyrène, poly(vinyl chlorure), polyvinyl acétate, etc. (Kazakevics, 1984 ; Kim et Kim, 2004). Les produits obtenus sont des panneaux stratifiés, vernis ou recouverts de films protecteurs.

1.5.5. Les alternatives aux résines à base de formaldéhyde des panneaux de particules.

La recherche d'adhésifs alternatifs sans formaldéhyde, moins polluants, non toxiques et technologiquement performants a orienté les travaux vers la formulation des adhésifs aussi bien synthétiques que d'origine minérale et biologique.

En dehors des adhésifs synthétiques comme les résines thermoplastiques et thermodurcissables (paragraphe 1.1.5.2) et les colles isocyanates (paragraphe 1.1.5.3), les colles d'origine biologique connaissent aujourd'hui un regain d'intérêt. Souvent utilisées depuis l'Antiquité et dans de nombreuses civilisations, ces bioadhésifs sont des colles d'origine animale (gélatine, blanc d'œuf, caséine, dérivés de graisses, etc.) ou végétale (polysaccharides, polyphénols, protéines, dérivés d'huiles, résines naturelles, etc.).

1.5.5.1. Les bioadhésifs d'origine végétale des composites lignocellulosiques

Les liants d'origine végétale sont les bioadhésifs les plus courants. Ce sont des polymères de nature assez diversifiée et dont les applications sont tout aussi variées. Suivant la nature de leurs composants majoritaires, ces adhésifs peuvent être classés en plusieurs catégories : les polysaccharides, les protéines, les polyphénols, les résines, les dérivés des huiles, etc.

Les polysaccharides

Les polysaccharides sont constitués de longues chaînes plus ou moins ramifiées de molécules d'oses reliés par des liaisons osidiques. Dans les végétaux, ils ont un rôle énergétique (amidon, inulines) ou structural (cellulose, hémicellulose, pectines).

La cellulose

La cellulose est constituée d'une chaîne primaire linéaire de motifs cellobioses (β D glucopyranosyl $\beta(1-4)$ D glucopyranose) (figure 1.11) qui est organisée en structure supramoléculaire (microfibrilles) en partie cristalline et en partie amorphe. La molécule de cellulose contient donc de nombreux groupements hydroxyles qui peuvent réagir avec différents composés chimiques (mélange d'acides sulfurique et nitrique, anhydride acétique en présence d'un catalyseur, oxyde d'éthylène, oxide de propylène, etc.) pour acquérir de nouvelles propriétés (Gandini et Belgacem, 2002). Les matériaux cellulosiques sont généralement mis en œuvre par modification chimique (traitement au peroxyde, aux alcalis, réaction d'hydrolyse, d'oxydation, d'acétylation, d'éthérisation, d'estérification, etc.) des molécules de cellulose. Ces transformations chimiques visent à améliorer la réactivité des molécules de cellulose, à rendre accessibles les groupements hydroxyles dans la structure supramoléculaire, à modifier l'énergie de surface et à améliorer la compatibilité avec d'autres substrats adhésifs (Valadez-Gonzalez *et al.*, 1999 ; Gandini et Belgacem, 2002 ; Zafeiropoulos *et al.*, 2002 ; Nashed *et al.*, 2003). Les traitements thermomécaniques (extrusion, explosion à la vapeur d'eau sous pression, etc.) où l'hydrolyse enzymatique modifie la texture de la cellulose, et permet sa formulation dans les matériaux plastiques (Bastioli, 1998 ; Nashed *et al.*, 2003 ; Reddy *et al.*, 2003 ; Johnson *et al.*, 2005). Les molécules de cellulose ainsi modifiées peuvent être polymérisées de diverses manières ou

copolymérisées avec des résines à base de dérivés formaldéhydes, isocyanates, époxydes, etc. pour leur utilisation dans les matériaux composites (Matsumoto, *et al.* 1999 ; Xu *et al.*, 2003 ; Xu *et al.*, 2004).

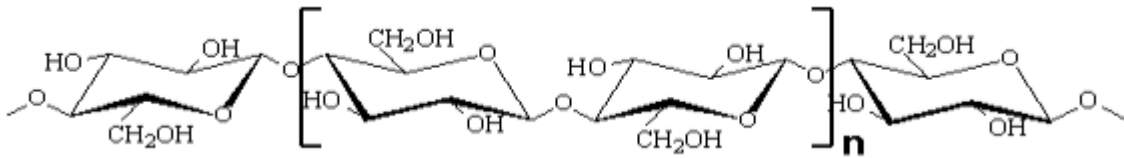


Figure 1.11 : Molécule de la cellulose (n répétitions du motif cellobiose)

Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides pariétaux non cellulotiques extraits des végétaux. Elles constituent le principal liant dans la structure pariétale des végétaux en s'associant par liaisons hydrogène aux microfibrilles de cellulose et à la cellulose de la paroi cellulaire. La variabilité des motifs monomères constitutifs de la chaîne principale (xylose, arabinose, glucose, mannose, galactose, etc.) permet de distinguer différents types d'hémicellulose : les xylanes formés d'une chaîne principale de motifs D-xylopyrannose, les glucuronoxylanes de motifs acide glucuronique et D-xylopyrannose, les arabinoxylanes de motifs D-arabinose et D-xylopyrannose, les glucomannane de motifs D-glucose et D-mannose, les xyloglucane de motifs D-xylose et D-glucose, etc. Les hémicelluloses sont des polymères à chaînes courtes, amorphes, et fortement hydrophiles souvent utilisées comme agent épaississant, stabilisant ou émulsifiant.

Il y a peu de travaux sur l'utilisation des hémicelluloses comme colle. Toutefois, les propriétés filmogènes de certaines hémicelluloses substituées ont été signalées (Chanliaud, 1995 ; N'Diaye, 1996 ; Raynal-Ioualalen, 1996).

Les pectines

Les pectines sont des hétéropolysaccharides pariétaux gélifiants, constitués de chaînes homogalacturoniques formées par un enchaînement linéaire de motifs anhydro-acide α -D-galacturonique, en conformation chaise, liés par liaison osidique en 1 \rightarrow 4. Ces chaînes sont plus ou moins substituées par des groupements arabinanes ou arabinogalactanes fixés sur les motifs L-rhamnose qui s'intercalent entre les chaînes homogalacturoniques.

Les fonctions acide présentes sur les molécules de pectine les rendent multinucléophiles, fortement hydrophiles et renforcent leurs aptitudes aux réactions de méthylation (Garcia-Jaldon, *et al.*, 1998, Damiot, 1998 ; Jorda, 2003 ; Rouilly, 2002 ; Rouilly *et al.*, 2006 a). Les groupements acétyl présents sur les pectines les prédisposent aux réactions de saponification. Les pectines après modifications chimiques et thermomécaniques peuvent être formulées en adhésifs (Damiot, 1998 ; Jorda, 2003), texturées en films plastifiés (Rouilly, 2002; Rouilly *et al.*, 2006 a).

L'amidon

Les amidons sont composés d'amylose et d'amylopectine dont les proportions varient en fonction de leur origine végétale. L'amylose est constituée de chaînes linéaires d'environ 200 unités α -D-glucopyranose reliées par des liaisons α 1-4 (figure 1.12). L'amylopectine est constituée de chaînes d'unités α -D-glucopyranose reliées par des liaisons α 1-4 et ramifiées par des liaisons de type α 1-6 (figure 1.13). L'amidon est très hydrophile et peu adhésif.

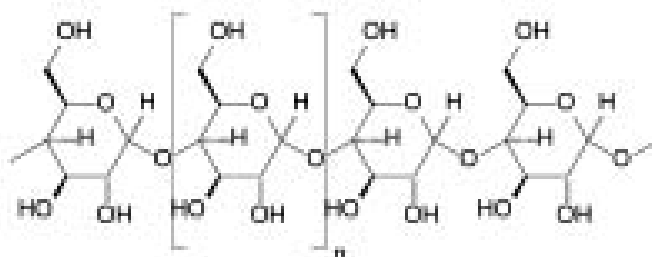


Figure 1.12 : Structure chimique d'une amylose : glucose- α -1,4-glucose (Wikipédia, 2008)

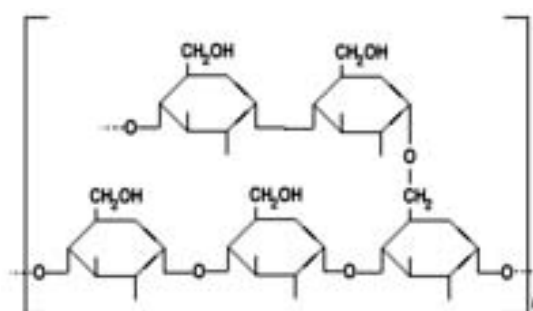


Figure 1.13 : Structure chimique d'une amylopectine (Wikipédia, 2008)

Les modifications chimiques de l'amidon obtenues par hydrolyse, hydrogénation, oxydation, éthérification, estérification, sulfonation, réticulation conduisent à la formulation d'adhésifs

divers avec des caractéristiques variées destinés principalement au collage des papiers et cartons (Kumar *et al.*, 2002 ; Okada, 2002 ; Reddy et Yang, 2005). La restructuration par traitements thermomécanique ou enzymatique de l'amidon conduit à la formulation de matériaux plastiques dont certains sont aujourd'hui commercialisés (Bastioli, 1998 ; Vert, 2002 ; Johnson *et al.*, 2005 ; Rabetafika, *et al.*, 2006)

Les protéines

Très diversifiés, les protéines sont constituées de chaînes d'acides aminés reliés entre elles par liaisons peptidiques. Il existe 20 acides aminés principaux aux chaînes latérales et propriétés différentes et dont les séquences déterminent la variété de structure et de fonction des protéines. Suivant leur structuration, les chaînes polypeptidiques sont liées entre elles par un nombre important d'interactions d'origines différentes (liaisons hydrogène, interactions de Van der Waals, liaisons covalentes) conduisant ainsi à une grande variété de structures (primaire, secondaire, tertiaire, quaternaire) et de conformation (repliée ou déployée, hydrophile ou hydrophobe, dénaturées, etc.). Les protéines sont acides ou basiques, chargées ou neutres, polaires ou apolaires, hydrophobes ou hydrophiles. Les matières végétales protéiques les plus fréquemment décrits dans le domaine des matériaux sont principalement les produits dérivés du soja (farine ou isolats protéiques) et les coproduits agro-industriels riches en protéines (tourteaux d'oléagineux, gluten de céréales).

Les protéines végétales peuvent être transformées en matériaux par traitements thermomécaniques (extrusion en milieu faiblement hydraté et en présence d'agents plastifiants polyols comme le glycérol ou ses dérivés, ou d'agents de réticulation comme le glutaraldéhyde, le triéthylène glycérol, l'éthylène glycérol, etc.), traitements chimiques (acylation, saponification, greffage avec les dérivés silanes, copolymérisation, hydrolyse, oxydation, réduction, etc.) ou traitements biochimiques (hydrolyse enzymatique avec les protéases telles trypsine, pepsine, alcalase, papaine, etc.). Ces modifications visent l'amélioration de la fonctionnalisation des molécules par le clivage de leur structure et donc une meilleure accessibilité des sites réactifs, et la formulation des matériaux. Les produits modifiés obtenus peuvent être directement formulés en adhésifs thermodurcissables ou texturés en matériaux plastiques (Wang *et al.*, 1996 ; Zhang *et al.*, 1998 ; Rigal, 2005 ; Rouilly *et al.*, 2006 a).

Les isolats protéiques peuvent être associés aux liants conventionnels tels que les aminoplastes, les phénoplastes et les isocyanates pour l'élaboration des composites (Lambuth, 1994 ; Kumar *et al.*, 2002).

Les produits phénoliques

Les produits phénoliques présents dans la matière végétale sont classiquement regroupés dans la famille des polyphénols d'une part, et dans celle des lignines d'autre part.

Les polyphénols regroupent les métabolites secondaires à noyau aromatique phénolique. Ils sont très connus pour leur rôle antioxydant, anti-inflammatoire, antitumoral, etc. (Huang et Ferraro, 1992 ; Tringali *et al.*, 2000 ; Mello *et al.*, 2003). Ils peuvent être divisés en trois grands groupes : les acides phénoliques (acides hydroxybenzoïques, acides hydroxycinnamiques), les flavonoïdes (anthocyanidines, flavonols et dérivés flavonoïques) et les tannins (tannins hydrolysables et tannins condensés).

Dans le domaine de matériaux, la lignine et les tannins sont exploités pour leurs propriétés adhésives, ou pour substituer en partie ou totalement le phénol des résines phénoplastes (Olivares *et al.*, 1995 ; Sellers, 2001 ; Cetin et Ozmen, 2003).

Les lignines

Les lignines sont des polymères phénoliques de structure de la paroi végétale. Sur le plan structural (figure 1.14), elles peuvent être classées en trois catégories suivant la nature de leurs unités constituantes (unités p-hydroxyphenyl lignine, unités guaiacyl lignine et unités syringyl lignine) (Neto *et al.*, 1996 ; Nishimura *et al.*, 2002 ; Kuroda *et al.*, 2005 ; Mazumder *et al.*, 2005). Les lignines sont des biopolymères stables vis-à-vis de la chaleur et des agents de modification physique et biologique de la structure cellulaire (Felby *et al.*, 2002).

La présence de groupements carboxyliques latéraux dans les structures des lignines, à l'instar des polyphénols végétaux, prédispose ces derniers aux réactions d'hydrolyse, de chélation oxydative, d'acétylation, d'estérification qui les modifient chimiquement. Ils peuvent être formulés en résines thermodurcissables ou en thermoplastiques par réactions d'additions, de substitution, de condensation et de polycondensations avec les résines phénoplastes, isocyanates et leurs dérivés (Kharazipour *et al.* 1997 ; Felby *et al.*, 2002 ;

Gandini et Belgacem, 2002 ; Gardner *et al.*, 2005). L'auto-adhésion des fibres lignocellulosiques peut être obtenue par activation et fonctionnalisation de la lignine native grâce à la chélation oxydative (Yelle *et al.*, 2004).

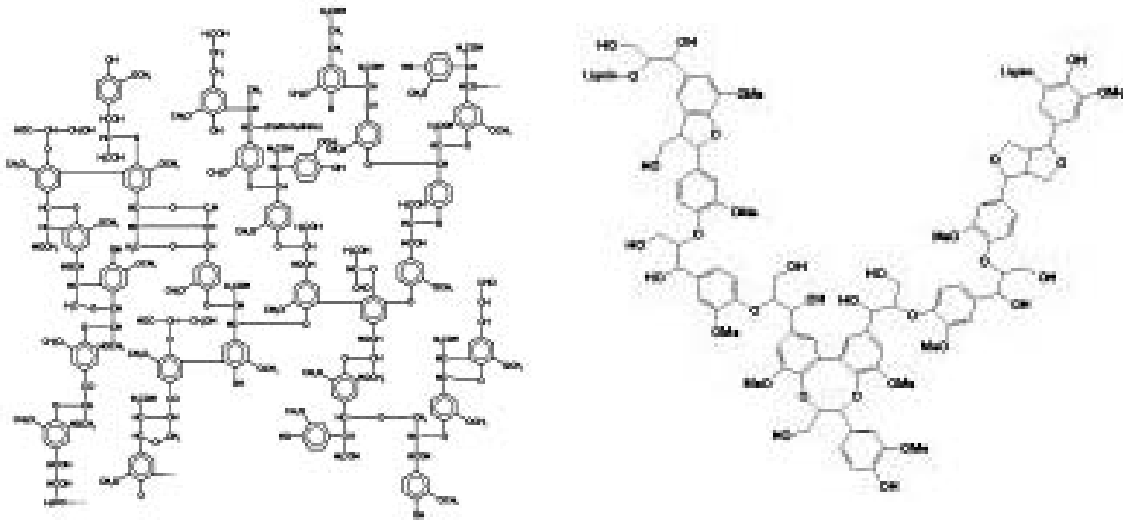


Figure 1.14 : Structures chimiques des lignines (deux exemples, Wikipédia, 2008)

Les Tannins

Les tannins sont des polyphénols qui forment facilement des complexes avec d'autres macromolécules. Ils peuvent être classés en deux catégories : les tannins condensés qui sont des polymères de flavonoïdes (figure 1.15) et les tannins hydrolysables qui sont des polymères d'acide gallique (figure 1.16) ou d'acide ellagique (figure 1.17).

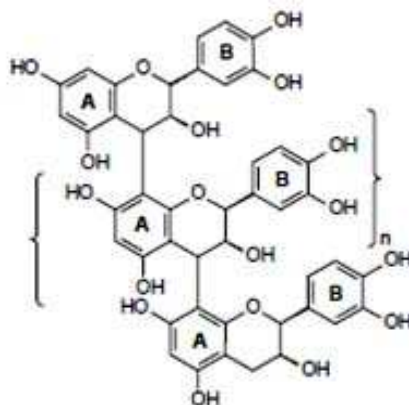


Figure 1.15 : Structure d'un tannin condensé (Li *et al.*, 2004)

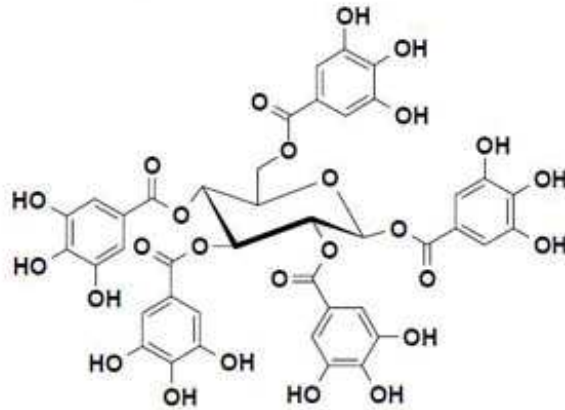


Figure 1.16 : Exemple structure chimique d'un tannin hydrolysable à base d'acide gallique : B-1, 2, 3, 4, 6 -pentagalloyl-O-D-glucose. (Hagerman, 2002)

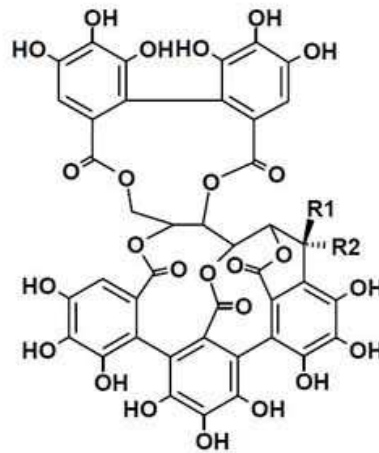


Figure 1.17 : Exemple de Structure chimique de tannin hydrolysable à base d'acide ellagique [castalagine (R1=H, R2=OH) ; vescalagine (R1=OH, R2=H)] (Hagerman, 2002)

Dans le domaine des matériaux, les tannins, notamment les tannins condensés sont principalement utilisés pour substituer jusqu'à 90 % le phénol dans les résines phénoliques (Lu et Shi, 1995 ; Sellers, 2001, Simon et Pizzi, 2002). Ils sont modifiés par acétylation, hydrolyse, condensation, polymérisation, etc. (Sowunmi *et al.*, 1996 ; Bisanda *et al.*, 2003). Ils peuvent être également copolymérisés avec les hydrates de carbone dont la présence altère la résistance à l'eau et les propriétés mécaniques (Simon et Pizzi, 2002), le formaldéhyde, les résines aminoplastiques ou phénoliques, les résines isocyanates (Pizzi, 1994 ; Lu et Shi, 1995 ; Sowunmi *et al.*, 1996) pour servir de matrice thermodurcissable dans les panneaux de particules. Ils peuvent être directement formulés en adhésif par

hydrolyse suivie de polymérisation, etc. (Trosa et Pizzi, 2001 ; Simon et Pizzi, 2002 ; Bisanda *et al.*, 2003).

Les acides gras et les huiles végétales

Les triglycérides constituent le composé principal des huiles végétales. Ils sont des oligomères d'acides gras et du glycérol. La molécule de triglycérides est constituée de trois chaînes d'acides gras estérifiées par les trois fonctions alcools du glycérol (figure 1.18). Ces chaînes d'acides gras possèdent des insaturations et des groupements hydroxyles, sur leurs chaînes alkyles (Kumar *et al.*, 2002 ; Okada, 2002), qui permet leur fonctionnalisation par introduction de sites réactifs grâce auxquels de nouveaux monomères et de résines composites peuvent être synthétisés (Wool *et al.*, 2000 ; Williams et Wool, 2000 ; Okada, 2002).

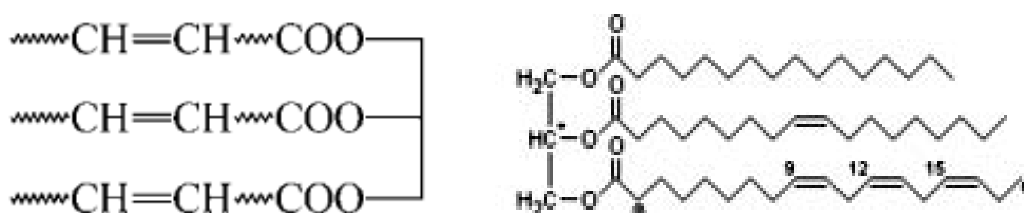


Figure 1.18 : Structure chimique de Triglycéride (Aranguren *et al.*, 2006, Wikipédia, 2008)

Les triglycérides peuvent être directement utilisés comme plastifiant ou réticulant d'adhésifs lors de l'élaboration des matériaux composites (Williams et Wool, 2000 ; Aranguren *et al.*, 2006). Ils peuvent être fonctionnalisés par époxydation, maléation, amidation, hydroxylation, acrylation ou glycérolyse. Les produits intermédiaires qui en sont issus sont formulés par réactions de polymérisation de radicaux libres, de polycondensation ou de polymérisation d'ouverture d'anneau en résines thermodurcissables et en polymères thermoplastiques pour la fabrication des composites (Williams et Wool, 2000 ; Okada, 2002).

Les monoglycérides maléatés contiennent des groupes carboxyliques qui peuvent réagir avec les groupes hydroxyle des fibres naturelles pour améliorer la liaison matrice-fibre végétale dans les composites (Williams et Wool, 2000).

Les résines

Les résines végétales sont des exsudats produits au niveau des blessures ou des agressions saignantes de l'écorce de certaines espèces végétales, notamment les conifères. Ce sont des latex, des caoutchoucs, des dérivés cellulosiques ou des colophanes. Les colophanes sont constituées de 90 à 95 % d'acide résinique, dont le composé principal est l'acide abiétique et son isomère l'acide lévopimarique, plus réactif (figure 1.19), et de 5 à 10 % d'insaponifiables (Blayo, 2002). Les résines naturelles sont principalement utilisées dans les domaines du gommage, de l'emballage et de l'enduction de différents matériaux, des adhésifs, et des vernis. Les résines peuvent être modifiées par réaction d'estérification, de polymérisation, d'addition pour donner des esters de colophanes, des résines maléiques, des résines phénoliques, etc.

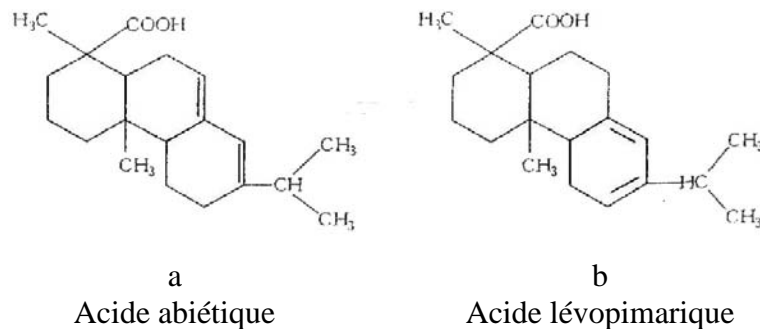


Figure 1.19 : Structure chimique de composant principal des résines naturelles (Blayo, 2002)

1.5.5.2. Les bioadhésifs d'origine animale

Caséines

La caséine est la protéine du lait isolée par précipitation avec l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique ou l'acide lactique. Anciennement utilisées pour la fabrication de plastiques (galalith) ou comme adhésifs structuraux, les formulations à base de caséine sont encore faiblement disponibles pour des liaisons spécifiques. Elles sont, la plupart du temps, modifiées avec de la farine de soja (Sellers, 2001). La caséine présente une meilleure résistance à l'humidité que d'autres colles animales ou végétales. Présentée souvent en poudre ou fins granulés, la caséine est soluble dans l'eau froide à pH alcalin (ajout de soude caustique, borax, urée ou ammoniac, carbonate de chaux) et utilisée pour l'assemblage de

charpentes de bois (lamellées-collées) à l'intérieur des bâtiments. Associée au latex ou à la glycérine, elle a une texture plastique.

Gélatine

La gélatine provient de l'hydrolyse des protéines. L'hydrolyse du collagène qui est la principale protéine des tissus animaux se fait en deux étapes : la perte de la conformation spatiale hélicoïdale sous l'effet de la chaleur par rupture des liaisons intermoléculaires de type Van der Waals impliquées dans la stabilisation des structures en triple hélices, puis la rupture de certaines liaisons peptidiques NH-CO par hydrolyse (Budruga, *et al.*, 2003).

Colles de peau et d'os

Les colles de peau et d'os sont obtenues après transformation des peaux, et des os en gélatine. Elles sont souvent présentées sous forme de poudre, perles, tablettes ou flocons. Elles sont totalement solubles dans l'eau mais insolubles dans de nombreux solvants. Elles sont sensibles à l'humidité et aux attaques bactériennes. Ces caractéristiques limitantes pour leurs utilisations sont améliorées par addition d'agents antibactériens (formaldéhyde) ou d'agents d'insolubilisation à l'eau (sulfates et chromates). Les colles de peau et d'os sont des colles "fortes" traditionnellement utilisées en ébénisterie. Au Togo, elles sont souvent utilisées sous la dénomination de colle forte comme adhésifs dans les peintures à base de chaux vive.

1.6. METHODES D'AMELIORATION DES PROPRIETES MECANQUES DES PANNEAUX

Les procédés d'amélioration des caractéristiques des panneaux de particules regroupent l'ensemble des méthodes mise en œuvre pour améliorer l'adhésion fibre-matrice (English *et al.*, 1997a ; Elgun, 1999 ; Tetlow, 2005 ; Anonyme 1, 2006 ; Anonyme 2, 2006). Il s'agit de traitements de compatibilisation des fibres avec les résines et d'amélioration de la stabilité dimensionnelle et des propriétés mécaniques des panneaux.

1.6.1. Transformation physique et chimique des fibres végétales

Une bonne qualité du composite suppose, comme nous l'avons signalé plus haut, un transfert aisé des contraintes entre le substrat lignocellulosique et la matrice, qui ne peut être obtenu qu'à travers une adhésion fibres-matrice optimale alliant force et flexibilité. La tenue mécanique des panneaux de particules dépend de la compatibilité de leurs différents composants, de la topographie de la surface et de la mouillabilité des fibres vis-à-vis de la résine utilisée, de la chimie de surfaces et des énergies libres de surface des constituants. Les traitements divers auxquels les composants des composites, en particulier les fibres, sont soumis visent l'amélioration de l'adhésion des fibres avec les matrices. Les traitements de surface des fibres végétales sont principalement de type mécanique, mécano-chimique et thermo-chimique.

1.6.1.1. Les traitements mécaniques et thermomécaniques

Les traitements mécaniques des fibres lignocellulosiques consistent principalement en leur fractionnement mécanique ou broyage qui a pour finalité de réduire le bois ou la fibre à des tailles permettant leur mise en œuvre conformément aux usages ciblés. Ce type de traitement n'entraîne pas de modifications de la chimie des fibres qui sont utilisées comme renforts ou charges dans l'élaboration des panneaux de fibres ou de particules (Zarate *et al.*, 2003)

Les traitements spécifiquement mécaniques peuvent être couplés avec un apport de chaleur et d'humidité (injection de vapeur d'eau sous pression ou explosion) pour obtenir un défibrage du bois ou des amas de fibres lignocellulosiques (Vignon *et al.*, 1996 ; English, 1997 c; Garcia-Jaldon *et al.*, 1998) et conférer à ces dernières une stabilité dimensionnelle (Rowell, 1995b ; Youngquist, 1996 ; Garcia-Jaldon *et al.*, 1998). On parle alors de traitement thermomécanique. La cuisson sous pression et température contrôlées sans ajout de réactifs chimiques par extrusion constitue une des méthodes de transformation thermomécanique des fibres lignocellulosique pour l'élaboration des composites (N'Diaye, 1996 ; Vandebossche, 1998 ; Marechal, 2001). Ce type de traitement induit une modification chimique au niveau des fibres par hydrolyse partielle des hémicelluloses et de la cellulose non cristalline et favorise ainsi l'hydrophobicité et la stabilité dimensionnelle des composites qui en sont issus (Youngquist, 1996 ; Xu *et al.*, 2003, Xu *et al.*, 2004).

1.6.1.2. Les traitements mécano-chimiques

Les traitements mécano-chimiques sont des méthodes de transformation qui visent une déstructuration partielle ou totale (Rigal *et al.*, 1998 ; Rouilly *et al.*, 2006 b) des matières lignocellulosiques dont les produits peuvent être texturées ou mis en forme dans diverses applications. Ce type de traitement associe un traitement mécanique ou thermomécanique des fibres à leur attaque avec des réactifs chimiques notamment des alcalis (Markessini *et al.*, 1997 ; Cappelletto *et al.*, 2000 ; Khristova *et al.*, 2002).

1.6.1.3. Les traitements chimiques

Les traitements chimiques des fibres lignocellulosiques visent la modification de la topographie (Zafeiropoulos *et al.*, 2002) ou de la chimie (Vaca-Garcia *et al.*, 1998 ; Valadez-Gonzalez *et al.*, 1999 ; Zafeiropoulos *et al.*, 2002 ; Drzal, 2003) de la surface des fibres.

Parmi la multitude de méthodes de modification chimique de la surface des fibres lignocellulosiques (acétylation, alkylation, oxydation, réduction, saponification, mercerisation, enduction de latex, irradiation gamma, traitements au silane, isocyanates, peroxyde, etc.), l'acétylation est le procédé le plus employé (Gassan et Bledzki, 1997 ; Vaca-Garcia et Borredon, 1999 ; Hassan *et al.*, 2000 ; Papadopoulos *et al.* 2003 ; Zhang *et al.*, 2003).

1.6.1.4. Les traitements biochimiques

Les traitements biochimiques de la surface des fibres lignocellulosiques consistent en leur transformation par des enzymes (Ouajai et Shanks., 2005) ou par des micro-organismes et leurs enzymes en conditions contrôlées (Keller *et al.*, 2001 ; Gulati et Sain, 2006). Les traitements enzymatiques des fibres lignocellulosiques favorisent l'activation et la réticulation de la lignine, la liaison entre les fibres (Felby *et al.*, 1997 ; Kharazipour *et al.*, 1997 ; Felby *et al.*, 2002) et la modification de la porosité des fibres (Chand *et al.*, 1989, Gulati et Sain, 2006).

1.6.2. Protection des panneaux de particules contre les agressions environnementales

Les traitements des panneaux déjà élaborés ont pour finalité d'améliorer à la fois leur présentation et leur résistance contre les agressions des facteurs biotiques et abiotiques de l'environnement et leurs propriétés physiques.

Les traitements ci-après destinés à conférer aux panneaux une meilleure stabilité dimensionnelle et donc une bonne résistance à l'humidité et par conséquent leur durabilité (English *et al.*, 1997a).

Traitement thermique à 180 °C et 260 °C sous atmosphère sèche pauvre en oxygène :

- gâchage par enduction des panneaux avec des huiles (huile de lin notamment), suivie d'un chauffage. Ces traitements améliorent la résistance de la surface des panneaux, la résistance à l'abrasion et la résistance des panneaux à l'eau ;
- humidification continue ou progressive des panneaux jusqu'à ce que ces derniers atteignent l'humidité d'équilibre avec l'humidité relative

Les traitements d'enduction des surfaces des panneaux par des laques, peintures ou vernis imperméables et de recouvrement des surfaces avec des matériaux protecteurs durs ou plastiques permettent également l'amélioration de la présentation et la protection de ces panneaux contre les autres facteurs environnementaux (English *et al.*, 1997a).

Les panneaux sont également post-traités contre les incendies par enduction de produits chimiques ignifugeants tels que les solutions de sels inorganiques thermiquement stables comme le trihydrate d'aluminium ou l'ester de borate pour protéger les panneaux contre les émissions de gaz combustibles (English *et al.*, 1997a).

CONCLUSION

Le bilan bibliographique auquel nous venons de procéder relativement à l'élaboration des composites à renfort de fibres naturelles lignocellulosiques montre que les liants organiques issus de la pétrochimie sont de loin les plus utilisés et qu'ils ont encore de beaux jours

devant eux eu égard à leurs performances techniques éprouvées, à leur disponibilité industrielle ainsi qu'à la facilité de leur développement à partir de molécules abondantes issues de l'industrie pétrolière.

Mais la fin du siècle écoulé a été indiscutablement marquée par une prise de conscience accrue de la nécessité de protéger par tous les moyens accessibles la santé humaine et l'environnement contre les agressions de toutes sortes, de gérer durablement les ressources naturelles afin de satisfaire aux besoins des générations actuelles tout en préservant au mieux les ressources et les écosystèmes pour les générations futures dans une approche de développement humain durable. Dès lors, des exigences nouvelles apparaissent chez le consommateur en même temps que se dévoilent des horizons nouveaux pour le chercheur et que des défis de plus en plus contraignants s'imposent à l'industriel qui doit rester compétitif dans un environnement où la concurrence est de plus en plus rude.

Des matériaux écologiques, issus de procédés et technologies de production devant satisfaire à des exigences de « propreté » de plus en plus strictes, investissent progressivement les différents compartiments de notre confort quotidien et le domaine des matériaux composites auxquels nous sommes si familiers n'échappe pas à la règle de la conformité au concept de durabilité environnementale.

Ainsi la ressource bois, qui est la matière première de choix pour l'industrie des panneaux de fibres et de particules, se raréfie de plus en plus et se doit donc d'être préservée. Il s'agit d'un impératif de protection de l'environnement qui ouvre ainsi la voie à la valorisation de matières premières alternatives telles les ressources lignocellulosiques issues de plantes annuelles cultivées ou spontanées dont un exemple des plus significatifs est le kéfap. C'est ce dernier que nous avons choisi pour la suite de ce travail en tant que source de particules pour l'élaboration des panneaux de particules.

Outre la diversification des sources de renforts pour les panneaux de particules, les innovations portent également sur le développement de liants moins toxiques pour se substituer totalement ou au moins partiellement aux liants conventionnels à base de formaldéhyde. Ce dernier est aujourd'hui mis à l'index à cause de ses effets néfastes sur la santé humaine et ses émissions à partir des composites sont sévèrement réglementées. Parmi les liants alternatifs, ceux issus de la biomasse végétale figurent en assez bonne place à

travers les polysaccharides et les huiles végétales fixes modifiés, les isolats protéiques, les tannins, les pectines, les cires, etc.

Il devient dès lors tout à fait possible d'envisager l'élaboration d'un panneau de particules écologique, facilement recyclable en fin de vie, entièrement végétal ou de type mixte animal/végétal. C'est cette approche que nous avons choisie d'explorer dans ce travail en faisant l'hypothèse que :

on peut obtenir des panneaux de particules de résistance mécanique suffisante pour permettre de les utiliser comme matériaux de construction à diverses fins en liant des particules de tige de kénaf avec des biomolécules adhésives d'origine végétale (polyphénols et mucilages) ou animale (collagène modifié d'os animal).

1.7. CONCLUSION ET PRESENTATION DES CHOIX POUR LES TRAVAUX DE LA THESE

Les panneaux de particules lignocellulosiques sont des composites en plaque dont l'utilité dans la vie de tous les jours n'est plus à démontrer. Représentant plus de 50 % de l'ensemble des 200 millions de m³ de panneaux consommés dans le monde à l'horizon 2010, ils sont produits essentiellement à partir de bois et de résine urée-formaldéhyde, selon un procédé par voie sèche qui peut être schématisé comme suit :

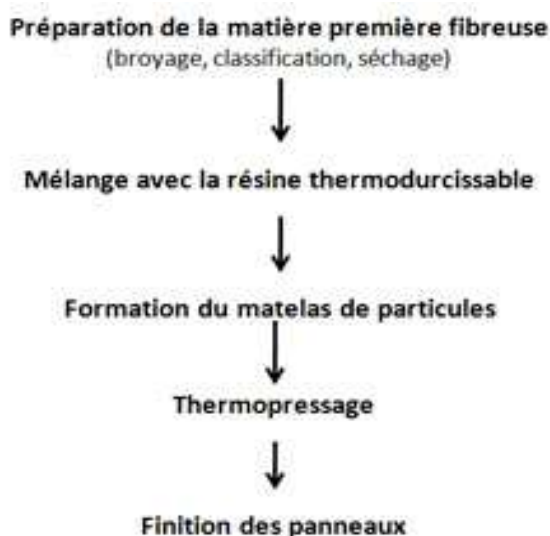


Figure 1.20 : Schéma général de procédé de fabrication de panneaux de particules

Un tel procédé ne requiert ni ressources en eau, ni traitement d'effluents aqueux, et utilise des équipements largement éprouvés sur de nombreux sites de production dans le monde, dont le dimensionnement peut être facilement modulé. Il pourrait donc être adapté à une mise en œuvre pour la transformation des ressources locales de pays peu nantis en technologies de premières transformations, mais importateurs de ce type de matériau pour une transformation secondaire, comme c'est le cas du Togo. Outre l'économie directe des coûts de transport liés à l'importation de panneaux, les émissions de CO₂ correspondantes pourraient aussi être évitées.

Utilisés comme matériau de structure ou comme matériau de parement et décoration, les panneaux de particules doivent cependant être adaptées aux conditions de leur mise en œuvre (résistance mécanique, résistance à l'eau, aux micro-organismes, au feu, etc.) et aux contraintes de leur usage, en particulier celles relevant de la protection de l'environnement et de la santé (recyclage, émission de COV ...). Ces adaptations nécessaires ont été à l'origine de nombreux travaux de recherche :

- a. La diversification des matières premières (pailles, tiges de plantes annuelles, enveloppes de graines et de fruits, bagasses ...) et l'étude de l'impact des caractéristiques de ces sources de particules lignocellulosiques sur les propriétés des panneaux. Dans la perspective d'un nouveau procédé de production de panneaux adapté aux ressources du Togo, nous avons choisi le kénaf (*Hibiscus cannabinus* L.) comme substrat modèle pour l'obtention des particules lignocellulosiques. Nous présenterons les caractéristiques de cette plante dans le paragraphe suivant.
- b. La diminution des émissions de formaldéhyde et surtout la substitution des résines UF, à l'origine de ces émissions, par des colles d'origine végétale ou animale. Notre choix, pour cette étude, s'est porté d'une part sur une colle d'os disponible commercialement, et d'autre part sur des extraits de plantes africaines ou d'organes de ces plantes, contenant des mucilages ou des tannins susceptibles de jouer le rôle de liant pour les particules lignocellulosiques. Nous décrirons, dans les paragraphes suivants, les six plantes sélectionnées.

1.7.1. *Hibiscus cannabinus* L. (Kéna), une source de particules lignocellulosiques

Hibiscus cannabinus L. est encore appelé *Hibiscus sabdariffa* L. subsp. *cannabinus* (L.) G. Panigrahi & Murti et communément dénommé kéna. Il est également connu sous une multitude de noms vernaculaires : deccan hemp, Guinea hemp, Java jute, chanvre de Bombay, teal, dah, gambo (Berhaut, 1979 ; Stricker *et al.*, 1993) et kalouka au Togo. Le kéna est de la famille des *Malvaceae*, du genre *Hibiscus*, de l'espèce *Hibiscus cannabinus* (photo 1.1) (Berhaut, 1979 ; Stricker *et al.*, 1993), qui comporte plusieurs variétés et cultivars. C'est une plante pantropicale originaire du Soudan où elle a été domestiquée il y a 6000 ans comme plante à fibres, et introduite dans toutes les régions tropicales ou subtropicales, et un peu en Europe du sud-est (Webber et Bledsoe, 2002 ; Webber *et al.*, 2002). C'est une plante herbacée annuelle dont la tige érigée, fine, cylindrique, et souvent épineuse chez les formes sauvages, a un diamètre de 1 à 2 cm et une taille de 1,5 à 3,5 m. Les feuilles, alternes et simples, ont 10 à 15 cm de long, et une forme variable suivant leur position sur la tige : profondément lobées avec 3 à 7 lobes dans la partie inférieure, et peu profondément lobées ou pas lobées mais lancéolés dans la partie supérieure. C'est une plante à enracinement pivotant dont les fleurs blanches, jaunes, ou pourpres suivant la variété sont axillaires (photo 1.2), solitaires ou parfois groupées près de l'apex de la plante, bisexuées, d'un diamètre de 7,5 à 10 cm. Le fruit est une capsule pubescente à bec court, ovoïde, de 2 cm de diamètre, contenant plusieurs graines réniformes à triangulaires. Suivant la variété, le cycle de développement du kéna dure 4 à 5 mois. Les rendements moyens en tiges sèches du kéna sont de 10 à 16 tonnes par hectare (Horn *et al.*, 1992 ; Stricker *et al.* 1993 ; Nabédé, 2000, Nabédé 2002).

Le kéna pousse naturellement dans les savanes herbeuses. Il est cultivé depuis le niveau de la mer jusqu'à une altitude de 2500 m, mais il ne supporte pas le froid. Il demande une pluviométrie modérée (500 à 625 mm d'eau réparties sur une période de 4-5 mois), des sols sablo-limoneux à pH neutre, bien drainés, riches en humus. Il est très sensible au manque d'eau, à la température, à la photopériode et aux nématodes.

Les travaux sur *H. cannabinus* réalisés par l'équipe de l'Unité de Recherche sur les Agroressources et la Santé Environnementale (URASE) de l'Ecole Supérieure d'Agronomie à l'Université de Lomé sous la direction du Professeur Komla Sanda ont permis d'identifier

deux variétés de kénaf, dont l'une précoce (90 jours) avec une hauteur moyenne de 2,1 m, et l'autre tardive (150 jours) haute de 2,70 m. Les rendements moyens de matière sèche de tige ont été de 12,4 et 17,57 tonnes.ha⁻¹ respectivement pour ces deux variétés. Le diamètre des tiges chez les deux variétés est compris entre 11 et 23 mm, inversement à la densité des plants sur le terrain. Les deux variétés ont montré une sensibilité élevée aux nématodes et aux champignons.

La production mondiale de fibre de kénaf était estimée à 400 000 t/an en moyenne sur la période 1997–2001. En Afrique, la production de fibre de kénaf est très limitée et presque complètement consacrée à la production de cordages. Toutefois, une production industrielle est signalée au Nigeria et au Soudan (Bukonya-Ziraba, 2004).



Photo 1.1 : Jeunes plants d'*Hibiscus cannabinus*



Photo 1.2 : Fleurs d'*Hibiscus cannabinus*

Tous les organes du kénaf peuvent être valorisés à travers des usages très variés, comme source de légumes, d'huile, de tannins, de combustibles, de colorants, de fourrage et fumures, d'éthnomédicaments, etc. (Stricker *et al.*, 1993 ; Bezpaly, 1994 ; Agbor *et al.*, 2003 ; Nabédé, 2000 ; Bukonya-Ziraba, 2004).

Dans le domaine des matériaux, le kénaf a été étudié ou exploité comme source de matière première pour la production de ficelles et cordage, de textiles bruts pour les sacs et toiles

d'emballage, de litières, d'intissés industriels, de pâte à papier, de panneaux de particules ou de fibres, voire de matières plastiques composites (Rowell, 1995 ; Webber *et al.*, 2002 ; Bukenya-Ziraba, 2004).

La tige de kénaf est constituée à 35 % de fibres longues ou filasses, principal constituant de l'écorce et à 65 % de fibres courtes issues du bois ou «noyau». Cette présence de fibres longues, ou techniques, est à l'origine de l'exploitation traditionnelle du kénaf pour la production de ficelles et cordages, mais aussi de l'intérêt de cette plante pour la production papetière... Les essais de transformation de la tige de kénaf en pâte à papier ont conduit à des longueurs de rupture variant de 1,7 à 2,1 km, des indices d'éclatement de 1,1 à 1,53 kPa m² g⁻¹ et des indices de déchirement de 636 à 2 365 mN.m² g⁻¹, selon la fraction (écorce ou bois) traitée (Nabede, 2002).

Nous reviendrons sur cette caractéristique de composition morphologique de la tige de kénaf dans le chapitre suivant consacré à la caractérisation de nos matières premières. Comme dans le cas du chanvre ou du lin, la présence de fibres longues ouvre de nouvelles perspectives de valorisation de la plante entière de kénaf, dès lors que la fraction fibre longue pourra être séparée de la tige.

1.7.2. Les plantes source de liants pour les panneaux de particules

1.7.2.1. *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. (Néré), source de liant

Parkia biglobosa est une *Mimosaceae* du genre *Parkia* et de l'espèce *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. Cette espèce, localement dénommée Néré, Naréhi, caroubier, Zia, etc., (Berhaut, 1975 ; Mapongmetsem *et al.*, 2004), est un arbre (photo 1.3) qui peut atteindre 10 à 15 m de haut avec des feuilles bipennées. L'inflorescence est un capitule rouge (photo 1.4) de 4 à 10 cm de diamètre. Le fruit est une gousse longue, brun foncé à maturité. Les graines noires brunes sont abondantes et enveloppées dans une pulpe farineuse jaune (Berhaut, 1975) comestible.

Le néré est une espèce des savanes soudaniennes et soudano-guinéennes. Il est répandu dans les champs et jachères. Il supporte une large variation climatique : pluviométrie comprise entre 500 mm et 2200 mm , altitudes allant de 50 m à 1350 m, température moyenne de

27°C [(von Maydell 1983, Hopkins & White 1984, Hall et al., 1997) in Sina, 2006]. Quoique préférant les sols limoneux profonds, *P. biglobosa* se rencontre également sur des sols latéritiques peu profonds, des sols latéritiques épais, des buttes caillouteuses et des collines rocailleuses. En cas de culture, la propagation du néré se fait par graines dont la germination a lieu 15 jours après le semis.



Photo 1.3 : Plant de *Parkia biglobosa*



Photo 1.4 : Inflorescence de *Parkia biglobosa* : (J. Tiquet)

Le néré est l'une des plantes spontanées de l'Afrique sub-saharienne les plus protégées par les populations locales à cause de ses nombreux usages (alimentation humaine et animale, fertilisation et restaurations des sols, protection des cultures, santé humaine et animale, ressources énergétiques, habitat, tannerie, ichtyotoxique, etc. (Berhaut, 1975 ; Tchiégang-Megueni *et al.*, 2001 ; Mapongmetsem *et al.*, 2004). Le bois entre dans la fabrication de la pâte à papier. Les graines fermentées servent à la production d'un condiment commercialisé sur tous les marchés locaux et régionaux et connus sous des noms divers : *Iru* au Nigeria, *Dawa Dawa* au Cameroun, *Sumboula* au Mali, *Tsodi*, et *Tsodou* au Togo (Berhaut, 1975 ; Ndir *et al.*, 2000). Les cosses sont utilisées pour lustrer les étoffes colorées (Berhaut, 1975) et pour tanner les peaux, et au Togo, pour traiter les sols et les murs des maisons de torchis contre l'humidité. L'écorce de la tige est utilisée pour la préparation de plusieurs médicaments traditionnels (Sene *et al.*, 1999), et comme ichtyotoxique (Fafioye *et al.*, 2004).

Les propriétés tannifères et antibiotiques et surtout l'utilisation des cosse de fruits de néré dans le bâtiment traditionnel nous ont conduit à sélectionner cet organe comme source de liant pour les panneaux de particules.

1.7.2.2. *Pithecellobium dulce* (Roxb.) Benth. (Tamarinier d'Inde)

Pithecellobium dulce Benth. est originaire d'Amérique tropicale et subtropicale (Duke, 1983 ; Le Houérou, 2000), de la famille des Fabaceae, du genre *Pithecellobium* et de l'espèce *Pithecellobium dulce*. Il a plusieurs synonymes : *Acacia obliquifolia* M. Martens & Galeotti, *Albizia dulcis* (Roxb.) Kuntze, *Mimosa dulcis* Roxb., *Inga dulcis* (Roxb.) Willd., etc. (Anonyme, 2003 ; Berhaut, 1975 ; Le Houérou, 2000). Il est communément appelé Tamarin de l'Inde, Pois sucré, etc. Au Togo, il est connu sous le nom de faux campêcher. C'est un arbuste (photo 1.5) très répandu dans toutes les régions tropicales. Il peut atteindre 10 – 12 m de hauteur, avec une couronne large et se développe avec des branches irrégulières. Les feuilles sont bipennées portant à leur base des paires d'épines minces de 2 à 15 mm de longueur. L'inflorescence est formée de petites fleurs blanches en capitules. Le fruit (photo 1.6) est une gousse de 10 à 15 cm de long et enroulée en spirale, déhiscente à maturité et contient 5 à 10 graines noires luisantes recouvertes d'arilles blanchâtres. L'écorce grise et la cosse enroulée-serrée sont caractéristiques de cette espèce. Le système racinaire est puissant et relativement large (Berhaut, 1975 ; Duke, 1983 ; Le Houérou, 2000).

P. dulce est une espèce peu exigeante pour les conditions climatiques et pédologiques. Elle se développe bien à basse et à moyenne altitudes (900 à 1800 m), dans les zones sèches comme dans les zones humides (pluviométrie de 250 à 1650 mm). Cette une plante qui résiste bien à la sécheresse et s'accommode de sols pauvres et caillouteux, de terres en friche et même avec des racines dans de l'eau saumâtre.

Le faux campêcher offre un large éventail d'utilisations traditionnelles (alimentation humaine et animale, extraction d'huile pour savonnerie, plante mellifère, bâtonnets d'allumette, tambour, poteaux et charpentes légères, tannins, teinture, ichtyotoxique, pharmacopée, etc. (Berhaut, 1975 ; Duke, 1983 ; Le Houérou, 2000 ; Anonyme, 2003). Au Togo, *P. dulce* sert principalement pour faire des haies vives.



Photo 1.5 : Plant de *Pithecellobium dulce*



Photo 1.6 : Fruits de *Pithecellobium dulce*

1.7.2.3. *Sorghum caudatum* (Hack.) Stapf (Sorgho rouge)

Sorghum caudatum (Hack.) Stapf est une graminée annuelle originaire d'Afrique tropicale. Elle est de la famille des *Poaceae*, du genre *Sorghum* et de l'espèce *Sorghum caudatum* subsp *caudatum*. Elle serait l'une des nombreuses variétés de *Sorghum bicolor* qui a une multitude de synonymes (*S. cafferorum*, *S. dochna*, *S. bicolor* (L.) Moench subsp *americanum caudatum*, etc.). Elle est communément appelée sorgho rouge, sorgho des teinturiers, Dielicanion (Kouda-Bonafos *et al.*, 1994 ; Pale E. *et al.*, 1997 ; Bellemare, 1998) et adako au Togo. C'est une plante dressée de 1,5 à 3 m de hauteur en moyenne (photo 1.7). Les feuilles sont rubanées et engainantes. L'inflorescence est en panicules contractée avec des branches alternes. Les grains sont isolés, de petite taille, de 3 à 4 mm de diamètre. Suivant les cultivars, la coloration des fruits varie du jaune pâle au brun foncé en passant par le brun rougeâtre (Rampho, 2005 ; Anonyme 2).

Cette graminée largement distribuée dans le monde est adaptée à un large éventail de conditions écologiques. C'est une plante des régions chaudes et sèches qui survit aussi bien dans des habitats frais qu'en zone inondée (Kouda-Bonafos *et al.*, 1994 ; Bellemare, 1998 ; Rampho, 2005 ; Anonyme 2). Cette espèce se développe surtout sur des sols profonds, de texture moyenne à lourde avec un pH de 4,5 à 8,2, et exige une pluviométrie annuelle

supérieure à 1000 mm. Elle se rencontre régulièrement le long des cours d'eau et supporte une sécheresse de courte durée.



Photo 1.7 : Jeune plant de *Sorghum caudatum*



Photo 1.8 : Gaines foliaires de *Sorghum caudatum*

En Afrique de l'ouest, *S. caudatum* pousse souvent à l'état sauvage. Elle est parfois cultivée en bordure de champs où elle sert de brise vents. Traditionnellement, la gaine foliaire (photo 1.8) de *S. caudatum* est exploitée comme colorant en alimentation humaine, en teinture des cuirs et comme plante médicinale par les populations africaines (Pale E. *et al.*, 1997 ; Bellemare, 1998 ; Dykes et Rooney, 2006). L'usage de *S. caudatum* est également signalé dans les activités de tannages des peaux). Le colorant de la gaine de *S. caudatum* est identifié comme un mélange anthocyanique particulièrement riche en apigénidine, un colorant utilisé dans l'industrie alimentaire (Kouda-Bonafos *et al.*, 1994 ; Pale E. *et al.*, 1997 ; Bellemare, 1998). Au Togo, cette plante est cultivée pour sa gaine foliaire qui est commercialisée.

1.7.2.4. *Bombax costatum* Pellegr. & Vuillet (Boumbou ou faux kapokier)

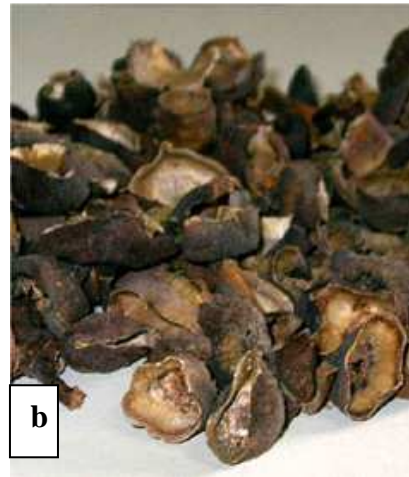
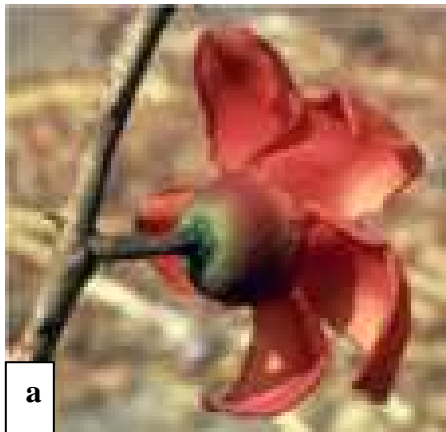
Communément appelé boumbou, kapokier rouge, kapokier à fleurs rouges, faux kapokier (Berhaut, 1974), *Bombax costatum* Pellegr. & Vuillet est un grand arbre à grandes fleurs orangées ou rouges des savanes tropicales. Cette espèce d'origine africaine est de la famille des *Bombacaceae*, du genre *Bombax* et de l'espèce *Bombax costatum* (Berhaut, 1974 ; Burkill, 1985, Anonyme 3). *B. costatum* a plusieurs synonymes : *B. andrieui* Pellegr. et

Vuillet, *B. vuietii* Pellegr., etc. (Burkill, 1985 ; Anonyme 3). Elle est connue sous divers noms vernaculaires: boumbou, diohé, loukoun, etc. (Berhaut, 1974 ; Burkill, 1985) et au Togo : fula, afobil, tode, mulodu, etc. *Bombax costatum* est un arbre (photo 1.9) à feuilles caduques pouvant aller de 10 à 25 m de haut avec un houppier de plus de 6 m. Le tronc et les jeunes branches sont hérissés d'épines coniques. L'écorce brune, régulièrement desquamée, épaisse et grise, est semblable au liège. Les feuilles sont digitées avec 5 à 7 lobes de 8 à 15 cm avec de longs pétioles. Les fleurs (photo 1.10 a) solitaires de 5 à 6 cm, rouge foncées, oranges ou jaunes sont dotées de pédoncules glabres avec des calices cupulaires. Le fruit est une capsule brune, ellipsoïdale composée de 5 valvules déhiscentes de 8 à 16 cm de long et de 3 à 6 cm de large. Le fruit contient une bourre blanche soyeuse (kapok) et plusieurs petites graines. Suivant la forme du fruit, on peut distinguer parfois différentes variétés (Berhaut, 1974 ; Burkill, 1985 ; Anonyme 3).

Bombax costatum est un arbre résistant aux feux de brousse et à la sécheresse. Cette espèce est adaptée aux sols ferrugineux tropicaux et pierreux plus ou moins latéritiques. La propagation de la plante se fait le plus souvent par semis direct ou par régénération naturelle (anonyme 3).



Photo 1.9 : Plant en fleurs de *Bombax costatum*



Photos 1.10 : *Bombax costatum* : fleur (a : J. Tiquet) et calice (b)

Bombax costatum est une plante peu cultivée mais protégée par les populations locales pour les nombreux usages de ces organes (aliment, boisson, huile, médicaments, espèce mellifère, fourrage, matelas, matériau de construction de pirogues et de fabrication d'ustensiles de cuisine et de tiges d'allumettes, etc.) (Berhaut, 1974 ; Anonyme 3).

Le caractère remarquablement gonflant, lourd et gluant des préparations à base de calice de *B. costatum* (photo 1.10 b) qui laisse augurer de la richesse de ces organes en mucilage a déterminé notre choix des sépales des fleurs de *B. costatum* comme sources de polysaccharides pouvant, à l'instar de l'amidon, servir éventuellement d'adhésif dans l'élaboration des panneaux de particules.

1.7.2.5. *Grewia venusta* Fresen

Grewia venusta Fresen est de la famille des *Tiliaceae*, du genre *Grewia* et de l'espèce *G. venusta*. Elle est connue sous les synonymes de *G. mollis* A. Juss.var. *petitiana* (A.Rich.) Burret, *G. flavescens* C. Juss., etc. et les noms vernaculaires Nano, Nogo, Kéli, Gogoraeh, Donkeyberry, Lagangi, Mukoma, etc. (Hines et Eckman, 1993). *Grewia venusta* est une espèce arbustive originaire des zones de savanes tropicales de l'Afrique. Elle se retrouve également dans la zone tempérée d'Asie et sur la Péninsule Arabique (Burkill, 1985 ; Hines et Eckman, 1993).

Cet arbuste peut atteindre 3 à 10 m de haut avec de grandes branches (photo 1.11) souvent de forme carrée, des fleurs (photo 1.12) jaunes de forme étoilée, des fruits moyens (10 mm de diamètre) de couleur orange-bruns avec habituellement 2 graines (Hines et Eckman, 1993).

Les organes de cette plante servent de légume, de sel végétal, corde, breuvage, fourrage, médicaments, etc. (Burkill, 1985 ; Hines et Eckman, 1993).



Photo 1.11 : Tige en fleurs de *Grewia venusta*



Photo 1.12 : Tige avec fruits de *Grewia venusta*

L'aspect visqueux et épaississant que confèrent les feuilles et l'écorce aux préparations aussi bien culinaires qu'ethnomédicales nous a amené à choisir les écorces de cette plante comme source potentielle de pectines pouvant servir d'adhésif éventuel pour l'élaboration de panneaux de particules.

La première étape de notre travail est maintenant de caractériser l'ensemble de ces plantes susceptibles de fournir les particules lignocellulosiques et les extraits liants pour l'élaboration des panneaux».

PROBLEMATIQUE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

Face aux besoins de plus en plus importants en matériaux performants et à la nécessité d'utilisation rationnelle et durable des ressources naturelles disponibles, l'industrie des matériaux composites notamment celle des panneaux de fibres et des panneaux de particules s'est particulièrement développée en utilisant comme matrice des résines thermodurcissables à base de formaldéhyde tels l'urée formaldéhyde, le phénol formaldéhyde, la mélamine urée formaldéhyde, etc. Malheureusement, ces matériaux génèrent dans leur mise en œuvre et tout au long de leur vie du formaldéhyde qui est un produit volatil toxique.

L'impérieuse nécessité de protection de la santé environnementale à travers la prévention de la toxicité avérée des émissions de formaldéhyde des liants conventionnels des panneaux de particules nous amène à diriger notre investigation vers le développement de nouveaux liants à faible rejet de formaldéhyde ou sans émission de formaldéhyde à travers la mise en œuvre de ressources naturelles d'origine animale ou végétale.

Le but de ces études est d'évaluer la capacité d'une colle d'os abondante sur le marché togolais des matériaux de construction et des organes tannifères et mucilagineux de certaines plantes de la flore tropicale africaine à lier des particules de kéraf, une plante à fibres annuelle, en vue de produire des panneaux de particules écologiques ayant de bonnes caractéristiques mécaniques et ce à travers la mise en œuvre de procédés simples adaptés au niveau technologique des pays en voie de développement.

L'hypothèse du travail est qu'il est possible d'obtenir des panneaux de particules de résistance mécanique suffisante en liant des particules de tige de kéraf avec une colle d'os commerciale ou avec des extraits d'organes de plantes tannifères ou mucilagineuses.

Pour répondre à l'hypothèse, les objectifs scientifiques ci-après ont été définis :

- Connaître les caractéristiques physico-chimiques des fibres de kéraf et des différents bioadhésifs testés ;
- Evaluer le potentiel liant des différents bioadhésifs testés dans l'élaboration des panneaux de particules de tige de kéraf.

CHAPITRE 2

CARACTERISATION DES MATIERES
PREMIERES POUR L'ELABORATION
DES PANNEAUX DE PARTICULES

INTRODUCTION

La mise en œuvre de matériaux végétaux non conventionnels pour l'élaboration des panneaux de particules suppose une bonne connaissance des propriétés physiques et chimiques de ces matériaux. Dans ce chapitre, après avoir présenté l'ensemble des matériels et méthodes mis en œuvre pour la caractérisation des matières premières, nous présenterons les résultats des analyses de la tige de kénaf d'une part, et de l'autre des liants (colle d'os et extrait des organes de plantes sélectionnées).

2.1. LES MATIERES PREMIERES

2.1.1. La matière première lignocellulosique

La matière première lignocellulosique utilisée pour l'élaboration des panneaux de particules est la tige d'*Hibiscus cannabinus* (kénaf). Le kénaf provient d'une culture expérimentale installée d'avril à août 2004 à la "Station d'Expérimentation Agronomique" (SEA) de l'Ecole Supérieure d'Agronomie, Université de Lomé. Les semences ont été récoltées en décembre 2003 dans de petites plantations familiales au Nord Togo. Les tiges de kénaf récoltées sèches sont écorcées manuellement afin de séparer la fraction fibre longue contenue dans l'écorce de la tige, de la partie «bois», qui contient les fibres courtes.

2.1.2. La colle d'Os

La colle d'os est une colle d'origine animale disponible commercialement au Togo, fournie par la société MONICO SARL (société de distribution de matériaux de construction, Lomé) sous forme de granulés hydrosolubles. Traditionnellement utilisée en mélange à la chaux vive pour la fabrication d'enduits de mur, son utilisation comme résine liante pour le thermopressage de panneaux de particules n'est pas signalée par la littérature.

2.1.3. Les matières premières pour l'obtention de liants riches en tannins

Les organes des trois espèces végétales sélectionnées comme source d'extraits riches en tannins, pour la préparation des liants dans les panneaux de particules, sont :

- les cosses de gousses de *Parkia biglobosa* (Néré). Elles proviennent de plusieurs unités de production traditionnelles de moutarde du Nord Togo (9,2° à 10° latitude nord et 1° à 1,5° longitude est) en août 2004 ;
- les écorces de *Pithecellobium dulce* (Tamarinier d'Inde). Elles ont été prélevées entre juin et août 2004 sur les tiges provenant de coupes d'entretien de haies vives installées sur le pourtour et à l'intérieur de la "Station d'Expérimentation Agronomique de Lomé" (SEAL) de l'Ecole Supérieure d'Agronomie, Université de Lomé (6,1° latitude nord et 1,21° longitude est) ;
- les gaines filiaires de *Sorghum caudatum* (Sorgho rouge). Connues sous le nom de Adako au Togo, elles proviennent d'une zone de production de cette plante : Sévagan (6,30° latitude nord et 1,45° longitude est) où cette espèce végétale est cultivée pour un marché de colorant alimentaire. Elles ont été achetées en avril 2004 sur des marchés locaux de cette zone.

2.1.4. Les matières premières pour l'obtention de liants riches en mucilages

Les organes des deux espèces végétales sélectionnées comme source d'extraits mucilagineux, pour la préparation de liants dans les panneaux de particules, sont les calices de fleur de *Bombax costatum* et les écorces de tige de *Grevia venusta*. Les deux espèces, quoique utiles pour l'utilisation de leurs organes floraux pour l'alimentation humaine chez certaines populations du Sud Togo, restent toujours exploitées à l'état sauvage.

Les calices de fleurs de *B. costatum* (Boumbou ou faux kapokier), plus connus des populations du Nord Togo sous le nom de Fula ou folo, ont été achetés sur un marché local à Lomé en mars 2004.

Les écorces de branches de *G. venusta* ont été prélevées en avril 2004 sur de jeunes plantes sauvages dans la zone de savane située entre 6,42° et 8,4° latitude nord et 0,5° et 1,60° longitude est.

Les spécimens de ces matériaux végétaux ont été identifiés et déposés à l'herbarium du Département de Botanique de la Faculté des Sciences à l'Université de Lomé, au Togo.

2.2. METHODES D'ANALYSE

2.2.1. Composition chimique des matières végétales

Les échantillons de la matière végétale solide sont broyés au broyeur à couteaux Ika Werke MF 10 basic ou Retsch SM 100 équipé, selon la taille de particule préconisée pour les analyses, d'une grille dont les trous ont un diamètre de 0,5 mm, 1 mm, 2 mm ou 5 mm.

2.2.1.1. Teneur en eau et en matières volatiles

La teneur en eau et en matières volatiles est déterminée selon la norme française NF V 03-903. Elle correspond à la perte de masse subie par l'échantillon après séchage dans une étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à poids constant. Notée H, la teneur en eau et en matières volatiles est exprimée en pourcentage en masse et est égale à :

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 est la tare du creuset (en g).

m_1 est la masse du creuset et de la prise d'essai avant chauffage (en g).

m_2 est la masse du creuset et du résidu après chauffage jusqu'à poids constant (en g).

Exprimée aussi en pourcentage en masse, la teneur en matières sèches de l'échantillon est notée MS et se déduit de la valeur de H :

$$MS = 100 - H = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

2.2.1.2. Teneur en matières minérales et en matières organiques

La teneur en matières minérales (ou cendres minérales) est déterminée selon la norme française NF V 03-322. L'échantillon sec subit une calcination dans un four à 550°C jusqu'à poids constant. Pesé, le résidu calciné obtenu est une poudre grise, claire et légère. Notée MM, la teneur en matières minérales est exprimée en pourcentage en masse et est égale à :

$$MM = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 est la tare du creuset (en g).

m_1 est la masse du creuset et de la prise d'essai avant chauffage (en g).

m_2 est la masse du creuset et du résidu après calcination jusqu'à poids constant (en g).

La différence pondérale entre la masse de matières sèches et la masse de matières minérales correspond à la masse de matières organiques. Notée MO et exprimée elle aussi en pourcentage en masse, la teneur en matières organiques de l'échantillon peut donc être donnée par la différence :

$$MO = MS - MM$$

2.2.1.3. Teneur en lipides

La teneur en lipides est déterminée par extraction au mélange cyclohexane (95 %)-acétone (5 %) dans un extracteur ASE (Accelerated Solvent Extracter) 200, de marque DIONEX, dans les conditions suivantes :

- échantillon de 4 g environ de matière végétale préalablement broyée et séchée introduit dans la cartouche,
- pression de 140 bars,
- température de 100 °C,
- 3 cycles d'extraction de 5 minutes où 10 ml de solvant est mise en œuvre par cycle.

Ces conditions sont adaptées de celles décrites par Schäfer (1998) et Boellia *et al.*, (2001).

Le solvant d'extraction est éliminé à l'évaporateur rotatif (60 °C, 17 mmHg) et l'extrait lipidique est pesé après séchage à 70 °C pendant 24 heures.

La teneur en lipide est calculée selon la formule ci-après :

$$L = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100$$

m_0 est la tare du ballon et du régularisateur d'ébullition (pierre ponce) (en g).

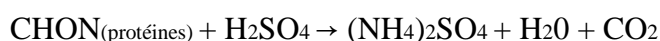
m_1 est la masse de la prise d'essai sèche (en g).

m_2 est la masse du ballon, du régularisateur d'ébullition (pierre ponce) et de l'extrait lipidique après séchage.

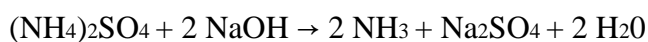
2.2.1.4. Teneur en protéine

La teneur en protéines est déterminée par la méthode du Kjeldhal selon la norme française NF V 18-100. Cette méthode consiste en la transformation par minéralisation de l'azote organique contenu dans l'échantillon traité en azote minéral (ammoniac) puis en le dosage acido-basique de cet ammoniac.

La minéralisation de la prise d'essai (de 0,5 à 1,5 gramme d'échantillon selon la teneur estimée en protéines) est effectuée par l'acide sulfurique concentré (12,5 mL à 95 %) en présence de deux pastilles de catalyseur (CuSO_4). Menée à 400 °C à l'aide d'un appareil Tecator Digestor 2020, elle dure environ deux heures. Les produits de la réaction sont alors alcalinisés par une solution de soude à 40 %.



Minéralisation avec l'acide sulfurique



Réaction d'alcalinisation par la soude

Après refroidissement, l'ammoniac produit est entraîné de façon automatique par distillation à la vapeur à l'aide d'un appareil Tecator Kjeltac 2200. Afin de déterminer la teneur en azote total de la matière organique, l'ammoniac est ensuite titré par une solution d'acide chlorhydrique à 0,1 N grâce au virage d'un mélange d'indicateurs colorés en solution dans de l'acide borique à 4 %, le vert de bromocrésol et le rouge de méthyle. Par convention, la teneur en protéines de l'échantillon est alors obtenue en multipliant la teneur en azote total par un facteur de conversion empirique. Ce coefficient prend en compte la masse molaire

moyenne des acides aminés composant les protéines à quantifier. Il est fixé à 6,25 sur la base d'une teneur moyenne en azote dans les protéines de 16 %. Notée P, la teneur en protéines est exprimée en pourcentage en masse et est égale à :

$$P = 6,25 \times \frac{M_N \times c \times (V_1 - V_0)}{m} \times 100$$

M_N est la masse molaire de l'azote ($M_N = 14,007 \text{ g.mol}^{-1}$).

c est la concentration de la solution d'acide chlorhydrique (en mol.L^{-1}).

V_0 est le volume utilisé de la solution d'acide chlorhydrique sur un échantillon blanc (en mL).

V_1 est le volume utilisé de la solution d'acide chlorhydrique (en mL).

m est la masse de la prise d'essai (en mg).

2.2.1.5. Teneurs en lignine, cellulose et hémicelluloses

La teneur en hémicelluloses, lignines et cellulose est estimée par la méthode de Van Soest et Wine (Van Soest, 1963 ; Van Soest et Wine, 1967 et 1968). Basée sur la différence de solubilité des constituants dans deux types de détergents, cette méthode gravimétrique se pratique à partir d'échantillons préalablement séchés ($MS \geq 85 \%$), réduits sous forme de poudre afin de rendre le milieu le plus homogène possible (de 0,8 à 1,0 gramme par prise d'essai). Les réactions d'attaque de la matière végétale sont alors effectuées dans des frittés spéciaux, de porosité 2 et prévus pour s'adapter sur un système Fibertec M2. Ce dernier est équipé d'un dispositif de chauffage et de reflux permettant de faire l'ensemble des manipulations sans avoir à transvaser l'échantillon.

Lors de l'attaque NDF (Neutral Detergent Fiber), le détergent neutre utilisé est à base d'EDTA et solubilise l'ensemble des constituants non pariétaux (protéines, pectines...). La fraction organique du résidu insoluble représente alors la somme des constituants suivants : hémicelluloses, lignines et cellulose. Lors de la première attaque ADF (Acid Detergent Fiber), le détergent acide utilisé est à base de CTAB et d'acide sulfurique dilué. Il solubilise l'ensemble des composés non pariétaux ainsi que les hémicelluloses. La fraction organique du résidu insoluble correspondant est donc constituée de lignines et de cellulose. Une seconde attaque ADF permet ensuite de solubiliser les lignines. Elle est permise grâce à l'action d'un oxydant puissant, le permanganate de potassium. Il en résulte alors un nouveau résidu contenant uniquement la cellulose dans sa fraction organique.

Notées respectivement H_c, L_i et C, les teneurs en hémicelluloses, lignines et cellulose sont exprimées en pourcentage en masse et se déterminent donc selon les deux schémas de principe suivants :

Matière → H_c + L_i + C

Attaque NDF et calcination

Matière → L_i + C → C

Attaques ADF et calcination

Réalisation de l'attaque NDF

Réalisée à l'aide de l'appareil Fibertec system M-Hot extractor, l'attaque NDF se fait par ajout à l'échantillon à analyser de 100 mL d'une solution composée de sodium lauryl sulfate, d'EDTA, de phosphate disodique, de borate de sodium décahydrate et d'éthylène glycol monoéthyl éther. Après une heure à ébullition, les réactifs sont éliminés par aspiration et le résidu est abondamment rincé à l'eau bouillante jusqu'à disparition de la mousse. Puis, il est séché à l'étuve à 103 ± 2°C pendant douze heures et calciné dans un four à 550 °C pendant 3 heures. La pesée du fritté après séchage et calcination permet la détermination de la teneur globale en constituants pariétaux :

$$H_c + L_i + C = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_0} \times 100$$

m₀ est la tare du fritté (en g).

m₁ est la masse du fritté et de la prise d'essai avant l'attaque NDF (en g).

m₂ est la masse du fritté et du résidu après l'attaque NDF et séchage (en g).

m₃ est la masse du fritté et du résidu après calcination (en g).

Réalisation des deux attaques ADF et KMNO₄

Également réalisée à l'aide de l'appareil Fibertec system M-Hot extractor, la première attaque ADF se fait par ajout à l'échantillon à analyser de 100 mL d'une solution composée de CTAB et d'acide sulfurique dilué. Après une heure à ébullition, les réactifs sont éliminés par aspiration et le résidu est abondamment rincé à l'eau bouillante jusqu'à disparition de la mousse. Il est ensuite séché à l'étuve à 103 ± 2°C pendant douze heures avant de subir une seconde attaque ADF permettant l'élimination de la lignine.

Celle-ci se fait à l'aide de l'appareil Fibertec system M-Cold extractor par ajout au résidu de 25 mL d'un mélange d'une solution saturée de permanganate de potassium (50 g/L) et d'une solution tampon composée de nitrate de fer, de nitrate d'argent, d'acide acétique glacial, d'acétate de potassium et d'alcool butylique tertiaire (2/1). Après 90 minutes de mise en contact, les réactifs sont éliminés par aspiration et le résidu est rincé à l'aide d'une solution déminéralisante faite d'acide oxalique dihydrate, d'éthanol et d'acide chlorhydrique. Une fois l'obtention de fibres de couleur blanche (rinçage pendant 30 minutes au maximum), deux lavages à l'éthanol et deux rinçages à l'acétone sont encore nécessaires avant le séchage du résidu cellulosique à l'étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant douze heures puis sa calcination dans un four à 550°C pendant 3 heures. La pesée du fritté après chaque séchage et calcination permet la détermination des teneurs en lignines et cellulose :

$$L_i + C = \frac{m_2 - m_4}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \text{et} \quad C = \frac{m_3 - m_4}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \text{soit} \quad L_i = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 est la tare du fritté (en g).

m_1 est la masse du fritté et de la prise d'essai avant la première attaque ADF (en g).

m_2 est la masse du fritté et du résidu après la première attaque ADF et séchage (en g).

m_3 est la masse du fritté et du résidu après la seconde attaque ADF et séchage (en g).

m_4 est la masse du fritté et du résidu après calcination (en g).

2.2.2. Composition chimique des extraits

2.2.2.1. Préparation des extraits de plantes riches en tannins

La cosse de *Parkia biglobosa*, l'écorces de *Pithecellobium dulce* et la gaine foliaire de *Sorghum caudatum*, séchées, sont finement broyées au broyeur à couteaux de type RETSCH SM 100 équipé d'une grille de 5 mm. Les composés phénoliques totaux sont extraits par macération ou décoction de ces poudres dans l'eau distillée, pendant 60 minutes, à des températures variant de 70 à 110°C , et suivant un ratio liquide/solide (L/S : masse/masse) évoluant de 6 à 16. Le filtra obtenu est lyophilisé.

Les teneurs en extractibles riches en tannins ont été obtenues par mesure indirecte de la masse des résidus secs. Elle est calculée sur la base de la masse de résidu par rapport à la masse sèche (MS) de l'échantillon suivant la formule ci-après.

$$\text{Taux d'Extraction} = 100 \times \left(1 - \frac{\text{Masse résidu sec}}{\text{Masse échantillon (MS)}}\right)$$

2.2.2.2. Dosage de la teneur en tannins hydrolysables des extraits

La teneur en composés phénoliques riche en tannins hydrolysables des extraits aqueux lyophilisés de cosse de gousse de *Parkia biglobosa*, d'écorce de *Pithecellobium dulce* et de gaines foliaires de *Sorghum caudatum* est déterminée par la méthode Folin-Ciocalteu (Makkar *et al.* 1993).

Les échantillons à analyser sont solubilisés dans l'eau afin d'obtenir des solutions de concentration voisine de 100 mg.L⁻¹. Parallèlement, des étalons externes sont préparés à l'aide d'une solution d'acide tannique et d'acide gallique, dans une gamme de concentration de 200 à 800 mg.L⁻¹.

Dans des fioles de 50 mL, on introduit 0,5 mL de la solution à analyser (échantillon, étalon ou eau déminéralisée pour le blanc), 2,5 mL du réactif de Folin Ciocalteu et 5 mL d'une solution à 20% de carbonate de sodium. La préparation homogénéisée est complétée à 50 mL puis transvasée dans des tubes à hydrolyse de 100 mL.

Les tubes bouchés sont plongés pendant 10 minutes dans un bain-marie à 70 °C puis refroidis dans un bain de glace à 20 °C. La densité optique est mesurée par spectrophotométrie d'absorption UV à 700 nm et 760 nm avec l'acide gallique et l'acide tannique respectivement comme standards.

Le taux de composés phénoliques totaux exprimé en équivalent acide tannique ou acide gallique est déduit de la courbe standard d'acide en tenant compte de la dilution de la solution à doser.

2.2.2.3. Extraction des composés riches en mucilage et pectine

Extraction des composés riches en mucilage

Cent cinquante gramme (150 g) de poudre de plantes sont mis en décoction pendant 60 minutes dans 4500 ml d'eau déminéralisée pour *G. venusta*, et dans 6000 ml *B. costatum*. La suspension refroidie jusqu'à 20 °C et centrifugée à 25 °C pendant 15 minutes à 5000 tours.min⁻¹, et la solution gélifiée recueillie est lyophilisée.

Extraction des pectines

Cinquante grammes (50 g) de poudres de *G. venusta* et de *B. costatum* sont macérés à 20 °C pendant 24 heures dans 500 ml de l'eau déminéralisée (Cardenas, *et al.*, 1997 ; Saenz, *et al.*, 2004). Le filtra, recueilli après centrifugation à 25 °C, à 5000 tours.min⁻¹ pendant 15 minutes de la suspension, est précipité par addition d'éthanol à 80 % pour obtenir les pectines. Le précipité recueilli, après une nouvelle centrifugation pendant à 20 minutes, à 25 °C, et à 3000 tours.min⁻¹ du mélange, est lyophilisé.

2.2.2.4. Dosage de la teneur en acide galacturonique

La teneur en acide galacturonique des extraits lyophilisés d'écorce de *Grevia venusta* et de calices de *Bombax costatum* est déterminée selon la méthode de Blumenkrantz et Asboe Hansen (1973). Le dosage repose sur la formation d'un complexe chromophore de couleur rose qui est dosé par spectroscopie d'absorption UV.

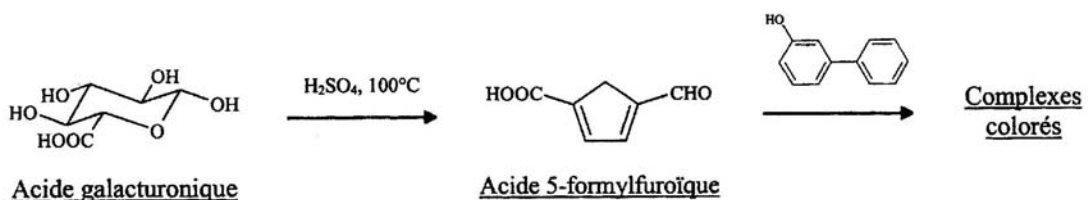


Figure 2.1 : Principe du dosage de l'acide galacturonique par la méthode de Blumenkrantz et Asboe-Hansen (1973)

Les échantillons à analyser sont solubilisés dans l'eau afin d'obtenir des solutions de concentration voisine de 100 mg.L⁻¹. Parallèlement, des étalons externes sont préparés à

l'aide d'une solution mère d'acide D(+)-galacturonique, dans une gamme de concentration de 0 à 100 mg.L⁻¹.

Dans des tubes de volume proche de 10 mL, on introduit 0,5 mL de la solution à analyser (échantillon, étalon ou eau déminéralisée pour le blanc) et 3,0 mL d'une solution de tétraborate de sodium à 0,0125 M dans l'acide sulfurique concentré.

Bouchés, les tubes sont ensuite plongés pendant 15 minutes dans un bain-marie à 100 °C puis refroidis dans un bain de glace. Ils sont analysés l'un après l'autre selon la procédure suivante :

- Ajout de 50 µL d'une solution à 0,15 % (m/v) de m-hydroxydiphényl dans la soude à 0,5 % (réactif).
- Homogénéisation vigoureuse à l'aide d'un vortex.
- Mesure de l'absorption par spectroscopie UV à 520 nm, sur un appareil Hewlett Packard 8542 A et pendant 6 minutes.

La valeur d'absorption retenue est la valeur maximale atteinte durant la cinétique. Le calcul du taux d'acide galacturonique, présent sous forme de polymère dans l'échantillon, doit également tenir compte de l'ajout de molécules d'eau lors de l'hydrolyse des liaisons glycosidiques.

2.2.2.5. Composition osidique

La composition en monosaccharides des extraits lyophilisés d'écorces de *Grewia venusta* et de calices de *Bombax costatum* est déterminée par dosage en chromatographie liquide haute performance des hydrolysats acides :

Hydrolyse acide des extraits

Un échantillon de 5 g d'extrait est introduit dans un Erlen Meyer de 500 ml avec 150 ml d'acide sulfurique (H₂SO₄ : 72 % de m/m ; 12 M) pendant 30 minutes, à la température ambiante (approximativement 25°C). Des échantillons de 5 ml du mélange réactionnel sont ensuite prélevés et introduits dans une éprouvette de 50 ml, dilués à 2 M avec 25 ml d'eau

déminéralisée, puis chauffés à 100 °C et maintenus à cette température dans un bain d'eau pour une durée donnée (15, 30, 45, 60, 90 et 120 min), afin d'étudier la cinétique d'hydrolyse en monosaccharides. Chaque hydrolysats est refroidi, neutralisé par de la soude (NaOH) 32 % (masse/volume), puis centrifugée pendant 15 minutes à 5 000 tours.min⁻¹ (Davis, 1998). La solution surnageante est recueillie et les monosaccharides sont dosés par chromatographie liquide haute performance.

Dosage des monosaccharides

Les monosaccharides sont identifiés et dosés par chromatographie ionique liquide haute pression (HPLIC), couplée à un détecteur PED à ampérométrie pulsée. Les analyses sont effectuées sur une chaîne chromatographique du type DIONEX BIO DX 300 équipé de colonne Carbo parc PA1 DIONEX. L'élution est réalisée par un système de trois éluants : NaOH 1 M (E1), Eau UHQ (2) et NaOH 100 mM (E3), avec des gradients d'élution de 99 % (E2) et 1 % (E3) pour les 30 premières minutes, 100 % (E3) de 30 à 39 minutes et 100 % (E1) de 39 à 50 minutes. Les étalons sont l'arabinose, le galactose, le rhamnose, le fructose, le maltose, le sucrose, le fucose, le glucose et le mannose (FLUKA > 99 % de pureté).

2.2.3. Détermination du taux de formaldéhyde dans la colle d'os

La teneur de la colle d'os en formaldéhyde a été déterminée sur solution de colle dissoute dans de l'eau en suivant le protocole décrit par la norme canadienne MA. 400 – HCHO 1.0, 1999 révisé 18/09/2003. Le dosage du formaldéhyde dans la solution a été effectué par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 412 nm en suivant la méthode à l'acétylacétone décrite dans la norme EN 120 : 1992.

La colle d'os livrée en granulés a été broyée finement dans les mêmes conditions citées plus haut. La solution de colle d'os est préparée par dissolution de 30 g de matière sèche de granulés broyée au broyeur à couteau de type RETSCH SM 100 équipé d'une grille de 5 mm, dans 80 g d'eau déminéralisée, à 50 °C.

2.2.4. Caractérisation morphologique des matières végétales

2.2.4.1. La densité apparente des particules lignocellulosiques

La densité apparente des particules lignocellulosiques issues du broyage des tiges entières ou écorcées de kénaf est réalisée par mesure du volume occupé par une masse connue de matière solide dans une éprouvette graduée après tassement par choc (250 coups.min⁻¹ pendant 5 minutes) au Densitap EDT 20.

2.2.4.2. Le taux de gonflement des particules lignocellulosiques de kénaf

Le taux de gonflement des particules lignocellulosiques de kénaf est déterminé selon la méthode décrite par Robertson *et al.*, (2000).

Le principe consiste à rapporter le volume de l'échantillon de substrat après immersion au volume occupé par cet échantillon de substrat sec. Ainsi, un échantillon de 25 g de kénaf broyé a été hydraté à la température ambiante (25 °C), avec 250 ml d'eau déminéralisée dans une burette graduée de 1 000 ml. Après addition de l'eau déminéralisée, le mélange a été légèrement agité, recouvert puis laissé pendant 18 heures pour une hydratation complète. L'excès d'eau est éliminé par filtration. Les volumes occupés par l'échantillon avant et après immersion ont été lu directement dans la burette après tassement par choc (250 coups.min⁻¹ pendant 3 minutes) au Densitap ETD-20. Le gonflement a été calculé suivant la formule :

$$\text{Gonflement (\%)} = 100 \times \frac{V_i - V_s}{V_s}$$

V_i est le volume occupé par une masse donnée d'échantillon après immersion.

V_s est le volume occupé par cet échantillon à l'état sec avant l'immersion.

2.2.4.3. Distribution granulométrique et taille des particules

La distribution granulométrique des particules est déterminée par pesée des passants et des refus d'une batterie de tamis de maille variant de 0,063 à 2 mm, installés dans une tamiseuse vibrante.

Les mesures de dimension des particules et fibres sont réalisées par observation à la loupe binoculaire (Nikon SMZ 1500) et au microscope (Nikon SMZ 3000). Les deux appareils sont équipés d'une caméra numérique Nikon DMX 1200. Les images directement acquises sur un ordinateur sont traitées avec le logiciel Lucia G. version 5.3 qui permet de mesurer les dimensions des particules et des fibres aussi bien ultimes que les amas de fibres.

2.2.5. Analyses thermiques

2.2.5.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)

Dans le but de déterminer les limites supérieures de température auxquelles les matières premières peuvent être soumises sans préjudice majeur, des analyses thermogravimétriques (ATG) ont été diligentées. Les analyses ATG ont été réalisées au Service d'Analyse Thermique du LCC/CNRS Toulouse, sous air et sous azote, dans les conditions suivantes :

- pour la tige entière ou écorcée de kénaf et tout le matériel retenu comme sources de liants végétaux, 2 min à 20 °C, de 20 °C à 600 °C à 10 °C.min⁻¹
- pour la tige entière et écorcée de kénaf, 2 min à 20 °C, de 20 °C à 140 °C à 10 °C.min⁻¹, 20 min à 140 °C puis de 140 °C à 600 °C à 10 °C.min⁻¹
- pour la tige entière et écorcée de kénaf, 2 min à 20 °C, de 20 °C à 140 °C à 10 °C.min⁻¹, 20 min à 180 °C puis de 180 °C à 600 °C à 10 °C.min⁻¹.

Les paliers de température à 140 et 180 °C ont été choisis en référence aux valeurs de température les plus fréquemment choisis lors du thermopressage des panneaux de particules (Wang *et al.*, 1996 ; Felby *et al.*, 2002 ; Bisanda *et al.*, 2003 ; Cetin et Ozmen, 2003).

2.2.5.2. Analyse enthalpique différentielle (AED)

Les analyses enthalpiques différentielles (AED) ont été effectuées en vue de déterminer les domaines de température dans lesquels les matières premières subissent des transformations structurales favorables à leur mise en œuvre dans l'élaboration des panneaux de particules. Les analyses AED ont été réalisées dans un calorimètre Perkin-Elmer équipé d'un système interne de refroidissement. Ces analyses ont été effectuées sur tout le matériel végétal de l'étude en suivant le programme de température suivant : Isotherme de 50 °C pendant 1

minute suivi d'une augmentation graduelle de la température de 50 °C à 200 °C suivant un gradient de 10 °C.min⁻¹. En plus du matériel végétal brut, les extraits secs du matériel liant ainsi que la colle d'os ont été également soumis à cette analyse.

2.2.6. Analyse rhéologique des extraits

La caractérisation du comportement rhéologique et de la viscosité apparente des extraits en solution ou suspension dans l'eau est menée avec un rhéomètre à rotation de type CARIMED CSL100 (RHEO) à couple imposé, équipé d'une géométrie de mesure de type cône. Les caractéristiques du cône choisi sont : angle α : 5 °, diamètre : 2,5 cm. L'ensemble est thermostaté à l'aide d'un dispositif à effet Peltier situé dans le plan. Les analyses sont réalisées à 20 ± 0,1°C. Par montée du plan, l'échantillon préalablement déposé sur ce dernier remplit l'espace compris entre le cône et le plan, et est ensuite cisailé sous l'effet d'une contrainte imposée par la rotation du cône. Ce type de géométrie permet l'établissement d'un gradient de vitesse uniforme pour tout l'échantillon. Les analyses sont réalisées en mode écoulement : sous chaque contrainte imposée, la déformation de l'échantillon ou le gradient de vitesse est mesurée à l'équilibre. Le domaine de variation de la contrainte exploré est de 0 à 500 N.m⁻² selon la concentration en extrait dans l'eau (5 à 20 % de matière sèche.L⁻¹). Les courbes d'écoulement ainsi obtenues sont représentées par convention sous forme τ contrainte de cisaillement (N.m⁻²) en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (s⁻¹), et la viscosité dynamique ou apparente η (en Pa.s) peut être calculée en chaque point de la courbe :

$$\eta = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}}$$

2.3. RESULTATS ET DISCUSSION

2.3.1. Caractéristiques de la tige d'*Hibiscus cannabinus* (kénaf)

2.3.1.1. Composition chimique de la tige de kénaf

Le tableau 2.1 rassemble les résultats des analyses de composition des tiges de kénaf entière et des tiges écorcées. La tige écorcée représente en moyenne 65 % de la tige entière.

Teneur en matière sèche

La teneur en matière sèche de la tige de kénaf varie de 89 % à 93 %. Elle est en moyenne de 91,8 % pour la tige entière et de 91,2 % pour la tige sans écorce. Le décorticage du bois ne modifie donc pas significativement la teneur en eau. Rappelons cependant que, comme pour toutes les matières végétales, la teneur en matière sèche varie en fonction de l'humidité relative. Au Togo, l'humidité moyenne est de 60 à 95 % avec les valeurs les plus fortes dans les régions côtières.

Teneur en matière minérale

En moyenne le taux de matière minérale dans la tige de kénaf est de 3 % de la matière sèche pour la tige entière et de 2,1 % pour la tige sans écorce. L'écorce est donc la partie de la tige la plus riche en matière minérale. Cette observation a été également faite par Néto *et al.*, 1996 qui ont trouvé des teneurs en matière minérale de 8,3 % et 5,2 % de la matière sèche respectivement pour les fibres et la tige sans écorce (noyau) de kénaf. Les teneurs en matière minérale que nous avons obtenues sont comparables à celles (3,9 %) relevée par Ververis *et al.*, 2004 sur la tige entière de kénaf.

Teneur en lipides

Comme on pouvait s'y attendre, les teneurs en lipides de la tige de kénaf, écorcée ou non, sont faibles (Tableau 2.1). Elles varient suivant que la tige est entière (1,1 %) ou écorcée (1,7 %).

Tableau 2.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la tige de kénaf

Composants	(unité)	<i>Hibiscus cannabinus</i> (kénaf)	
		Tige entière	Tige sans écorce
Taux de matière sèche	(%)	91,8	91,2
Matière minérale	(%)	3,0	2,1
Lipide	(%)	1,2	1,7
Protéique	(%)	0,7	1,5
Cellulose	(%)	59,2	60,1
Hémicellulose	(%)	20,8	18,1
Holocellulose *	(%)	80,0	78,2
Lignine	(%)	11,5	14,9

Les teneurs sont exprimées pour 100 g de matière sèche
Holocellulose * = Hémicelluloses + Cellulose

Teneur en matière protéique

Les teneurs en matière protéique des tiges écorcées ou non de kénaf sont très faibles (1,5 et 0,7 % respectivement) par comparaison avec celles données par Neto *et al.* (1996), respectivement de 11,1 %, 6,6 % et 8,4 % dans l'écorce, la tige écorcée, et la tige entière. Outre le fait que ces auteurs n'utilisent pas la même méthode de dosage, remarquons de plus que ces auteurs ont travaillé sur des tiges de kénaf récoltées juste à maturité, alors que le kénaf que nous avons étudié est récolté dans un état de maturité avancé, matérialisé par une abscission quasi-totale des feuilles. La teneur en protéines du kénaf est très sensible à son état de maturité (Webber 1993, Bhardway et Webber 1994) et Webber et Bledsoe (2002). Ces auteurs ont obtenu des teneurs en protéines de la tige entière qui varient de 2 à 12 % de la matière sèche. Par ailleurs, Neto *et al.* (1996) ont montré que la teneur en protéine dans l'écorce est supérieure à celle dans le bois (tige écorcée) de kénaf.

Teneur en cellulose-hémicelluloses et lignine

Les teneurs en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) obtenues pour les tiges de kénaf sont en moyenne de 80 % et 78 % respectivement pour les tiges avec ou sans écorces. Le taux de cellulose, proche de 60 % en moyenne, n'est pas modifié par l'écorçage, alors que la teneur en hémicelluloses est un peu plus élevée dans la tige entière (21 %) que dans la tige écorcée (18 %). Ces teneurs sont comparables à celles données par le CTP (1996), Ververis *et al.*, (2004) et relevées dans Anonyme, 1996, mais nettement différentes de celles données par Han (1998) (cellulose 37 à 49 %, hémicellulose 18 à 24 %) et par Ramakrishma *et al.* (2005) (28 % de cellulose et 25 % d'hémicellulose) dans les tiges entières.

A l'inverse des hémicelluloses, la teneur en lignine est plus élevée dans la tige écorcée du kénaf (15 %) que dans la tige entière (11 %). Ces résultats, qui confirment ceux décrits par plusieurs auteurs (CTP 1996, Ververis et al 2004, et Anonyme, 1996), indiquent que les fibres longues contenues dans l'écorce sont moins ligneuses que les fibres courtes du bois de kénaf. Bien qu'avec des valeurs plus élevées, Han (1998), Nishimura *et al.*, (2002) et Kuroda *et al.*, (2002) ont obtenu des résultats analogues (15 à 19 % de lignine pour la tige entière, 12 % dans l'écorce et 15 à 22 % dans le bois (tige écorcée ou noyau).

2.3.1.2. Propriétés thermiques de la tige de kénaf

Les thermogrammes issus de la pyrolyse ont montré que les trois programmes de montée en température (avec ou sans palier à 140 et 180 °C) conduisent à des effets comparables suivant les types de matière végétale. Aussi, nous bornerons-nous à présenter seulement les thermogrammes relatifs au premier programme de température (2 min d'isotherme à 20 °C suivi d'une augmentation graduelle de la température de 20 °C à 600 °C à 10 °C.min⁻¹).

Les figures 2.2 et 2.3 représentent les thermogrammes des analyses thermogravimétriques (ATG) des échantillons de tige de kénaf. Elles montrent l'évolution de la perte de masse en pourcentage de la masse initiale des échantillons de la tige avec ou sans écorce de kénaf respectivement et ce en fonction de l'évolution de la température.

Ces thermogrammes présentent tous les mêmes tendances de perte de masse en fonction de l'augmentation de la température. En effet, les courbes de l'ATG des échantillons de la tige sans écorce et de la tige entière de kénaf montrent trois phases principales dans l'évolution de la pyrolyse. Chaque phase est caractérisée par une vitesse de perte de masse spécifique.

La première phase, endothermique, qui se situe dans la plage de températures allant de 20 à 250 °C correspond à une perte de masse de 10% pour la pyrolyse sous air et de 2 à 5% sous azote. Dans cette phase, l'évolution de la perte de masse se fait en deux parties : entre 20 et 120 °C, l'essentiel de la perte de masse est observée, puis n'évolue pratiquement plus entre 120 et 250 °C. Le phénomène de perte de masse observé dans cette première phase est attribué essentiellement à la déshydratation des échantillons (teneur en eau des échantillons : 8 à 9 %) (Budrueac *et al*, 2003), sans exclure cependant l'élimination de composés volatils, comme en témoigne la différence de perte de masse sous air et sous azote.

La deuxième phase, plus marquée que la première, se situe dans la gamme de température allant de 250 °C à 450 °C pour la pyrolyse sous air et de 250 à 370 °C sous azote. Les courbes sont caractérisées par des pentes très fortes correspondant à des pertes de masse plus importantes. Cette deuxième phase, exothermique, correspond à la décomposition et à l'oxydation pyrolytiques du matériel végétal sec. La masse de l'échantillon chute de 90% à 4% sous air et de 95% à 17% sous azote. Au cours de cette phase, des produits volatils de faible poids moléculaires sont libérés (Budrueac, 2003). Cette phase montre deux points

d'inflexion pour la pyrolyse sous air à 340 et à 400 °C et un seul pour la pyrolyse sous azote à 320 °C. Ces points d'inflexion correspondraient, pour le premier à la destruction de certains éléments structuraux et à la réorganisation de la structure d'autres composants de ces produits (Ouajai *et al.*, 2005), et pour le second à la formation d'autres liaisons chimiques avec probablement la cyclisation aromatique des résidus carbonés (Tian *et al.*, 2003 ; Ouajai *et al.*, 2005). Selon Ramiah (1970), les températures de destruction des hémicelluloses et de la cellulose sont de 320 °C et 360 °C respectivement et celle de la destruction de la lignine est de 400 °C. Pour Strezov *et al.* (2003), travaillant sur la pyrolyse du bois de différentes espèces, la décomposition des hémicelluloses est complète à 320 °C, température nettement plus faible que celle requise pour la cellulose (400 °C), et la lignine (470 °C) alors que pour Ouajai et shanks (2005), la dépolymérisation des hémicelluloses ou des pectines intervient dans la gamme de température de 250 à 320 °C tandis que la décomposition de la cellulose a lieu entre 390 et 400 °C.

La troisième phase, qui va de 450 °C à 630 °C sous air et de 370 à 630 °C sous azote, correspond à la destruction pyrolytique du reste de la matière organique transformée pour la plupart en produits carbonisés au cours de la deuxième phase. Cette phase se caractérise par une diminution de la vitesse de perte de masse. A haute température, la perte de masse de tige semble quasi-totale parce que les échantillons de tige broyées ont montré des teneurs en matière minérale nettement plus faibles (1,7 et 0,9 % contre 3 et 2 % respectivement pour la tige entière et la tige et écorcée).

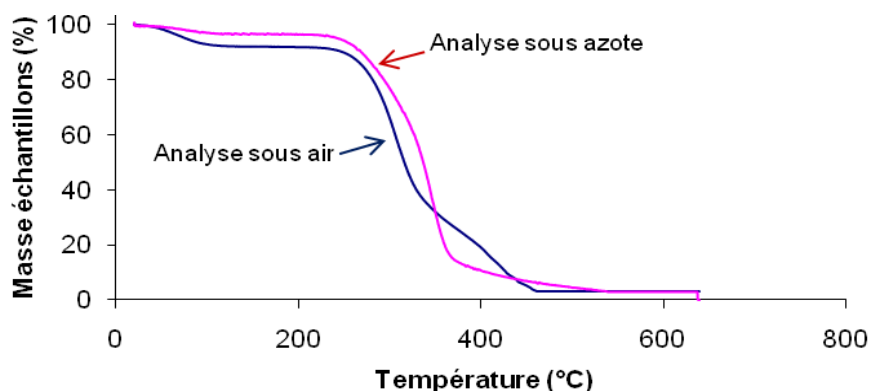


Figure 2.2 : Courbes de perte de masse de la tige entière de kénaf en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

L'introduction de paliers isothermes de 20 minutes à 140 et 180 °C dans la programmation de montée en température des analyses thermogravimétriques n'a révélé aucun effet sur l'évolution de la perte de masse. Cette absence d'effet spécifique se comprend bien puisque les isothermes introduites se situent dans la gamme de températures pour laquelle on observe une stabilisation de la masse des échantillons.

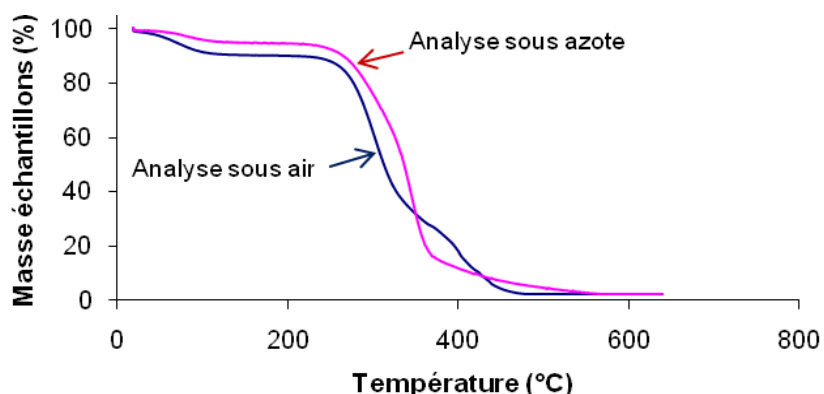


Figure 2.3 : Courbes de perte de masse de la tige sans écorce de kénaf en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

Il apparaît donc que lors du thermopressage des particules de kénaf, aucun effet significatif de dégradation thermique des constituants lignocellulosiques conduisant à une perte de masse ne devrait se produire dès lors que la température restera inférieure à 200 °C. Ceci n'exclut cependant pas la modification de l'organisation structurale des constituants des fibres dans cette gamme de température.

Les thermogrammes de l'analyse enthalpique différentielle (AED) de la tige entière et de la tige écorcée (figure 2.4) font apparaître des différences d'évolution du flux de chaleur en fonction de la température, qui pourraient être liées à la différence de structure et d'affinité pour l'eau des fibres longues contenues dans l'écorce et des fibres courtes contenues dans le bois de la tige. Cependant, dans les deux cas, aucun phénomène de transition du premier ordre (absence de pic endothermique) ou du second ordre (absence d'épaulement endothermique), qui pourrait traduire la fusion de biopolymères cristallins (cellulose) ou la transition vitreuse des biopolymères amorphes (lignines, hémicelluloses) n'est observable entre 60 et 180 °C dans les conditions d'analyse choisies. Rappelons que les températures de transition vitreuse de lignines et d'hémicelluloses anhydres rapportées dans la littérature se

situent au voisinage de 200 °C (Slade et Levine, 1991 a). Ces températures de transition vitreuse sont cependant très sensibles à la teneur en eau qui joue le rôle de plastifiant (voisines de 120 °C pour la lignine et 60 °C pour les hémicelluloses d'épicéa, à 5 % de teneur en eau).

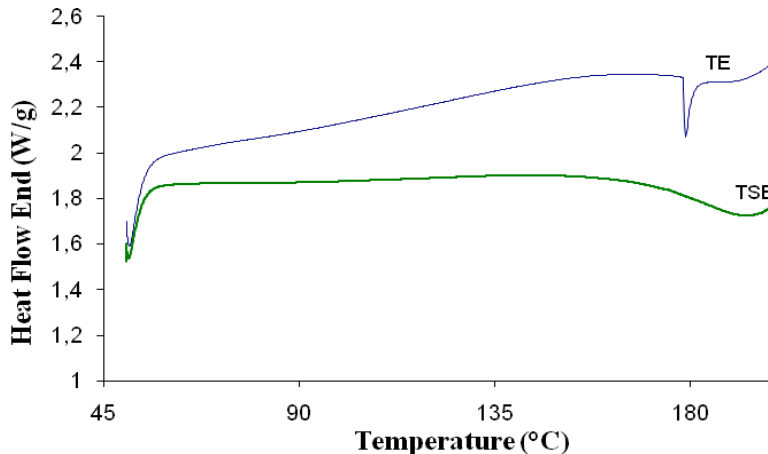


Figure 2.4 : Courbes de calorimétrie différentielle des tiges de kénaf (TE : tige entière ; TSE : tige sans écorce)

Par contre, les deux thermogrammes AED font apparaître deux phénomènes exothermiques, sous forme d'un pic fin à 180 °C dans le cas de la tige entière, et d'un pic étalé autour de 190 °C dans le cas de la tige sans écorce. Ces pics pourraient traduire, dans cette gamme de température, une dégradation de composés de faibles poids moléculaires, comme les sucres (Mellons *et al.*, 2002), présents en faibles proportions dans le kénaf, et ne conduisant pas à une perte de masse significative.

Toutefois, les modifications survenues dans la structure du matériel fibreux au cours de la première phase de la pyrolyse (20 à 250 °C) sont relativement faibles et ne devront pas poser des problèmes majeurs dans les processus de transformation non alimentaire de ces fibres par la chaleur. En effet, il a été démontré que l'augmentation de la teneur en eau du matériel végétal élève le seuil de température de destruction des composants du végétal (Rouilly *et al.*, 2001). De plus, dans des limites bien déterminées, l'augmentation de l'humidité du matériel végétal permet à l'eau de jouer un rôle plastifiant dans les mécanismes de transformation thermomécanique de ces matériaux avec une réorganisation des chaînes (Gidley *et al.*, 1993, Rouilly *et al.*, 2001).

De l'étude de la pyrolyse, nous retenons que la tige de kénaf peut être soumise sans risque de destruction majeure à une température de 250 °C. De plus, l'analyse en calorimétrie différentielle de la tige indique que la température de thermopressage de 180 °C – 190 °C permettrait d'exploiter au mieux les aptitudes de transformation structurale du kénaf en vue de l'élaboration des panneaux composites.

2.3.1.3. Distribution granulométrique et dimensions des particules de kénaf

L'analyse de la distribution granulométrique des particules en pourcentage de masse totale obtenue par tamisage (figure 2.5) permet, en première approche, de classer les particules en trois catégories, dans la perspective de la fabrication de panneaux :

- P_g : les particules de plus grande taille, correspondant au refus du tamis de 1,6 mm, représentent respectivement 19 et 15 % de la masse totale de particules de tige entière (TE) et de tige sans écorce (TSE).
- P_m : les particules de taille intermédiaire ou moyenne, correspondant au passant du tamis de maille 1,6 mm et au refus du tamis de maille 0,25 mm, totalisant 63 % pour TE et 69 % pour TSE, de la masse totale du broyat.
- P_f : les plus fines particules, correspondant au passant du tamis de maille 0,25 mm, représentent le complément à 100 %, soit 18 % pour TE et 16 % pour TSE.

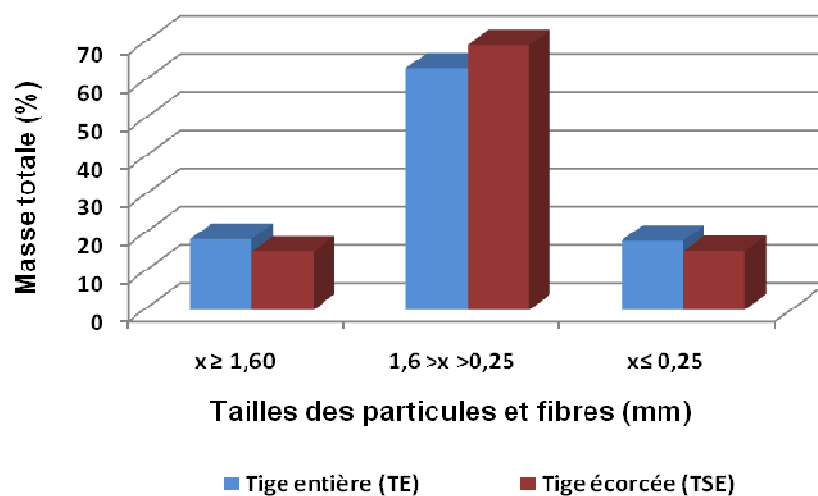


Figure 2.5 : Distribution granulométrique des particules de kénaf utilisées

Bien que légèrement différente, la distribution de taille suit une répartition assez proche d'une loi normale dans les deux cas, exception faite du point correspondant au centre de la gamme des tamis (particules comprises entre 0,8 et 0,5 mm) qui paraît anormalement faible. Cette exception pourrait être liée aux dimensions des particules dans cette zone de taille des tamis : les particules, qui peuvent être assimilées, en première approximation, à de petits cylindres, caractérisées par une longueur et un diamètre moyen, sont en fait séparées sur des tamis de maille de forme carrée, de dimensions définies. Ainsi, même sous l'effet de la vibration de l'empilement des tamis, les particules seront classées en fonction de leur plus grande dimension (longueur ou diamètre). Le broyage des tiges au broyeur à couteaux agit surtout en découpage, dans le sens de la longueur, même s'il a aussi un effet de défibrage (dans le sens du diamètre). Au dessus de 0,8 mm, les particules seraient classées essentiellement en fonction de leur longueur, alors qu'en dessous de 0,5 mm, le diamètre des particules deviendrait le critère de classement prédominant.

Les courbes traduisant l'évolution du pourcentage cumulé de masse de particules en fonction de la taille de maille des tamis (figure 2.6) semblent confirmer ces observations : si l'augmentation du pourcentage cumulé de refus aux tamis semble linéaire jusqu'à 0,8 à 1 mm de maille, la pente change nettement à partir de ces valeurs. La plus faible proportion de particules obtenues au passant du tamis de maille 0,8 mm et au refus du tamis de maille 0,5 mm, pourrait alors indiquer la moins grande probabilité d'obtenir des particules de dimensions régulières, aussi longue que large, dans cette zone de taille.

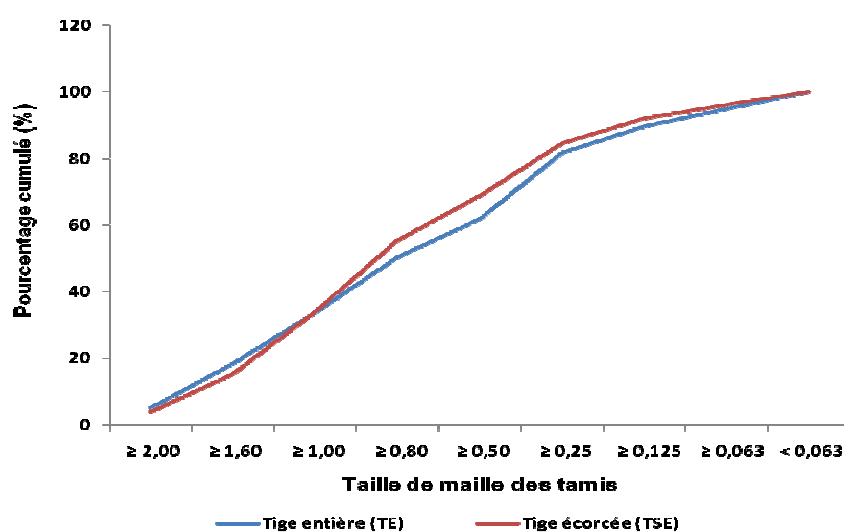


Figure 2.6 : Evolution du pourcentage cumulé de la masse de particules de kénaf en suivant la taille de la maille du tamis

L'observation au microscope des trois catégories de tailles de particules (figures 2.7 à 2.9) montre cependant que le phénomène de classification est plus complexe, d'autant plus qu'il y a interférence avec la nature des particules selon leur origine (bois ou écorce de la tige). En effet, le broyage de la tige entière de kénaf fait apparaître deux classes de particules dont les caractéristiques dimensionnelles sont très différentes.

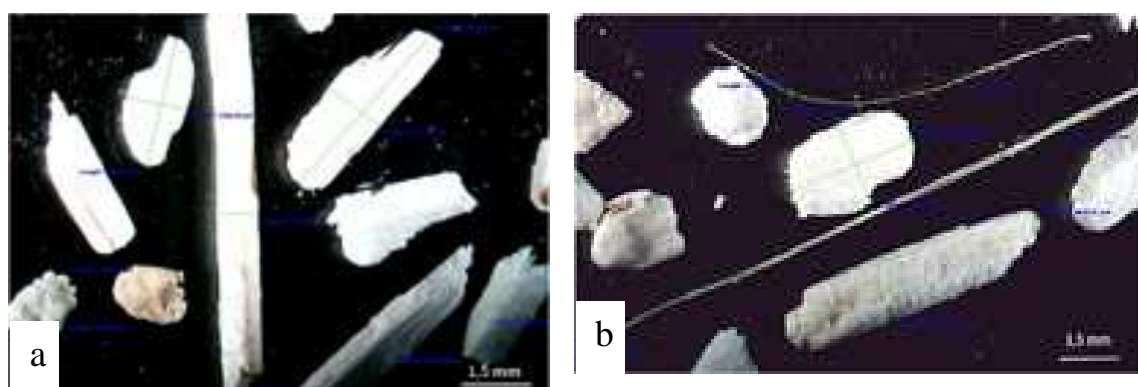


Figure 2.7 : Dimensions des particules de kénaf de grosse taille (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 7,5)

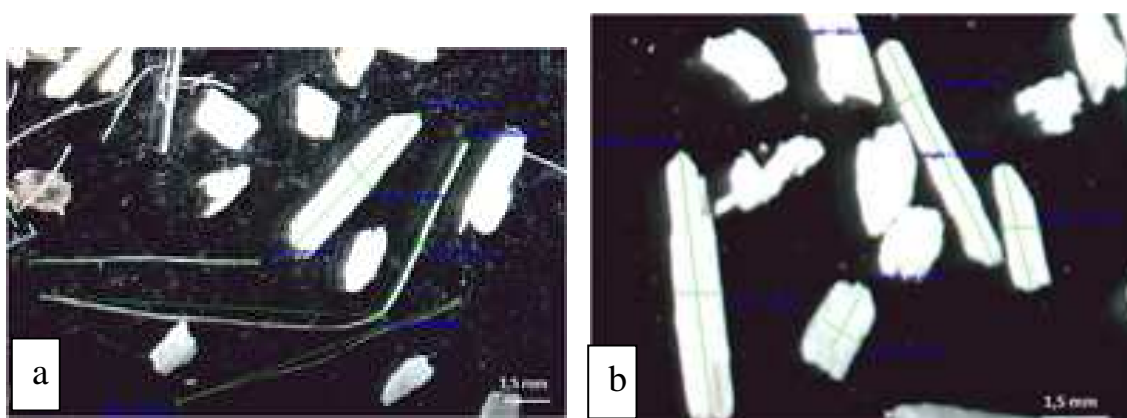


Figure 2.8 : Dimensions des particules de kénaf de taille moyenne (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 10)

- a. D'une part, des fibres longues (6 à 19 mm), cylindriques et de petits diamètres (50 à 200 μm), presque toutes individualisées en brins dans la catégorie des grandes et moyennes tailles de particules issus du tamisage ($P_g > 1,6 \text{ mm}$ et $1,6 \text{ mm} < P_m < 0,25 \text{ mm}$). Elles apparaissent aussi dans la catégorie des plus petites ($P_f < 0,25$), mais sous forme moins individualisées, en amas de fibres d'environ 2 mm de longueur et 0,1 à 0,05 mm de diamètre. Seules ces dernières formes d'agrégats de fibres sont

observables dans la catégorie des fines issues du broyage de la tige écorcée, avec des dimensions un peu plus faibles (0,5 mm de longueur et 0,05 mm de diamètre). La comparaison aux tailles de fibres dites ultimes mentionnées dans la littérature (1 à 5 mm de longueur et 14 à 33 μm de diamètre pour les fibres extraites de l'écorce ; 0,4 à 1,1 mm de longueur pour 1,8 à 37 μm pour les fibres de la tige sans écorce et 1,25 mm de longueur moyenne pour 22 μm de diamètre moyen dans le cas de la tige entière) (Anonyme, 1996 ; Rowell *et al.*, 1997 ; Bledzki et Gassan, 1999 ; Webber *et al.* 2002 ; Ververis *et al.*, 2004) montre que les fibres issues du broyage dans nos conditions opératoires ne sont pas des fibres ultimes mais des amas de fibres ultimes. On notera cependant que la mise en œuvre du broyeur à couteau provoque, au-delà de la découpe des brins, un effet de défibrage sur cette catégorie de fibres longues issues de l'écorce. Par ailleurs, l'écorçage manuel de la tige laisse une petite fraction de fibres longues, peu individualisées par le broyage, confirmant, si cela était encore nécessaire, que les fibres longues proviennent essentiellement de l'écorce de la tige.

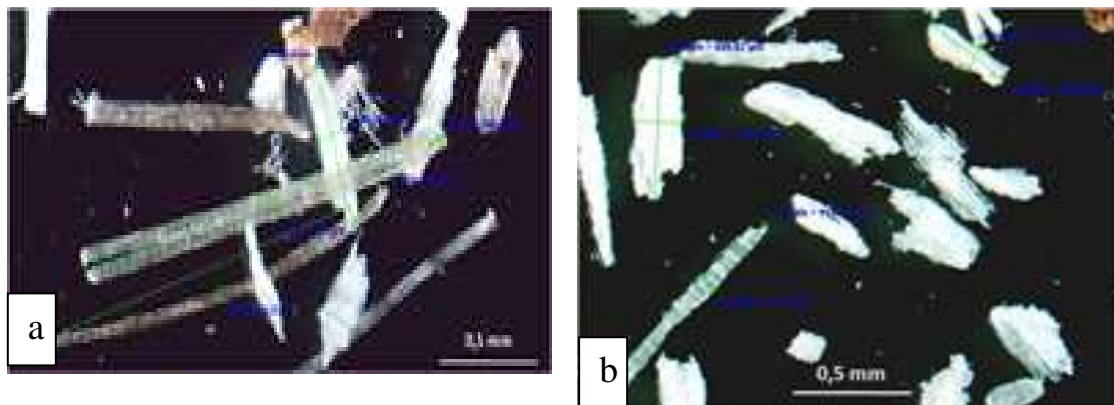


Figure 2.9 : Dimensions des particules fines de kénaf (a) : tiges entières, (b) : tiges sans écorce (grossissement : x 40)

- b. D'autre part, des particules de plus faibles longueurs (1,5 à 9 mm) et de nettement plus grands diamètres (6,6 à 3 mm), dans les coupes granulométriques grandes et moyennes ($P_g > 1,6$ et $1,6 < P_m < 0,25$). Dans la coupe granulométrique des fines ($P_f < 0,25$) a présence d'amas de fibres, qui peuvent être facilement confondus avec les particules issues de l'intérieur de la tige (bois), se traduit par des valeurs extrêmes du diamètre plus faibles (80 μm), mais les longueurs de particules restent inférieures à celles des fibres observées dans cette fraction. Globalement, les longueurs des particules observées dans le broyat de tiges écorcées sont un peu plus faibles (0,5 à 7

mm de longueur) que dans le broyat de tige entière (0,6 à 9 mm de longueur), pour une gamme de diamètres équivalents (0,1 à 3 mm).

Ces mesures de dimensions permettent de calculer un facteur de forme (longueur/diamètre) qui rend encore mieux compte de la différence entre ces deux classes de particules (tableaux 2.2 et 2.3).

- Les agrégats de fibres dites courtes qui proviennent de l'intérieur de la tige, dont le facteur de forme L/D est compris entre 2,5 et 6. Les légers écarts entre les valeurs observées dans le cas du broyage de la tige entière et la tige écorcée sont imputables au temps de séjour des matières dans le broyeur (débits réels d'écorce de bois différents) et bien sûr à la présence de fibres longues dans l'écorce. Ce sont ces agrégats qui seront qualifiés de particules de kénaf dans la suite de notre travail.

Tableau 2.2 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige entière de kénaf

Catégorie (Coupe granulométrique)		Classe (forme de particules)	Longueur (μm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme (L/D)
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Grosses Particules	4 072 – 8 643	1904 - 2977	2,59 – 4,54
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Particules moyennes	1 500 – 5 344	626 - 1436	3,16 – 5,48
Fine	$P_f < 0,25$	Fines Particules	677 – 2 236	84 - 538	4,80 – 5,21
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Fibres longues	12627 - 18877	57,69 – 219	39 – 152
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Fibres moyennes	6 708 – 8 964	50 – 176	46 - 89
Fine	$P_f < 0,25$	Fibres courtes	2 042 – 2 133	50 - 119	30 - 36

Tableau 2.3 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige écorcée de kénaf

Catégorie (Coupe granulométrique)		Classe (forme de particules)	Longueur (μm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme (L/D)
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Grosses Particules	1362 – 6987	1443 - 3138	3,38 – 4,82
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Particules moyennes	1000 – 5333	398 - 1548	4,51 – 6,03
Fine	$P_f < 0,25$	Fines Particules	448 – 699	122 - 403	2,67 – 3,67
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Fibres longues	-	-	-
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Fibres moyennes	-	-	-
Fine	$P_f < 0,25$	Fibres courtes	1 110 - 1672	49 – 67	11,68 – 13,54

- Les fibres dites longues, elles-mêmes agrégats de fibres ultimes provenant de l'écorce de la tige, dont les facteurs de formes sont compris entre 30 et 150, 5 à 10 fois plus que les particules précédemment citées. Même dans le cas de la plus fine coupe granulométrique ($P_f < 0,25 \text{ mm}$) issues du broyat de tiges écorcées, ces fibres, rappelons-le sous forme d'amas, ont un rapport L/D supérieur à 10, quant il est de l'ordre de 3 pour les particules.

Le facteur de forme est un paramètre très important dans le processus de fabrication des panneaux. Il agira sur l'agencement des particules lors de la formation du matelas, et sur la répartition de la colle à la surface des particules lors du mélange. Il détermine le procédé de fabrication et les propriétés mécaniques des panneaux qui en seront issus (Sanadi *et al.*, 1995 ; Oksman et Clemons, 1998 ; Stark et Sanadi, 2000). Dans notre cas, l'hétérogénéité du broyat de tige entière du kénaf apparaît comme un élément défavorable à la résistance à rupture et la cohésion interne des panneaux (Shi, 2006).

Par ailleurs, la densité apparente du broyat issu de la tige entière de kénaf (0,34) est supérieure à celle du broyat de tige écorcée (0,27). Ce résultat peut paraître surprenant car on aurait pu s'attendre à un effet de foisonnement lié à la présence de fibres longues (longs cylindres de faible diamètre : $L/D > 50$ pour la majeure partie de la coupe granulométrique

P_m) dans un mélange de particules (courts cylindres de longueurs proches du diamètre : L/D compris entre 3 et 5 pour la même coupe granulométrique. Ce résultat peut être imputé à la différence de masse volumique entre les deux matériaux constitutifs de la tige, les fibres de l'écorce apparaissant plus dense que les particules de tige écorcée. Pour une même masse de broyat, et même dans le cas d'un mélange parfait, la surface accessible à la colle serait donc plus faible pour le broyat de tige entière que pour celui de tige écorcée.

Ces observations nous ont conduits à choisir les particules issues du broyage de tige de kénaf écorcées pour notre étude sur l'obtention de panneaux par thermopressage en présence d'un liant. Remarquons que l'écorce de tige de kénaf, qui contient les fibres longues ou techniques du kénaf, pourront aussi faire l'objet d'une valorisation spécifique, liée à cette caractéristique morphologique, comme celle déjà réalisée dans certaines utilisations traditionnelles locales (ficelles et cordes, toiles). Comme dans le cas des plantes à fibres telles le jute, le chanvre, le lin, etc. Ces écorces pourraient aussi être source de fibre pour les laines et panneaux isolants, les panneaux de fibres et la pâte à papier.

2.3.2. Caractérisation de la colle d'os

2.3.2.1. Composition chimique de la colle d'os

Comme on pouvait s'y attendre, s'agissant d'un produit obtenu par extraction des collagènes d'os, sous forme de gélatine, la colle d'os contient 15,2 % d'azote correspondant à une teneur en protéines de 95 % par rapport à la matière sèche (tableau 2.4). La matière minérale ne représente que 2,5 %.

Tableau 2.4: Composition chimique de la colle d'os

Composants	(unités)	Teneur (% de MS)
Matière minérale	(%)	2,54
Matière protéique brute	(%)	95,01
Formaldéhyde	(mg.kg ⁻¹)	230

Par contre, les dosages révèlent la présence de formaldéhyde. Le formaldéhyde est en fait incorporé lors de la fabrication de la colle comme agent conservateur. Sa faible

concentration dans la colle (230 mg.kg^{-1} de matière sèche) ne posera cependant pas de problème majeur dans la fabrication des panneaux de particules. Incorporée à un taux maximal de 17,6 % par rapport à la masse de particules, la colle n'apporterait, en considérant qu'il n'y aura aucune perte au cours de l'élaboration, qu'une teneur de 34,5 mg de formaldéhyde par kilogramme de panneaux de particules. Cette teneur est largement inférieure à la valeur maximum autorisée par la norme NF EN 120 (80 mg.kg^{-1} , pouvant aller jusqu'à 300 mg.kg^{-1} suivant le type de panneaux).

Notons cependant qu'il pourrait être intéressant de rechercher un autre type de conservateur pour la colle d'os, de façon à tendre vers une valeur quasiment nulle des émissions de formaldéhyde.

2.3.2.2. Propriétés thermiques de la colle d'os

Au cours du processus de thermopressage, le liant des particules est soumis à une température pouvant atteindre $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ selon les conditions opératoires choisies. L'analyse enthalpique différentielle de la colle d'os (figure 2.8) révèle trois événements thermiques, d'amplitude et de forme différente :

1. $70 \text{ }^{\circ}\text{C}$, un premier pic endothermique, puis un second à $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$, nettement marqué. Bien que ne disposant pas de données sur l'organisation structurale de la gélatine dans la colle d'os, en particulier sur son état de dégradation par rapport aux collagènes d'os (osséine) dont elle proviendrait (nature du procédé d'extraction), il est raisonnable d'attribuer ces phénomènes endothermiques aux processus de dénaturation correspondant à un changement de la structure tertiaire (organisation des protéines en fibres ou en globules), vers une structure secondaire (conformation des protéines en hélice ou en feuillets). Les collagènes sont connus pour conduire à ce type de transition de dénaturation, observable en AED, avec une enthalpie de $4,8 \text{ J}$ par gramme de collagène natif (Huc, 1978). Dans notre cas, l'enthalpie du phénomène de dénaturation des protéines de colle d'os a été estimée à $3,7 \text{ J/g}$.

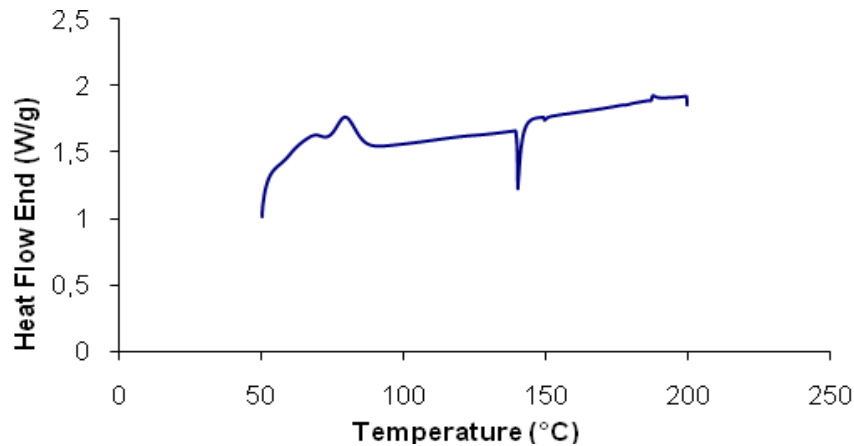


Figure 2.10 : Courbe de calorimétrie différentielle de la colle d'os suivant la température.

Rappelons aussi que dans le cas de protéines végétales, on a aussi mis en évidence l'existence de ce phénomène de dénaturation dans cette gamme de température, bien que les valeurs soient très sensibles au taux d'hydratation de l'échantillon (phénomène de plastification par l'eau) (Arntfield, *et al.*, 1990 ; Rouilly, *et al.*, 2001 ; Budrugaec *et al.*, 2003). A l'appui de cette hypothèse d'attribution de ces pics à la dénaturation des protéines, précisons que l'analyse par spectroscopie infrarouge d'un échantillon de colle d'os chauffé à 80 °C pendant 6 heures a révélé une déformation nette des bandes d'absorption correspondant aux groupements fonctionnels porteurs de N-H, par comparaison à celle d'un échantillon non chauffé (figures 2.11 et 2.12).

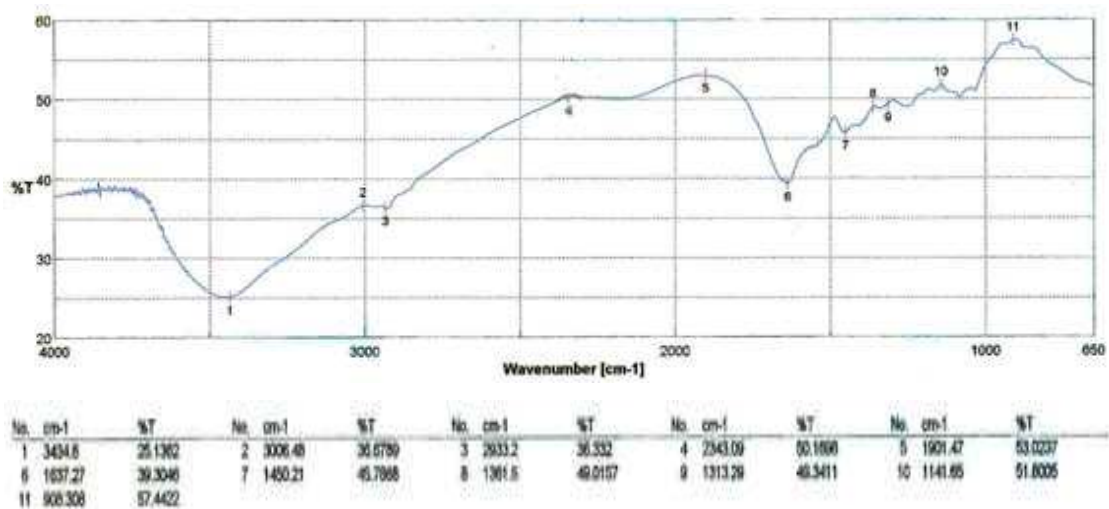


Figure 2.11 : Spectroscopie infrarouge de de la colle d'os non chauffée

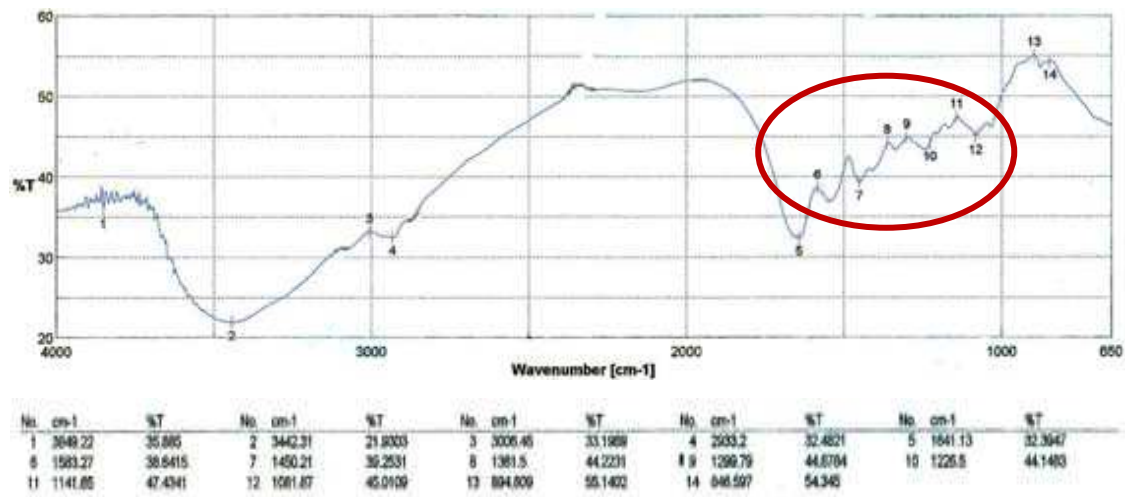


Figure 2.12 : Spectroscopie infrarouge de de la colle d’os chauffée à 80 °C pendant 6 heures

2. A 140 °C, apparaît un pic fin exothermique (dont l’enthalpie est de 4,1 J.g⁻¹). Cet évènement ne correspond pas à une modification de l’organisation structurale des protéines, de nature endothermique, mais plus probablement à une réaction chimique, de réticulation entre groupements fonctionnels des chaînes protéiques, ou plus probablement de réaction avec des produits minoritaires présents dans la colle d’os. En particulier, le formaldéhyde, très réactif, pourrait être à l’origine de cette réaction.
3. A 190 °C, apparaît un épaulement endothermique du thermogramme. Bien que peu sensible, ce phénomène pourrait correspondre à la transition vitreuse de la gélatine. En effet, cette transition a déjà été décrite, tout comme celle du collagène, dans la gamme de 180 à 200 °C (Slade *et al.*, 1989).

En conclusion, la colle d’os ne présente pas de phénomène de perte de masse significative jusqu’à une température de 180 °C, température maximum choisie pour le thermopressage des panneaux de particules.

2.3.2.3. Propriétés rhéologiques de la colle d’os

La solubilité dans l’eau de la colle d’os est bonne, du moins jusqu’à des concentrations de 15 %. A partir de 20 %, la solubilisation requiert un apport thermique (chauffage à 50 °C). Ce comportement est bien connu pour les gélatines qui gélifient à froid comme c’est le cas de la solution de colle d’os à 20 %.

Les courbes d'écoulement de solutions à concentration croissante de colle d'os (5 à 20 %) obtenues au rhéomètre à contrainte imposée à 25 °C (figures 2.13 – 2.16) montrent le comportement rhéofluidifiant de ces hydrocolloïdes (diminution de la pente avec la montée en contrainte), caractérisé par une diminution de la viscosité apparente $\eta = \tau/\dot{\gamma}$ (avec τ contrainte de cisaillement appliquée en Pa, et $\dot{\gamma}$ vitesse de cisaillement en s^{-1}) en fonction de la vitesse de cisaillement.

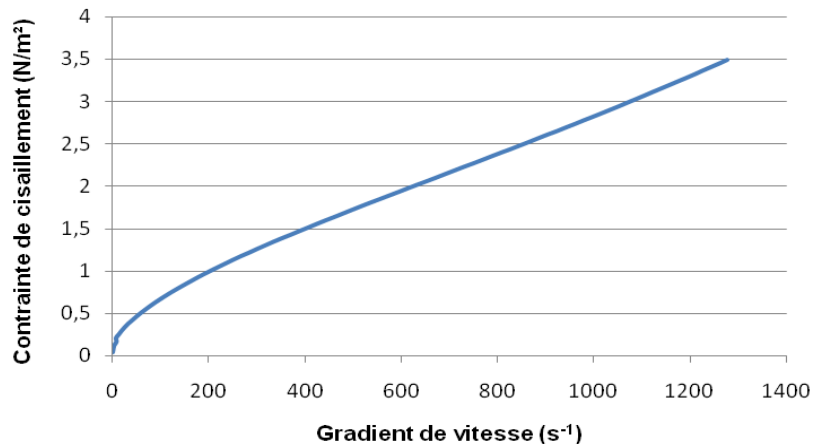


Figure 2.13.: Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 5 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (s⁻¹).

A très faible contrainte appliquée (0,04 Pa), la viscosité apparente augmente nettement avec la concentration en colle d'os, de 0,11 Pa.s pour la solution à 5 % à 5,94 Pa.s pour la solution à 20 % (Figure 2.17).

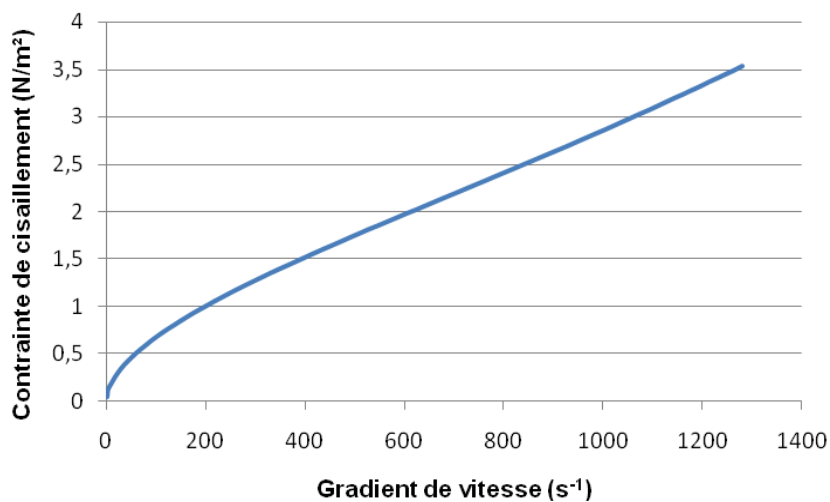


Figure 2.14.: Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 10 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (s⁻¹).

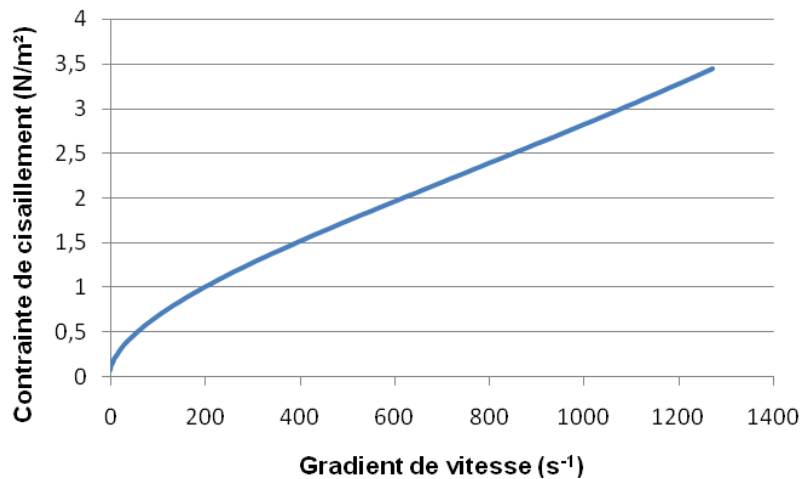


Figure 2.15.: Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m⁻²) d'une solution de colle d'os à 15 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s⁻¹).

Par contre, pour une faible augmentation de la contrainte (0,04 à 0,08 Pa), la viscosité chute très rapidement, pour n'atteindre plus que des valeurs de 0,06 à 0,40 Pa.s, selon la concentration en colle d'os.

A faible contrainte de cisaillement (0,04 Pa), la viscosité apparente de la solution suit une tendance quasi exponentielle avec l'augmentation de la concentration en colle d'os. Cependant, pour des contraintes plus élevées, tout en montrant une légère proéminence à 15 % de colle d'os, l'effet de la concentration en colle d'os est nettement moins marqué sur la viscosité des solutions (Figure 2.17).

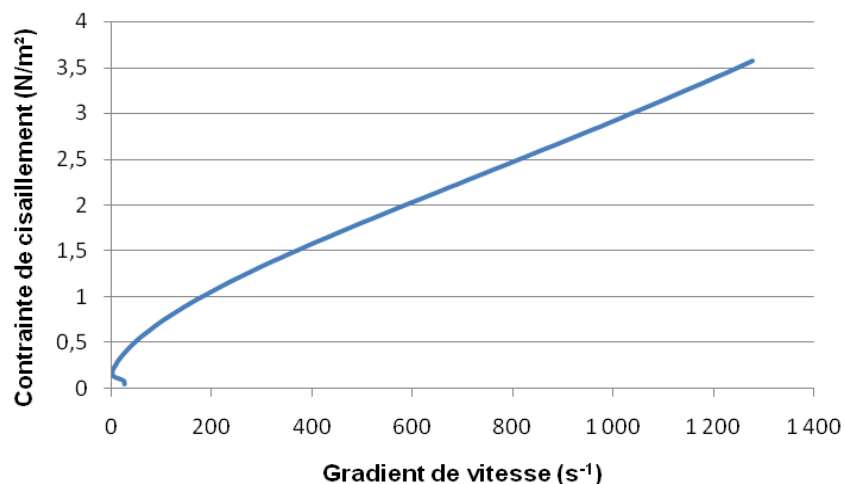


Figure 2.16.: Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m⁻²) d'une solution de colle d'os à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s⁻¹).

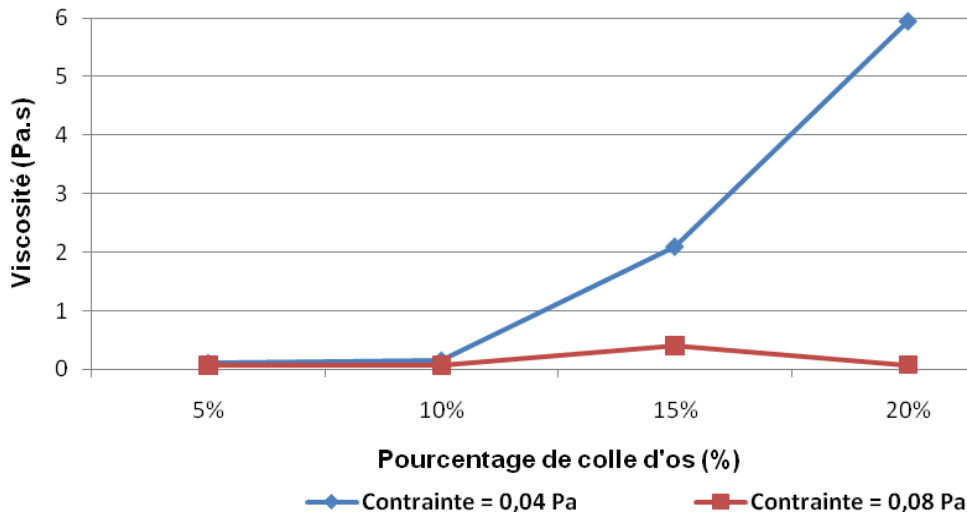


Figure 2.17. : Evolution de la viscosité apparente η sous contraintes de cisaillement τ imposées de 0,04 Pa et 0,08 Pa à 25 °C de solutions de colle d'os en fonction de leur teneur en matière sèche (%).

Ainsi, à 25°C, la viscosité d'une solution à 30 g de colle d'os, sur la base de sa matière sèche, pour 80 g d'eau déminéralisée (solution à 27,2 %) est de 34 Pa.s pour une contrainte quasiment nulle. Cette viscosité est dans la gamme des valeurs requises pour la colle de soja (0,5 à 75 Pa.s) selon la méthode d'application et la nature des matériaux à coller (EN 542, 1995). Dans le cas de matériaux fortement absorbants comme le papier ou certains bois, les valeurs recommandées sont de 0,5 à 5 Pa.s (EN 543, 1995).

Pour ce qui est des particules de kéraf, qui peuvent être considérées comme relativement adsorbantes, puisque leur taux de gonflement par l'eau a été estimé à 23 %, l'ajustement de la concentration en colle dans l'eau, et surtout l'application d'une contrainte de cisaillement suffisante lors du mélange avec les particules, permettra de revenir dans cette gamme de viscosité, assurant ainsi un bon mouillage des particules.

Les propriétés rhéologiques associées au bon comportement thermique de la colle d'os en font donc un bon candidat éventuel pour agglomérer les panneaux de kéraf..

2.3.3. Caractérisation des plantes (riches en tannins) : *Parkia biglobosa* ou Néré, *Sorghum caudatum* et *Pithecellobium dulce*.

2.3.3.1. Composition chimique des cosses de Néré (*P. biglobosa*), de la gaine foliaire de sorgho (*S. caudatum*) et des écorces de faux campêcher (*P. dulce*)

La répartition des principaux constituants des organes de plantes sélectionnées pour leur teneur en tannins est rapportée dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Composition chimique des organes de plantes riches en tannins

Composants (%)	Organes de plantes riches en tannins		
	Cosses de <i>P. biglobosa</i>	Ecorce de <i>P. dulce</i>	Gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>
Taux de matière sèche	91,68	94,12	94,80
Matière minérale	2,90	4,97	7,76
Lipides	0,90	0,99	0,95
Matières protéiques brutes	4,69	15,50	3,81
Cellulose	49,76	44,61	32,82
Hémicelluloses	2,52	20,96	32,75
Lignine	32,95	13,30	5,75

Les teneurs sont exprimées pour 100 g de matière sèche

Teneur en matière minérale

La teneur en matière minérale des organes de plantes sélectionnées varie logiquement en rapport avec la nature de ces organes :

- Près de 8 % pour la gaine foliaire du sorgho, comparables aux valeurs relevées dans la littérature pour ce type d'organes lignocellulosiques fibreux (pailles, tiges ou feuilles) de certaines céréales (blé, maïs, avoine, orge) et d'autres variétés de sorgho (*Sorghum prelpense*, 9 % de cendres par exemple) (Han et Rowell, 1997).
- Près de 5 % dans l'écorce de *P. dulce*, qui est un arbuste mais pour lequel peu de valeurs sont disponibles dans la littérature.

- Près de 3 % dans la cosse du fruit du Néré, comparable aux valeurs trouvées dans d'autres enveloppes de graines (2 à 3 % dans les coques de tournesol (Bazus, 1991) ou 4 % dans le péricarpe du grain de blé (Godon, 1991).

Teneur en lipides

Les teneurs en lipides des organes de plantes sélectionnées sont faibles, elles varient de 0,9 % à 0,99 % de la matière sèche du matériau analysé. Ces faibles teneurs s'expliquent par le fait que les cosses de gousses de néré, l'écorce de tige de *P. dulce* et la gaine foliaire de *S. caudatum* ne sont pas des organes oléifères typiques des plantes considérées.

Teneurs en matières protéiques brutes

Les teneurs en matières protéiques varient nettement : élevées dans les écorces de *P. dulce* (15,5 % de la matière sèche), elles sont trois fois plus faibles dans les cosses de *P. biglobosa*, bien que cette plante soit aussi une légumineuse et donc théoriquement riche en protéines. Cette remarque ne tient pas compte de la différence des types d'organes de ces plantes. Fort logiquement, les gaines foliaires de *S. caudatum* ne contiennent que 3,8 % de protéines.

Teneurs en cellulose, hémicelluloses et lignine

Le taux de cellulose dans les échantillons des organes choisis est assez élevé et semble dépendre de l'espèce et de la nature de l'organe végétal. Ainsi, les échantillons de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. dulce* et de gaine foliaire *S. caudatum* ont donné des taux moyens de cellulose de 49,75 ; 44,61% et 32,82 % respectivement.

La teneur en hémicelluloses présentes varie beaucoup de 2,52 % pour *P. biglobosa* à 21 % pour *P. dulce* et 32,75 % pour *S. caudatum* (tableau 2.5). Le faible taux d'hémicelluloses obtenu dans le cas du Néré est surprenant (2 %). Elle est trop faible et peu vraisemblable. Les répétitions de cette analyse ont toujours conduit à des valeurs du même ordre de grandeur. Cette faiblesse du taux d'hémicellulose peut s'expliquer par le fait que lors de l'analyse ADF & NDF les frittés se colmataient systématiquement à cause de la présence, dans les extractibles, de composés formant des hydrocolloïdes visqueux. De plus, la présence de composés phénoliques en forte proportion, comme nous le verrons ultérieurement, pourrait être à l'origine de ces perturbations. Il est est de même de la présence de pectines ou

de polysaccharides des mucilagineux (Vandenbossche-Maréchal, 1998). Ces constituants, mal ou partiellement solubilisés lors des attaques par les réactifs NDF et ADF, susceptibles de se recombinaient avec les autres constituants pariétaux, faussent le résultat de l'analyse gravimétrique. La valeur de teneur en hémicellulose a été obtenue après extraction des constituants hydrosolubles à l'eau chaude. A 70 °C, le taux d'extractible à l'eau est de 13 % pour les cosses de ce fruit. Une fraction d'hémicelluloses de faibles poids moléculaires pourrait être ainsi entraînée.

La teneur en lignine des différents organes de ces plantes est aussi très variable, 5,7 % pour la gaine foliaire de *S. caudatum*, 13 % pour l'écorce de *P. dulce* et 33 % en moyenne pour la cosse de fruit de *P. biglobosa*. Cette teneur en lignine très élevée, associée à la présence de tannins, dans les cosses de fruit de néré justifie l'utilisation traditionnelle des cosses de cette plante dans la préparation d'enduction pour protéger les sols et les murs par les populations rurales de l'Afrique occidentale (Fafioye *et al.*, 2004 ; Sina , 2006).

De par la multiplicité des propriétés chimiques des matières protéiques (acides ou basiques, chargés ou neutres, polaires ou apolaires, hydrophobes ou hydrophiles) telles que signalées dans le chapitre trois (paragraphe 3.2.2.), les polypeptidiques constituant la MPB présentent beaucoup d'aptitude à former des liaisons chimiques variées plus ou moins fortes avec les groupements fonctionnels du matériel fibreux. Ces propriétés des protéines sont exploitables pour élaborer des panneaux de particules aux caractéristiques mécaniques intéressantes. Les protéines, et notamment celles de soja, et de tournesol sont proposées comme alternatives aux résines à base de formaldéhyde (Kalapathy *et al.*, 1995 ; Kumar *et al.*, 2002 ; Lambuth, 1994 ; Rouilly *et al.*, 2001 ; Rouilly, 2002 ; Rouilly *et al.*, 2006 b ; Geneau, 2006).

Parmi les organes de plante retenus dans la présente étude, l'écorce de tige de *P. dulce* offre le meilleur atout en termes de potentiel protéique avec ses 15 % de MPB, pour leur mise en œuvre dans l'élaboration de panneaux de particules.

Les polysaccharides, notamment les hémicelluloses et la fraction amorphe de la cellulose, sont susceptibles de passer à l'état fondu lors du thermopressage des panneaux, et de former des liaisons mécaniques en pénétrant les anfractuosités de la surface du matériel fibreux, remplissant ainsi les espaces vides laissés entre les particules, en s'y solidifiant (Frazier et Jianwen, 1998 ; Shi et Gardner, 2001 ; Lamure, 2006). En plus de cet ancrage purement

mécanique, les carbohydrates, à travers leurs groupements hydroxyles, forment des liaisons hydrogène avec les groupements fonctionnels des particules (Felby *et al.*, 2002 ; Yelle *et al.*, 2004). Les hydrates de carbone forment ainsi avec les particules et les fibres des liaisons mécaniques relativement fortes et des liaisons chimiques de force faible à moyenne qui peuvent être exploitées dans la mise en œuvre des panneaux de particules.

La lignine forme avec les tannins l'essentiel des polyphénols des plantes dont les applications dans le domaine des matériaux sont connues (Pizzi, 1994 ; Rowell, 1995 ; Sowunmi *et al.*, 1996; Bisanda *et al.*, 2003 ; Yelle *et al.*, 2004 ; Gardner *et al.* 2005). Les groupements carboxyliques latéraux des structures de ces polyphénols prédisposent ces derniers à des réactions chimiques de nature très variables (hydrolyse, chélation oxydative, acétylation, estérification, etc.) et par conséquent permettent des liaisons chimiques solides renforçant ainsi les opportunités de mise en œuvre de ces polyphénols dans l'élaboration des panneaux de particules.

De par la distribution des composants chimiques des organes de plantes riches en tannins retenues dans la présente étude et sans rien enlever aux atouts des holocelluloses, les cosses de *P. biglobosa* et les écorces de tige de *P. dulce*, nettement plus riches en matières protéiques et en lignine, pourraient présenter les meilleures aptitudes à former des liaisons relativement solides avec les particules dans l'élaboration des panneaux de particules.

Le total des constituants dosés donne 93,7 % pour la cosse de *P. biglobosa*, 100,5 % pour l'écorce de *P. dulce* et 83,8 % pour la gaine foliaire de *S. caudatum*. Les extractifs à l'eau chaude (100 °C, pendant 1 heure avec un rapport L/S de 100) de ces mêmes organes sont respectivement de 67,4 % ; 37,5 % et 6,7 %, et les taux de solubles aux réactifs NDF sont : 30,6 % ; 18,8 % et 21,2 % respectivement pour la cosse de *P. biglobosa*, l'écorce de *P. dulce* et la gaine foliaire de *S. caudatum*.

Les cosses de *P. biglobosa* contiennent, d'après les dosages, une forte proportion de lignine (anormalement élevée : 33 %). Mais ce sont elles aussi qui donnent le plus d'extractibles à l'eau [67 % (100 °C pendant 1 heure) et jusqu' à 73 % (Extraction à l'ASE : phase statique : 5 min, 2 cycles, Pression : 40 bars, L/S : 16, température : 150 °C)]. Ces résultats supposent que la cellulose et les lignines (49,7 + 32,95 = 82,95) sont partiellement solubilisées par l'eau ! Ce n'est pas vraisemblable. L'explication la plus plausible est qu'une partie des

tannins hydrolysables correspondant à la masse manquante serait extraite par le réactif NDF, et l'autre partie se retrouverait sous forme condensée avec la lignine (insoluble au réactif ADF mais détruite par l'action de KMnO_4). Cette hypothèse confirme le taux très faible d'hémicellulose = NDF-ADF (2,5 %).

Le bilan matières en excès de la composition de *P. dulce*, serait dû à la teneur en protéine qui est surprenante (15,5 %) pour des écorces qui sont d'ordinaire peu riches en matière protéique. Le facteur multiplicatif ($\times 6,25$) est probablement surévalué pour ce type d'organe.

Une perturbation des dosages ADF-NDF- KMnO_4 , serait à la base des 16 % de MS de manque au bilan matière de la gaine foliaire de *S. caudatum* (84 % dosés au total). Une partie des tannins condensés (proanthocyanidines) est solubilisée par les réactifs NDF, et éliminée. Cette action des réactifs NDF est confirmée par le taux élevé des solubles NDF (21 %) en comparaison avec la teneur des extractibles des gaines foliaires de *S. caudatum* à l'eau à 100 °C pendant 1 heure (6,7 %).

2.3.3.2. Propriétés thermogravimétriques du matériel liant tannifère

Les thermogrammes ATG de la pyrolyse (figures 2.18 – 2.20) des échantillons du matériel végétal tannifère présentent quatre phases sous air quoique la quatrième ne soit pas toujours bien marquée. Par contre, sous azote, seulement trois phases sont remarquables. Les pertes de masse observées au cours de la première phase (50 °C à 240 °C) sont respectivement sous air et sous azote de l'ordre de 15 et 22 % pour *P. biglobosa*, de 12 et 10 % pour *P. dulce* et de 15 et 15 % pour *S. caudatum*. Les taux de perte de masse supérieurs aux teneurs en eau des échantillons (6 à 9% de la masse initiale) indiquent qu'au cours de cette phase, outre l'élimination de l'humidité résiduelle, certains composés ont été transformés ou partiellement détruits. Les thermogrammes des analyses AED (Figure 2.21) appuient à cette assertion en montrant des modifications structurales qui apparaissent beaucoup plus tôt (120 – 135 °C) avec une phase exothermique plus marquée traduisant ainsi des déstructurations relativement importantes. Mellon et Sharma (2002) indiquent que les températures maximales de destruction de l'acide D-glucuronique et du fructose sont de 165 °C et 211 °C respectivement, températures bien inférieures à celle de fin de la première phase de l'ATG.

La deuxième phase située dans la gamme de températures allant de 240 °C à 420 °C pour les cosses de *P. biglobosa* et de 240 °C à 350 °C pour les deux autres organes de plantes riches en tannins, se caractérise par une pente de perte de masse abrupte. Au terme de cette phase, la masse totale du matériel riche en tannin a diminué de 50 % sous air pour tous les organes et à 65 % sous azote pour les cosses de néré, et à 75 % pour l'écorce de *P. dulce* et la gaine foliaire de *S. caudatum*. La perte de masse importante dans cette phase s'explique par la destruction des hémicelluloses non structurales et de la cellulose qui a lieu entre 365 et 460 °C (Mellon et Sharma, 2002 ; Strezov *et al.*, 2003 ; Tian *et al.*, 2003 ; Ouajäï et Shanks, 2005).

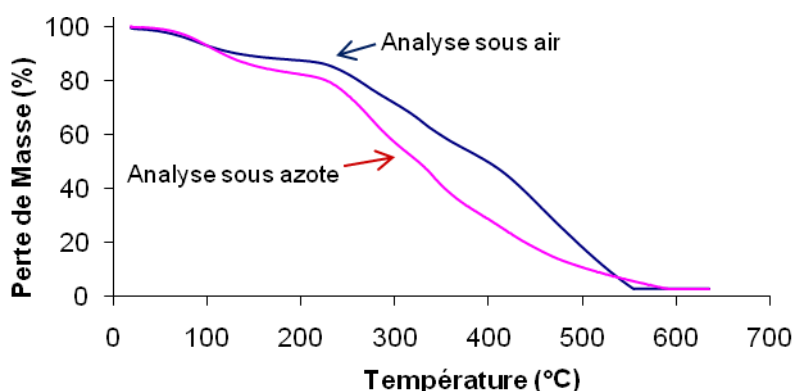


Figure 2.18 : Courbes de perte de masse de la cosse de *Parkia biglobosa* en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

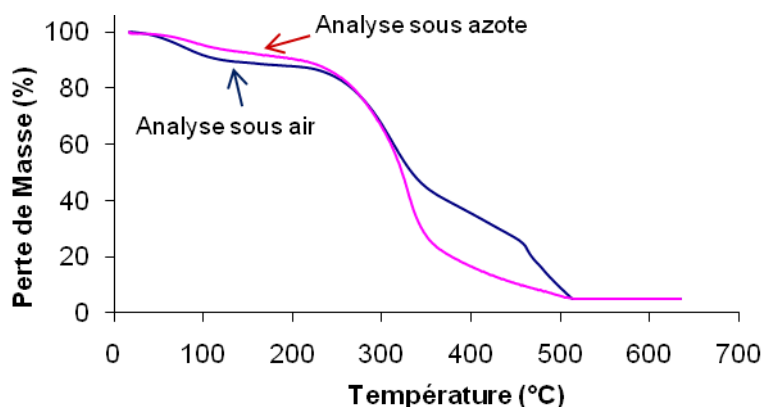


Figure 2.19 : Courbes de perte de masse de l'écorce de *Pithecellobium dulce* en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

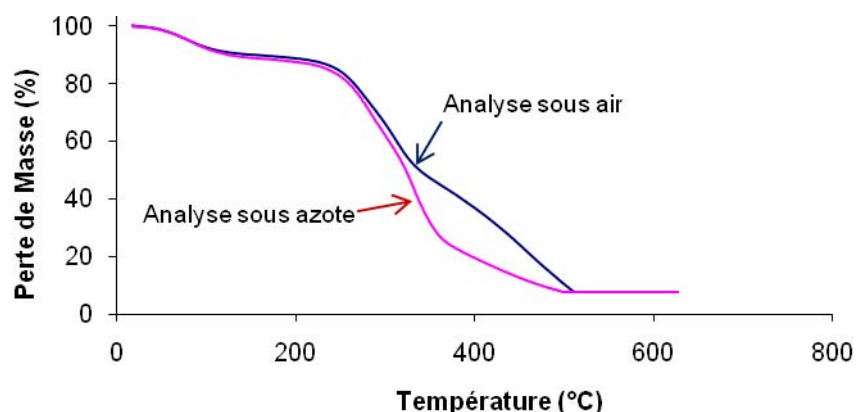


Figure 2.20 : Courbes de perte de masse de la gaine de *Sorghum caudatum* en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

Au cours de la troisième phase de pyrolyse, la matière organique des cosses de *P. biglobosa* a connu une perte de masse régulière et graduelle jusqu'à une valeur limite qui correspond à la masse des cendres brutes sa disparition à 570 °C sous air et 630 °C sous azote. Les écorces de tige de *P. dulce* et les gaines foliaires de *S. caudatum* ont perdu respectivement jusqu'à 75 % et 70 % de leur masse sous air avant d'amorcer une phase ultime, la quatrième, remarquable seulement sous air, et qui parachève à 570 °C la consommation total du matériel végétal. L'existence de cette quatrième phase entre les températures allant de 470 °C à 550 °C est l'expression de la destruction spécifique des hémicelluloses structurales et de la lignine qui sont thermiquement plus stables (Sharma, 1996 ; Mellon et Sharma, 2002 ; Strezov *et al.*, 2003). Sous azote, la troisième phase est celle ultime, caractérisée par une chute régulière de la masse du matériel riche en tannin jusqu'à la destruction complète de la matière organique à 630 °C. La nécessité d'apport calorifique plus importante pour terminer la destruction des échantillons sous azote montre que la formation de charbon est plus importante sous azote que sous air qui offre des conditions d'oxydation plus favorables.

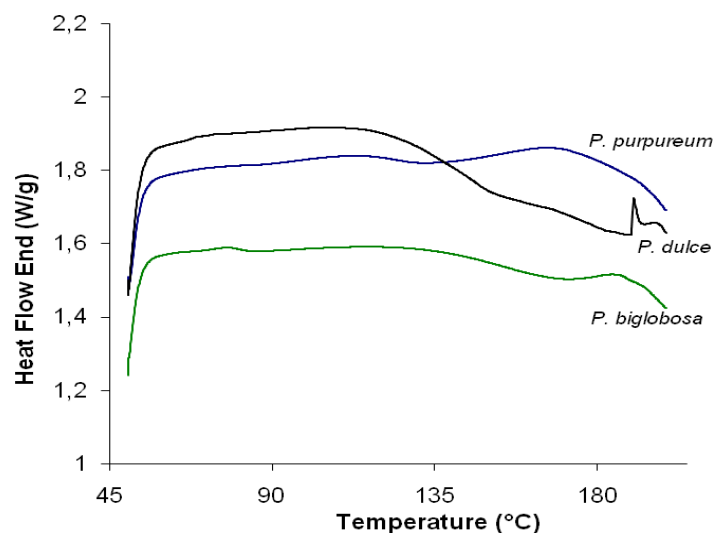


Figure 2.21 : Courbes de calorimétrie différentielle des plantes à tannins

De ce qui précède, il apparaît donc que les températures de thermopressage des panneaux de particules doivent être choisies dans la première phase de la pyrolyse notamment dans la plage de température comprise entre 110 °C et 240 °C qui correspond au début des modifications structurales des organes.

2.3.3.3. Propriétés des extraits aqueux de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. dulce*, et de gaine foliaire de *S. caudatum*

Taux d'extraction

La matière sèche extraite à l'eau (1 h à 70 °C, avec un ratio L/S de 8) représente respectivement 58,1 %, 23,3 % et 15,6 % de la matière sèche de cosse de néré, d'écorce de faux campêcher et de gaine foliaire de sorgho.

L'augmentation du ratio liquide/solide (Figure 2.22) à cette température, et surtout de la température (70 à 150 °C, pression 40 bars pour les températures supérieures à 100 °C) pour un ratio liquide/solide de 16 augmente le rendement d'extraction de matière sèche (Figure 2.23).

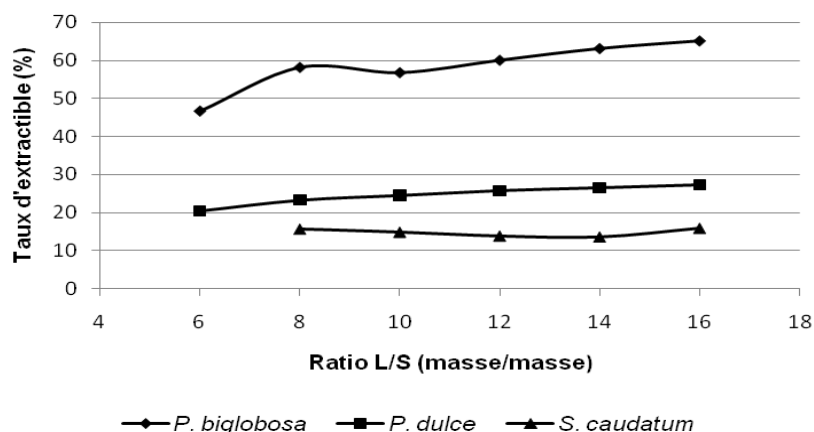


Figure 2.22 : Evolution du taux d'extractible (Matière sèche extraite/Matière sèche initiale) à l'eau, en fonction du ratio liquide/solide (masse/masse) à 70 °C

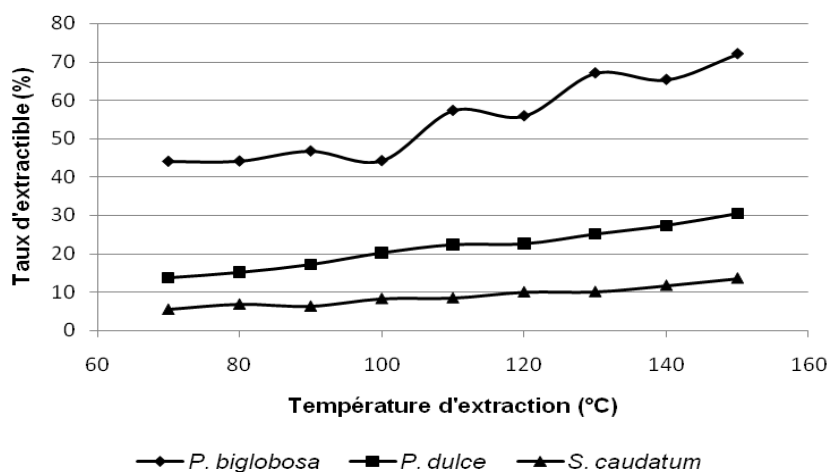


Figure 2.23 : Evolution du taux d'extractible (Matière sèche extraite/Matière sèche initiale) à l'eau, en fonction de la température à L/S=16

Le dosage des tannins dans les extraits aqueux révèle effectivement leur présence, en proportion variable selon l'organe de plante traitée et les conditions d'extraction aqueuse :

- a) Dans les gaines foliaires de *S. caudatum*, pour lesquelles le taux de matière sèche extraite reste limité à 13,6 % de MS dans les conditions les plus dures (L/S = 16, T = 150 °C, P = 40 bars), la teneur en tannins dans l'extrait varie de 17,8 à 25,3 %, correspondant à un rendement d'extraction par rapport à la matière sèche de 3,4 % au maximum (figures 2.24 – 2.26). Il apparaît donc que les gaines foliaires de *S. caudatum* sont peu riches en tannins hydrolysables. Rappelons cependant que ces organes sont connus pour contenir d'autres composants phénoliques, notamment l'apigénidine (un 3-

deoxyanthocyanidine), qui représenterait 10 à 20 % de la matière sèche de la gaine foliaire de *S. caudatum* selon certains auteurs (Dykes et Rooney, 2006), et est un colorant utilisé dans le domaine de l'alimentation et la coloration des matériaux, notamment des cuirs (Kouda-Bonafos *et al.*, 1994 ; Pale *et al.*, 1997 ; Bellemare, 1998). Ce colorant, extractible à l'eau, n'est pas dosé par la méthode de dosage des tannins que nous avons choisie.

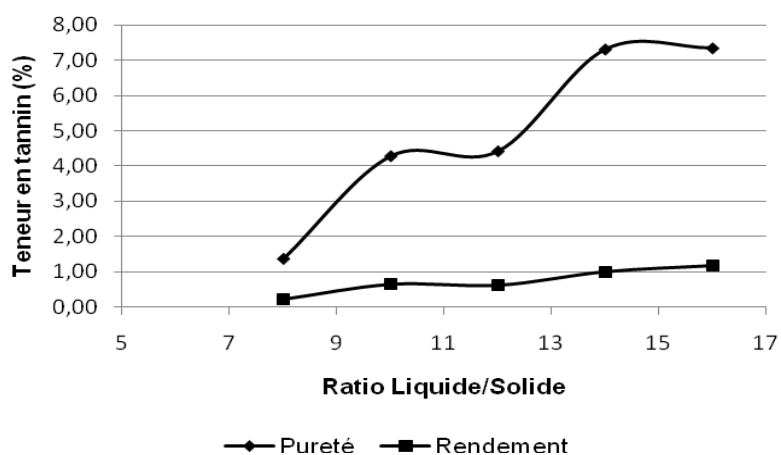


Figure 2.24 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *S. caudatum* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.

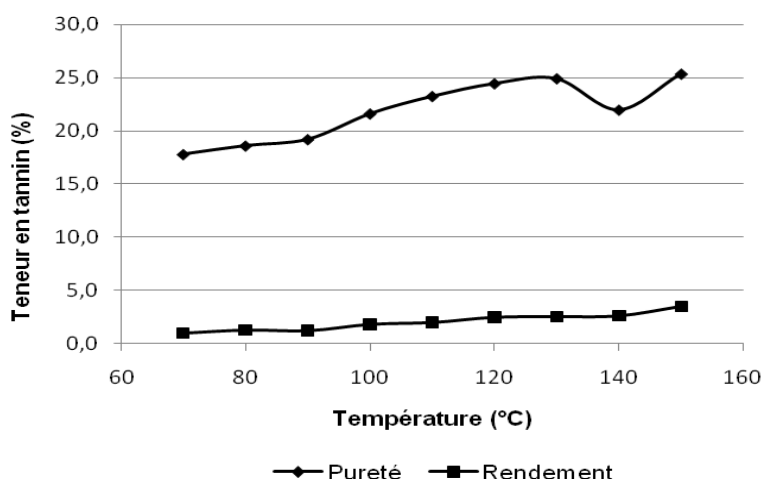


Figure 2.25 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *S. caudatum* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.

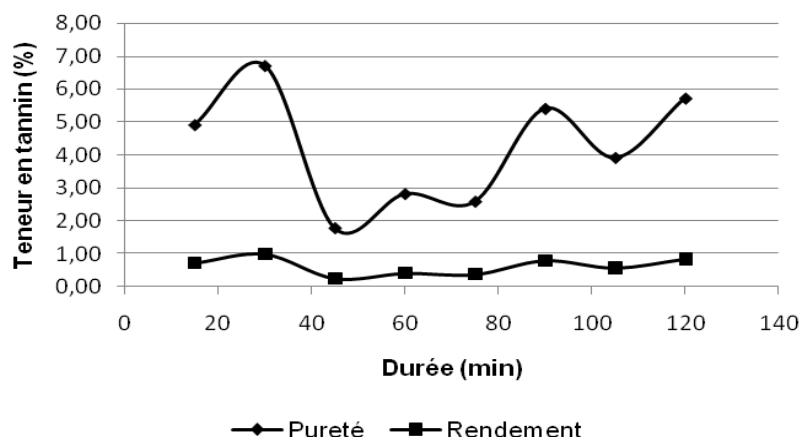


Figure 2.26 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *S. caudatum* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe) à 70 °C et L/S = 16.

b) La teneur en tannin dans les extraits de *P. dulce* est plus élevée (25,4 à 34,7 % MS d'extrait). Le rendement d'extraction en tannin augmente avec celui de la matière sèche extraite, de 15,6 à 32,2 % dans les conditions d'extraction les plus denses (L/S = 16, T = 150 °C) (figures 2.27 – 2.29). Ainsi, avec une teneur en tannin extractible à l'eau de 10,6 % à 150 °C, les écorces de *P. dulce* se rapprochent des écorces de châtaignier et de noyer pour lesquelles les teneurs ont respectivement de 8 à 10 % et de 7 à 11 % (Lee et Lan, 2006 ; Muetzel et Becker, 2006).

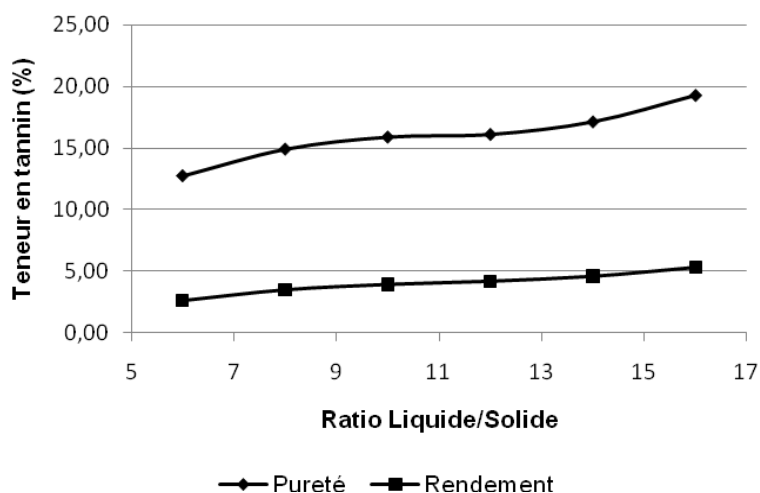


Figure 2.27 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *P. dulce* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.

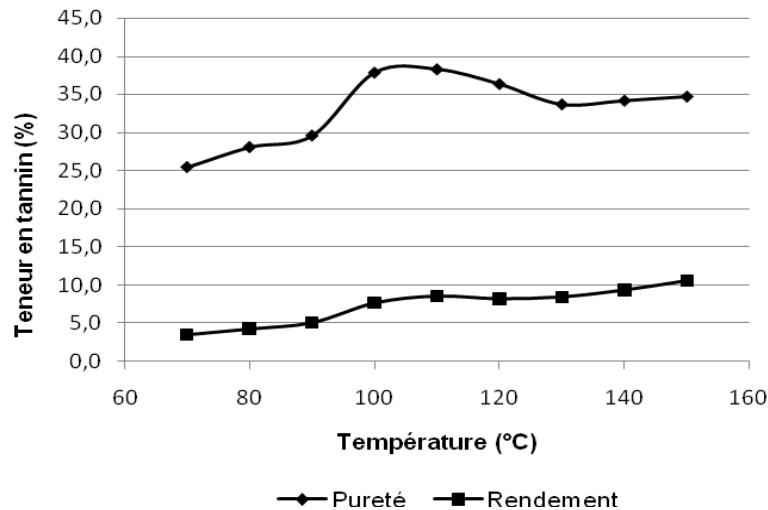


Figure 2.28 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *P. dulce* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.

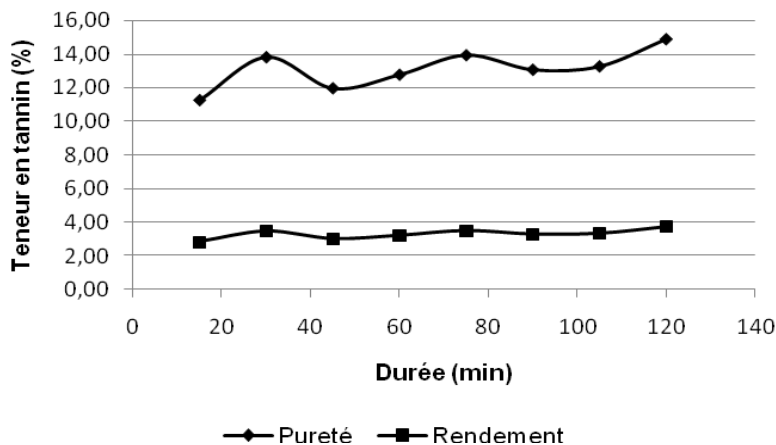


Figure 2.29 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *S. caudatum* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), à 70 °C et à L/S = 16.

c) Avec un taux d'extractibles à l'eau chaude systématiquement plus élevé (44 à 72 % de MS), les cosses de fruit de *P. biglobosa* se distinguent des deux autres organes étudiés. La teneur en tannins des extraits de cosse, voisine de 37 % entre 60 °C et 100 °C, augmente considérablement à 110 °C (48 % de MS d'extrait) pour continuer à croître entre 130 et 150 °C (figures 2.30 – 2.32). Il apparaît donc qu'une fraction importante de tannins est hydrolysable, à partir de 100 °C. Plus de 50 % de ces tannins seraient associés à d'autres constituants des parois, moins accessibles à l'extraction aqueuse.

Cependant, avec une teneur en tannins hydrolysables de 32,2 % par rapport à la matière sèche des cosses à 150 °C et un rapport L/S de 16, *P. biglobosa* se rapproche des teneurs données pour des écorces de bois connues pour leur richesse en oligomères phénoliques (écorce d'acacia de Taïwan : 51,6 %, pin de Chine : 46,5 %, Lee et Lan, 2006 ; Muetzel et Becker, 2006).

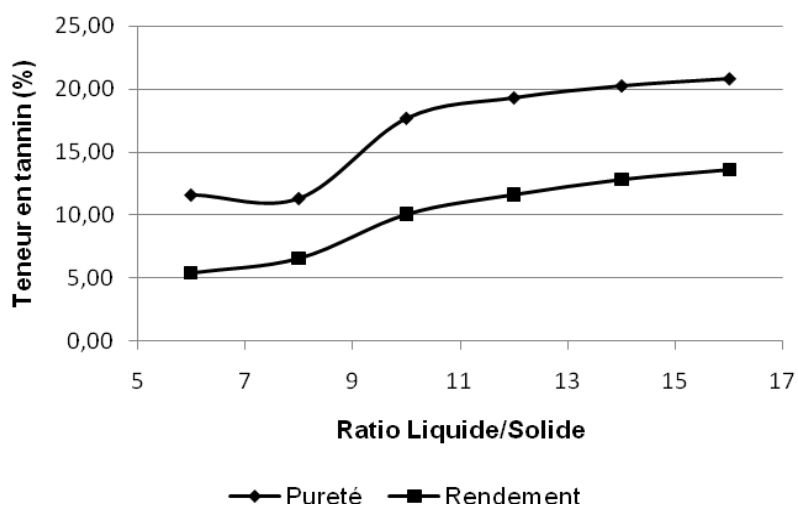


Figure 2.30 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *P. biglobosa* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction du ratio Liquide/Solide à 70 °C.

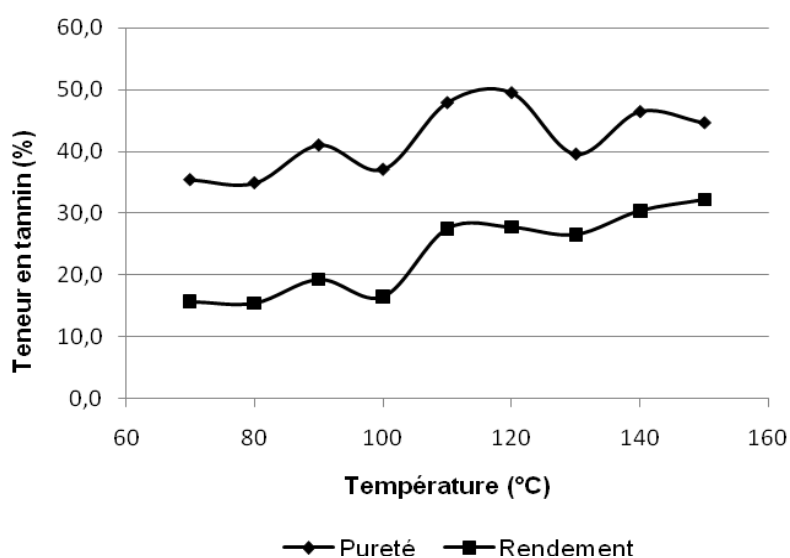


Figure 2.31 : Evolution de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *P. biglobosa* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), en fonction de la température à L/S = 16.

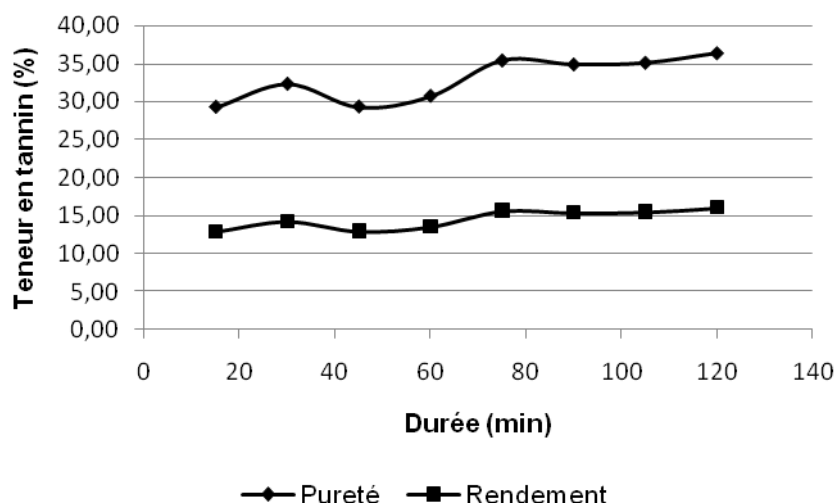
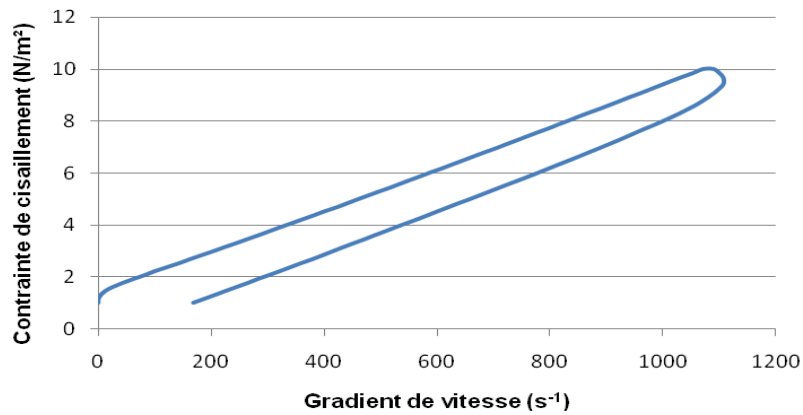


Figure 2.32 : Cinétique de l'extraction des tannins à l'eau de la gaine foliaire de *S. caudatum* (pureté : tannin/Matière sèche extrait et rendement : tannin/Matière sèche d'organe), à 70 °C et à L/S = 16.

En conclusion, bien que présents à des teneurs très différentes, les trois organes de plantes étudiés contiennent effectivement des tannins hydrolysables. Leur solubilité dans l'eau, associée à la stabilité thermique des matières qui les contiennent, permettent d'envisager l'étude de l'apport de ces tannins pour la formation d'un liant lors de l'incorporation directe des organes de plante dans le mélange de particules de kénaf, et du thermopressage en panneaux.

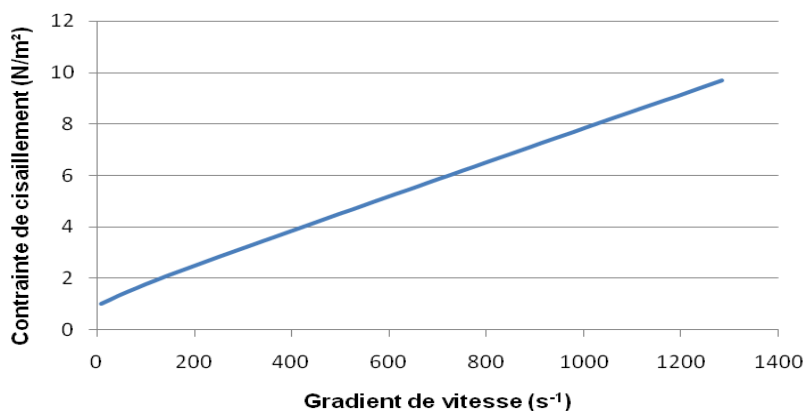
Par ailleurs, des extraits peuvent être obtenus par extraction aqueuse de tous ces organes, avec une richesse en tannin de 25 % pour le sorgho, 38 % pour le faux campêcher et 50 % pour le Néré. Remis en solution, ces extraits conduisent à des hydrocolloïdes, dont le comportement à l'écoulement est de type rhéofluidifiant (figures 2.33 – 2.35), et la viscosité à faible contrainte est proche de celle d'une colle UF, pour des teneurs en matière sèche d'extrait de 20 à 25 % dans l'eau.

Ces extraits pourront donc aussi être mis en œuvre sous forme d'hydrocolloïde pour étudier l'apport des tannins dans la formation d'un liant pour l'obtention des panneaux de particules de kénaf.



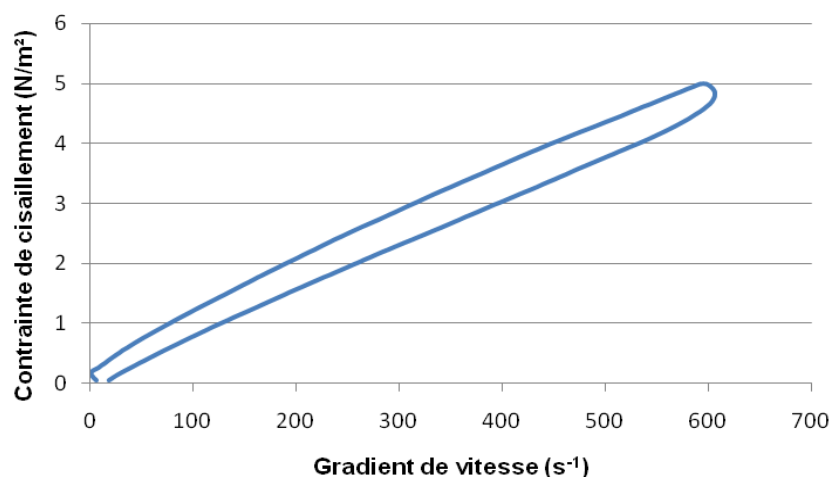
Gradient Vitesse (γ° en s^{-1})	Contrainte de cisaillement (τ en Pa)	Viscosité (η en Pa.s)
0,11	1,00	8,73
0,36	1,15	3,22
4,46	1,31	0,29
12,55	1,46	0,12
26,00	1,61	0,06
62,20	1,92	0,03
100,41	2,22	0,02
203,34	2,98	0,01

Figure 2.33 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait de cosse de *P. biglobosa* à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s^{-1}).



Gradient Vitesse (γ° en s^{-1})	Contrainte de cisaillement (τ en Pa)	Viscosité (η en Pa.s)
10,21	1,00	0,10
27,66	1,15	0,04
44,24	1,31	0,03
62,93	1,46	0,02
142,42	2,07	0,01

Figure 2.34 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait d'écorce de *P. dulce* à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s^{-1}).



Gradient Vitesse (γ° en s^{-1})	Contrainte de cisaillement (τ en Pa)	Viscosité (η en Pa.s)
6,40	0,04	0,01
1,00	0,17	0,17
3,49	0,21	0,06
8,26	0,25	0,03
15,15	0,34	0,02
48,13	0,71	0,01

Figure 2.35 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ (N.m-2) d'une solution d'extrait de gaine foliaire de *S. caudatum* à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse γ (s^{-1}).

2.3.4. Caractérisation des plantes riches mucilages *Bombax costatum* et *Grewia venusta*

2.3.4.1. Composition chimique des calices de fleur de *B. costatum* et des écorces de tiges de *G. venusta*

La répartition des principaux constituants des organes de plantes sélectionnées par leur teneur en mucilage est rapportée dans le tableau 2.6.

Teneur en matière minérale

La teneur en minéraux des calices de *B. costatum* (5,5 %), nettement supérieure à celle relevée par Glew *et al.*, (1997), est près de deux fois plus faible que celle dosée dans l'écorce de *G. venusta* (9,5 %). La comparaison de ces valeurs avec celles obtenues pour les autres organes de plantes étudiées (tableau 2.5 : 2,9 ; 4,97 et 7,76 respectivement pour la cosse de *P. boglobosa*, l'écorce de *P. dulce* et la gaine foliaire de *S. caudatum*) montre qu'elles sont

proches de celles d'écorce de *P. dulce* pour la première, et de gaine foliaire de *S. caudatum* pour la seconde. Ce qui souligne l'absence de corrélation entre la teneur en matière minérale et la nature de l'organe de plante analysé, d'autant plus que même pour un même organe, ces teneurs en matières minérales sont susceptibles de varier aussi en fonction de la nature du sol et de l'âge (INRA, 1981).

Le taux de matière minérale particulièrement élevé des écorces de *G. venusta* peut s'expliquer par le fait que ces écorces sont plus riches en pectines. Or les pectines sont des polyélectrolytes associés à des cations sous forme de sel d'acide polygalacturonique (tableau 2.8 : 49,7 à 61 % de l'extrait aqueux sec). Ce qui pourrait conduire à une teneur en matière minérale plus élevée. Cette hypothèse s'appuie sur une forte teneur des extraits aqueux de ces organes en matière minérale (26%).

Teneur en lipides

Les calices de *B. costatum* montrent un teneur en matière grasse (0,84 %) faible, comparativement à l'écorce de *G. venusta* (1,14 %). Cette teneur en MG des calice de *B. costatum* est 2 fois plus faible que celle obtenue par Glew *et al.*, (1997) (2,5 %) sur le même type de matériel végétal.

Tableau 2.6 : Composition chimique des organes de plantes mucilagineuses

Composants (%)	Organes de Plantes mucilagineuses	
	Calice de fleurs de <i>Bombax costatum</i>	Ecorce de tige de <i>Grewia venusta</i>
Taux de matière sèche	89,76	89,04
Matière minérale	5,47	9,55
Lipide	0,83	1,14
Matière protéique brute	7,87	4,06
Cellulose	22,58	50,32
Hémicellulose	39,82	21,12
Lignine	4,95	3,82

Les teneurs sont exprimées pour 100 g de matière sèche

Teneurs en matière protéique brute

La teneur en matière protéique des calices de *B. costatum* identique à celle relevée par Glew *et al.* (1997) est relativement élevée (près de 8 %), comparée à celle de l'écorce de tige de *G. venusta* (4 %). Ici aussi, la comparaison aux valeurs trouvées pour les autres organes de plante étudiés (tableau 2.5 : 4,7 % ; 15,5 % et 3,8 % respectivement pour la cosse de *P. biglobosa*, l'écorce de *P. dulce* et la gaine foliaire de *S. caudatum*), ne permet pas d'établir une corrélation entre la teneur en matières protéiques et la nature de l'organe de plante analysé. S'agissant de protéines métaboliques (enzymes, ...) ou de structure (parois jeunes), leur teneur peut varier largement en fonction de l'âge et la structure des tissus cellulaires étudiés (Tambwe, 1987 ; Nenonene, 1991).

Teneurs en cellulose, hémicelluloses et lignine

Les constituants fibreux (cellulose + hémicellulose + lignine) des parois de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* représentent respectivement 67 et 75 % de la matière sèche de ces organes. Dans les deux cas, la teneur en lignine y est faible (inférieure à 5 et 4 %) ce qui souligne la différence avec les fibres lignocellulosiques du kénaf (11,5 et 15 %). Associé à une teneur en holocellulose (cellulose + hémicellulose : 62 % dans *B. costatum* et 71 % dans *G. venusta*), ces faibles teneurs en lignine sont caractéristiques des structures de tissus cellulaires jeunes (peu lignifiés), indicateurs aussi de la présence de pectines en forte proportion. Cette présence de constituants mucilagineux, essentiellement de nature pectique, est confirmée par la forte proportion d'extractible à l'eau et au réactif NDF, sur laquelle nous reviendrons lors de la caractérisation des extraits.

Les totaux des constituants dosés indiquent un déficit de 18 % de matière sèche des calices de *B. costatum* et de 10 % de celle de l'écorce de *G. venusta*. Les colmatages fréquents observés lors des dosages ADF-NDF-KMnO₄ constituent des perturbations qui expliquent en partie ces manques de MS dans le bilan matière.

De plus la forte teneur en extractibles à l'eau chaude (1 heure à 100 °C) des écorces de *G. venusta* (41 %) est également une des origines de ce déficit MS au bilan matière.

2.3.4.2. Propriétés thermiques des calices de *B. costatum* et écorces de *G. venusta*

Comme dans le cas des précédents organes, les thermogrammes ATG des calices de *B. costatum* et des écorces de *G. venusta* ont révélé quatre phases de perte de masse avec l'augmentation de la température sous air, la quatrième et dernière phase étant moins marquée sous azote (figures 2.36 et 2.37). Ainsi, après une première étape de perte de masse atteignant 10 %, entre 50 et 120 °C, correspondant à l'élimination des 10 % d'eau dans les échantillons, la première phase se poursuit jusqu'à 220 °C, pour laquelle la perte de masse atteint 20 à 22 %, correspondant à la destruction des glucides libres, d'acides uroniques et d'une fraction protéique (Sharma, 1996 ; Mellon et Sharma, 2002 ; Wongsasulak *et al.*, 2006). Au-delà de ces températures (220-240 °C), sous air, les trois autres phases se développent, avec des pentes de perte de masse en fonction de l'élévation de température, différentes, correspondant successivement à la destruction des hémicelluloses, de la cellulose et des lignines (Sharma, 1996 ; Mellon et Sharma, 2002 ; Tian *et al.*, 2003 ; Strezov *et al.*, 2003 ; Ouajai et Shanks, 2005). Comme précédemment, pour les autres organes des plantes étudiées (figures 2.18 – 2.20), la perte de masse entre 240 et 350 °C est plus rapide sous azote, puis plus lente jusqu'à 600 °C.

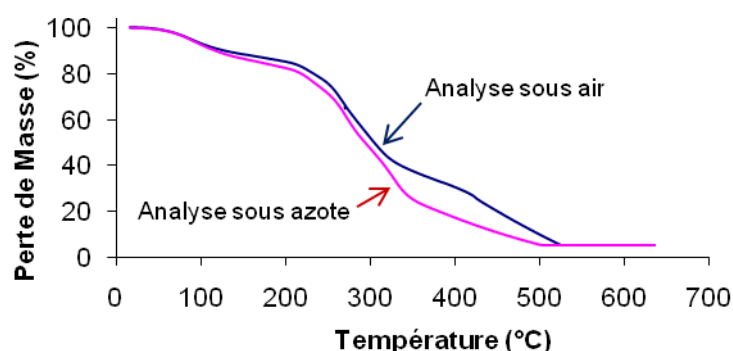


Figure 2.36 : Courbes de perte de masse de sépales de *Bombax costatum* en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

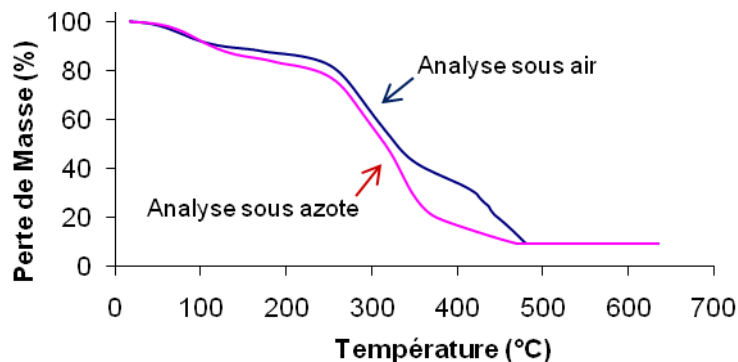


Figure 2.37 : ATG Courbes de perte de masse d'écorce de tige de *Grewia venusta* en analyse thermogravimétrique sous air et sous azote

Les thermogrammes AED des calices de *B. costatum* et des écorces de *G. venusta* révèlent de nettes modifications de structure des constituants entre 120 et 190 °C (Figure 2.38), gamme de température pour laquelle la perte de masse restait limitée à moins de 10 %, après la phase d'élimination d'eau. Après une phase de flux de chaleur exothermique qui passe par un maximum, à 168 °C pour *G. venusta* et 156 °C pour *B. costatum*, le flux redevient endothermique, avec un maximum à 172 °C pour *G. venusta* et 168 °C pour *B. costatum*. Simultanément, un pic enthalpique, endothermique apparaît à 185 °C pour *G. venusta* et 175 °C pour *B. costatum*. Ces phénomènes de transition structurale ou de dénaturation-destruction des biopolymères sont difficilement attribuables avec certitude aux différents constituants en l'état actuel des connaissances. Ils sont cependant vraisemblablement liés à la présence des mucilages et pectines dans les organes de plantes étudiés, et traduisent les modifications structurales susceptibles d'intervenir lors du thermopressage des panneaux dans cette gamme de température.

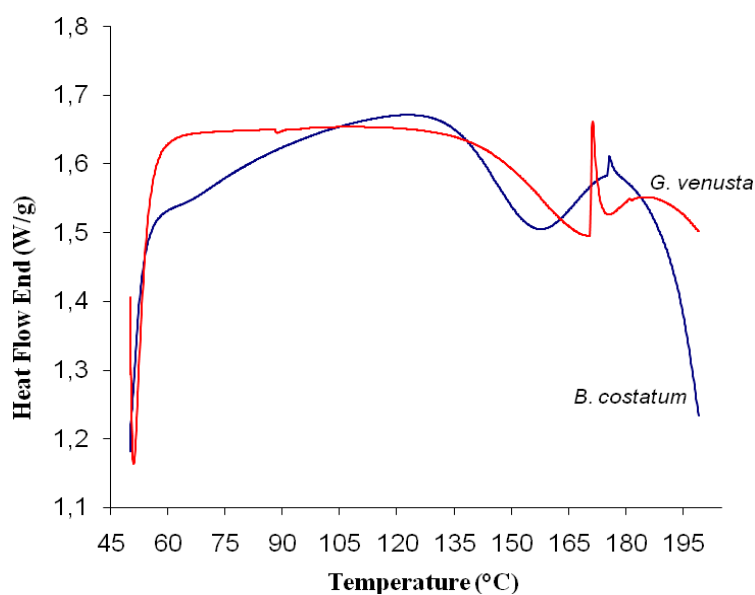


Figure 2.38 : Courbes de calorimétrie différentielle de calices de *B. costatum* et de d'écorce de *G. venusta*

2.3.4.3. Composition des extraits de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta*

L'extraction à l'eau chaude (1h à 100 °C) des calices de *B. costatum* et d'écorces de *G. venusta* conduit à des rendements en matière sèche extraite de 45 % et 34 % respectivement. Une fraction importante de cette matière sèche extraite est constituée de pectines comme le montrent les rendements en substances pectiques précipitées à l'éthanol après extraction aqueuse à 20 °C (tableau 2.7). Ainsi, 75 % de la matière sèche extraite de *B. costatum* serait de nature pectique, et 60 % dans le cas de *G. Venusta*.

Tableau 2.7 : teneur en extractibles totaux et en pectines des organes de plantes mucilagineuses en pourcentage de matière sèche d'organe

Organes et plantes	Extractibles (%)	Pectines (%)
Calices de <i>B. costatum</i>	44,79	33,71
Ecorce de tige de <i>G. venusta</i>	19,99	12,00

L'analyse de la teneur en acide galacturonique des extraits de ces deux organes confirme leur nature pectique (tableau 2.8) avec 55 % et 50 % respectivement dans les extraits de calice de *B. costatum*, et 49 % et 61 % respectivement dans les extraits d'écorce de *G. venusta*.

Tableau 2.8 : Teneur en acide galacturonique dans les extraits de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. Venusta*

	Calice de <i>B. costatum</i> (% de MS)	Ecorce de tige de <i>G. venusta</i> (% de MS)
Extractible à l'eau chaude	55,5	49,7
Substance pectique précipitée, lyophilisée	49,1	61,1

Avec des teneurs inférieures à 65 %, selon la directive 98/86 de la Communauté Européenne, ces extraits ne peuvent être appelés pectines, mais doivent effectivement être désignés sous le nom de substances pectiques, issues de la protopectine produite par ces plantes.

Tableau 2.9 : Composition des extractibles totaux et des pectines lyophilisées du calice de *B. costatum* et de l'écorce de tige de *G. venusta* en sucres simples (en pourcentage de sucres totaux non compris les acides galacturoniques).

Composants chimiques	Calices de <i>B. costatum</i>		Ecorce de tige de <i>G. venusta</i>	
	Extractibles totaux (%)	Pectines (%)	Extractibles totaux (%)	Pectines (%)
Rhamnose	14,45	22,94	11,18	6,31
Fucose	14,28	7,38	7,46	18,52
Arabinose	33,39	59,88	4,83	8,79
Glucose	16,29	1,82	53,64	56,04
Galactose	4,28	1,00	1,28	6,21
Mannose	7,60	-	-	-
Xylose	1,06	0,91	13,31	-
Maltose	1,27	3,86	2,34	-
NI	6,44	1,15	4,13	-
NI	0,94	1,06	1,83	-

NI : non identifié

L'analyse de la composition osidique des extraits aqueux et des substances pectiques isolées (tableau 2.9) montre que les structures pectiques de *B. costatum* et *G. venusta* sont nettement différentes, et sont associées dans l'extrait aqueux à des polysaccharides de nature hémicellulosique tout aussi différents.

Les pourcentages indiqués en répartition des sucres correspondent à la teneur dans l'extrait moins les acides galacturoniques. Notons que la présence de fucose en proportion significative les distingue des pectines classiques. La présence d'une forte proportion de rhamnose et d'arabinose dans l'extrait pectique indiquerait l'existence de nombreux coudes pectiques entre les chaînes principales d'acide galacturonique, substitué par des chaînes latérales et arabinanes, de petites tailles (Figure 2.39). Par contre, la présence d'autres sucres dans l'extrait aqueux (glucose, mannose, xylose) indique que ces substances pectiques sont associées dans la structure pariétale à d'autres polysaccharides solubles de type hémicellulosique.

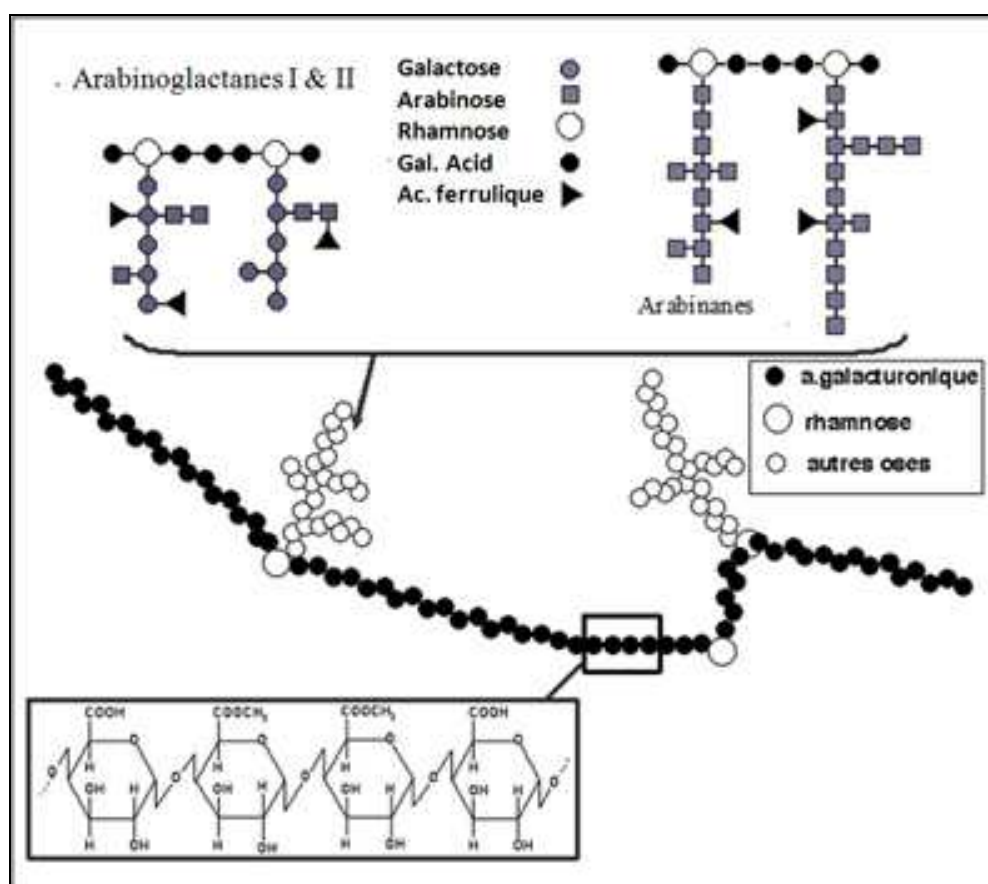


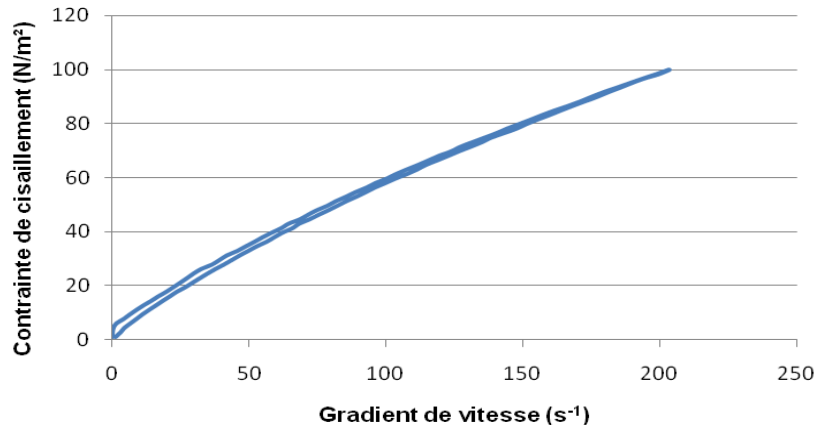
Figure 2.39 : Schéma de structure de substances pectiques complexes (Gidley *et al.*, 2002).

La structure des substances pectiques isolées à partir des écorces de *G. venusta* apparaît plus complexe : plus riches en acide galacturonique, la faible proportion de rhamnose indique probablement l'existence de chaînes polygalacturoniques plus longues, mais la présence de nombreux autres sucres en proportion significative (glucose, mannose, xylose) associée à celle d'arabinose, laisse supposer l'existence de ramifications plus complexes que précédemment. Remarquons que ces sucres sont aussi présents dans l'extrait aqueux, en proportions différentes, particulièrement pour le xylose et le glucose, ce qui indiquerait que des hémicelluloses du type xyloglucane sont associées aux substances pectiques de *G. venusta*.

Ces caractéristiques des extraits mucilagineux de *B. costatum* et *G. venusta*, tant par leur richesse en substance pectique, que par la structure ramifiée des polysaccharides extraits, laissent présager d'une forte activité épaississante de ces hydrocolloïdes.

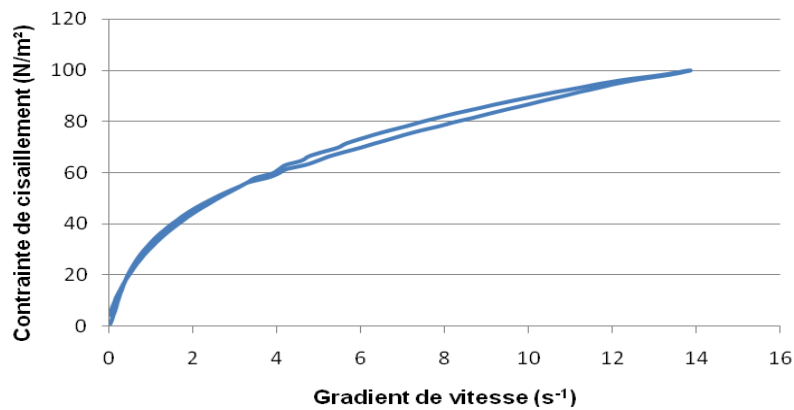
2.3.4.4. Propriété rhéologique des extraits mucilagineux

L'analyse des courbes d'écoulement (figures 2.40 et 2.41) obtenues au rhéomètre à contrainte imposée, pour les hydrocolloïdes à 9 % d'extrait de *G. venusta* et 25 % d'extrait de *B. costatum* révèlent leur caractère rhéofluidifiant. A ces teneurs en matière sèche, qui correspondent à la limite à partir de laquelle les hydrocolloïdes gélifient, les viscosités à faible contrainte sont élevées : 47,8 Pa.s pour *G. venusta* et 58,4 Pa.s pour *B. costatum*, à $\tau = 2,7$ et 12,8 Pa respectivement. La phase de descente de la courbe d'écoulement de l'hydrocolloïde à 9 % d'extrait de *G. venusta* se caractérise par une gélification plus importante ayant pour conséquence un épaississement et une viscosité très élevée : 304 Pa.s à $\tau = 4,4$ Pa.



Gradient Vitesse ($\dot{\gamma}$ en s^{-1})	Contrainte de cisaillement (τ en Pa)	Viscosité (η en Pa.s)
0,06	1,00	34,92
0,34	2,68	58,44
1,05	4,36	13,70
3,40	7,71	1,87
23,20	26,17	0,81
0,01	4,36	304,20

Figure 2.40 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ ($N.m^{-2}$) d'une solution d'extrait de calice de *B. costatum* à 25 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (s^{-1}).



Gradient Vitesse ($\dot{\gamma}$ en s^{-1})	Contrainte de cisaillement (τ en Pa)	Viscosité (η en Pa.s)
0,03	1,00	31,74
0,11	4,36	41,11
0,27	12,75	47,85
0,74	27,85	37,40
1,46	39,59	27,05
3,12	54,69	17,55

Figure 2.41 : Evolution de la contrainte de cisaillement τ ($N.m^{-2}$) d'une solution d'extrait d'écorce de *G. venusta* à 9 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (s^{-1}).

En conclusion, les extraits de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* pourront être mis en œuvre sous forme d'hydrocolloïde, de viscosité comparable à celles requises pour la plupart des bioadhésifs commerciaux (5 à 75 Pa.s par exemple pour la colle à base de soja dans le collage de matériaux très absorbants). La présence de groupements acide galacturonique des substances pectiques apparaît comme un facteur favorable aux réactions d'estérification et de saponification susceptibles de conduire à une réticulation du liant lors du thermopressage des particules de kéraf. De tels extraits obtenus à partir de pulpe de betterave ont déjà été testés dans le domaine du collage des bois (Damiot, 1998). Par ailleurs, la stabilité thermique, associée à la solubilisation par l'eau des constituants mucilagineux de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* nous conduisent à étudier leur incorporation directe dans le mélange de particules de kéraf pour l'élaboration des panneaux.

CONCLUSION

La composition chimique et les comportements thermiques de matériaux susceptibles de servir de sources de fibres (*H. cannabinus* : kéraf) ou de liants riches en tannins (*P. biglobosa* : néré, *P. dulce* : faux campêcher, *S. caudatum* : sorgho rouge) ou en pectines (*B. costatum* : kapokier à fleurs rouges et *G. venusta*) ont été étudiés dans la perspective d'élaboration de panneaux de particules sans formaldéhyde ou très peu. Les méthodes d'analyse gravimétriques (ADF & NDF, Kjeldahl, etc.) et thermogravimétriques (ATG & AED) ont été utilisées pour la caractérisation de ces matériaux. Les propriétés de certaines matières premières végétales susceptibles d'être utilisées dans le processus de thermopressage des panneaux de particules et des panneaux de fibres ont été étudiées à l'aide de dispositifs d'analyse thermique (ATG et AED).

Les compositions chimiques des différentes matières premières végétales sélectionnées pour nos études ont révélé que ces matériaux présentent des aptitudes favorables pour leur utilisation dans l'élaboration des panneaux de particules.

L'étude du comportement thermique des matières premières végétales a montré la dépendance de ce paramètre vis-à-vis des espèces végétales d'origine. Les matériaux fibreux ont affiché une résistance plus importante à la transformation structurale sous l'effet de la température que le matériel non fibreux. Les matériaux sources de liant semblent moins

stables mais un programme judicieux d'apport de l'eau et de pression permettra de résoudre les problèmes éventuels qui peuvent se poser.

Une attention particulière doit être portée à la température de chauffage qui doit principalement se situer entre 110 °C et 250 °C pour les opérations de mise en forme des panneaux de particules thermopressés.

La définition des conditions opératoires basées sur l'étude des effets de la température, de l'humidité, de la pression de thermopressage, du taux et des conditions d'incorporation des liants naturels indispensables pour la mise en œuvre de ces matériaux d'origine végétale dans l'élaboration des panneaux de particules font l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE 3

ETUDE DE LA MISE EN ŒUVRE DES
DIFFERENTS BIOADHESIFS DANS
L'ELABORATION DES PANNEAUX DE
PARTICULES

INTRODUCTION

L'élaboration de panneaux de particules de kénaf a fait l'objet de plusieurs travaux dans le cas de résines synthétiques du type urée-formaldéhyde, phénol formaldéhyde, etc. (English *et al.*, 1997a ; Sellers, 2001 ; Zanetti *et al.*, 2003 ; Nemli, 2003 ; Guler et Ozen, 2004). Quelques essais sont aussi décrits avec des liants à base de polypropylène et de plastiques recyclés (Youngquist *et al.*, 1994 ; Sanadi *et al.*, 1995 ; English *et al.*, 1997b ; Stark et Sanadi, 2000 ; Mohanty *et al.*, 2002 ; Drzal *et al.*, 2003). En dehors des travaux de Xu *et al.* (2003) qui décrivent l'obtention de panneaux à partir du bois de kénaf traité par injection de vapeur d'eau, sans addition de liant, aucun travail ne fait référence à la mise en œuvre de liants d'origine «naturelle» dans les panneaux de particules à base de particules de tige écorcée kénaf.

Après avoir étudié les caractéristiques physico-chimiques des différentes matières premières retenues pour l'élaboration de nos panneaux de particules de tige écorcée de kénaf, nous envisagerons, dans ce chapitre, la mise en œuvre de la résine urée-formaldéhyde, afin de définir un protocole opératoire pour le thermopressage et étudier l'influence des principaux facteurs sur les caractéristiques des panneaux. Puis nous étudierons les possibilités offertes par la colle d'os comme liant d'origine animale ainsi que les extraits d'organes de plantes d'origine africaine que nous avons sélectionnées comme sources de liant d'origine végétale.

3.1. ETUDE DE L'ELABORATION DES PANNEAUX DE PARTICULES DE KENAF AVEC UNE RESINE UREE-FORMOL

3.1.1. Matériel et méthodes

3.1.1.1. Préparation des particules de kénaf

Les tiges d'*H. cannabinus*, produites à la station d'expérimentation Agronomique de l'Ecole Supérieure d'Agronomie, Université de Lomé, ont été récoltées à maturité, après séchage sur pied (120 jours). Les tiges sont écorcées et sotckées sous abri pendant deux semaines pour séchage final. La matière sèche des tiges écorcées est alors de 92 %. Les tiges écorcées de kénaf sont broyées en particules grossières (photographie 3.1) à l'aide d'un broyeur à marteau de type ELECTRA VS1 équipé d'une grille de 18 mm de maille. Les particules

obtenues sont séchées 48 heures à l'étuve à 70 °C avant d'être broyées à nouveau dans un broyeur à couteau de type RETSCH SM100 équipé d'une grille de 5 mm de maille. La distribution granulométrique des particules ainsi obtenues (photographie 3.2.) est donnée au paragraphe n° 2.3.1.3 (figure 2.5), et la matière sèche moyenne est de 90 %.



Photo 3.1 : Particules grossières de tige sans écorce de kénaf. Photo 3.2 : Particules de tige sans écorce de kénaf.

3.1.1.2. Préparation des panneaux de particules de kénaf

Les particules de kénaf écorcé, broyé et séché sont mélangées à la résine UF et l'eau au malaxeur planétaire de type PERRIER 721, pendant 10 minutes. La résine urée-formaldéhyde est une résine sous forme liquide (solution UF dans l'eau) prête à l'emploi, fournie par la société grecque Chimar Hellas SA (référence 106), dont les caractéristiques sont les suivantes : taux de matière sèche 65 % ; densité 1,286 ; pH = 8 ; viscosité à 25°C : 0,09 Pa.s. Le taux de résine UF incorporé est défini par le rapport $M_{UF}/(M_{UF} + M_P) \times 100$, avec M_{UF} la masse de matière sèche de résine UF et M_P la masse de matière sèche de particules de kénaf. Le taux d'eau du mélange (H_m) est ajusté par ajout d'une quantité d'eau définie comme suit : Masse d'eau ajoutée = $M_m \times H_m - [M_K \times H_K + M_R \times H_R]$, avec M_m masse totale du mélange ; H_m humidité du mélange recherchée ; M_K masse totale de particules de kénaf, H_K humidité des particules de kénaf (5 %) ; M_R masse de résine incorporée et H_R humidité de la résine (35 %). Le mélange est introduit par garnissage gravitaire manuel dans un moule carré de 27 cm x 27 cm (photographie 3.3) préchauffé à la température choisie pour le thermopressage, pour former un MAT (matelas de particules) régulier et d'épaisseur quasi-constante (3,7 à 4 cm). Le moule, fermé par une plaque

supérieure, est placé entre les deux plateaux chauffants (plateau inférieur fixe et supérieur mobile) d'une thermopresse hydraulique manuelle de type PE1 10T de marque PINETTE (photographie 3.4).



Photo 3.3 : Moule mis en œuvre pour l'étude du thermopressage



Photo 3.4 : Presse à plateau chauffant PE1 10 T

Les montées en pression jusqu'aux valeurs de consigne choisies (P_1 : 82 T.m^{-2} correspondant à une pression de 1,6 MPa et P_2 : 137 T.m^{-2} correspondant à une pression de 2,7 MPa) sont effectuées manuellement rapidement (3 à 5 s), et la pression est maintenue pendant une durée choisie : (t_1 : 1 ou 5 min et t_2 : 4 ou 20 min) comme illustré par la figure 3.1.

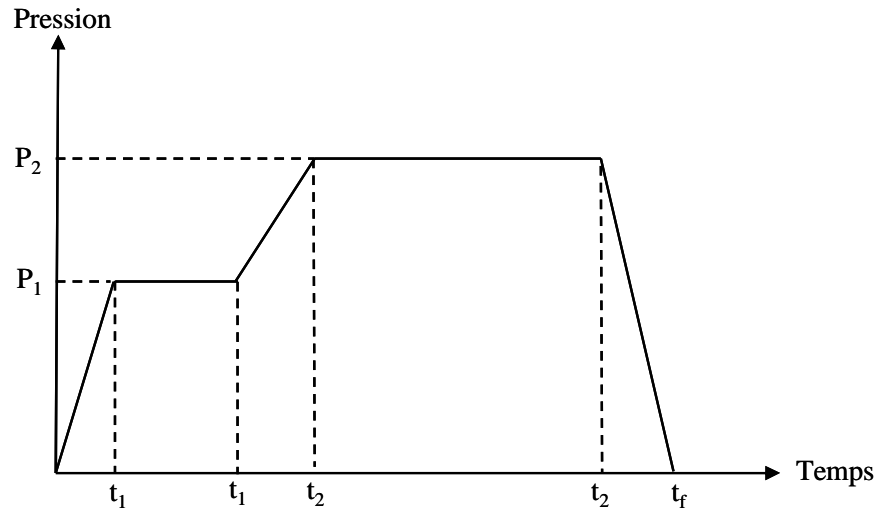


Figure 3.1 : graphe de montées en pression dans l'élaboration des panneaux de particules

En fin de cycle, la durée de la détente, correspondant à l'ouverture du moule, est fixée à 60 secondes. Les plaques sont démoulées et caractérisées après refroidissement à l'air ambiant pendant 30 minutes après démoulage.

3.1.1.3. Caractérisation des panneaux de particules de kénaf

Les plaques sont pesées et leurs dimensions déterminées. L'épaisseur moyenne est obtenue en répétant 8 mesures réparties aléatoirement sur les quatre côtés de la plaque. La masse volumique du panneau est calculée par le rapport masse de la plaque/volume de la plaque.

Le gonflement est estimé par l'augmentation de l'épaisseur de la plaque après 2 et 24 heures d'immersion totale dans l'eau.

Le module d'élasticité en flexion (MOE) et le module de rupture en flexion ou résistance à rupture en flexion (MOR) sont déterminés selon la norme NFEN 310 (paragraphe 1.3.3) à l'aide d'une machine d'essai JFC de type H5KT équipé d'une cellule de force de 100 N, la distance entre appuis de 100 mm, et la vitesse de déplacement de la butté de 6 mm.min⁻¹.

La cohésion interne (Internal Bond : IB) est déterminée selon la norme NFEN 319 (paragraphe 1.3.4) à l'aide de la machine d'essai JFC de type H5KT équipé d'une cellule de force de 5kN, la vitesse décartement des mors a été de 5 mm.min⁻¹.

Dans les deux types de tests mécaniques (flexion trois points et cohésion interne), le logiciel Q.MAT 4.53 a servi pour l'acquisition et le traitement des données.

3.1.2. Résultats et discussion

Les essais préliminaires de thermopressage des particules de tige écorcée de kénaf en présence de résine urée-formaldéhyde ont montré que l'humidité du MAT de particules est un facteur d'aspect satisfaisant. En effet, la présence d'une trop forte quantité d'eau génère l'apparition de cloques plus ou moins importantes à la surface des panneaux (photographies 3.5 et 3.6), et peut aller jusqu'à l'éclatement et la délamination du panneau sous l'action de la détente brutale de la pression de vapeur d'eau lors de l'ouverture du moule. Bien que ce dernier phénomène puisse être limité par le contrôle de la détente, et la mise en place d'un système d'évacuation de la vapeur d'eau, il est préférable de limiter l'humidité du MAT. Les essais préliminaires nous ont conduits à la fixer à 27 %, valeur à partir de laquelle les phénomènes de cloquage et de délamination n'apparaissent plus, moyennant une adaptation du programme de thermopressage en deux paliers de pression de maintien :

- une pression de 82 T/m^2 (1,6 MPa) pendant une durée correspondant à 20 % de la durée du cycle ;
- puis une pression de 137 T/m^2 (2,7 MPa) pour les 80 % de la durée du cycle.



Photo 3.5 : Cloques au centre de panneaux de particules de tige de kénaf et de résine U.F.

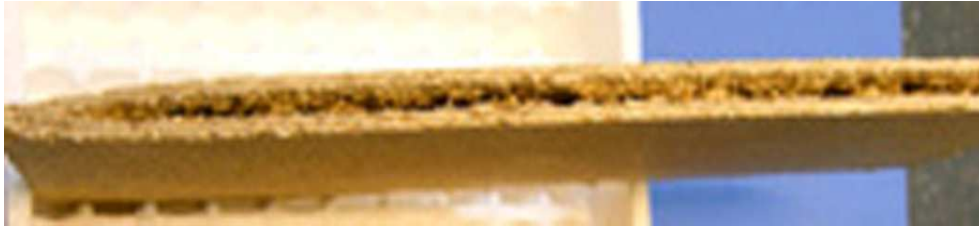


Photo 3.6 : Panneau de particules de tige sans écorce de kénaf et de résine U.F. délaminé

Dans ces conditions, les influences des trois facteurs : taux d'incorporation de la résine UF, température du thermopressage et durée du thermopressage ont été étudiées. Le tableau 3.1 rassemble les résultats obtenus pour le plan d'expérience réalisé.

Tableau 3.1 : Densité moyenne des panneaux de particules de tige de kénaf à matrice de la résine urée formaldéhyde

Variables	Niveau	Densité
Taux de liant	10%	469,96 (66,90) a
	15%	455,73 (47,19) a
Température (°C)	140	485,46 (17,00) a
	180	507,65 (23,67) a
	190	395,42 (33,23) b
Durée de pressage (min)	5	479,66 (47,18) a
	25	446,03 (62,61) a

Les valeurs entre parenthèses sont des écarts types

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

3.1.2.1. Effet des différents facteurs sur la densité des panneaux de particules de kénaf

Dans la gamme de température 140-180 °C, l'augmentation du taux d'incorporation de la résine UF de 10 à 15 % a un effet légèrement négatif (de l'ordre de $- 25 \text{ kg.m}^{-3}$) sur la masse volumique des panneaux de particules. De même, l'augmentation de la durée de thermopressage, de 5 à 25 min, se traduit aussi en moyenne par une légère diminution de la masse volumique (de l'ordre de $- 22 \text{ kg.m}^{-3}$). Seule l'augmentation de la température de 140 à 180 °C se traduit par une petite augmentation de la masse volumique (de l'ordre de 22 kg.m^{-3}). En réalité, ces variations de densité sont à la limite de la signification, car du même

ordre de grandeur que l'erreur ($\pm 5 \%$). Néanmoins, ces résultats indiquent une orientation pour l'augmentation de la masse volumique des panneaux : un taux d'incorporation de résine UF limité à 10 %, pour une durée de thermopressage de 5 min, favorable du point de vue économique, associé à une température de 180 °C permet d'atteindre une valeur de masse volumique ($538 \pm 21,5 \text{ kg.m}^{-3}$) proche des valeurs recommandées pour les panneaux de faible densité selon la norme américaine ANSIA20081, 1999 (LD-1 Low Density Class I, $550 \pm 10 \text{ kg.m}^{-3}$). Remarquons cependant que 180 °C apparaît comme une limite de température de thermopressage. En effet, les masses volumiques des panneaux obtenus avec 10 ou 15 % de taux d'incorporation de résine UF, et 5 ou 25 minutes de durée de thermopressage à 190 °C, sont nettement plus faibles (moins 100 à 150 kg.m^{-3}). Cet effet défavorable de la température de 190 °C, amplifié par la durée du thermopressage peut être relié au phénomène observé sur les thermogrammes AED des particules de tige de kénaf écorcée à cette même température (figure 2.4) : l'apparition d'un pic exothermique traduisant certainement des phénomènes de dégradation des pectines (3,3 à 6 % selon Morrison *et al.*, 1999) et autres composants de faible poids moléculaire (Mellons *et al.*, 2002), et conduisant à un affaiblissement de la structure lignocellulosique et une diminution de sa masse volumique.

Globalement, les densités des panneaux obtenus selon notre protocole opératoire sont nettement supérieures à celles obtenues par Sellers *et al.* (1993, 1995) avec le même type de matériaux (240 à 250 kg.m^{-3}). Elles sont comparables à celles obtenues par Xu *et al.* plus récemment pour des panneaux de particules de bois de kénaf traités par injection de vapeur d'eau sous pression, sans addition de liant (Xu *et al.*, 2003 et 2004).

3.1.2.2. **Effet des différents facteurs sur les propriétés de flexion (MOE et MOR) des panneaux de particules de kénaf**

Le taux d'incorporation de la résine UF, entre 10 et 15 %, n'a pas d'effet significatif sur les caractéristiques de résistance en flexion de panneaux. Seules l'augmentation de la durée et de la température de thermopressage ont un effet négatif, peu important, respectivement sur le module d'élasticité MOE (- 60 MPa en moyenne pour 5 à 25 min de durée) et la résistance à rupture MOR (- 1 MPa en moyenne pour 140 à 180 °C de température).

L'effet négatif d'une augmentation de la température est confirmé par les résultats obtenus à 190 °C de température de thermopressage (figures 3.2 et 3.3).

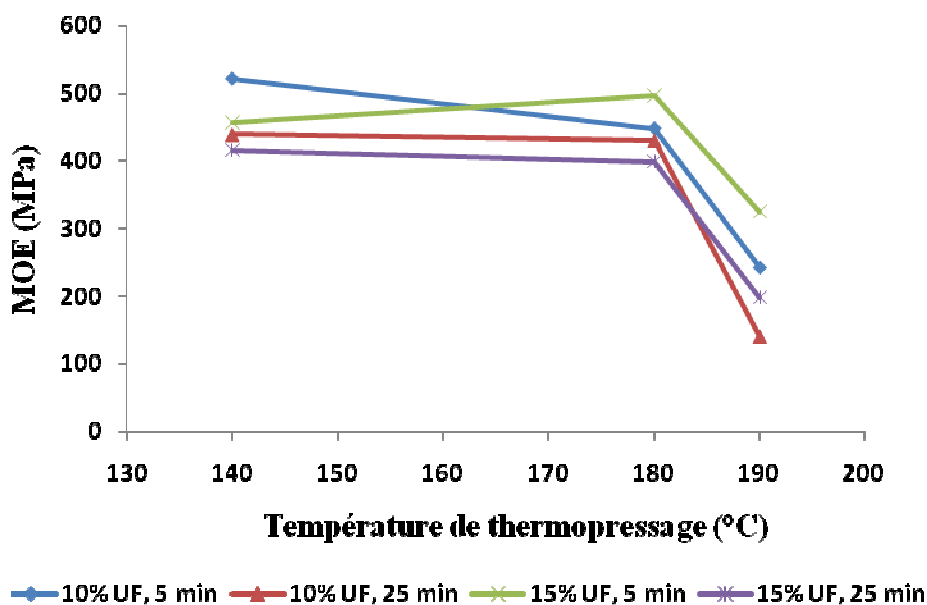


Figure 3.2 : Evolution du module d'élasticité en flexion (MOE) des panneaux de particules de kénaf en fonction de la température de thermopressage

Cet effet très négatif d'une augmentation de la température au-delà de 180 °C, amplifié par celle de la durée du thermopressage pourrait être comme précédemment attribué à une dégradation de la structure lignocellulosique des particules de kénaf. Mais elle pourrait aussi être attribuée à la dégradation de la résine UF à 190 °C, confirmée par la forte odeur d'urée des émissions gazeuses lors du thermopressage.

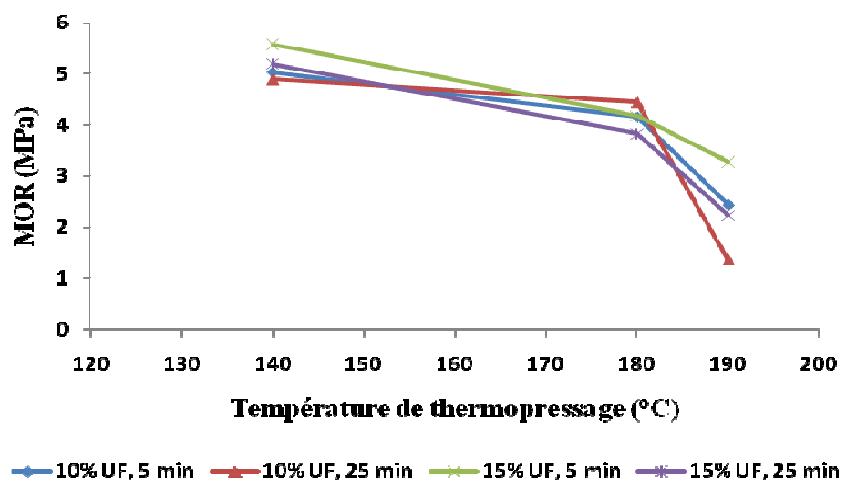


Figure 3.3 : Evolution du module de rupture en flexion (MOR) des panneaux de particules de kénaf en fonction de la température de thermopressage

Dans les conditions les plus avantageuses d'un point de vue économique (10 % de résine UF, 5 minutes à 140 °C), la résistance à rupture des panneaux reste supérieure à 5 MPa pour un module d'élasticité supérieur à 520 MPa, caractéristiques qui satisfont quasiment aux recommandations de la norme ANSI208-1, 1999 (MOE = 550 MPa, MOR = 3 MPa). Ces résultats sont nettement supérieurs à ceux obtenus par Sellers et al. (1995) (MOE = 125 MPa et MOR = 0,8 MPa), mais plus faibles que ceux décrits par Xu *et al.* (2003) (950 à 1 750 MPa) dans le cas de panneaux sans liant, traités par injection de vapeur d'eau, sous une pression de 6 MPa, une température de 190 °C en présence de la vapeur d'eau et pour des durées de 7 à 25 min.

3.1.2.3. Effet des différents facteurs sur la cohésion interne (IB) des panneaux de particules de kénaf

Dès lors que la température de thermopressage reste inférieure ou égale à 180 °C, aucun des trois facteurs étudiés n'a d'effet significatif sur la cohésion interne des panneaux, par comparaison avec l'écart type expérimental des mesures ($\pm 0,10$ MPa). Tout au plus, un taux de résine UF minimum (10 %) associé à une température de 180 °C pendant 5 minutes conduit au meilleur résultat (IB = $0,41 \pm$ MPa). Cette valeur, quatre fois supérieure à la valeur recommandée par la norme ANSI 2081, 1999 (0,1 MPa) pour les panneaux de cette catégorie LD-1, est aussi nettement supérieure à celle obtenue par Sellers *et al.* (1995) pour

des panneaux de faible densité à base de tiges sans écorce de kénaf et de liants UF, PF ou PMDI.

Remarquons toutefois que, comme pour les autres caractéristiques des panneaux, l'augmentation de la température à 190 °C fait nettement chuter la cohésion interne (figure 3.4).

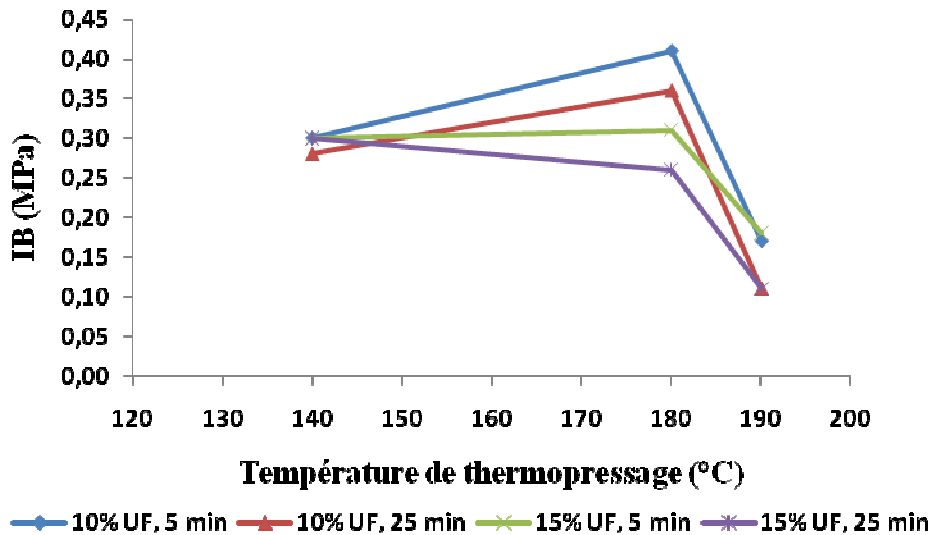


Figure 3.4 : Evolution de la cohésion interne IB des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf en fonction de la température

La diminution brute de la cohésion interne des panneaux thermopressés à 190 °C confirme l'hypothèse d'une dégradation de la résine UF et de la structure des particules lignocellulosiques à cette température élevée.

3.1.2.4. Effet des différents facteurs sur le gonflement en épaisseur des panneaux de particules de kénaf

Le taux d'incorporation de résine UF et la température de thermopressage entre 140 °C et 180 °C n'ont pas d'effet significatif sur le taux de gonflement en épaisseur des panneaux de particules de kénaf. Seule, l'augmentation de la durée du thermopressage semble conduire à une augmentation du taux de gonflement (en moyenne de près de + 6 %). Bien que toutes les valeurs n'aient pu être obtenues pour les panneaux thermopressés à 190 °C, en raison de leur trop forte déformation et leur faible cohésion interne IB, l'augmentation de la température au-delà de 180 °C semble aussi nettement favoriser le taux de gonflement (10 % UF, 190 °C,

5 minutes : IB = 0,17 MPa et TS = 57 %). Comme on pouvait s’y attendre, et bien que la corrélation ne soit pas parfaite du fait d’un effet d’interaction température-durée de thermopressage (figure 3.5), c’est le panneau possédant la plus forte cohésion interne qui présente le plus faible taux de gonflement (10 % UF, 180 °C, 5 minutes : IB = 0,41 MPa et TS = 30 %).

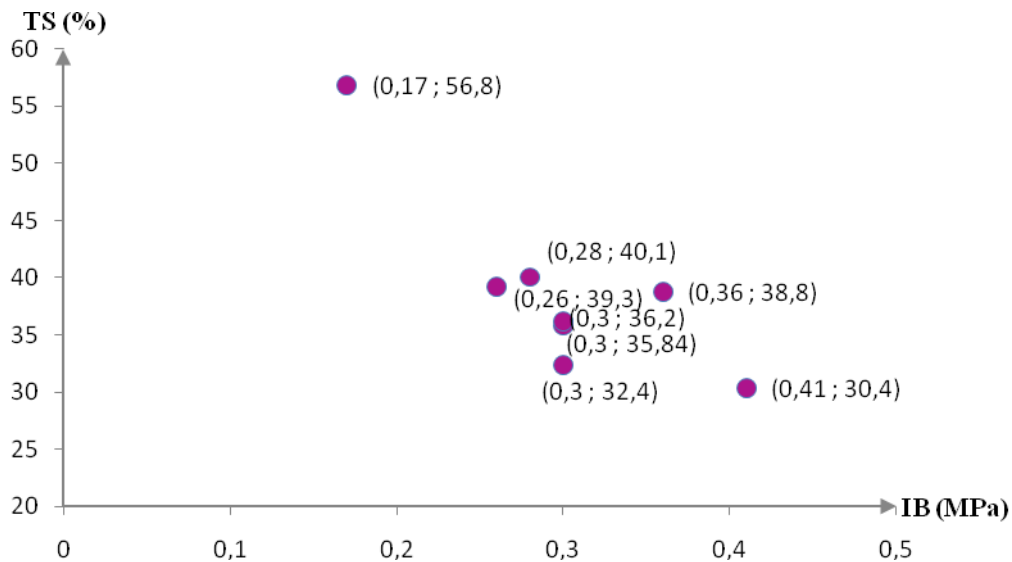


Figure 3.5 : Evolution du taux de gonflement en épaisseur des panneaux de particules de tige de kénaf écorcée en fonction de leur cohésion interne (IB)

Cependant, la sensibilité à l’immersion dans l’eau des panneaux obtenus dans nos conditions opératoires reste élevée (> 30 %), par comparaison avec celle obtenue pour des panneaux de particules de bois de kénaf écorcé de faible densité (TS : 12 à 15 % obtenus par Sellers *et al.*, 1995). Notons toutefois que pour ce type de panneaux destinés pour usage général en milieu sec, aucune exigence n’est proposée par la norme ANSI 2081, 1999 pour la taux de gonflement après immersion.

Cette différence des taux de gonflement des panneaux après immersion est liée à la nature de la résine (UF, PF ou PMDI).

En conclusion, les panneaux obtenus par notre protocole à partir de particules de tige de kénaf écorcée et de résine urée-formaldéhyde satisfont aux caractéristiques requises pour les panneaux de faible densité à application dans le domaine de la finition intérieure, l’isolation thermique et phonique. Leur sensibilité à l’eau pourra être modifiée par l’un des traitements

évoqués au paragraphe 1.6.2. L'augmentation de la température du thermopressage au-delà de 180 °C s'avère cependant nettement défavorable aux propriétés mécaniques des panneaux. C'est pourquoi, nous nous limiterons à 180 °C comme température maximum de thermopressage dans la suite de notre étude.

3.2. ETUDE DE L'ELABORATION DES PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE DE KENAF ECORCEE AVEC LA COLLE D'OS

3.2.1. Matériel et méthode

Les particules de tige écorcée de kénaf sont préparées comme précédemment (paragraphe 3.1.1). La colle d'os précédemment caractérisée (paragraphe 2.3.2.) est séchée (48 h à 70 °C), broyée au broyeur RETSCH SM100 équipé d'une grille de 2,5 mm de maille, est dissoute dans l'eau (28,2 g MS de colle pour 50 g d'eau : 36 % g de MS) à 50 °C sous agitation. Le pH de la solution à 25 °C est de 6,12.

Le protocole de mélange de la colle avec les particules, de formation du MAT dans le moule et de thermopressage est le même que précédemment (paragraphe 3.1.1). Les propriétés mécaniques des panneaux formés sont déterminées selon les normes décrites au paragraphe 3.1.1.3.).

3.2.2. Résultats et discussion

Le tableau 3.2 rassemble les résultats obtenus pour le plan d'expériences réalisé dans le domaine expérimental suivant :

- taux d'incorporation de la colle d'os : 10 à 15 % g MS,
- température de thermopressage : 140 à 180 °C,
- durée de thermopressage : 5 à 25 min.

Dans ce domaine expérimental, les trois facteurs étudiés n'ont pas d'influence significative sur la densité des panneaux. La densité moyenne est de $509 \pm 17 \text{ kg.m}^{-3}$, valeur proche des recommandations de la norme ANSI A2081, 1993 pour ce type de panneau de faible densité, comme dans le cas des panneaux élaborés avec la résine UF.

Tableau 3.2 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules fabriqués avec de la colle d'os : influence de la température, du taux de liant et de la durée de thermopressage.

Variables	Niveaux	Densité	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Température (°C)	140	512,97	447,94 b	4,46 a	0,40 b	38,31 a
	180	506,66	505,85 a	4,89 a	0,58 a	43,43 a
Taux de colle d'os (%)	10	502,22	459,41 a	4,47 a	0,42 a	38,13 a
	15	517,41	494,38 a	4,88 a	0,47 a	43,62 a
Durée de thermopressage (min)	5	514,39	506,17 a	4,87 a	0,46 a	39,76 a
	25	505,23	447,62 b	4,48 a	0,46 a	41,98 a
Recommandations ANSI 208.1, 1999		550	550	3	0,10	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.

Par contre, à la différence du cas précédent, l'augmentation de la température thermopressage de 140 °C à 180° C a eu un effet bénéfique sur l'ensemble des caractéristiques mécaniques des panneaux, même s'il tend à augmenter légèrement le taux de gonflement en épaisseur (figure 3.6).

Ainsi, en moyenne, pour les teneurs en colle de 10 et 15 % et les durées de thermopressage de 5 et 25 min, l'augmentation de la température de 140 à 180 °C améliore de plus de 10 % les modules en flexion (+ 58 MPa pour MOE et + 0,43 MPa pour MOR) et surtout de près de 50 % la cohésion interne (+ 0,18 MPa pour IB). Cet effet favorable de la température de pressage sur le module de rupture et la cohésion interne a aussi été observé pour les panneaux de tige de kénaf obtenus avec un adhésif tannin- polyéthylèneimine ou une résine UF (Li *et al.*, 2004 et Kalaycioglu et Nemli, 2006). Dans le cas de la colle d'os, ce résultat pourrait être imputé au comportement thermique de cet extrait protéique. En effet, les protéines extraites d'os sont des collagènes plus ou moins dégradés en gélatine. A plus de 80 °C, les protéines de colle d'os sont dénaturées, comme le montre leur analyse AED (Figure 2.10 du paragraphe 2.3.2.2.), et la gélatine est connue pour posséder une transition vitreuse autour de 200 °C à sec (Slade *et al.*, 1989). Cette température décroît avec le taux d'hydratation de la gélatine, comme dans le cas des autres protéines, et il est probable que

lors du thermopressage, bien que le taux réel d'humidité de la colle soit difficile à évaluer (27 % d'eau dans le MAT initial pour finir à moins de 5 % à la fin du thermopressage, une température de 180 °C reste suffisante pour assurer la transition des protéines de colle d'os qui de ce fait pourront s'écouler sous la contrainte mécanique et établir de meilleurs joints de colle entre les particules. Sous l'hypothèse d'un collage par ancrage mécanique, ceci expliquerait le net effet positif sur la cohésion interne des panneaux.

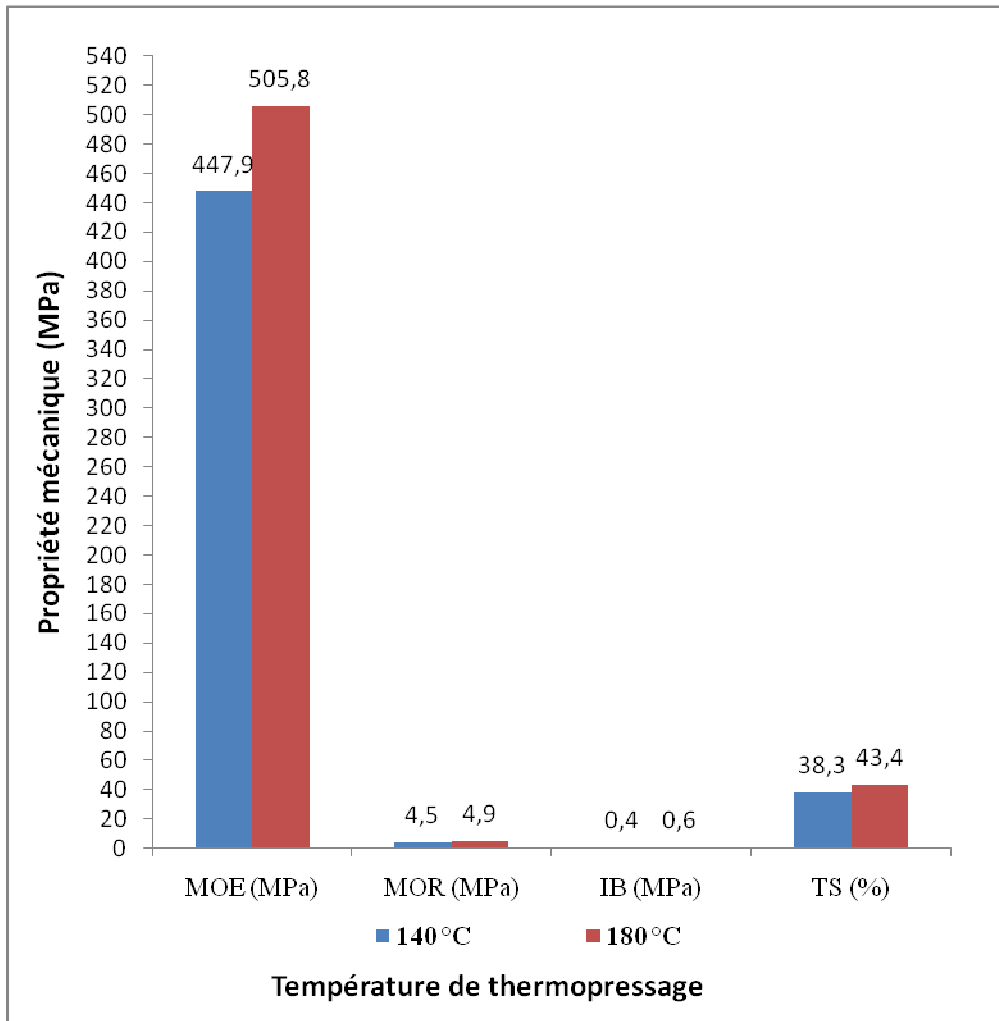


Figure 3.6 : Evolution des caractéristiques mécaniques MOE, MOR, IB et du taux de gonflement en épaisseur (TS) des panneaux de particules de tige de kénaf écorcé thermopressée avec la colle d'os en fonction de la température

La teneur en colle d'os (figure 3.7) et la durée de thermopressage (figure 3.8) n'ont que peu ou pas d'effet sur la cohésion interne des panneaux, et leur taux de gonflement en épaisseur (tout au plus, + 5,5 % pour TS lorsque la teneur en colle passe de 10 à 15 %). Par contre, l'augmentation de la teneur en colle améliore un peu le module à rupture (+ 0,41 MPa) et, à

la limite de la signification, le module d'élasticité (+ 35 MPa), alors que celle de la durée de thermopressage à l'effet inverse MOE ; - 59 MPa et MOR (- 0,38 MPa).

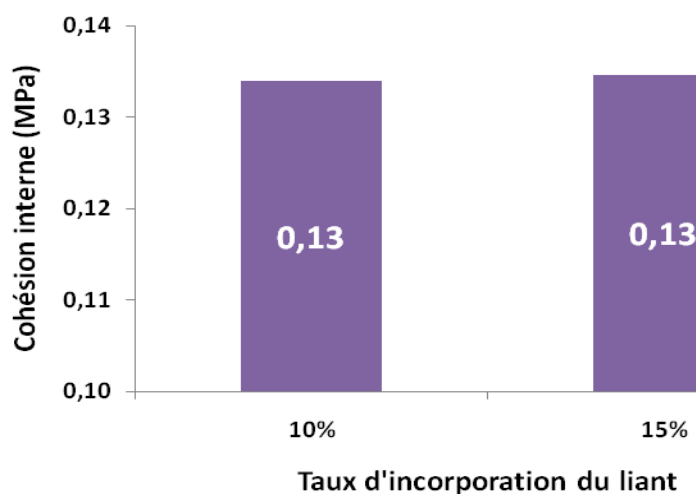


Figure 3.7 : Cohésion interne des panneaux de particules de tige de kénaf élaborés à 10 ou 15 % de colle d'os

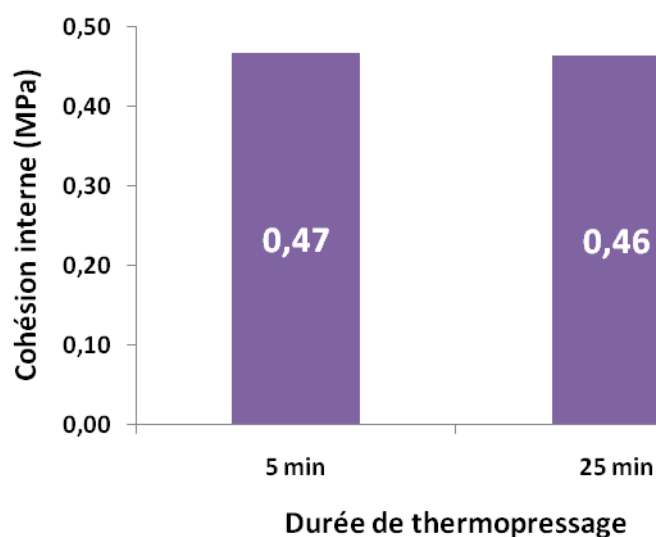


Figure 3.8 : Cohésion interne des panneaux de particules de tige de kénaf thermopressés pendant 5 ou 15 minutes

Ainsi, la colle d'os incorporée à un taux de 15 % de matière sèche dans le MAT de particules de tige écorcée de kénaf conduit à un panneau thermopressé en 5 minutes à 180 °C dont les caractéristiques mécaniques (MOE : 541 MPa, MOR : 5,2 MPa, IB = 0,58 MPa) (tableau 3.3) sont satisfaisantes pour une utilisation comme panneau de faible densité. Elles sont

même supérieures à celles obtenues dans les meilleures conditions du même domaine expérimental avec la résine UF (MOE = 521 MPa à 10 % UF, 5 min et 140 °C ; MOR = 5,57 MPa à 15 % UF, 5 min à 140 °C ; et IB = 0,41 à 10 % UF, 5 min à 180 °C) (figures 3.2 & 3.3) qui prouve l'efficacité de la colle d'os comme résine pour le thermopressage des particules de kéraf. Seul, le taux de gonflement après immersion totale dans l'eau pendant deux heures, reste trop élevé (TS = 40 %), comme dans le cas de la résine UF (30 % dans le meilleur des cas), pour satisfaire aux recommandations de la norme (23 % pour la norme EN 317 applicable à ce type de panneaux). L'apport de la colle d'os pour la cohésion interne des panneaux ne se traduit pas par une diminution de la sensibilité à l'eau des panneaux, probablement du fait de la trop grande affinité des protéines de colle d'os pour l'eau.

Tableau 3.3 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules fabriqués avec de la colle d'os.

Taux de liant (%)	Température (°C)	Durée (min)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
10 %	140	5	438,2	4,22	0,33	35,1
		25	396,7	4,07	0,36	38,3
	180	5	541,1	5,23	0,58	41,1
		25	461,7	4,36	0,57	38,0
15 %	140	5	509,3	4,87	0,37	36,7
		25	447,6	4,68	0,35	43,2
	180	5	536,2	5,16	0,60	46,2
		25	484,5	4,83	0,58	48,4

Pour tenter d'améliorer ces résultats, et en particulier la sensibilité à l'eau, nous allons étudier maintenant l'effet des extraits des organes de plantes, riches en tannins ou en polysaccharides.

3.3. ETUDE DE L'EFFET DES EXTRAITS D'ORGANES DES PLANTES SELECTIONNEES POUR L'ELABORATION DE PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE ECORCEE DE KENAF

3.3.1. Matériel et méthodes

Les extraits de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. bulce*, de gaine foliaire de *S. caudatum*, de calices de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* sont ceux obtenus dans les

conditions opératoires décrites aux paragraphes 2.2.2. et dont les caractéristiques sont les suivantes (tableau 3.4) :

Tableau 3.4 : Composition des extraits des organes de plantes riches en tannins et en mucilage retenues.

Extrait	Cosse <i>P. biglobosa</i>	Ecorce <i>P. dulce</i>	Gaine foliaire <i>S. caudatum</i>	Calice <i>B. costatum</i>	Ecorce <i>G. venusta</i>
Teneur en eau (%)	27	20	11	15	11
Matière minérale (% MS)	20	6	29	6	26
Teneur en tannin (% MS)	45	35	24	-	-
Teneur en substance pectique (% MS)	-	-	-	75	60

Les particules de tige de kénaf écorcée sont préparées comme précédemment (paragraphe 3.1.1.1.).

Les extraits d'organes de plante sélectionnés sous forme de poudre sèche sont mélangés aux particules de kénaf, en proportion de 10 % de matière sèche (30 g d'extrait pour 270 g de particules de kénaf). Le mélange est hydraté par ajout d'eau jusqu'à 27 % d'eau, et homogénéisé au malaxeur PERRIER 721 pendant 10 minutes.

Ce protocole d'introduction des extraits sous forme de poudre sèche a été préféré à celui d'une introduction en solution dans l'eau ajoutée pour atteindre une humidité du MAT de 27 %, car à de telles concentrations (voisines de 25 %), les colloïdes formées ont une viscosité très élevée comme l'ont montré les caractérisations rhéologiques (paragraphe 2.3.3.3. et 2.3.4.4.) et le mélange dans un malaxeur planétaire du type PERRIER serait inefficace.

Le protocole de formation du MAT, dans le moule et de thermopressage, sont identiques à celui décrit précédemment (paragraphe 3.1.1.2.). Les conditions de thermopressage sont celles ayant conduit aux meilleurs résultats dans le cas de la colle d'os : 5 minutes à 180 °C en deux paliers à 6 tonnes (1 min) et 10 tonnes (4 min).

3.3.2. Résultats et discussions

Les résultats de caractérisation des panneaux obtenus avec les extraits de plantes sélectionnées comme liant sont rassemblés dans le tableau 3.5.

L'usage des extraits aqueux n'a pas modifié la masse volumique des panneaux de particules. Elle est en moyenne de $498 \pm 23 \text{ kg.m}^{-3}$. La composition chimique des extraits n'a aucunement influencé la masse volumique des panneaux ($503 \pm 21 \text{ kg.m}^{-3}$ et $492 \pm 34 \text{ kg.m}^{-3}$ respectivement pour les panneaux élaborés avec les extraits riches en tannins et en substances pectiques). Les masses volumiques des panneaux élaborés avec les extraits aqueux sont proches de la valeur recommandée par la norme ANSI A208.1, 1993 pour ce type de panneau de faible densité (550), ainsi que des panneaux fabriqués avec la colle d'os ($509 \pm 17 \text{ kg.m}^{-3}$) et la résine UF ($538 \pm 32 \text{ kg.m}^{-3}$).

Tableau 3.5 : Caractéristiques des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf obtenus avec les extraits aqueux d'organes de plantes sélectionnées.

Type de liant	Densité	MOE (MPa)	(MOR MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	485,41	725,95 b	4,98 b	0,30 c	43,93 b
Extrait d'écorce de <i>P. dulce</i>	525,65	1 104,00 a	5,66 a	0,45 a	42,08 b
Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	498,04	511,35 c	2,38 d	0,11 c	64,11 a
Extrait de calice de <i>B. costatum</i>	515,97	568,36 c	4,01 c	0,26 b	44,17 b
Extrait d'écorce de <i>G. venusta</i>	468,29	484,17 cd	3,73 c	0,21 c	43,12 b
Témoin U.F.	538,08	447,92 d	4,15 c	0,41 a	30,38 c
Recommandations ANSI 208.1, 1999	550	550 MPa	3 MPa	0,10 MPa	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.

Comme on pouvait le craindre, aucun des extraits aqueux des organes de plantes sélectionnées n'améliore la résistance des panneaux à l'eau. Au contraire, leur sensibilité à l'humidité est supérieure à celle des panneaux témoin. A l'exception de l'extrait de gaine foliaire de *S. caudatum*, les taux de gonflement en épaisseur restent équivalents à ceux obtenus avec la colle d'os.

Les extraits de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta*, riches en substances pectiques, conduisent à des caractéristiques mécaniques comparables à celles obtenues avec la résine UF dans les mêmes conditions de thermopressage (MOE = 447 MPa, MOR = 4,1 MPa), bien qu'un peu plus faibles pour la cohésion interne (IB = 4,1 MPa). Ce qui prouve bien que ce type de polysaccharide pectique possède des propriétés adhésives, comme l'ont montré plusieurs auteurs dans le cas des polysaccharides pariétaux non cellulosiques extraits de pulpe de betterave (Caruel *et al.*, 1995 ; Maureau *et al.*, 1996 ; Damiot, 1998 ; Jorda, 2003), et des pectines de tournesol (Maréchal et Rigal, 1999).

L'extrait de gaine foliaire de *S. caudatum* conduit à des panneaux de particules de propriétés mécaniques les moins bonnes et avec les taux de gonflement en épaisseur les plus élevés. Ce résultat peut être imputé au fait que cet extrait, qui ne représente que moins de 20 % de la matière sèche de la gaine foliaire de *S. caudatum*, ne contient que 24 % de tannins et avec un taux de matières protéiques inférieur à 3,8 %. Par contre, les extraits de cosse de *P. biglobosa* et d'écorce de *P. dulce* conduisent à des panneaux dont les caractéristiques mécaniques satisfont largement aux exigences de la norme ANSI 208.1, 1999 et dont la résistance à la rupture et la cohésion interne sont comparables aux meilleures obtenues avec les panneaux de particules à base de la colle d'os pour les mêmes paramètres (MOR : 5,23 MPa et IB : 0,58 MPa). Les modules d'élasticité sont nettement plus élevés, atteignant des valeurs de 725 et 1 100 MPa pour les deux extraits. Ce comportement, qui traduit une plus grande raideur des panneaux, pourrait traduire le rôle spécifique joué par les tannins introduisant des liaisons covalentes de partage entre les constituants des particules lignocellulosiques, en particulier avec la lignine et les hémicelluloses. Cependant, bien que contenant plus de tannins, l'extrait de *P. biglobosa* (45 % de tannins) conduit à de moins bons résultats que l'extrait de *P. dulce* (35 % de tannins). Cette différence pourrait être liée à la différence de nature entre les tannins contenus dans ces deux extraits : les composés phénoliques de *P. biglobosa* apparaissent plus condensés avec d'autres molécules, puisqu'une partie d'entre eux n'est libérée lors de l'extraction qu'au-delà d'une température

de 100 °C par hydrolyse (§ 2.3.3.3., Figure 2.17). Ces tannins, plus condensés, bien qu'hydrolysables, seraient moins favorables au développement de liaisons covalentes lors du thermopressage.

En conclusion, tous les extraits d'organe de plante sélectionnés présentent des propriétés liantes qui permettent d'envisager leur mise en œuvre dans le protocole d'élaboration de panneaux de particules de tige écorcée de kénaf de faible densité que nous avons choisi. A l'exception du taux de gonflement en épaisseur, tous les panneaux obtenus ont des caractéristiques mécaniques satisfaisantes par comparaison à la norme, bien que le mécanisme d'adhésion des particules soit probablement différent selon l'origine de l'extrait. Sans exclure le rôle des acides galacturiques et des oses substituants de la chaîne polyacide galacturique, dans la formation de liaisons chimiques avec les constituants des particules de kénaf, les propriétés adhésives des extraits riches en substances pectiques (*B. costatum* et *G. venusta*) pourraient être reliées au comportement thermique de ces biopolymères, mis en évidence par les analyses AED des organes de plantes dont elles sont extraites (Figure 2.21, paragraphe 2.3.4.2.). Au voisinage de 180 °C, température du thermopressage, les pics endothermiques observés pourraient traduire les transitions de structure de ces biopolymères pectiques, dont le passage à un état fondu favoriserait l'ancrage mécanique, comme dans le cas de la colle d'os. Dans le cas des extraits riches en tannins, le mécanisme prépondérant s'apparenterait à une résinification avec formation de liaisons covalentes entre les constituants phénoliques des tannins et les constituants des fibres de kénaf, augmentant en particulier les modules d'élasticité des panneaux.

Il apparaît dès lors intéressant d'étudier les interactions entre la colle d'os et les extraits d'organe de plante dans l'élaboration des panneaux de particules.

3.4. ETUDE DE L'ELABORATION DES PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE ECORCEE DE KENAF AVEC UN LIANT MIXTE COLLE D'OS-EXTRAIT D'ORGANE DE PLANTE SELECTIONNE

3.4.1. Matériel et méthode

Les protocoles de préparation des particules de tige de kénaf écorcée, de la colle d'os et des extraits d'organe de plantes sélectionnées, ainsi que celui de leur mise en œuvre pour la

production des panneaux sont les mêmes que précédemment (paragraphe 3.2.1 et 3.3.1). Seule change la composition du liant : le mélange extrait sec d'organe de plante sélectionné-particule de kénaf est imprégné avec la quantité de colle d'os préparée de telle sorte que le liant obtenu, incorporé à raison de 10 % de la matière sèche totale, soit constitué à 20 % puis 50 % de colle d'os sèche, et que l'humidité du MAT soit de 27 %.

Ainsi :

- Le mélange de 24 g (MS) d'extrait sec et de 270 g (MS) de particules est imprégné avec 16,6 g de solution à 36 % de colle d'os soit 6 g (MS) de colle d'os pour le mélange de liant contenant 20 % de colle d'os. Le liant désigné par le **type 4-1** est donc composé de 80 % d'extrait et 20 % de colle d'os ;
- Le mélange de 15 g (MS) d'extrait sec et de 270 g (MS) de particules est imprégné avec 41,5 g de solution à 36 % de colle d'os soit 15 g (MS) de colle d'os pour le liant contenant 50 % de colle d'os. Le liant désigné par le **type 1-1** est donc composé à 50 % d'extrait et 50 % de colle d'os.

3.4.2. Résultats et discussion

Le tableau 3.6 rassemble les résultats de caractérisation des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf avec les liants mixtes colle d'os-extraits d'organe de plante sélectionné.

L'introduction de colle d'os n'a pas conduit à une variation de la masse volumique moyenne ($498 \pm 18 \text{ kg.m}^{-3}$) des panneaux de particules. Remarquons toutefois que les extraits riches en tannin conduisent à des panneaux de masse volumique légèrement plus élevée que celle des panneaux à base des extraits riches en substances pectiques notamment pour les panneaux dont les extraits sont substitués à 20 % par la colle d'os (respectivement $504 \pm 25 \text{ kg.m}^{-3}$ et $459 \pm 6 \text{ kg.m}^{-3}$).

Globalement, le taux de gonflement en épaisseur des panneaux, qui reste supérieur à 34 % dans tous les cas, n'est pas amélioré par l'introduction de colle d'os. Ce résultat, logique si l'on considère la sensibilité à l'eau des panneaux observée avec la colle d'os (paragraphe 3.2.2) seule ou avec les extraits d'organe de plante sélectionnés (paragraphe 3.3.2), montre cependant que les interactions chimiques éventuelles qui pourraient se produire lors du

thermopressage entre les protéines et les substances pectiques et surtout les tannins ne sont pas suffisantes pour diminuer l'hydrophilie et le gonflement des panneaux.

La cohésion interne IB, bien que restant supérieure à la valeur requise par la norme, n'est pas améliorée par comparaison à celle obtenue dans le cas des panneaux liés avec la colle d'os seule (IB = 0,58 MPa à 10 % de colle, 5 min à 180 °C). Cependant, l'apport de la colle d'os incorporé pour moitié dans le liant avec l'extrait de gaine foliaire de *S. caudatum*, qui conduisait à la plus faible valeur de IB (0,11 MPa sans colle d'os) est manifeste (0,49 MPa pour 50 % de colle d'os).

Mais ce sont surtout les effets sur les caractéristiques de résistance en flexion des panneaux qui sont les plus remarquables : pour tous les liants constitués à 50 % de colle d'os et 50 % d'extrait d'organe (liant 1-1), les valeurs de module d'élasticité (MOE) sont augmentées ; et les résistances à rupture en flexion sont toutes pratiquement doublées, par comparaison au même liant sans colle d'os (tableau 3.5), voire même plus que triplées dans le cas de l'extrait de gaine foliaire de *S. caudatum* (MOR : 2,4 à 8 MPa). Ces valeurs sont toutes supérieures à celles obtenues avec la colle d'os seule (MOE = 540 MPa et MOR = 5,2 MPa), pour un même taux d'incorporation dans le MAT de particules, ce qui traduit un effet de synergie positif entre le liant protéique et les liants riches en substances pectiques ou en tannins, impliquant des réactions de réticulation de la matrice liante, augmentant ainsi sa résistance mécanique, dans les conditions du thermopressage. Cette hypothèse s'appuie sur la réactivité connue des protéines avec les composés phénoliques et les sels minéraux, en particulier les collagènes animaux, exploitée par exemple dans le domaine du tannage des peaux (Sibari, 1993). L'apport de l'acide gallique ou de tannins de châtaignier sur la résistance mécanique de films thermoformés à base de protéines végétales a aussi été démontré par plusieurs auteurs (Orliac, 2002 ; Orliac *et al.*, 2002). Ainsi, les substances pectiques pourraient conduire à la formation de liaisons ioniques entre les acides galacturoniques et les groupements amines ionisés de la gélatine accessibles. Remarquons cependant que cet effet de réticulation des pectines avec la gélatine n'est certainement observable que dans le cas d'une proportion élevée de colle d'os (mélange 50-50 %), et se traduit surtout sur la résistance à rupture MOR. Par contre, les composés phénoliques, susceptibles de former des liaisons covalentes par estérification des groupements acides accessibles de la gélatine, conduiraient à une réticulation déjà sensible pour un taux de substitution de 20 % de colle d'os pour les extraits riches en tannins (MOR de panneaux à 10 % de mélange de liant

sans et avec 20 de colle d'os : 5 à 8,1 MPa pour *P. biglobosa* ; 5,7 à 9,4 MPa pour *P. dulce* ; 2,4 à 5 MPa pour *S. caudatum*), et encore plus net pour un taux de substitution de 50 % de colle d'os (respectivement 9,6 ; 11,1 et 8 MPa).

Tableau 3.6 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules à base de liants mixtes associant les extraits d'organes de plantes et la colle d'os.

Nature des Extraits	Composition de liant	Densité	MOE (MPa)	(MOR MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	4-1	515,93	964,13 b	8,13 b	0,24 b	41,07 c
Extrait d'écorce de <i>P. dulce</i>	4-1	498,94	1 305,50 a	9,41 a	0,38 a	37,34 d
Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	4-1	498,04	607,87 d	5,00 c	0,15 d	52,26 a
Extrait de calice de <i>B. costatum</i>	4-1	495,27	482,61 e	5,92 c	0,21 c	40,21 c
Extrait d'écorce de <i>G. venusta</i>	4-1	424,45	295,94 f	3,48 d	0,18 c	47,83 a
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	1-1	526,97	958,59 b	9,65 a	0,41 a	38,23 d
Extrait d'écorce de <i>P. dulce</i>	1-1	521,35	1 342,25 a	11,06 a	0,36 a	34,27 e
Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	1-1	484,05	717,75 c	8,00 b	0,49 a	43,26 b
Extrait de calice de <i>B. costatum</i>	1-1	525,41	703,63 c	8,23 b	0,28 b	43,82 b
Extrait d'écorce de <i>G. venusta</i>	1-1	489,77	661,51 c	6,41 c	0,35 a	36,23 d
Témoin U.F.		538,08	447,92 d	4,15 c	0,41 a	30,38 c
Recommandations ANSI 208.1, 1999		550	550	3	0,10	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.

Composition de liant : **4-1** : 80 % poudre d'organe + 10 % colle d'os ; **1-1** : 50 % poudre d'organe + 50 % colle d'os.

3.5. CONCLUSIONS POUR L'ELABORATION DE PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE ECORCEE DE KENAF

Les résultats obtenus avec la résine synthétique urée-formol ont montré que les particules de tige écorcée de kénaf conduisent par thermopressage à des panneaux de faible densité dont les caractéristiques mécaniques sont suffisantes pour autoriser les applications recherchées pour ce type de panneaux (isolation et parement ou agencement intérieur utilisation en milieu sec). Leur sensibilité à l'eau, traduite par des taux de gonflement élevé (> 35 %), nécessitera cependant d'étudier leur formulation avec des composés hydrophobes, comme par exemple des parafines, des cires ou dérivés lipidiques, ou leur traitement de surface par enduction ou traitement thermique (paragraphe 1.6.2.).

Le remplacement de la résine UF par une colle d'os est une solution originale et intéressante puisqu'outre le fait qu'elle réduit fortement les émissions de formaldéhyde, elle conduit à des panneaux de faible densité, dans des conditions économiques intéressantes (10 % de colle, 5 min à 180 °C), et dont les propriétés mécaniques sont améliorées par rapport à celle des panneaux à base de résine UF. Seul le taux de gonflement après immersion totale dans l'eau reste trop élevé pour autoriser des applications de ces panneaux en milieu humide. De façon tout aussi nouvelle et originale, la substitution totale de la résine UF par des extraits d'organes de plantes d'origine africaine sélectionnées pour cette étude en raison de leur richesse en substances pectiques ou en tannins, conduit, pour des taux d'incorporation limités à 10 % dans le MAT de particules de tige de kénaf écorcé, et dans les mêmes conditions de thermopressage (5 min à 180 °C), à des panneaux dont les résistances mécaniques sont équivalentes à celles obtenues avec la résine UF, voire supérieures dans certains cas. La combinaison des apports de la colle d'os et des extraits d'organe des plantes sélectionnés pour cette étude s'avère encore plus intéressante. L'effet de synergie des protéines de colle d'os (la gélatine) et des substances pectiques, et plus encore des tannins extraits, permet, pour des teneurs en liant limité à 10 % dans le MAT de particules de tige de kénaf écorcé, et les mêmes conditions de thermopressage, d'atteindre des caractéristiques de résistance mécanique (MOE = 660 à 1 340 MPa ; MOR = 6,4 à 11 MPa ; IB = 0,3 à 0,5 MP) qui sont dans la gamme de celles décrites par Guler et Ozen en 2004 (MOR = 6,3 à 12,4 MPa ; IB = 0,2 à 0,4 MPa), pour des panneaux de particules de tige de cotonnier en trois couches liés par des résines urée-formol incorporées à 6 - 10 % pour la couche interne,

à 8 - 12 pour les couches externes, dans les conditions de thermopressage (6 min à 150 °C), et de masse volumique 400 à 700 kg.m⁻³.

Ces résultats sont aussi nettement supérieurs à ceux obtenus par plusieurs auteurs avec les mêmes particules de kénaf et des liants synthétiques ou des traitements spécifiques (Sellers *et al.*, 1995 ; Xu *et al.*, 2003, etc.) (tableau 3.7).

Cependant, en dépit de ces propriétés mécaniques qui autoriseraient les applications de panneaux en milieu sec, les taux de gonflement sont restés trop élevés pour répondre aux normes en vigueur pour ce type de panneaux.

La volonté d'adaptation de ces procédés aux conditions technologiques des pays en voie de développement comme le Togo, nous conduit à étudier dans la suite de notre travail, la simplification du procédé par l'élimination de la phase d'extraction et de lyophilisation.

Tableau 3.7 : Récapitulatif des propriétés mécaniques des meilleurs panneaux de particules de kéraf contenant 10 % de liant et thermopressé à 180 °C pendant 5 minutes.

Liant	Densité	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Urée formaldéhyde	538	448	4,15	0,41	30
Colle d'os	506	541	5,23	0,58	41
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	485	726	4,98	0,30	44
Extrait d'écorce <i>P. dulce</i>	498	1104	5,66	0,45	42
Extrait de calice de <i>B. costatum</i>	516	568	4,01	0,26	44
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i> (80%) + 20% de colle d'os	516	964	8,13	0,24	41
Extrait d'écorce de <i>P. dulce</i> (80%) + 20% de colle d'os	499	1 306	9,41	0,38	37
Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (80%) + 20% de colle d'os	498	608	5,00	0,15	52
Extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i> (50%) + 50% de colle d'os	527	959	9,65	0,41	38
Extrait d'écorce de <i>P. dulce</i> (50%) + 50% de colle d'os	521	1 342	11,06	0,36	34
Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> (50%) + 50% de colle d'os	484	718	8,00	0,49	43
Extrait de calice de <i>B. costatum</i> (50%) + 50% de colle d'os	525	704	8,23	0,28	44
Extrait d'écorce de <i>G. venusta</i> (50%) + 50% de colle d'os	490	662	6,41	0,35	36
Sellers <i>et al.</i> , 1995					
Urée formaldéhyde 8 %	240	125	0,8	0,2	12-15
Xu <i>et al.</i> , 2003					
Vapeur d'eau sous pression, Sans liant et thermopressé à 183 °C pendant 15 min	550	2500	12,6	0,49	7,5

CHAPITRE 4

MISE AU POINT D'UN NOUVEAU
PROCEDE DE PRODUCTION DE
PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE
DE KENAF ECORCE A BASE DE
LIANTS ISSUS DES
AGRORESSOURCES

INTRODUCTION

Les résultats que nous venons de présenter permettent d'ores et déjà d'envisager la fabrication de panneaux de faible densité pour des applications d'isolation et d'aménagement intérieur, en milieu sec, à partir de kénaf et d'une colle d'os ou d'extraits des organes de plantes sélectionnées. Cependant, le procédé envisagé (figure 4.1) impose deux contraintes :

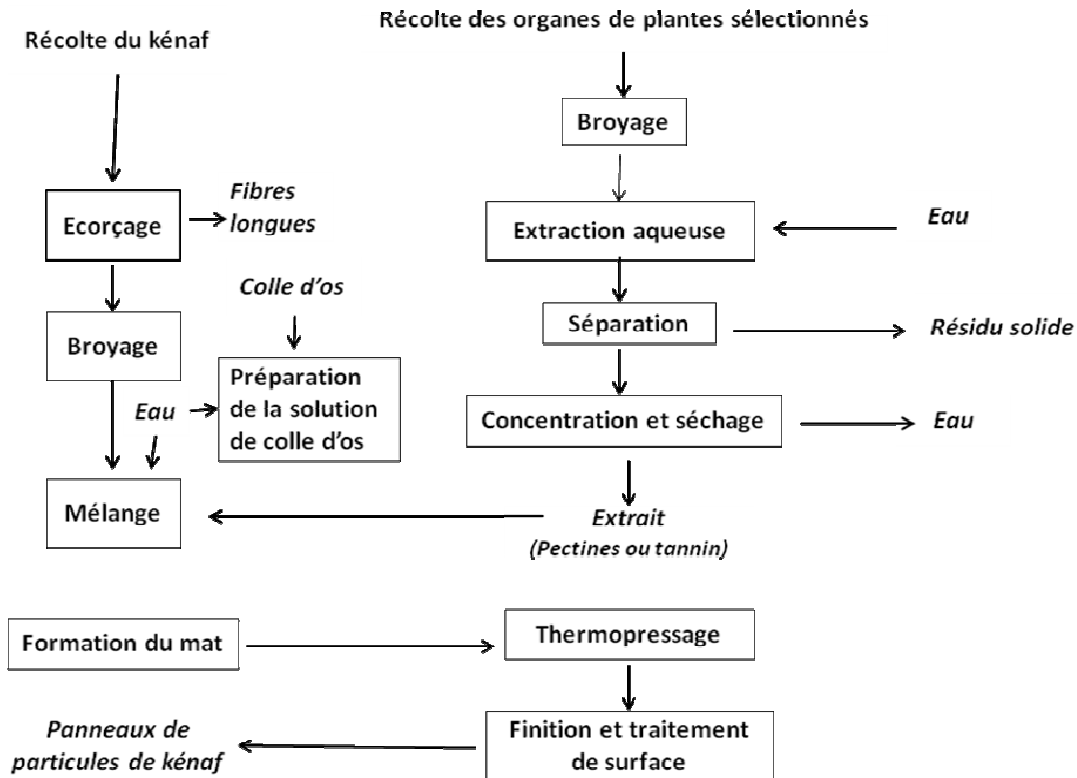


Figure 4.1 : Schéma du procédé de fabrication de panneaux de particules de tige écorcée de kénaf

- d'une part, disposer des moyens d'extraction des substances pectiques ou des tannins des organes de plantes choisis ;
- d'autre part, réduire la sensibilité à l'eau des panneaux par une formulation de la colle ou un post-traitement des panneaux.

Pour tenter d'améliorer ce procédé en le simplifiant, nous allons étudier la possibilité d'élaborer les panneaux de particules de kénaf en incorporant directement les poudres

d'organes des plantes sélectionnées, sans extraction préalable des substances pectiques ou des tannins qu'ils contiennent.

4.1. ETUDE DE L'INCORPORATION DIRECTE DES POUDRES D'ORGANES DE PLANTES SELECTIONNEES AUX PARTICULES DE TIGE DE KENAF ECORCE

4.1.1. Matériel et méthode

Les particules de tige de kénaf sont obtenues comme précédemment décrite (paragraphe 3.1.1.1). Les poudres des organes de plantes sélectionnées sont préparées par broyage au broyeur à couteaux RETSCH SM 100 équipé d'une grille de maille 2,5 mm de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. dulce*, de gaine foliaire de *S. caudatum*, de calices de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta*. La composition chimique de ces organes a été décrite au paragraphe 2.3.3.1. et 2.3.4.1

Les poudres d'organe de plante sont mélangées aux particules de kénaf, en proportion de 10 % de la matière sèche totale, le mélange est hydraté à 27 % d'eau et homogénéisé au malaxeur PERRIER 721 pendant 10 minutes. Le protocole de thermopressage (5 min à 180 °C) est le même que précédemment décrit (paragraphe 3.1.1.2.).

4.1.2. Résultats et discussion

Les résultats de caractérisation des panneaux obtenus avec les poudres des organes de plantes sélectionnées comme liant sont rassemblés dans le tableau 4.1.

La masse volumique moyenne des panneaux de particules obtenus par incorporation directe des poudres d'organes de plantes sélectionnées ($465 \pm 30 \text{ kg.m}^{-3}$) est, comparativement à celle des panneaux contenant les extraits de ces mêmes organes ($498 \pm 23 \text{ kg.m}^{-3}$), légèrement faible et encore plus par rapport à celle des panneaux fabriqués avec la résine UF ($538 \pm 32 \text{ kg.m}^{-3}$). Néanmoins, cette masse volumique est conforme à la norme ANSI A208.1, 1993 pour ce type de panneau de faible densité (≤ 550).

Les propriétés des panneaux obtenus par incorporation directe des poudres d'organe montrent, par comparaison avec celles du panneau issu d'un thermopressage des particules

de kénaf sans liant additionnel, une légère amélioration des modules d'élasticité MOE et de résistance à la rupture MOR. Mais ces valeurs restent nettement inférieurs à celles obtenues avec les panneaux à base des extraits de ces mêmes organes de plante (tableau 3.5).

Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules de tige de kénaf et à matrice d'organes végétaux bruts

Poudre d'organe ajouté	Densité	MOE (MPa)	(MOR MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Kénaf seul sans liant ajouté	476,02	232,85	1,34	0,28	52,39
Poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i>	473,93	402,54 b	3,17 b	0,20 c	42,57 bc
Poudre d'écorce de <i>P. dulce</i>	492,62	374,23 c	2,01 d	0,10 d	39,28 c
Poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	490,94	371,80 c	2,29 d	0,06 e	-
Poudre de calices de <i>B. costatum</i>	422,27	370,58 c	2,72 c	0,06 e	-
Poudre d'écorce de <i>G. venusta</i>	446,72	405,71 b	2,36 d	0,14 d	45,28 b
Témoins U.F.	538,08	447,92 a	4,15 a	0,41 a	30,38 d
Recommandations ANSI 208.1, 1999	550	550	3	0,10	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.

La cohésion interne des panneaux est nettement affaiblie par la présence des poudres d'organe, à tel point, pour les gaines foliaires de *S. caudatum* et les calices de *B. costatum*, que la cohésion des panneaux après immersion dans l'eau n'est plus assurée (photographie 4.1). Bien que le taux de gonflement soit plus élevé, les panneaux obtenus avec les trois autres poudres de cosse *P. biglobosa*, d'écorce *P. dulce* et d'écorce *G. venusta* ont de meilleures caractéristiques mécaniques que ceux obtenus par Seller *et al.* (1995) avec la résine UF (MOE = 125 MPa, MOR = 0,8 MPa, IB = 0,2 MPa).



Photo 4.1 : Gonflement en épaisseur de panneaux de particules à matrice de poudres d'organes bruts de plantes après 2 heures d'immersion.

Ces résultats peuvent être imputés au fait que, dans nos conditions de thermopressage et de préparation des particules de tige de kénaf écorcée, les caractéristiques des panneaux sont déjà meilleures que celles obtenues par Seller. Par contre, l'imprégnation du MAT par 27 % d'eau n'apparaît pas suffisante pour permettre une mobilisation significative des substances pectiques ou des tannins contenus dans les poudres d'organe. Bien que cette remarque doive être pondérée par le fait que l'introduction de 10 % de poudre d'organe ne correspond pas à la quantité de tannins ou de substance pectique introduits, dans le cas de l'incorporation des extraits de ces organes, et donc que les effets observables seront nettement plus faibles, il est probable que les améliorations observées pour les résistances en flexion par l'incorporation des poudres soient essentiellement liées à un effet de remplissage du mat de particules de kénaf par des petites particules de matériau lignocellulosique, qui sont peu dégradées dans les conditions du thermopressage (perte de masse < 17 % à 180 °C d'après les analyses ATG de ces poudres d'organe, figures 2.18 à 2.20 et 2.36 et 2.37).

L'apport de l'incorporation des poudres d'organe est plus net dans le cas des panneaux de particules de kénaf préparés avec la colle d'os. En effet, l'incorporation de 20 et 50 % de matière sèche de colle d'os en substitution des poudres d'organe, selon un protocole identique à celui décrit précédemment dans le cas des extraits de ces mêmes organes (paragraphe 3.4.1) montre que les modules d'élasticité et surtout les résistances à rupture sont plus élevées pour 50 % de poudre d'organe et 50 % de colle d'os (tableau 4.2), par comparaison avec les panneaux à base de colle d'os seule (MOE = 447 MPa, MOR = 4,15

MPa, IB) 0,41 MPa, TS = 30 % pour 10 % de colle d'os, 5 min à 180 °C). Par contre, la cohésion interne reste plus faible et le taux de gonflement plus élevé. Comme attendu, la substitution à 20 et 50 % des poudres d'organe par la colle d'os, n'a apporté aucune modification manifeste de la densité des panneaux.

Tableau 4.2 : Propriétés mécaniques des panneaux de particules à base de liants mixtes associant les poudres d'organes de plantes à la colle d'os.

Nature des poudres	Composition de liant	Densité	MOE (MPa)	(MOR MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i>	4-1	494,60	675,60 b	3,91 c	0,24 a	39,34
Poudre d'écorce de <i>P. dulce</i>	4-1	448,52	540,05 c	3,91 c	0,18 b	37,32
Poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	4-1	498,03	774,87 a	4,61 b	0,19 b	53,65
Poudre de calice de <i>B. costatum</i>	4-1	453,95	419,80 e	3,66 d	0,13 c	53,24
Poudre d'écorce de <i>G. venusta</i>	4-1	440,79	403,77 e	2,96 d	0,20 ab	41,21
Poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i>	1-1	476,28	560,62 c	5,60 a	0,24 a	38,36
Poudre d'écorce de <i>P. dulce</i>	1-1	467,50	626,75 b	4,50 b	0,09 d	67,23
Poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	1-1	494,04	852,55 a	6,73 a	0,27 a	46,34
Poudre de calice de <i>B. costatum</i>	1-1	456,45	514,82 c	5,69 a	0,17 b	47,36
Poudre d'écorce de <i>G. venusta</i>	1-1	445,84	472,34 d	4,92 b	0,18 b	40,67
Témoins U.F.		538,08	447,92 d	4,15 c	0,41 a	30,38 c
Recommandations ANSI 208.1, 1999		550	550	3	0,10	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.

Composition de liant : **4-1** : 80 % poudre d'organe + 10 % colle d'os ; **1-1** : 50 % poudre d'organe + 50 % colle d'os.

Ainsi, bien que l'apport des substances pectiques et des tannins ne soit pas aussi important que dans le cas des extraits, ces résultats ouvrent la voie pour un nouveau procédé de fabrication de panneau de particules de kénaf par incorporation directe des poudres d'organe des plantes sélectionnées, avec la colle d'os, ce qui évitera l'étape d'extraction et de séchage préalable des substances pectiques ou des tannins. L'amélioration des propriétés des panneaux pourrait, dès lors, être obtenue par une meilleure mobilisation des substances pectiques ou des tannins lors du mélange avec les particules de kénaf.

4.2. ETUDE DU PRETRAITEMENT DU MELANGE PARTICULES DE TIGE DE KENAF – POUDRE D'ORGANE DE PLANTES SELECTIONNES

Parmi les méthodes de détermination des extractibles de matières végétales lignocellulosiques, l'extraction à la soude à 1 % dans l'eau est souvent proposée (Bazus, 1991 ; Manolas, 1993, Magro, 1995 ; Han et Rowell, 1997 ; Damiot, 1998 ; Jorda, 2003). Ce traitement permet d'extraire, entre autre, les pectines et les composés phénoliques comme les tannins. Pour tenter d'améliorer la mobilisation des tannins ou des substances pectiques dans les poudres d'organe de plantes sélectionnées, lors du processus de thermopressage des particules de kénaf, nous avons choisi de traiter le mélange particules de kénaf – poudre d'organe par une solution de soude à 1 % dans l'eau. Pour limiter les risques de dégradation alcaline des composés extraits, le traitement est réalisé à température ambiante (25°C), avec un ratio liquide/solide de 1,5. Il s'agit donc d'une imprégnation par la solution alcaline, le mélange, obtenu à une humidité de 40 %, étant ensuite séché, et le MAT de particules ajusté à 27 % d'humidité pour son thermopressage.

4.2.1. Matériel et méthode

Les particules de tige de kénaf écorcé et les poudres de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. dulce*, de gaine foliaire de *S. caudatum*, de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* sont les mêmes que précédemment (paragraphe 4.1.1).

La solution de soude à 1 % dans l'eau est ajoutée, dans un rapport liquide/solide de 1,5 (1 500 ml de solution pour 1 000 g de solide), au mélange obtenu pour un taux d'incorporation de 10 % de poudre d'organe avec les particules de kénaf. L'ensemble est

homogénéisé au malaxeur planétaire PERRIER 721 pendant 10 min, puis séché à l'étuve à 70 °C pendant 24 heures et stocké à 50 °C.

Le protocole de formation du MAT (humidité : 27 %) et de thermopressage (5 min à 180 °C) est le même que précédemment (paragraphe 3.1.1).

Pour comparaison des résultats, les panneaux à base de particules de kénaf traitées à la solution de soude à 1 % (liquide/solide = 1,5), séchées, puis mélangées aux extraits d'organe des plantes sélectionnées, avec un taux d'incorporation de 10 %, puis réhydraté à 27 % d'humidité (10 min au malaxeur PERRIER 721) ont aussi été fabriqués selon le même protocole avec les MAT obtenus.

4.2.2. Résultats et discussion

Le tableau 4.3 rassemble les résultats des caractérisations des panneaux obtenus avec le prétraitement à la solution de soude à 1 %.

Le traitement des particules de tige écorcée de kénaf par la soude à 1 % dans l'eau provoque une amélioration spectaculaire des propriétés mécaniques des panneaux. Ainsi, en l'absence de liants ajoutés, les modules MOE et MOR passent respectivement, avant et après traitement, de 232 à 1 447 MPa et de 1,3 à 9,2 MPa. La cohésion interne IB est aussi améliorée (0,28 à 0,44 MPa). Par contre, ce traitement alcalin se traduit par un tel gonflement dans l'eau qu'il est impossible de le mesurer.

Ces résultats sont imputables aux mécanismes de solvation des biopolymères des particules lignocellulosiques. En effet, les ions OH⁻ favorisent la solvation par l'eau des groupements hydroxyles accessibles dans l'édifice fibreux associant cellulose, hémicelluloses et lignine (paragraphe 1.1.4.4.), provoquant ainsi, selon les conditions du traitement (température, concentration en soude, pression, etc.) la disparition de tout ou partie des liaisons hydrogènes qui assurent la cohésion de cet édifice. La soude provoque aussi la saponification des liaisons esters associant les hémicelluloses et la lignine. Il en résulte, dès lors que le ratio liquide/solide est assez élevé, améliorant ainsi l'extraction d'hémicelluloses et de lignine, dont la cuisson alcaline pour la fabrication de pâte à papier est un exemple bien connu. De nombreux auteurs ont ainsi étudié l'extraction d'hémicelluloses de substrats

lignocellulosiques en milieu alcalin (Bazus, 1991 ; Manolas, 1993, Magro, 1995 ; N'diaye, 1996 ; Raynal-Ioualalen, 1996 ; Han et Rowell, 1997 ; Maréchal, 2001).

Tableau 4.3 : Caractéristiques des panneaux de particules de kénaf traitées à la soude à 1 % dans l'eau en présence des poudres d'organe des plantes sélectionnées ou avec incorporation post-traitement d'extraits des organes de plantes sélectionnées

Composition du mélange	Densité	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Kénaf seul sans liant ajouté	460,26	1447	9,2	0,44	-
Kénaf + poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i>	455,23	1629	10,5	0,19	-
Kénaf + extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	447,29	2169	13,3	0,29	-
Kénaf + poudre d'écorce de <i>P. dulce</i>	430,51	1561	9,4	0,10	-
Kénaf + extrait d'écorce de <i>P. dulce</i>	443,51	249	1,5	0,12	24
Kénaf + poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	429,06	112	0,7	0,14	-
Kénaf + extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	447,64	2031	11,7	0,18	-
Kénaf + poudre de calice de <i>B. costatum</i>	448,35	1902	10,8	0,24	-
Kénaf + extrait de calice de <i>B. costatum</i>	453,03	1488	0,17	0,17	-
Kénaf + poudre d'écorce de <i>G. venusta</i>	429,23	1702	10,8	0,2	-
Kénaf + extrait d'écorce de <i>G. venusta</i>	459,91	185	0,45	0,56	-
Valeurs requises par ANSI A208.1	550	550	3	0,1	EN 317 : 23

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur

Dans notre cas, le traitement des particules de kénaf par la solution de soude à 1 % dans l'eau se traduit par l'incorporation de 1,5 % de soude par rapport à la matière sèche des

particules. Le séchage, à 70 °C, puis la réhydratation du MAT à 27 % d'humidité, ramène la concentration en soude dans l'eau à un équivalent de 3,5 %. Dans de telles conditions, les hémicelluloses et la lignine sont solvatées par l'eau, ce qui a aussi pour effet l'abaissement de leur température de transition vitreuse (Slade et Levine, 1991 b ; Schniewind et Berndt, 1998 ; Maréchal, 2001). Lors du thermopressage à 180 °C, les hémicelluloses et la lignine peuvent alors s'écouler sous la contrainte de pression à une température supérieure à leur température de transition, et contribuer à la formation d'une matrice liante, qui durcit du fait de l'évaporation de l'eau. Mais le phénomène de durcissement, essentiellement lié à la reformation de nombreux ponts hydrogènes, reste réversible : l'hydratation de la matrice ainsi formée est aussi favorisée par la présence de soude résiduelle, ce qui explique le gonflement par l'eau des panneaux.

Exception faite du cas de la gaine foliaire de *S. caudatum*, l'introduction des poudres d'organes des plantes sélectionnées avec les particules de kéf, avant leur traitement alcalin, améliore les caractéristiques de résistance en flexion, par comparaison avec les résultats obtenus sans traitement (tableau 4.1). Par comparaison avec les valeurs de MOE et MOR atteintes pour les particules de kéf traitées en milieu alcalin mais sans liant ajouté, l'amélioration est aussi nette pour la plupart des poudres d'organes introduits, en particulier pour les cosses de *P. biglobosa*, les calices de *B. costatum* et les écorces de *G. venusta*. Ceci indiquerait que les tannins et les substances pectiques sont bien mobilisés pour contribuer à la formation du liant, par le traitement alcalin. Par contre, les cohésions internes ne sont pas améliorées, ni par rapport aux valeurs obtenues sans traitement alcalin (tableau 4.1), ni par comparaison à la valeur obtenue pour les particules de kéf traité, sans liant. Les poudres d'organes introduits ne favoriseraient pas la résistance mécanique des joints de colle et l'ancrage mécanique obtenu avec la matrice ligno-hémicellulosique issue du kéf.

Les essais réalisés par incorporation des extraits des organes de plantes sélectionnées après le traitement des particules de kéf par la solution de soude à 1 % (tableau 4.3) montrent cependant que le comportement de ces liants est sensible au milieu alcalin. Ainsi, l'apport des tannins de cosse de *P. biglobosa* est parfaitement confirmé, avec des valeurs de MOE et MOR jusqu'à présent inégalées (2 170 MPa et 13,3 MPa respectivement), pour une valeur de cohésion interne satisfaisante (IB = 0,29 MPa). Les tannins de cosse de *P. biglobosa* seraient stables en milieu alcalin et leur mobilisation pour renforcer la matrice liante des particules de

kénaf est bien effective, même si elle ne minimise pas le taux de gonflement par l'eau des panneaux.

A l'inverse, les tannins extraits de l'écorce de *P. dulce*, qui conduisaient aux meilleurs résultats dans le cas des panneaux de particules de kénaf non traités (tableau 3.3), perdent leur efficacité lorsqu'ils sont mis en œuvre avec les particules de kénaf traitées à la soude. Ce résultat tend à confirmer la différence de structure des tannins de *P. dulce* et *P. biglobosa*, déjà relevée lors de l'étude de leur extraction (paragraphe 2.3.3.3.). Le milieu alcalin favoriserait leur dégradation, limitant leur apport pour la résistance mécanique de la matrice liante. Par contre, de façon moins attendue, le taux de gonflement en épaisseur des panneaux est nettement limité (TS = 24 %). En milieu alcalin, lors du thermopressage à 180 °C, les tannins et leurs produits de dégradation se recombinaient avec les hémicelluloses, voire la lignine du kénaf pour les rendre plus hydrophobe. L'apport des tannins par l'incorporation de la poudre d'écorce de *P. dulce* aux particules de kénaf est ainsi limité par le traitement alcalin.

Le cas de la gaine foliaire de *S. caudatum* est différent : l'apport de l'extrait aux propriétés mécaniques des panneaux de particules de kénaf traité par la solution de soude à 1 % est net (MOE = 2 031 MPa, MOR = 11,7), même s'il ne limite pas le taux de gonflement et n'améliore pas la cohésion interne, ce qui indiquerait une bonne stabilité de tannins en milieu alcalin. Mais, leur faible proportion dans les poudres de gaine foliaire (< 4 %) ne permettrait pas l'expression de cet apport dans le cas de l'incorporation directe avec les particules de kénaf, en dépit du traitement alcalin. Et la présence de ces particules fines de nature essentiellement lignocellulosiques n'améliore pas les propriétés des panneaux.

Les extraits de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta*, révèlent le comportement différent des substances pectiques. Mis en œuvre comme liant des particules de kénaf traitées à la soude à 1 % dans l'eau, ils conduisent à des résistances mécaniques plus faibles (MOE = 1 488 et 184 MPa, et MOR = 0,17 et 0,45 MPa) que celles atteintes lorsque les poudres des organes de plantes sont introduits directement (MOE = 1 902 et 1 702 MPa, et MOR = 10,8 et 10,8 MPa). Ces résultats indiquent bien la sensibilité à la dégradation alcaline des polysaccharides pectiques. Par contre, cette dégradation resterait limitée dans les poudres qui les contiennent, et leur mobilisation pour former une matrice liante avec les hémicelluloses et les lignines du kénaf est effective.

En conclusion, le prétraitement alcalin par une solution de soude à 1 % associé à l'introduction des poudres de cosse de *P. biglobosa*, d'écorce de *P. dulce*, de calice de *B. costatum* et d'écorce de *G. venusta* permet d'améliorer très significativement les propriétés mécaniques des panneaux avec des modules élastiques en flexion supérieurs à 1 500 MPa, des module de rupture en flexion atteignant 10 MP. Les valeurs de cohésion interne (IB : 0,1 à 0,2 MPa) restent supérieures à celles requises par la norme. Toutefois, le taux de gonflement en épaisseur, largement favorisé par le traitement alcalin, reste beaucoup trop élevé.

4.3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA COLLE D'OS SUR LES PROPRIETES DES PANNEAUX DES MELANGES PARTICULES DE KENAF – POUVRE D'ORGANE DE PLANTE SELECTIONNEES TRAITES PAR LA SOUDE A 1 % DANS L'EAU

4.3.1. Matériel et méthode

Les particules de kénaf et les poudres d'organe de plantes sélectionnées sont les mêmes que précédemment et sont traitées par une solution de soude à 1 % dans l'eau comme décrit au paragraphe 4.2.1, mais pour un taux d'incorporation des poudres d'organe de 5 %. Après séchage, la colle d'os préparée comme précédemment (paragraphe 3.2.1.) est incorporée, avec un taux de 5 % par rapport à la matière sèche du mélange, au malaxeur PERRIER 721 pendant 10 minutes, et l'humidité du mélange est ajustée à 27 %.

Le protocole de préparation du MAT et de thermopressage (5 min à 180 °C) est identique aux précédents (paragraphe 3.1.1.).

4.3.2. Résultats et discussion

Le tableau 4.4 rassemble les résultats de caractérisation des panneaux de mélange de particules de kénaf – poudre d'organe prétraité par la soude à 1 % dans l'eau, et thermopressés en présence ou non de colle d'os.

Il apparaît que la colle d'os ne joue plus son rôle de liant comme c'était le cas pour les panneaux issus des mélanges non traités de particules de kénaf et de poudre d'organe de plantes sélectionnées (tableau 4.2) : les modules d'élasticité et de résistance à la rupture sont

respectivement diminués d'un facteur d'au moins 8 et d'au moins 5 pour les poudres d'organe riches en tannins, et restent nettement plus faibles pour les poudres d'organe riches en substance pectique. Les écarts sont encore plus élevés avec les résultats obtenus après traitement alcalin (tableau 4.3). Par contre, la cohésion interne IB et surtout les taux de gonflement en épaisseur sont nettement améliorés, atteignant des valeurs inférieures aux valeurs recommandées pour ce type de panneaux (norme EN 317 : 23 % de taux de gonflement).

Tableau 4.4 : Caractéristiques des panneaux de mélange de particules de kénaf – poudre d'organe prétraité par la soude à 1 % dans l'eau, et thermopressés en présence de colle d'os

Réf.	Poudre d'organe	Densité	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
1	Cosse de <i>P. biglobosa</i>	460,22	71,94 c	0,44 d	0,54 b	21,30 b
2	Ecorce de <i>P. dulce</i>	481,43	80,00 c	0,95 c	0,47 b	19,25 b
3	Gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	453,67	83,85 c	1,04 c	0,44 b	17,58 c
4	Calice de <i>B. costatum</i>	475,25	465,25 a	3,01 a	0,31 c	26,28 a
5	Ecorce de <i>G. venusta</i>	449,74	175,31 b	2,35 b	0,80 a	22,59 b

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur

Ces résultats indiquent que le comportement de la colle d'os est modifié en milieu alcalin. En milieu alcalin, et lors du thermopressage, la gélatine de la colle d'os se dégrade sous forme de polypeptides ne possédant plus de propriétés adhésives suffisantes. A l'appui de cette hypothèse, remarquons que les caractéristiques mécaniques des panneaux de particules de kénaf traités à la soude 1 % (MOE = 393 MPa, MOR = 2,6 MPa) sont aussi plus faibles que celles du témoin sans ajout de colle (MOE = 1 447 MPa, MOR = 9,12 MPa) (tableau 4.5).

Cependant, la cohésion interne IB reste élevée (0,63 MPa) alors que le taux de gonflement en épaisseur est aussi plus faible (TS = 21 %). Ces tendances (diminution des MOE et MOR, amélioration d'IB et de TS) se confirment dans le cas des liants mixtes 5 % de colle d'os + 5 % d'extraits d'organe des plantes sélectionnées, à l'exception du cas des extraits d'écorce

de *P. dulce*. Ainsi, en présence de la soude résiduelle dans les particules de kénaf, les protéines de colle d'os, totalement dénaturées, interagiraient avec les hémicelluloses et la lignine solvatées par le traitement alcalin, mais aussi probablement les tannins ou les substances pectiques extraites. Ces interactions, qui mettent peut-être en jeu la réactivité des protéines sous forme polypeptidique vis-à-vis des composés phénoliques, et polysaccharides (hémicelluloses et pectique), ne favorisent pas la résistance en flexion des panneaux, mais elles sont propices à la résistance des joints de colle et à l'ancrage mécanique des particules.

La diminution remarquable de la sensibilité de ces panneaux de particules à l'eau provient certainement de la réticulation des matières protéiques provoquée par la présence de la soude résiduelle. En effet plusieurs auteurs ont montré que le traitement des matières protéiques à la soude modifie ces dernières en les rendant moins solubles et peu dégradables (Nishino *et al.*, 1994 ; Mercadé-Prieto *et al.*, 2006 ; Ajandouz *et al.*, 2008).

Tableau 4.5 : Caractéristiques des panneaux de particules de kénaf traitées à la solution de soude 1 % et thermopressées en présence de colle d'os et d'extraits de poudres d'organe de plantes sélectionnées.

Composition du liant ajouté	Densité	MOE (MPa)	MOR (MPa)	IB (MPa)	TS (%)
Kénaf seul	460,27	1 447,55 a	9,19 a	0,44 b	-
10 % Colle d'os	447,00	393,71 c	2,60 c	0,63 a	21,21 b
5% colle d'os + 5% extrait de cosse de <i>P. biglobosa</i>	457,84	207,17 d	2,48 c	0,53 a	26,98 a
5% colle d'os + 5% extrait d'écorce de <i>P. dulce</i>	434,03	990,72 b	5,99 b	0,03 d	-
5% colle d'os + 5% Extrait de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	453,88	217,05 d	1,26 d	0,27 c	19,94 b
5% colle d'os + 5% Extrait de calice de <i>B. costatum</i>	464,47	179,32 d	1,19 d	0,51 a	20,36 b
5% colle d'os + 5% Extrait d'écorce de <i>G. venusta</i>	465,17	111,39 e	0,51 e	0,44 b	22,07 b

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur

En conclusion, l'apport de la colle d'os, manifeste pour les résistances mécaniques des panneaux de particules de kénaf, en présence ou non des poudres ou extraits des organes de plantes sélectionnées, est nettement compromis par le prétraitement alcalin des particules, dans les conditions opératoires que nous avons choisies. Cependant, les valeurs de cohésion interne et surtout la diminution des taux de gonflement des panneaux issus du traitement alcalin pourrait être exploitée à travers un post-traitement d'enduction du MAT ou du panneau lui-même par un mélange colle d'os – poudre d'organe ou extrait d'organe de plantes alcalinisées. Cette voie devra être étudiée.

Une alternative serait d'améliorer la mise en contact de la solution alcaline avec les particules de kénaf et les poudres d'organe, afin d'obtenir une meilleure mobilisation des liants, pour une teneur en soude résiduelle plus faible.

4.4. MISE AU POINT D'UN NOUVEAU PROCÉDE DE FABRICATION DE PANNEAUX DE PARTICULES DE TIGE DE KENAF ECORCEE

Le prétraitement étudié repose sur la mobilisation des hémicelluloses et de la lignine des particules de kénaf par la soude diluée, et la solubilisation des tannins ou des substances pectiques des poudres d'organe sélectionné. Le protocole d'imprégnation par la solution de soude à 1 %, avec un rapport liquide/solide de 1,5 dans le malaxeur PERRIER (10 minutes à température ambiante) conduit effectivement à des panneaux de bonne résistance mécanique. Cependant, la quantité de soude introduite (1,5 % par rapport à la matière sèche du MAT) est trop élevée et pénalise le gonflement à l'eau des panneaux. Par ailleurs, elle limite l'apport des extraits d'organe de plante pour les propriétés mécaniques.

Pour pallier ces problèmes, nous avons envisagé d'améliorer la mobilisation des biopolymères en augmentant l'efficacité de la mise en contact soude/solide, ce qui permettrait de limiter la quantité de solution de soude imprégnée. Cette voie, déjà explorée dans le cas du traitement de paille de céréales (Rigal *et al.*, 1998), est rendue possible grâce à la mise en œuvre de la technologie bi-vis, abondamment exploitée dans le domaine du fractionnement de nombreuses matières végétales (Magro, 1995 ; N'Diaye, 1996 ; Vandebossche, 1998 ; Marechal, 2001 ; Rouilly, 2002 ; Cinelli *et al.*, 2006 ; Geneau, 2006).

4.4.1. Matériel et méthodes

Les particules de kénaf et les poudres d'organe de plantes sélectionnées sont les mêmes que précédemment (paragraphe 4.1.1).

Le prétraitement par la solution de soude à 1 % est réalisé dans un extrudeur bi-vis de type CLEXTRAL BC45, équipé d'un fourreau de 7 modules de 20 cm de longueur (longueur totale du fourreau : 1,4 m). Le fourreau est thermorégulé par des induthermes. La configuration et le profil de vis installé sont donnés dans la figure 4.2.

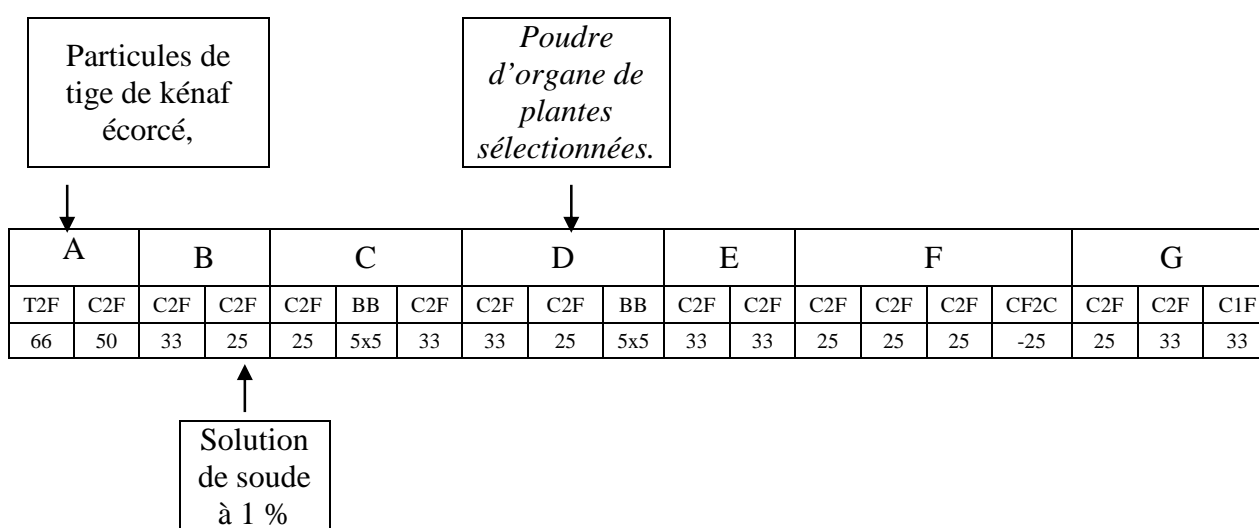


Figure 4.2 : Profils de vis adoptés pour l'extrusion dans le réacteur bivirus BC45

Les particules de tige écorcée de kénaf sont introduites dans le premier module du fourreau par l'intermédiaire d'un doseur volumétrique à vis. Le débit de particules est fixé à 13,5 kg/h. Elles sont convoyées dans le second module où la solution de soude à 1 % dans l'eau est injectée par l'intermédiaire d'une pompe doseuse de type DKM K20-2 pp 16. Le débit de solution de soude est fixé à 15 kg.h⁻¹, de sorte que le taux de soude par rapport aux particules est de 1,11 % et le ratio liquide/solide est de 1, correspondant à une humidité du mélange de 50 %. Le mélange est convoyé dans le troisième module où sont installés des éléments restrictifs de type bilobe qui assurent son malaxage et l'imprégnation des amas de fibres par le liquide. Les poudres d'organes sélectionnés sont introduites dans le quatrième module par l'intermédiaire d'un doseur à vis et le mélange est convoyé jusqu'au sixième module où des éléments restrictifs constitués par des contre-filets ajourés assurent un mélange sous cisaillement interne ; le mélange ainsi homogénéisé est ensuite convoyé dans le septième et

dernier module jusqu'à la sortie du fourreau. La température de consigne du fourreau est de 60 °C.

Trois types d'extrudats ont ainsi été préparés :

- extrudat de particules de kénaf seul,
- extrudat du mélange particules de kénaf – poudre d'organe de plantes sélectionnées avec un taux d'incorporation de 10 %,
- extrudat du même mélange mais avec un taux d'incorporation de 5 %.

Les extrudats obtenus, à une humidité de 50 %, sont séchés à l'étuve à 70 °C pendant 48 heures et stockés à 50 °C. Le protocole de formation du MAT (27 % d'humidité) et de thermopressage (5 min à 180 °C) sont identiques aux précédents (paragraphe 3.1.1.).

Pour comparaison des panneaux de particules ont été réalisés selon le même protocole pour un ajout de 10 % de colle d'os à l'extrudat des particules de kénaf seul, et de 5 % à l'extrudat des mélanges particules de kénaf + 5 % de poudre d'organe.

4.4.2. Résultats et discussion

Les caractéristiques de l'ensemble des panneaux obtenus à partir des extrudats ainsi préparés sont rassemblées dans le tableau 4.6.

Il apparaît que le prétraitement par la solution de soude à 1 % réalisé dans l'extrudeur bi-vis a densifié les panneaux obtenus faisant passer tous les panneaux de particules de type faible densité (inférieur à 550) à des panneaux de type moyenne densité (supérieur à 550).

Cet accroissement spectaculaire de la densité des panneaux de particules est une conséquence de la densification des matières premières végétales extrudées. En effet, l'extrusion en réacteur bi-vis provoque une déstructuration par défibrage plus poussé des amas de fibres que sont les particules et par fusion des composants amorphes conduisant ainsi à un produit plus homogène qui, thermopressé, donnent des panneaux de particules d'aspect plastifié.

Les résultats obtenus pour le thermopressage des particules de kénaf extrudées sans ajout de liant confirment l'efficacité du traitement : les modules MOE et MOR sont plus élevés dans le cas du traitement par imprégnation au malaxeur PERRIER, et bien que la cohésion interne soit un peu plus faible, le taux de gonflement retrouve des valeurs comparables (bien que trop élevées) à celles obtenues sans prétraitement alcalin. Ces résultats, peut-être imputés au fait que la teneur en soude introduite dans les particules de kénaf est plus faible (1 % de soude pour l'extrusion, et 1,5 % de soude pour le malaxage). De plus, les contraintes thermomécaniques exercées dans l'extrudeur, en particulier dans les contre-filets, à 60 °C, assurent une meilleure mobilisation des hémicelluloses et de la lignine du kénaf et un remélange intime avec les fibres cellulosiques.

L'ajout des poudres d'organe dans l'extrudeur améliore toutes les propriétés mécaniques des panneaux, exception faite des panneaux de particules à base de poudre de calice de *B. costatum* (tableau 4.6, Réf. 6 : MOE : 1 438,9 MPa contre 1 488 MPa pour le prétraitement à la soude seul (tableau 4.3)) pour lesquelles les modules de flexion restent cependant élevés.

La comparaison des résistances en flexion et de cohésion interne atteintes avec celles obtenues pour le kénaf seul (Réf. 1) (MOE = 1 853 MPa, MOR = 10,1 MPa et IB = 0,11 MPa) montre que le traitement en deux temps dans l'extrudeur bi-vis, par imprégnation de la soude aux particules de kénaf dans la première zone, puis ajout des poudres d'organe et homogénéisation de l'ensemble dans la seconde zone, permet aux constituants extractibles des poudres d'organe de jouer pleinement leur rôle pour l'amélioration des propriétés de la matrice liante. Ainsi, tous les panneaux obtenus, très homogènes (figure 4.2), présentent des modules d'élasticité MOE supérieurs à 2 000 MPa et des modules à rupture MOR supérieurs à 9 MPa, associés à une cohésion interne IB supérieure à 0,4 MPa. En particulier, les cosses de *P. biglobosa*, qui contiennent la plus forte proportion de tannins, conduisent à des valeurs remarquablement élevées de résistance mécanique (MOE = 3 155 MPa, MOR = 23 MPa et IB = 0,74 MPa) et surtout limitent le gonflement en épaisseur après immersion dans l'eau (TS = 11,5 %). Remarquons que les écorces de *G. venusta*, qui sont riches en substances pectiques, conduisent aussi à des panneaux de bonne qualité (MOE = 2 330 MPa, MOR = 13,1 MPa, IB = 0,53 MPa) et dont le gonflement (TS = 18,9 %) satisfait à la norme en vigueur pour ces panneaux (EN 317 : < 23 %).

Tableau 4.6 : Caractéristiques des panneaux de particules de kénaif traités par la soude 1% dans l'eau dans l'extrudeur bi-vis.

Réf.	Composition des panneaux	Densité	MOE (MPa)	(MOR MPa)	IB (MPa)	TS (%)
1	Particules de kénaif	675,25	1 853,75 c	10,12 e	0,11 f	46,15 d
2	Particules de kénaif + 10 % poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i>	752,21	3 155,38 a	23,02 a	0,74 b	11,50 h
3	Particules de kénaif + 10 % poudre d'écorce de <i>P. dulce</i>	737,28	2 040,75 c	11,55 d	0,83 b	32,94 e
4	Particules de kénaif + 10 % poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i>	820,33	2 017,00 c	9,15 e	0,41 d	83,78 a
5	Particules de kénaif + 10 % poudre de calice de <i>B. costatum</i>	659,75	1 438,88 d	8,07 f	0,42 d	50,94 c
6	Particules de kénaif + 10 % poudre d'écorce de <i>G. venusta</i>	752,96	2 330,88 b	13,16 d	0,53 c	18,92 g
7	Particules de kénaif + 10 % colle d'os	736,48	2 338,13 b	14,90 c	0,36 d	54,94 c
8	Particules de kénaif + 5 % poudre de cosse de <i>P. biglobosa</i> + 5% colle d'os	705,8	1 440,38 d	9,09 e	0,59 c	23,67 f
9	Particules de kénaif + 5 % poudre d'écorce de <i>P. dulce</i> + 5% colle d'os	652,99	1 366,25 d	8,77 f	0,22 e	84,52 a
10	Particules de kénaif + 5 % poudre de gaine foliaire de <i>S. caudatum</i> + 5% colle d'os	1010,16	3 142,00 a	18,49 b	1,47 a	57,58 b
11	Particules de kénaif + 5 % poudre de calice de <i>B. costatum</i> + 5% colle d'os	676,24	1 539,50 d	12,69 d	0,39 d	81,64 a
12	Particules de kénaif + 5 % poudre d'écorce de <i>G. venusta</i> + 5% colle d'os	707,64	2 156,75 b	16,50 c	0,57 c	67,07 b
Recommandations ANSI 208.1, 1999		550	550	3	0,10	EN 317 : 23 %

Les valeurs affectées de la même lettre dans une colonne sont statistiquement identiques suivant le test de Newman-Keuls à $p \leq 0,05$.

MOE : Module d'Elasticité en flexion, **MOR** : Module de résistance en flexion, **IB** : Cohésion interne, **TS** : gonflement en épaisseur.



Photo 4.2 : Eprouvettes de panneaux de particules de tige de k naf et poudre de cosse de *P. biglobosa* extrud es

Ces r sultats, meilleurs en comparaison   ceux obtenus plus haut (paragraphe 3.5., tableau 3.6), sont comparables   ceux obtenus par Xu *et al.* (2003) pour des panneaux de bois de k naf trait s par injection de vapeur sous pression et thermopress s sans liant ajout  (MOE = 2 500 MPa, MOR = 12,6 MPa, IB = 0,49 MPa), par Cetin et Ozman (2003) pour des panneaux dont le liant ph nol formald hyde a  t  substitu    20 et 30 % par de la lignine organosolv, et par Lu et Shi (2004) pour des panneaux dont le liant ph nol formald hyde a  t  substitu    60 % par du tannin de m l ze.

Par contre, si l'incorporation de colle d'os aux particules de k naf trait es par la soude en extrudeur bi-vis permet effectivement d'am liorer les propri t s m caniques des panneaux (tableau 4.6, R f. 7 : MOE = 2 338 MPa, MOR = 14,9 MPa, IB = 0,36 MPa) par rapport   celles des panneaux   base de particules pr trait es et de colle d'os (MOE = 541 MPa, MOR = 5,2 MPa, IB = 0,58 MPa) elle n'en limite pas la sensibilit    l'eau (TS = 55 % contre 41 %). Cette sensibilit    l'eau se retrouve dans le cas des panneaux de particules trait es   la soude en extrudeur bi-vis, avec 5 % de poudre d'organe introduite, et 5 % de colle d'os ajout    l'extrudat. Seule, la poudre de cosse de *P. biglobosa* conserve l'apport des tannins, conduisant alors   un taux de gonflement de 23,6 %). Remarquons cependant que la colle d'os apporte toujours une consolidation des propri t s m caniques puisque, bien que les poudres d'organe ne soient plus incorpor s qu'  5 % dans le m lange, les valeurs de MOE, MOR et IB restent  lev es, voire m me sont nettement am lior es pour la poudre de gaine foliaire de *S. caudatum* (R f. 10 : MOE = 3 142 MPa, MOR = 18,5 MPa, IB = 1,47 MPa).

4.5. CONCLUSION

Les résultats présentés dans ce chapitre permettent d'envisager une grande simplification du procédé de fabrication des panneaux de particules de tige écorcée de kénaf (figure 4.3).

Ce procédé évite l'étape d'extraction préalable des tannins ou des substances pectiques des poudres d'organe de plantes sélectionnées.

Réalisée en extrudeur bi-vis, en continu, l'imprégnation par une quantité limitée de soude en solution (1 % de soude par rapport aux particules, 1 kg d'eau pour 1 kg de particules) puis l'introduction des poudres d'organe et l'homogénéisation du mélange, permettent de solvater les hémicelluloses et la lignine du kénaf, et de mobiliser les tannins ou les pectines de poudre d'organe, pour former la matrice liante. Bien que susceptibles d'être améliorés pour les autres poudres d'organe, ce sont les cosses de *P. biglobosa* et les écorces de *G. venusta* qui conduisent à des panneaux dont les caractéristiques de résistance mécanique et de gonflement satisfont amplement aux exigences de la norme pour les panneaux de faible densité, en usage intérieur à l'abri de l'humidité. Les résistances en flexion et la cohésion interne permettraient même d'envisager les applications relevant de la catégorie P6 selon la norme EN 312 (MOE = 3 150 MPa, MOR = 20 MPa, IB = 0,60 MPa, TS = 15 %).

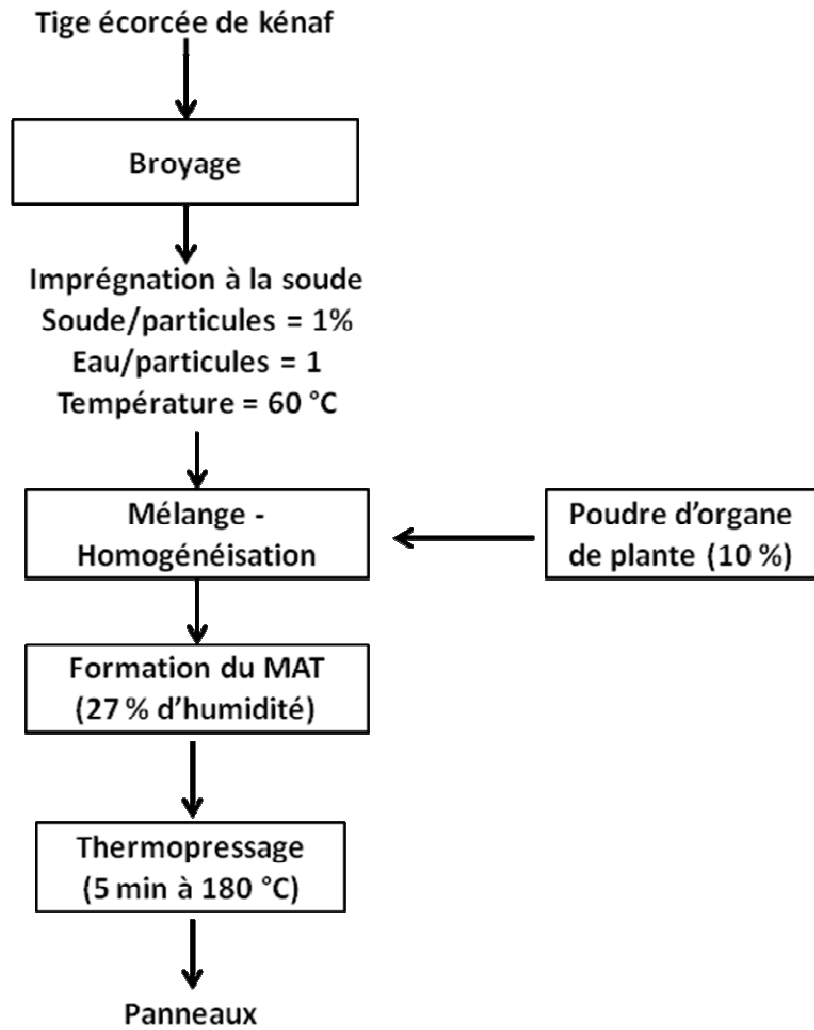


Figure 4.3 : Schéma du nouveau procédé simplifié de fabrication de panneaux de particules de tige écorcée de kénaf

CONCLUSION

Le vingtième siècle peut être considéré comme celui d'un extraordinaire développement de la transformation industrielle des ressources pour les besoins de l'homme. Mais l'enjeu du vingt et unième siècle apparaît de plus en plus comme celui de la durabilité de ce développement, à travers la maîtrise de la gestion de ces ressources et de l'impact de leur transformation sur l'environnement et la santé de l'homme. Face à l'épuisement annoncé des énergies fossiles, en particulier du pétrole, et à l'accroissement des émissions de gaz carbonique que génère le prélèvement de carbone fossile, la biomasse par son caractère renouvelable et sa grande diversité apparaît de plus en plus comme la ressource alternative. L'exploitation raisonnée des productions agricoles, sylvicoles et marines pour l'alimentation humaine d'une part, et comme matière première de la raffinerie des agroressources pour la production d'énergie, de produits chimiques et de matériaux d'autre part, est l'un des points clefs du développement durable. Les travaux présentés dans ce mémoire, qui visent à la mise au point d'un nouveau procédé de fabrication de panneaux de particules à partir d'une plante à fibre annuelle cultivée et de liants extraits d'agroressources s'inscrit pleinement dans cette perspective.

L'industrie de la production de panneaux composites lignocellulosiques, aux multiples applications dans le domaine de la construction, du bâtiment et ses aménagements, de l'ameublement, la décoration, etc. est essentiellement issue de la filière bois pour l'approvisionnement en particules et fibres. Cependant, de nombreux travaux ont porté, ces dernières années, sur l'exploitation d'autres sources de particules lignocellulosiques comme les coproduits de culture et de transformation agro-industrielle de plantes annuelles (pailles, tiges, moelles, supports, enveloppes et coques de graines, bagasses et pulpes, etc.), voire de plantes à fibres (lin, chanvre, sorgho, roseaux, ...).

La plante modèle source de particules choisie pour notre étude est le kénaf (*Hibiscus cannabinus* L.). Cultivée en Afrique et en Asie, et connue pour de multiples utilisations traditionnelles locales, le kénaf est surtout exploité pour la production de fibres longues destinées à la fabrication de cordage et de toile. La variété de kénaf sélectionnée pour notre étude a été produite à la station d'expérimentation Agronomique de l'Ecole Supérieure d'Agronomie – Université de Lomé (Togo). Le décorticage des tiges séchées permet la séparation de l'écorce des tiges contenant les fibres longues. Le broyage mécanique des tiges écorcées, qui représente 65 % de la matière sèche des tiges, conduit à des particules dont :

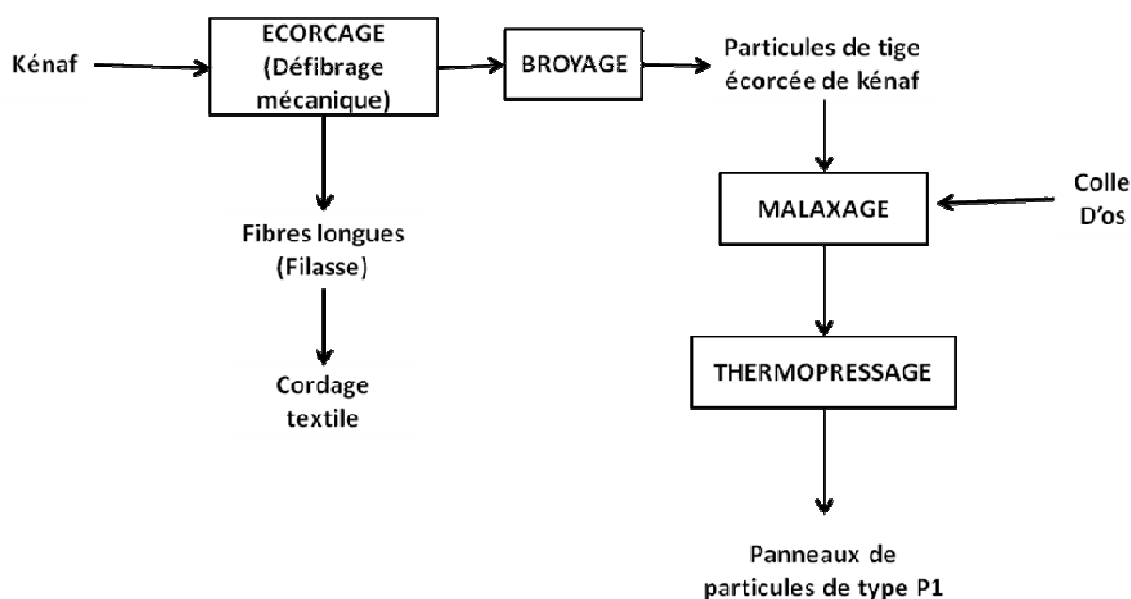
- l'analyse de la composition chimique montre qu'elles sont riches en cellulose (60 %) associées à des hémicelluloses (20 %) et peu lignifiées (15 %),
- l'analyse de la distribution granulométrique et des facteurs de forme montre qu'elles sont formées d'amas de fibres courtes,
- les analyses thermogravimétriques et calorimétriques différentielles montrent qu'au-delà de la déshydratation et l'entraînement de composés organiques volatiles, qui représentent une perte de masse voisine de 10 % sous air aux alentours de 100 °C, elles sont stables dans une gamme de température de 100 à 250 °C, sans perte de masse significative, ce qui n'exclut pas des modifications structurales des biopolymères aux alentours de 200 °C.

L'étude des conditions opératoires du thermopressage (température, durée) de ces particules de tiges écorcées, broyées en présence de résine-urée formaldéhyde (taux d'incorporation de résine, humidité du MAT) a permis de définir un protocole de thermopressage des panneaux. Dans les meilleures conditions (10 % d'UF, 27 % d'humidité du MAT, 180 °C, 1 min à 1,6 MPa et 4 min à 2,7 MPa), les caractéristiques des panneaux obtenus (densité = 540 kg.m⁻³ ; MOE = 450 MPa ; MOR = 4,2 MPa ; IB = 0,4 MPa et TS = 30 %) sont satisfaisantes pour une utilisation comme panneaux de particules de faible densité, à applications générales en milieu sec (type P1).

Cependant, bien que les caractéristiques de ces panneaux puissent être améliorées par incorporation d'additifs, la mise en œuvre de la résine UF reste un facteur limitant, en particulier pour les applications en intérieur, du fait des émissions de formaldéhyde. La recherche de liants issus d'agroressources pour l'élaboration des panneaux de particules de kénaf a donc été le second objectif de ce travail.

Notre choix s'est porté, dans un premier temps, sur une colle d'origine animale, la colle d'os, disponible commercialement au Togo, utilisée localement pour la fabrication d'enduits, et connue pour ses applications traditionnelles en collage des bois et papiers. L'analyse de sa composition (95 % de protéines de type gélatine), de son comportement thermique et des propriétés rhéologiques des solutions aqueuses ont permis de définir les conditions de sa mise en œuvre comme résine pour les panneaux thermopressés, qui n'avaient jamais été

décrites à notre connaissance. Les caractéristiques mécaniques des panneaux de particules de tige de kénaf obtenus dans une large gamme de conditions opératoires (10 à 15 % de colle d'os, 5 minutes de thermopressage de 140 à 180 °C) sont supérieures à celles obtenus avec la résine UF (MOE = 530 MPa ; MOR = 5 MPa ; IB = 0,6 MPa), pour des taux de gonflement par l'eau équivalents (35 à 40 %). Un nouveau procédé de fabrication de panneaux de particules à très faible émission de formaldéhyde, pour un usage général en intérieur, peut donc être proposé pour son intégration dans une filière de valorisation industrielle du kénaf au Togo :



Deux autres types de liants extraits d'organes de plantes sélectionnées pour leurs usages traditionnels au Togo ont ensuite été étudiés :

- La caractérisation de la composition chimique et l'étude des conditions d'extraction aqueuse de cosse de gousse de Néré (*Parkia biglobosa Benth*), d'écorces de tiges de tamarinier d'Inde ou faux Campêcher (*Pithecellobium dulce Benth*) et de gaine foliaire des sorghos rouges ou sorghos de teinturier (*Sorghum caudatum Stapf*) d'une part, et de calice de fleur de kapokier rouge (*Bombax costatum*) et d'écorce de tiges de *Grevia venusta Fresen* ont permis d'obtenir des extraits riches en tannins hydrosolubles (44 %, 33 % et 23 % respectivement à partir des trois premiers types d'organes) et en substances pectiques (75 et 60 % respectivement à partir des deux derniers types d'organes).

- La mise en œuvre de ces extraits, à partir de l'analyse de leur comportement thermique et rhéologique, comme liant des particules de tige de kénaf écorcé a conduit à des panneaux thermopressés dont les caractéristiques mécaniques sont équivalentes voire supérieures à celles obtenues avec la colle d'os ou la résine UF (MOE = 1 100 MPa ; MOR = 5,7 MPa ; IB = 0,45 MPa dans le cas de l'extrait d'écorces de *P. dulce*).

Les tannins hydrosolubles, comme les substances pectiques de ces extraits aqueux assurent efficacement le rôle de résine thermodurcissable dans les panneaux thermopressés. L'association des extraits riches en tannins avec la colle d'os dans le liant améliore encore les résistances en flexion des panneaux, ce qui peut être attribué à la synergie entre tannins et protéines (MOE = 1 300 à 1 350 MPa ; MOR = 9,5 à 11 MPa pour *P. dulce* à 50 à 80 % de taux de substitution dans la colle d'os). Mais cette synergie agit peu sur la cohésion interne et ne limite pas significativement le taux de gonflement par l'eau qui reste supérieure ou égal à 35 % dans le meilleur des cas.

De nouveaux liants à base de tannins ou de substances pectiques extraits d'organe de plantes récoltées au Togo pourraient donc être produits localement pour l'élaboration des panneaux de particules de tige écorcées de kénaf. L'optimisation des conditions d'extraction et de formulation de ces liants permettra d'améliorer encore les propriétés de ces panneaux.

Mais l'incorporation directe des organes de plante broyés dans les particules de kénaf simplifie grandement le procédé. Elle nécessite cependant une adaptation pour assurer la mobilisation des tannins ou des pectines extractibles lors du thermopressage. L'imprégnation du mélange particules de kénaf (90 %) - poudre d'organe (10 %) par une solution de soude à 1 % dans l'eau, avec un rapport liquide/solide de 1,5 à température ambiante dans un malaxeur planétaire provoque le gonflement des matrices lignocellulosiques et la solvatisation des extractibles. Les résistances mécaniques en flexion des panneaux thermopressés obtenus à partir de ces mélanges sont élevées dans presque tous les cas (MOE = 1 500 à 1 900 MPa ; MOR = 9 à 11 MPa), bien que le milieu alcalin puisse provoquer la dégradation des tannins d'écorce de *P. dulce* et des pectines de *G. venusta*, et surtout augmente considérablement la sensibilité à l'eau de tous les panneaux. L'incorporation de colle d'os permet néanmoins de corriger cet effet négatif et d'améliorer la cohésion interne des panneaux.

Un nouveau procédé mettant en œuvre la technologie d'extrusion bi-vis, permettant de minimiser la quantité de soude et d'optimiser le mélange particule-liant, est mis au point : les particules de tige écorcée de kénaf sont imprégnées par la solution de soude à 1 % avec un ratio liquide/solide de 1 à 60 °C dans la première zone de l'extrudeur, puis mélangées intimement sous contrainte de cisaillement aux poudres d'organe dans la seconde zone de l'extrudeur.

La caractérisation thermoacoustique et la tenue aux agressions environnementales restent des investigations indispensables devant permettre de caractériser de manière plus complète les panneaux ainsi obtenus afin d'en faire des produits industriels potentiels.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- Agbor G.A, Oben J.E et Ngogang J.Y.** 2003. Antioxidative activity of *Hibiscus cannabinus* leaf extract. *Food Africa: Improving Food Systems in sub-Saharan Africa: Responding to a Changing Environment*.
- Ajandouz H, Desseaux V., Tazi S., Puigserver A.** 2008. Effects of temperature and pH on the kinetics of caramelisation, protein cross-linking and Maillard reactions in aqueous model systems. *Food Chemistry*, 107(3): 1244-1252.
- Albert, D.J., Clark, T.A., Dickson, R.L. and Walker J.C.F.** 2002. Using acoustics to sort radiate pine pulp logs according to fiber characteristics and paper properties. *International Forest Review*. 4(1): 12-19.
- American KénaF Society (AKS)**, Founded in 1997 with individuals and organizations working directly or indirectly with kénaF and kénaF-based products, plus those with environmental concerns.
- Anonyme 1.** 2006. Technologies de mise en œuvre des composites
www.cours.polymtl.ca/mec6306/composites-1.pdf
- Anonyme 2 :** Sorghum bicolor (Animal Feed Resources Information System:
www.fao.org/aga/agap/afris/tree/L2.htm)
- Anonyme 3 :** ICRAF, A tree species reference and selection, World Agroforestry Center.
<http://www.worldagroforestrycentre.org/sea/products/AFDbases>
- Anonyme 4 :** ALUKA. Bombax costatum.
- Anonyme**, 1996. Composition de la fibre de kénaF. Danforth International et TAPPI, 1996
- Anonyme**, 1998. ADEME, Etude Agricole, 1998.
- Anonyme**, 2000. Chem424 - Synthetic Polymer Chemistry. Cours en ligne donné au printemps 2000. Department of Chemistry, The College. University of Rochester NY (USA)
- Aranguren M. I.; Mosiewicki M.; Fernandez J. B.** 2006. Natural Composites: Polymeric Matrices Based on Vegetable Resources . *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* 448, 145–159.

- Arntfield S.D., Ismond M.A.H., Murray E.D.** Thermal analysis of food proteins in relation to processing effects. In: V.R. Harwalkar, C.-Y. Ma (Eds.), *Thermal Analysis of Foods*, Elsevier, New York, 1990, p. 51-91.
- Aziz S.H. et Ansell M.P.** 2004. The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre composites: Part II – Cashew nut shell liquid matrix. *Composites Science and Technology*. **64**: 1231 – 1238.
- Banks, W.B. et Lawther, J.M.** (1994) Derivation of wood in composites, In *Cellulosic Polymers, Blends and Composites*, Gilbert, R., ed., Hanser Publishers, New York NY, 131.
- Barry A. et Corneau D.** 2006. Effectiveness of barriers to minimize VOC emissions including formaldehyde. *Forest Products Journal*. **56**(9): 38-42
- Bastioli C.** 1998. Properties and applications of Mater-Bi starch based materials. *Polym. Degrad. Stab.* **59**: 263–272.
- Bazus, A.** 1991. Raffinage des agroressources : extraction et caractérisations des glucuronoxylanes des coques de tournesol. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique, Toulouse, Traitements des matières premières végétales. 210 p.
- Beaudoin M.** 1976. Essai d'auto-agglomération à sec des particules de bois. Thèse de maîtrise de l'Université Laval. Département des sciences du bois. 93 p.
- Bellemare M.** Ouagadougou (1998). Une plante traditionnelle pleine de promesses. *CRDI Explore* Vol. 21 N°4.
- Belmares H.** 2005. Low formaldehyde emission coatings and binders from formaldehyde-based resins. United States Patent 6906132.
- Berhaut J.** 1974. Flore Illustrée du Sénégal. Dakar, Min. du Dév. Rural. Dir. Des Eaux et Forêts.
- Berhaut J.** 1975. Flore Illustrée du Sénégal. Dakar, Min. du Dév. Rural. Dir. Des Eaux et Forêts.

- Berhaut J.** 1979. Flore Illustrée du Sénégal. Dakar, Min. du Dév. Rural. Dir. Des Eaux et Forêts.
- Bezpaly I.** 1994. *Les plantes cultivées en Afrique occidentale*. Moscou : Edition MIR, 198-201p.
- Bisanda E.T.N., Ogola W.O. et Tesha J.V.** 2003. Characterisation of tannin resin blends for particle board applications. *Cement & Concrete Composites* (2003), **25**: 593–598
- Blayo A.** 2002. Les huiles végétales, les colophanes et les terpènes. *L'Actualité Chimique*. Novembre-décembre : p 27-30.
- Bledzki A.K. et Gassan J.** 1999. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science* **24**: 221-274
- Blumenkrantz H. et Asboe-Hansen G.** 1973. New method for quantitative determination of uronic acids. *Analytical Biochemistry*. **54**: 484 – 489.
- Budrugaec P., Trandafir V., Albu M. G.** 2003. The effect of the hydration degree on the hydrothermal and thermo-oxydative stability of some collageneous matrices. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. **72**: 581.585
- Breyer R.A.** 1997. Method of scavenging formaldehyde using a low mole ratio melamine-urea-formaldehyde resin. United States Patent 5684118.
- Bukenya-Ziraba, R.** 2004. Hibiscus cannabinus L. Fiche de Protabase. Grubben, G.J.H. & Denton, O.A. (Editeurs). PROTA (Plant Resources of Tropical Africa / Ressources végétales de l'Afrique tropicale), Wageningen, Pays Bas. <http://database.prota.org/recherche.htm>.
- Burkill H.M.** 1985. The usefull plants of west tropical Africa, Vol. 1
- Cappelletto P., Mongardini F., Barberi B., Sannibale M., Brizzi M., Pignatelli V.** 2000. Papermaking pulps from the fibrous fraction of *Miscanthus × giganteus*. *Ind. Crops Prod.* **11** : 205–210.
- Cardenas A., Hihuera-Ciapara I., Goycoolea F.M.** 1997. Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *J. PACD*. 152 – 159.

- Caruel H., Rigal L., Gaset A., Darnaud A., Damiot M., Maureau A., Vincent F.** 1995. Procédé de valorisation de pulpes de betterave, en particulier pour préparer des colles, des produits d'enduction ou des films adhésifs réversibles à l'eau, brevet français 95 01 643, 1995.
- Cetin N. S. et Ozmen N.** 2003. Studies on Lignin-Based Adhesives for Particleboard Panels *Turk J Agric For* **27**: 183-189
- Chand N., Verma S, Khazanchi AC.** 1989. *J Mater Sci Lett* **8**:1307
- Charlet K., Morvan C., Bréard J., Jernot J-P. Gomina M.** 2006. Etude morphologique d'un composite naturel : la fibre de lin “, *Revue des Composites et Matériaux Avancés* **3** : 309-344.
- Chanliaud E.** 1995. Extraction, caractérisation et propriétés fonctionnelles des hétéroxylanes de son de maïs. Thèse de Doctorat. ENSIA, Paris, (1995).
- Chow P., Bagby M.O., Youngquist J.A.** 1992. Furniture panels made from kenaf stalks, wood waste, and selected crop fiber residues. In: Proceedings of the 4th annual International Kenaf Association conference; 1992 February 5-7; Biloxi, MS. p. 28. in Youngquist
- Cinelli P., Chiellini E., Lawton J.W., Imam S.H.** 2006. Properties of Injection Molded Composites Containing Corn Fiber and Poly(Vinyl Alcohol). *Journal of Polymer Research* (2006) **13**: 107–113
- Collins J.J. et Lineker G.A.** A review and meta-analysis of formaldehyde exposure and leukaemia. *Regulatory Toxicology and Pharmacology* (2004). **40**: 81–91
- Conner A.H.** 1996. Urea-formaldehyde adhesive resin in *Polymeric materials encyclopedia*. Ed. CRC Press. Inc. **11**: 8496 -8501
- Damiot M.** 1998. Procédé d'extraction - blanchiment appliqué au fractionnement de la pulpe de betterave. Etude des propriétés rhéologiques et adhésives des polysaccharides pariétaux non cellulosiques. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés, Sciences des Agroressources.

- Davis E.A., Derouet C., Hervé du Penhoat C., Morvan C.** 1990. Isolation and N.M.R. study of pectins from flax (*Linum usitatissimum* L.). *Carbohydrate Research*. **197**: 205-215.
- Dix B., Thole V., Marutzky R.** 1999. Poplar and eucalyptus wood as raw material for woodbased panels. *Eurowood Technical Workshop Proceedings: Industrial End-uses of Fast-grown Species*. CNR/IRL and CNR/ITL. Florence. p 93-102.
- Drzal L.T., Mohanty A. K., Burgueño R., Misra M.** 2003. Biobased Structural Composite Materials for Housing and Infrastructure Applications: Opportunities and Challenges *Enzyme and Microbial Technology* **31**: 736–741
- Drzal L.T., Mohanty A.K., Misra M.** 2002. Biocomposites: Opportunities for Value-Added Biobased Materials. Oral presentation "Creating Value for biobased Resources, Moving beyond Petroleum", November, 11-13th. Kansas City, Missouri.
- Duke J.A.** 1983. Phytochemical and Ethnobotanical Databases : <http://www.ars-grin.gov/cgi-bin/duke/ethno-actlist.pl>
- Dykes L. et Rooney L. W.** 2006. Sorghum and millet phenols and antioxidants. *Journal of Cereal Science* **44**(3): 236 – 251.
- Elgun S. Z.** 1999. Composites. ASM International, engineered materials handbook volume 1.
- English B. E. et Schneider, J. S.** 1994. Paper fiber/low-density polyethylene composites from recycled paper mill waste; Preliminary Results, in *Proceedings, Recycling Conference*, May 15-18, Boston, MA, 1994.
- English B., Chow P., Bajwa D. S.** 1997a. Processing into Composites; Chapter 8 in Rowell, R.M., Young, R.A., Rowell, J.K. () Paper and Composites from Agro-Based Resources. CRC Lewis Publishers Boca Raton, New York, London, Tokyo, pp 269-299.
- English B., Starl N., Clemons C.** 1997b. Weight Reduction: Wood versus Mineral Fillers in Polypropylene. Proceeding of The Fourth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites. May 12-14, 1997, The Madison Concourse Hotel. P. 237-244

- Fafioye O.O., Adebisi, A.A., Fagade S.O.** 2004. Toxicity of *Parkia biglobosa* and *Raphia vinifera* extracts on *Clarias gariepinus* juveniles. *African Journal of Biotechnology* **3**: 627-630
- Felby C, Pedersen LS, Nielsen BR.** 1997. Enhanced auto adhesion of wood fibers using phenol oxidases. *Holzforschung*, **51**: 281–286.
- Felby C., Hassingboe J., Lund M.** 2002. Pilot-scale production of fiberboards made by laccase oxidized wood fibers: board properties and evidence for cross-linking of lignin. *Enzyme and Microbial Technology* **31**: 736–741
- Frazier C.E et Jianwen N.** 1998. On the occurrence of network interpenetration in the wood-isocyanate adhesive interface. *Int. J. Adhesion & Adhesives*. **18**: 81-87.
- Gandini A., Belgacem M.N.** 2002. Les produits lignocellulosiques. *L'Actualité Chimique*. Novembre-décembre : p 17-22.
- Garcia-Jaldon C.; Dupeyre D.; et Vignon M. R.** 1998. Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment. *Biomass and Bioenergy* **14** (3): 251-260.
- Gardner D.J., Frazier C.E., et Christiansen A.W.** 2005. Characteristics of the Wood Adhesion Bonding Mechanism Using Hydroxymethyl Resorcinol. Proceedings No. 7230 ISBN 1-892529-45-9. Wood Adhesives November 2-4, 2005 Holiday Inn on the Bay San Diego, California, USA. The Forest Products Society.
- Gassan J. et Bledzki A.** 1997. The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. **28**(12): 1001-1005.
- Gassan, J. et Bledzki A.** 1999. Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres. *Composites Science and Technology*. **59**(9): 1303–1309.
- Geneau C.** 2006. Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tournesol. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Transferts, Dynamique des Fluides, Énergétique et Procédés, Sciences des Agroressources.

- Gidley M. J., Chanliaud E., Whitney S.** 2002. "Influence of polysaccharide composition on the structure and properties of cellulose-based composites", in **Plant Biopolymer Science: food and non-food applications'** Royal Society of Chemistry, pp 39-47.
- Gidley M.J., Cooke D, Ward-Smith S.** 1993. Low moisture polysaccharide system: thermal and spectroscopic aspects. In: Blanshard JMV, Lillford PJ, editors. *The glassy state in foods*. Loughborough: Nottingham University Press, 1993. p. 303-316.
- Gillah P.R., Irlé M.A., Amartey S.A.** 2000. Development and production of laboratory scale novel MDF panels from composite and nonwoven mattresses of sisal and wood fibre mixtures. *Holz als Roh-und Werkstoff*. **58**: 324-330.
- Glew R.H., VanderJagt D.J., Lockett C., Grivetti L.E., Smith G.C., Pastuszyn A., Millson M.** 1997. Amino acid, fatty, and mineral composition of 24 indigenous plants of Burkina Faso. *J. of Food Comp. Analysis*. **10**: 205-217.
- Godon, B.** 1991. Composition biochimique des céréales. A : Grains d'avoine, ble, maïs, orge, seigle, triticale in Godon B. ; Willm C. 1991. *Les industries de première transformation des céréales*. Paris, Edit. Lavoisier. pp. 77-94.
- Gomina M., Charlet K., Jernot J.P., Baley C., Bizet L. et Bréard J.** 2007. Morphologie et comportement mécanique de la fibre de lin. Communication orale au *10èmes Journées de la SOACHIM, 7-11 août 2007, Cotonou (Bénin)*
- Greene J.T.** 1992. Formaldehyde scavenging process useful in manufacturing durable press finished fabric. United States Patent 5112652.
- Groom L. H., Mott L., Shaler S. M., Pesacreta T.** 1998. Effect of fiber surface and mechanical properties on the stiffness and strength of medium-density fiberboard. Microfibril Angle in Wood, Proceeding of the IAWA/IUFRO International Workshop on the Significance of Microfibril.
- Gruber P. R., Glassner D., Vink E.** 2002. *Polymer. Mater. Eng.* **86**, 337
- Gulati, D., Sain, M.** 2006. Fungal-modification of Natural Fibers: A Novel Method of Treating Natural Fibers for Composite Reinforcement. *J Polym Environ*. Original paper Springer Science & Business Media, Inc.

- Han J.T.** (1998). Properties of non-wood fibers.
<http://www.fpl.fs.fed.us/documents/pdf1998/han98a.pdf>
- Han J.S. et Rowell J.S.** 1997. Chemical composition of fibers in Paper and composite from agrobased resources, Rowell R.M., Young R.A., Ranel J.K., Lewis publishers CRC, 1997, chapitre 5, pp 83-134.
- Harrington J.J.** 1998 MicroFibril Angle in Wood. *Ed B.G Butterfield*, IAWA/IUFRO, New Zealand.
- Hassan M.L, Rowell R.M, Fadl N.A, Yacoub S.F, Christainsen A.W.** 2000. Thermoplasticization of Bagasse : I. Preparation and characterization of esterified bagasse fibers. *J. App. Polym. Sci.* **76**: 561-574.
- Hines D. A. et Eckman K.** 1993. *Indigenous multipurpose trees of Tanzania: Uses and economic benefits for people*. Ottawa, Ontario, Canada. Ed. Pia Cole
- Horn R.A., Wegner T.H., Kugler D.E.** 1992. Newsprint from blends of kenaf CTMP and deinked recycled newsprint. *Tappi Journal* **75**(12): 69 - 72.
- Hsu W. E.** 1997. *Wood quality requirements for panel products*. Proceeding of CTIA/IUFRO International Wood Quality Workshop, Timber Management toward Wood Quality and End-product Value. Forintek Canada Corp. Québec City, Canada. I-7/10.
- Huang M.T. et Ferraro T.** Phenolic-compounds in food and cancer prevention, ACS Symposium. Ser. 507 (1992).
- Huc A.** 1978. Le collagène, propriétés mécaniques et thermostabilité de la molécule, *Labo-pharma* **275**: 307-312.
- IARC.** 1995. IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans. vol 62: Wood dust and formaldehyde. Lyon, France.
 (<http://www.inchem.org/documents/iarc/vol62/>)

- INRA** (1981). Pr evision de la valeur nutritive des aliments des ruminants, Tables de pr evision de la valeur alimentaire des fourrages. Expos es pr esent es aux 11es Journ ees de Grenier de Theix, 21 - 22 - 23 Mars 1979, Beaumont, 580 p.
- Ishikawa A., Okano T., Sugiyama J.** 1997. Fine structure and tensile properties of ramie fibres in the crystalline form of cellulose I, II, III1 and IV1 . *Polymer*. **38**(2): 463-468.
- Jodin P.** 1994. Le Bois, Mat eriel d'Ing enierie. *Association pour la recherche sur le bois en Lorraine*, Nancy, France,
- Johnson, M., Tucker, N., Barnes, S. et Kirwan K.** 2005. Improvement of the impact performance of a starch based biopolymer via the incorporation of *Miscanthus giganteus* fibres. *Industrial Crops and Products* **22**(3): 175-186.
- Jorda, J.** 2003. Etude du proc ed e d'extraction alcaline et de purification de pectines de pulpe de betterave :  tude des propri et es chimiques et physico-chimiques. Th ese de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Proc ed es, Sciences des Agroressources.
- Kalapathy, U., Hettiarachchy, N.S., Myers, D., Hanna, M.A.,** 1995. Alkali Modification of soy proteins and their adhesive properties on woods. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **72**, 507–510.
- Kalaycioglu H. et Nemli G.** 2006. Producing composite particleboard from kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) stalks. *Industrial Crops and Products*. **24**(2): 177 – 180.
- Kaldor A.F., Karlgren C., Verwest H.** 1990. Kenaf—a fast growing fiber source for papermaking. *TAPPI* **73**(11): 205–208.
- Kazakevics A.A.R.** 1984. Studies on the reduction of formaldehyde emission from particuleboard by polymers. Ph.D theses University of Auckland.
<http://hdl.handle.net/2292/2432>.
- Keller A., Leupin M., Mediavilla V., Wintermantel E.** 2001. Influence of the growth stage of industrial hemp on chemical and physical properties of the fibres. *Industrial Crops and Products* **13** : 35–48

- Kharazipour A, Hüttermann A, Luedemann HD.** 1997. Enzymatic activation of wood fibers as a means for the production of wood composites. *J Adhes Sci Technol.* **11**: 419–27.
- Khristova, P.; Kordsachia, O.; Patt, R.; Khider, T. ; Karrar, I.** 2002. Alkaline pulping with additives of kenaf from Sudan. *Industrial Crops and Products* **15**: 229–235
- Kim, S.; Kim, H.-J.** 2004. Evaluation of formaldehyde emission of pine and wattle tannin-based adhesives by gas chromatography. *Holz Roh Werkst.* **62** (2), 101–106.
- Kobaizy M., Tellez M.R, Webber C L III, Dayan F.E., Schrader K.K and Wedge D.E.** Phytotoxic and fungitoxic activities of the essential oil of kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) leaves and its composition. ACS Publications, 2001.
- Kouda-Bonafos M., Czyzewska E., Nacro M. and Oehlschlager A.C.** (1994). Isolation of apigeninidin from leaf sheaths of *Sorghum caudatum*. *Journal of Chemical Ecology.* **20**(8): 2123-2125.
- Kumar R., Choudhary V., Mishra S., Varma I.K., Mattiason B.** 2002. Adhesives and plastics based on soy protein products. *Industrial Crops and Products.* **16** 155–172
- Kuroda K., Nakagawa_izumi A., Mazumder B.B., Ohtani Y., Sameshima K.** 2005. Evaluation of chemical composition of the core and bast lignins of variety Chnpi-3 kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) by pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry and cupric oxide oxidation. *Industrial Crops and Products.* **22**: 223 - 232.
- Kuroda K., Izumi A., Mazumder B.B., Ohtani Y., Sameshima K.** 2002. Characterization of kenaf (*Hibiscus cannabinus*) lignin by pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry in the presence of tetramethylammonium hydroxide. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis,* **64**: 453–463
- Lambuth A.L.** 1994. Protein adhesives for wood. In: Pizzi, A., Mittal, K.L. (Eds.). *Advanced Wood Adhesive Technology.* Marcel Dekker Inc, New York, pp. 259–281.
- Lamure A.** 2006. Adhésion et Adhérence des matériaux. Note de cours, ENSIACET, INP Toulouse. (2006)

- Le Houérou,** 2000. *Pithecellobium dulce* (Roxb.) Benth.
<http://www.fao/agP/AGPC/Gbase/DATA/Pf000410.HTM>
- Lee W.J, Lan W.C.** 2006. Properties of resorcinol–tannin–formaldehyde copolymer resins prepared from the bark extracts of Taiwan acacia and China fir. *Bioresource Technology* 97, 257–264
- Lehmann** 1983. Method and composition for reduction of formaldehyde emission in wood composite panels. United States Patent 4397756.
- Lewin M. et Pearce E.** (1998) Handbook of Fiber Chemistry, Marcel Dekker Inc, NY, p. 1105.
- Li K, Geng X, Simonsen J, Karchesy J.** 2004. Novel wood adhesives from condensed tannins and polyethylenimine. *International Journal of Adhesion & Adhesives* **24**: 327–333
- Li K., Geng X.** 2005. Formaldehyde-Free Wood Adhesives from Decayed Wood. *Macromolecular Rapid Communications*. 26(7): 529 - 532
- Lillholt H.** 2002. Strength of cellulose and fibres. Proceedings of the 23rd Riso International Symposium on Materials Science. 2-5 September, 2002, Roskilde, Denmark.
- Lu Y., et Shi Q.** 1995. Larch tannin adhesive for particleboard *Holz als Roh- und Werkstoff*. **53**(1): 17-19.
- Magro C.** 1995. Valorisation des pailles de blé par fractionnement thermo-mécano-chimique dans un réacteur baxis. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agroressources.
- Makkar H.P.S., Bluemmel M., Borowy N.K., Becker K.** 1993. Gravimetric determination of tannins and their correlations with chemical and protein precipitation methods. *Journal of Scientifique Food and Agriculture*. **61**: 161–165.
- Mani R., Tang J., Bhattacharya M.** 1998. Synthesis and characterization of starch-graft-polycaprolactone as compatibilizer for starch/polycaprolactone blends. *Macromolecular Rapid Communications*. **19**(6): 283 – 286

- Manolas C.** 1993. Fractionnement du sorgho à fibre. Extraction et caractérisation des hémicellulose de la moëlle. Etude des matériaux composites. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés: Sciences des Agroressources.
- Mapongmetsem P M, Nkongmeneck B A et Denedoumba D.** 2004. Germination et croissance initiale d'une Mimosaceae alimentaire locale : *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. *Procédés Biologiques et Alimentaires*. (2) Revue N°2. <http://www.fao.org/ag/aga/agap/frg/afri/fr/Data/137.HTM>
- Maréchal P.** 2001. Analyse des principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis : obtention d'agro-matériaux. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources.
- Maréchal V. et Rigal L.** 1999. Characterization of by-products of sunflower culture: commercial applications for stalksand head. *Industrial Crops and Products*. 10: 185-200.
- Markessini E., Mouratidis P., Roffael E., Rigal L.** 1997. Method for production of lignocellulosic composite materials. EP W097/38833.
- Masahiko, O.** Chemical syntheses of biodegradable polymers. *Prog. Polym. Sci.*, (2002), 87–133.
- Matsumoto J., Harada S., Kajita H.** 1999. Proceedings of the techno trend. The Adhesion Society of Japan, Osaka, pp 30–37
- Maureau A., Vincent I., Gaset A., Damiot M., Caruel H., Rigal L.** 1996. Procédé de valorisation de pulpe de betterave pour obtenir des produits à forte valeur ajoutée. brevet français 96 04 501, 1996.
- Mazumdera B.B., Nakgawa-izumi A., Kuroda K., Ohtani Y., Sameshima K.** 2005. Evaluation of harvesting time effects on kenaf bast lignin by pyrolysis-gas chromatography. *Industrial Crops and Products* **21**: 17–24
- Mehta G., Mohanty A. K., Misra M., Drzal L. T.** 2003. Biobased Resins as a Toughening Agent for Biocomposites. *Green Chemistry*. **6** : 254-258

- Mekjian A.** 2002. Fire Hard Composites for Architectural Applications. Composites 2002 Convention and Trade Show. Composites Fabrication Association. September 25-28. Atlanta, GA USA
- Mello L.D., Sotomayor M.P.T. et Kubota L.T.** (2003). HRP-based amperometric biosensor for the polyphenols determination in vegetables extract. *Sensors and Actuators B* 96: 636-645.
- Mellon R.M. et Sharma H.S.S.** 2002. Thermogravimetric analysis of perennial ryegrass : relationship between dry matter digestibility and thermal profiles. *Thermochimica Acta*. 383: 161- 168.
- Mercadé-Prieto R., Falconer R.J., Paterson W.R., Wilson D.I.** 2006. Probing The Mechanisms Limiting Dissolution of Whey Protein Gels During Cleaning. *Food and Bioproducts Processing*, 84(4): 311-319.
- Mohanty A.K., Misra M., Drzal L.T.** 2002. Sustainable Bio-Composites from Renewable Resources: Opportunities and Challenges in the Green Materials World. (2002), *Journal of Polymers and the Environment*, 10 (1/2): 19-26
- Morrison W. H., Akin D.E., Archibald D.D., Dodd R.B., Raymer P.L.** 1999. Chemical and instrumental characterization of maturing kenaf core and bast. *Industrial Crops and Products*. 10: 21–34
- Mott L., Shaler S.M, Groom L.H.**, 1996. Experimental Micromechanics: Quantifying fiber cell wall deformation and fracture. University of Main, USA.
- Muetzel S. et Becker K.** 2006. Extractability and biological activity of tannins from various tree leaves determined by chemical and biological assays as affected by drying procedure. *Animal Feed Science and Technology*. 125 : 139–149
- Nabédé K. P.** 2000. Culture et valorisation du kénaf précoce (*Hibiscus cannabinus*). Effet de la densité de peuplement sur la croissance des plants et le rendement en fibres. Lomé : Rapport de Stage Technique Spécialisé (00/12/PV/ESA), 30p.

- Nabédé K.P.** 2002. *Valorisation des plantes annuelles locales : culture du kénaf (Hibiscus cannabinus)*.et sa transformation en panneaux de fibres. Lomé : Mémoire de fin d'Etude Agronomique, 62 p.
- Nashed, G., Rutgers, R. P. G., Sopade, P. A.** 2003. The Plasticisation Effect of Glycerol and Water on the Gelatinisation of Wheat Starch. *Starch*. **55**(3-4): 131 – 137
- Navi, P.** Three dimensional modelling of wood microstructure for the prediction of fibre elastic properties. *Proceeding of the Mechanical Behaviour of Wood. Bordeaux, France.* (1988) pp70-80.
- N'Diaye, S.** 1996. Fractionnement de la matière végétale : mise au point d'un procédé thermomécano-chimique et modélisation du fonctionnement du réacteur bi-vis. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, FRANCE, Ecole Doctorale Sciences des Procédés : Sciences des Agroressources.
- Ndir B, Lognay G, Wathelet B, et al.** 2000. Composition chimique du nététu, condiment alimentaire produit par fermentaire des graines du caroubier africain *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ* **4**(2): 101 -105.
- Nefzaoui A.** 1979. La pulpe d'olive: Principaux acquis et voies de recherches. Note INRAT Tunis, Tunisie. Octobre 1979.
- Nefzaoui A.** 1983. Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Division de la Production et de la Santé Animales, FAO, Rome.
- Nenonene A.** 1991. Contribution à l'Etude des pâturages naturels de la basse vallée du Sio : cas du centre d'Application Agropastoral de Kovié. Mémoire d'Ingénieur Agronome, Ecole Supérieure d'Agronomie, Université du Bénin.
- Neto C. P. ; Seca, A. ; Fradinho, D. ; Coimbra, M.A. ; Domingues, F.; Evtuguin, D. ; Silvestre, A.; Cavaleiro, J.A.S.** 1996. Chemical composition and structural features of the macromolecular components of *Hibiscus cannabinus* grown in Portugal. *Industrial Crops and Products* **5**:189-196
- Nishimura N., Izumi A., Kuroda K.** 2002. Structural characterization of kenaf lignin: differences among kenaf varieties. *Industrial Crops and Products*. **15**: 115–122

- Nishino N., Uchida S., Ohshima M. 1994.** Ruminal degradation of alfalfa protein as influenced by sodium hydroxide and heat treatment. *Animal Feed Science and Technology*, 48(1-2): 131-141.
- Ogier J.-C., Ballerini D., Leygue J.-P., Rigal L. et Pourquoié J. 1999.** Production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique. *Oil & Gas Science and Technology* 54(1): 67-94
- Okada M. 2002.** Chemical syntheses of biodegradable polymers. *Prog. Polym. Sci.* 27: 87–133.
- Oksman et Clemons, 1998.** Mechanical Properties of Impact Modified Polypropylene - Wood Flour Composites. *Journal of Applied Polymer Science.* 67(9): 1503-1513.
- Olivares M., Aceituno H., Neiman G., Rivera E. and Sellers Jr. T. 1995.** Lignin-modified phenolic adhesives for bonding Radiata pine plywood. *Forest Products Journal.* 45: 63-67.
- Orica Limited. 1999.** Urea formaldehyde resin production process.
- Orliac O. 2002.** Valorisation des protéines de tournesol : étude de leur comportement thermique, rhéologique et de leur réactivité chimique. Application à la fabrication de nouveaux matériaux biodégradables. Thèse de Doctorat INP Toulouse.
- Orliac O., Rouilly A., Silvestre F., Rigal L. 2002.** Effect of additives on the mechanical properties hydrophobicity and water uptake of thermomoulded films produced from sunflower protein isolate, *Polymer* 43: 5417-5425.
- Oujai, S.; Shanks, R.A. 2005.** Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. *Polymer Degradation and Stability.* 89: 327-335
- Papadopoulos, A.N.; Gkaraveli A. 2003.** Dimensional stabilisation and strength of particleboard by chemical modification with propionic anhydride. *Holz als Roh- und Werkstoff.* 61: 142–144
- Pavithran C, Mukherjee P.S, Brahmakumar M, Damodaran A.D. 1987.** Impact properties of natural fiber composites. *J. Mater. Sci. Letters.* 6: 882-884.

- Philippou** 1982. described a graft polymerization system of activated lignocellulosic surfaces
- Pizzi A.** 1994. Tannin-based wood adhesives. In: Pizzi A (ed) Advanced wood adhesives technology. Marcel Dekker Inc., New York. pp 149–217.
- Pourquié J. et Vandecasteele J.P.** 1993. Conversion de la biomasse lignocellulosique par hydrolyse enzymatique et fermentation. *Biotechnologie*, 4e édition, René Scriban, coordinateur Lavoisier TEC & DOC, Paris, 677-70
- Pugel A.D., Price E.W., Hse C.Y.** 1989. Composites from southern pine juvenile wood. Part 1. Panel fabrication and initial properties. *Forest Product Journal*. **40**(1): 29-33.
- Rabetafika H.N., Paquot M. et Dubois P.** Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* (2006) **10** (3), 185 – 196
- Ramakrishna G. et Sundararajan. T.** 2005. Studies on the durability of natural fibres and the effect of corroded fibres on the strength of mortar. *Cement & Concrete Composites* **27**: 575–582
- Ramiah M.V.** 1970. Thermogravimetric and differential thermal analysis of cellulose, hemicellulose, and lignin, *Journal of Applied Polymer Sciences*. **14**: 1323–1337.
- Rampho E T et Reynolds Y.** 2005. *Sorghum bicolor* (L.) Moench <http://www.plantzafrica.com>
- Raynal-Ioualalen R.** 1996. Procédé de fractionnement des sons de blé. Extraction et étude des propriétés fonctionnelles des arabinoxylanes. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agroressources.
- Reddy CS., Ghai R., Rashmi, Kalia VC.** 2003. Polyhydroxyalkanoates : an overview. *Bioresour. Technol.* **87**: 137–146.
- Reddy N., Yang Y.** 2005. Biofibers from Agricultural byproducts for industrial applications. *Trends Biotechnol.* **23**(1): 22–27.

- Rigal L., Magro C., Gaset A.** 1998. Method for fractionating cereal straw in particular wheat and barley. Brevet EU W098/31871, 1998.
- Rigal L.** 2005. Les Matériaux issus du Végétal. Journée technique AGRICE – ADEME «Biomasse et Environnement», «Biomasse et matériaux : une réalité» 2 juin 2005
- Rigal L. et Marechal V.** 2002. Mise au point de nouvelles colles d'origine végétale en particulier pour la production de composites à base de bois. Laboratoire de Chimie Agroindustrielle. ENSIACET, INPT / INRA / ADEME, Toulouse.
- Robertson J.A., de Monredon F.D., Dysseler P., Guillon F., Amado R. et Thibault J.F.** 2000. Hydration Properties of Dietary Fibre and Resistant Starch: a European Collaborative Study. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.* **33**: 72-79
- Rouilly A.** 2002. Nouveaux agro-matériaux composites à matrice protéique ou polysaccharidique : étude du fractionnement, de la transformation et de la mise en forme par extrusion et par injection-moulage de la pulpe de betterave et du tourteau de tournesol. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources.
- Rouilly A., Orliac O., Silvestre F. et Rigal L.** 2001. DSC study on the thermal properties of sunflower proteins according to their water content. *Polymer*. **42**: 10111-10117.
- Rouilly A., Orliac O., Silvestre F., Rigal L.** 2003. Thermal denaturation of sunflower globulins in low moisture conditions. *Thermochimica Acta* **398**: 195-201.
- Rouilly, A., Jordan J. et Rigal L.** 2006 a. Thermo-mechanical processing of sugar beet pulp. I. Twin-screw extrusion process. *Carbohydrate Polymers*. **66**(1): 81-87
- Rouilly A., Orliac O., Silvestre F. et Rigal L.** 2006 b . New natural injection-moldable composite material from sunflower oil cake. *Bioresource Technology*. **97**(4): 553-561.
- Rowell R.M, Young R.A, Rowell J.K.** 1997. *Paper and composites from agro-based resources*. Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA,
- Rowell, R. M.,Kawai, S., Inoue, M.** 1995. Dimensionally stabilized, very low density fibreboard. *Wood and Fiber Science*. **27**(4): 428-436.

- Rowell, R.M.** 1995 b. Chemical Modification of Wood for Improved Adhesion in Composites. *In: Christiansen A.W. and Conner A.H. Wood Adhesives : proceedings of a 6th Symposium N° 7296 Portland, Oregon, June 29-30, 1995b. pp 5-40*
- Rowell, R.M.** 1995. Chemical Modification of Agricultural Fibers for Property Enhanced Composites *In: Olesen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds. Research in industrial application of non food crops, I: plant fibres: Proceedings of a seminar; 1995 May; Copenhagen, Denmark. Lyngby, Denmark Academy of Technical Sciences: 49-70.*
- Rowell, R.M.** 1995. Composite Materials from Agricultural Resources. *In: Olesen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds. Research in industrial application of non food crops, I: plant fibres: Proceedings of a seminar; 1995 May; Copenhagen, Denmark. Lyngby, Denmark Academy of Technical Science: 27-41.*
- Saenz C., Sepulveda E., Matsuhira B.** 2004. *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environments. 57: 275–290*
- Sakurada I., Nukushina Y., Ito T.** 1962. Experimental determination of the elastic modulus of crystalline regions in oriented polymers, *Journal of Polymer Science), 57: 651*
- Sanadi A.R, Caulfield D.F, Jacobson R.E, Rowell R.M.** 1995: Renewable agricultural fibers as reinforcing fillers in plastics: Mechanical properties of kenaf fiber-polypropylene composites. *I & EC Research. 34(5): 1889-1896.*
- Sellers, T. Jr.** 2001. Wood adhesive innovations and applications in North America. XXI IUFRO World Congress in Kuala Lumpur, Malaysia, August 2000. *Forest Product Journal. 51(6): 12 – 22.*
- Sellers, Terry, Jr., Miller, George D. Jr., Fuller, Marty.** 1995. Lignocellulosic-Based Composites Made of Core from Kenaf, an Annual Agricultural Crop. *Forest Product Journal.*
- Sene A, Dieye PN et Gnine M.** 1999. La jachère dans les systèmes agro-pastoraux de Haute - Casamance : pratiques, stratégies de valorisation, importance socio - économique. *In Floret Ch. & Pontanier R. (éds.). La jachère en Afrique tropicale. IRD, Dakar, Sénégal. 1999 ; 2 : 113-119.*

- Sharma H.S.S.** 1996. Compositional analysis of neutral detergent, acid detergent, lignin and humus fractions of mushroom compost. *Thermochimica Acta* **285**(2) : 211-220
- Shi Jun Li.** 2006. La relation entre les propriétés des panneaux de fibres de densité moyenne et les caractéristiques du bois. Thèse pour l'obtention du grade de Philosophiae Doctor (Ph.D.), doctorat en sciences du bois, Faculté des études supérieures de l'Université Laval
- Shi S.Q et Gardner D.J.** 2001. Dynamic adhesive wettability of wood. *Wood Fiber Science*. **33**(1): 58-68.
- Shibata S. et Fukumoto I.** 2006. Effects of fiber compression and length distribution on the flexural properties of short kenaf fiber-reinforced biodegradable composites. *Polymer Composites*. **27**(2): 170-176.
- Sibari A.** 1993. Mise au point d'un nouveau procédé de tannage des peaux par les tannins végétaux en milieu solvant organique. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Traitement des matières premières végétales.
- Slade L., Levine H. Finley J.W.** 1989. Protein-water interactions : water as a plasticizer of gluten and other protein polymer, Protein quality and the effect of processing, RD Philipps et JW Finley, New-York, Marcel Dekker Inc., 1989, pp: 9-124.
- Slade L. et Levine H.** 1991. Beyond water activity : recent advances based on an alternative approach to the assesment of food quality and safety, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, **30**(2-3) : 115-360.
- Slade L., Levine H.** 1991. A food polymer science approach to structure-property relationships in aqueous food system: non equilibrium behaviour of carbohydrate water system, in H. Levine and L. Slade Ed., *Water relationships in food* Plenum Press, New-York-Londres, 1991, 29-101
- Schniewind A.P., Berndt H.** 1998. The composite nature of wood, *Int. Fiber Sci Technol. Ser.*, 1998, 11, Wood structure and composition, 435-476.
- Simon C., Pizzi A.** 2002. Les adhesives à base de tannins. *L'Actualité Chimique*. Novembre-décembre : p 15-16.

- Sina S.** 2006. Reproduction et Diversité Génétique chez *Parkia biglobosa* (Jacq.) .Don. PhD thesis Wageningen University, Wageningen, the Netherlands. ISBN 90-8504-361-1
- Sowunmi S., Ebeuele R. O., Conner A. H., et River H.** 1996. Fortified Mangrove Tannin-Based Plywood Adhesive. *Journal of Applied Polymer Science*. **62**: 577-584
- Stark N.M.** 1997. *Proceedings of Functional Fillers*, December 8-10. Intertech Conference, San Diego, CA.
- Stark N.M et Sanadi A.R.** 2000. Effects of fiber type on the properties of wood-plastic composites. *Progress in woodfibre-plastic composites conference*, May 25-26, Toronto, Ontario Canada. Materials and Manufacturing Ontario. pp 14.
- Strezov V., Moghtaderi B., Lucas J.A.** 2003 Thermal study of decomposition of selected biomass samples. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. **72**: 1041-1048.
- Stricker J.A., Prine G.M., Riddle T.C.** 1993. Kenaf - A Possible New Crop for Central Florida. *Forest Product Journal.*, **43**(7/8): 69-71.
- Suchsland D. et Woodson G.E.** 1986. *Fiberboard manufacturing practices in the United States*, USDA Forest Service Agricultural Handbook N° 640, USDA, Washington, DC.
- Tambwe G.L.** 1987. Contribution à l'étude des effets de l'âge sur la croissance et la valeur nutritive des herbages du Ranch de l'Adélé. Mémoire d'Ingénieur Agronome, Ecole Supérieure d'Agronomie, Université du Bénin.
- Taylor.** 1986. Urea-formaldehyde resin manufacture. United States Patent 4564667.
- Tchiégang-Megueni C, Mapongmetsem PM, Akagou Zedong HC, et Kapseu C.** 2001. An ethnobotanical study of indigenous fruit trees in northern Cameroon. *Forests ,Trees and Livelihoods*. **11**: 149-158.
- Tetlow K.** 2005. Composite Panels: Particleboard and Medium-Density Fiberboard. *12.05 Architectural Record* p. 299- 306. Archrecord.construction.com/Products.

- Tian C. M., Xie J. X., Guo H. Z. et Xu J. Z.** 2003. The effect of metal ions on thermal oxidative degradation of cotton cellulose ammonium phosphate. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 73: 827 – 834
- Tringali C., Spatafora C., Longo O.D.** 2000. Bioactive constituents of the bark of *Parkia biglobosa*. *Fitoterapia* **71**: 118-125.
- Trosa A. et Pizzi A.** 2001. A no-aldehyde emission hardener for tannin-based wood adhesives for exterior panels. *Holz als Roh- und Werkstoff* 59: 266-271.
- Turner J.D. et Cashen N.A.** 1981. Carbohydrazide as a Formaldehyde-Scavenging Agent in Durable-Press Finishing. *Textile Research Journal*. **51**(4): 271-275.
- Valadez-Gonzalez, A., Cervantes-Uc, J. M., Olayo, R., Herrera-Franco, P. J.** 1999. Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. *Composites Part B: Engineering*. **30**(3): 309-320
- Vandenbossche-Maréchal, V.** 1998. Fractionnement des tiges et capitules de tournesol : hydrodistillation d'une huile essentielle odorante, extraction et modification chimique de pectines et mise en forme d'agromatériaux biodégradables. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources.
- Vaca-Garcia C., Thiebaud-Roux S., Borredon M.E., Gozzelino G.** 1998. Cellulose esterification with fatty acids and acetic anhydride in lithium chloride, N.N. dimethyl acetamide medium. *Journal of American Oil Chemistry Society*, **75**(2): 315-319.
- Vaca-Garcia C. et Borredon M.E.** 1999. Solvent-free fatty acylation of cellulose and lignocellulosic wastes, reaction with fatty acid. *Bioresource Technology*, **70**: 135-142.
- Vert M.** 2002. Polymères de fermentation. Les polyacides lactiques et leurs précurseurs, les acides lactiques. *Actual. Chim.* **11-12** : 79–82.

- Ververis, C., Georghiou, K., Christodoulakis N., Santas P., Santas R.** 2004. Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production. *Industrial Crops and Products* **19**: 245–254
- Vignon M. R., Heux L., Malainine, M.-E., Mahrouz M.** 2004. Arabinan–cellulose composite in *Opuntia ficus-indica* prickly pear spines. *Carbohydrate Research*. **339**: 123–131.
- Vignon M.R. et Garcia-Jaldon C.** 1996. Structural features of the pectic polysaccharides isolated from retted hemp bast fibres. *Carbohydrate Research*. **296**: 249-260
- Wang, S., Sue, H.J., Jane, J.,** Mechanical properties of soy protein plastics. *J. Macromol. Sci., Pure Appl. Chem.* (1996), (Ed.) A33, 557–569.
- Webber C.L., Bledsoe R.E., Bledsoe V.K., Ray C.D., Blalock J.L.** 2000. Industrial Grade Particleboard. In Kenaf Association International Conference Proceedings. P. 38.
- Webber C.L., Bledsoe V.K., et Bledsoe R.E.** 2002. **Kenaf Harvesting and Processing.** Trends in new crops and new uses. 2002. J. Janick and A. Whipkey (eds.). ASHS Press, Alexandria, VA.
- Webber, C.L. et Bledsoe R.E.** 1993. Kenaf: Production, harvesting, and products. p. 416–421. In: J. Janick and J.E. Simon (eds.), *New crops*. Wiley, New York.
- Williams, G. I. et Wool, R.P.** 2000. Composites from Natural Fibers and Soy Oil Resins. *Applied Composite Materials*. **7**: 421–432.
- Wongsasulak S., Yoovidhya T., Bhumiratana S., Hongsprabhas P., McClements D.J., Weiss, .** 2006. Thermo-mechanical properties of egg albumen–cassava starch composite films containing sunflower-oil droplets as influenced by moisture content. *Food Research International*. **39**(3): 277-284
- Wool R.P., Khot S.H., La Scala J.J., Williams G.I., Bunker S.P., Morye S.S.** 2000. Sustainable Composites from Renewable Resources. *Proceedings of ACUN-2*, p 619–627,

- Wretfors C. et Svennerstedt B.** 2006. Bio fibre technology used for military applications – an overview. Swedish University of Agricultural Sciences Department of Agricultural Biosystems and Technology JBT Report 142, Alnarp, 40 p.
- Xu J., · Han G., Wong E.D., Kawai S.** 2003. Development of binderless particleboard from kenaf core using steam-injection pressing. *J Wood Sci.* **49**:327–332
- Xu, J., · Sugawara, R., Widyorini, R., Han, G., Kawai, S.** 2004. Manufacture and properties of low-density binderless particleboard from kenaf core. *Journal of Wood Science* **50**:62–67
- Yelle, D. ; Goodell, B. ; Gardner, D.J. ; Amirbahman, A. ; Winistorfer, P. ; Shaler, S.M.** 2004. Bonding of wood fiber composites using a synthetic chelator-lignin activation system. *Forest Products Journal* 54(4): 73–78.
- Youngquist J.A., English B.E., Scharmer R.C., Chow P., Shook S.** 1994. Literature Review on Use of Nonwood Plant Fibers for Building Materials and Panels. US Government Printing Office. 146 p.
- Youngquist J. A., Krzysik A.M., English B. W., Spelter H. N., Chow P.** 1996. Agricultural Fibers for Use in Building Components. *In: The use of recycled wood and paper in building applications: Proceedings of a 1996 symposium Proc. 7286.* Madison, WI: Forest Products Society., pp : 123-134.
- Zafeiropoulos N.E., Williams D.R., Baillie C.A., Matthews, F.L.** 2002. Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part I. Development and investigation of surface treatments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* **33**(8): 1083-1093
- Zarate C.N., Aranguren M.I., Reboredo M.M.** 2003. Influence of fiber volume fraction and aspect ratio in resol-sisal composites *Journal of Applied Polymer Science.* **89**(10): 2714-2722.
- Zhang J., Mungara P., Jane J.** 1998. Effect of plasticisation and crosslinking on properties of soy protein based plastics. *Polym. Reprints (Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem.)* **39**: 162–163.

Zhang, Y., Lu, X., Pizzi, A., Delmotte, L. 2003. Wheat straw particleboard bonding improvements by enzyme pre-treatment. *Holz als Roh- und Werkstoff* **61**: 49–54.