

# Etude de la carbonisation-pyrolyse du bois d'Eucalyptus par méthode thermogravimétrique et calorimétrique

MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU MASTER SPECIALISE Génie électrique Option : Energétique et énergies renouvelables

**Laboratoire Biomasse, Energie et Biocarburant (LBEB)**

**Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour  
Le Développement (CIRAD)**

---

Présenté et soutenu publiquement le septembre 2010 par :

**NGOLLO MATEKE jean-aimé**

**Travaux dirigés par :**

**Dr Khalid Elyounssi**

*Le Centre de Recherche Forestière de Rabat*

**Dr. Joël BLIN**

*Enseignant chercheur, UTER, GEI, LBEE, Cirad*

**Ing. François-xavier Collard**

*Doctorant, LBEE*

Jury d'évaluation du stage :

Président :

Membres et correcteurs : Khalid Elyounssi

Joël Blin

François-Xavier Collard

Promotion 2009/2010

---

# DEDICACE

*Je dédie ce travail à :*

*JEHOVAH sans qui rien n'est possible*

*Mes feus parents Eboulè Matekè Véronique et Ngollo Mouandjo Victor,*

*tout le mérite leurs revient*

*Pour leurs sacrifices, leur affection et leur amour.*

*Mes frères et Sœurs pour tout l'amour, bienveillante attention et soutien  
tout au long de cette année qu'ils retrouvent ici tous autant qu'ils sont toute  
ma reconnaissance.*

*A mon Oncle NGANGUE Eyoum pour ses encouragements et soutien.*

*A Jeanne-aimée qui a toujours cru en moi.*

*Soit A un succès dans la vie. Alors  $A = x + y + z$ , où  $x = travailler$ ,  $y = s'amuser$ ,  $z = croire$ .*

*Albert Einstein, Extrait du Magazine : The Observer*

---

## **REMERCIEMENTS**

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire des Biomasses Energies et Biocarburants (LBEB) du 2<sup>ie</sup> sous la direction du Dr Joël BLIN en collaboration avec le Dr Khalid Elyounssi du Centre de Recherche Forestière de Rabat et l'ingénieur François-Xavier Collard doctorant au LBEB.

Je tiens à remercier Monsieur le Docteur Joël Blin pour m'avoir accueilli dans son équipe et m'avoir fait confiance. Je lui suis très reconnaissant du bien veillant encadrement qu'il m'a apporté.

Je tiens également à remercier Monsieur le Docteur Khalid Elyounssi d'avoir accepté de diriger et d'examiner ce travail. Je salue en lui sa minutie et sa diligence. Qu'il trouve ici le témoignage de ma respectueuse gratitude.

Je remercie Monsieur le Doctorant François-Xavier Collard pour sa disponibilité, ses conseils et suggestions.

Je remercie l'Union Européenne pour avoir financé ma formation.

Je remercie tous les enseignants de l'UTER GEI du 2<sup>ie</sup> pour leur précieux encadrement et conseils tout au long de notre si enrichissante formation.

Je remercie le personnel du Cirad et du Laboratoire des biomasses Energies et Biocarburants pour l'accueil irréprochable au sein du groupe.

Mes camarades de promotion, pour les moments de joie que nous avons eu à partager.

Je remercie Priso Moukate Corine pour ses messages d'encouragement et de réconfort. Je remercie également tous mes neveux et nièces pour la joie et la lumière qu'ils m'apportent quand je les regarde.

---

# Sommaire

<b>REMERCIEMENTS</b> .....	<b>i</b>
<b>LISTE DE TABLEAUX &amp; FIGURES</b> .....	<b>iv</b>
<b>TABLEAUX</b> .....	<b>iv</b>
<b>FIGURES</b> .....	<b>iv</b>
<b>SIGLES</b> .....	<b>v</b>
<b>RESUME</b> .....	<b>vi</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vii</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	<b>1</b>
<b>Chapitre 1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	<b>3</b>
Description de la matière première bois .....	3
1.1.1. Propriétés physiques du bois .....	4
1.1.2 Composition Elémentaire Du Bois .....	5
1.1.3 Composition Chimique Du Bois .....	5
1.2. La Pyrolyse Généralités et Définition .....	6
1.2.1 La Pyrolyse De La Cellulose .....	9
1.2.2 La Pyrolyse des hémicelluloses.....	9
1.2.3 La pyrolyse de la lignine.....	10
1.3 Produits de la pyrolyse du bois .....	10
1.3.1 Le charbon .....	10
1.4 Facteurs influençant la pyrolyse .....	11
1.4.1 La vitesse de chauffe .....	11
1.4.2 La température final .....	11
1.4.5 La Pression.....	12
<b>Conclusion</b> .....	<b>13</b>
<b>Chapitre 2. MATERIELS ET METHODES</b> .....	<b>15</b>
2.1. Matières premières et opérations de traitement .....	15
2.2. Caractérisation de la biomasse.....	15
2.2.1. Analyse des extractibles.....	16
2.2.2. Analyse des hémicelluloses .....	16
2.2.3. Analyse de la lignine .....	16

---

2.2.4 Analyse de la cellulose .....	17
2.3. Dispositif expérimental .....	17
<b>2.3.2 Mode opératoire de la pyrolyse</b> .....	19
<b>Chapitre 3. RESULTATS ET DISCUSSION</b> .....	<b>22</b>
3.1. Résultats des analyses immédiates et des composés .....	22
3.2. Analyse thermogravimétrique de l'eucalyptus et de ses constituants .....	22
3.2.1 Analyse TG de l'Eucalyptus .....	22
3.2.2. Analyse TG de la lignine .....	25
3.2.3. Analyse TG de l'hémicellulose (xylan) .....	28
3.2.4. Analyse TG de la cellulose .....	30
3.3. Effets du changement de la vitesse de chauffe sur les rendements .....	32
3.3.1 Calculs de rendements .....	33
3.3.2. Rendement en charbon .....	33
3.3.3. Rendement en carbone fixe .....	34
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....	<b>37</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>38</b>
<b>ANNEXES</b> .....	<b>40</b>

---

## **LISTE DE TABLEAUX & FIGURES**

### **TABLEAUX**

TABLEAU 1: MODES DE PYROLYSE DANS LA LITTERATURE .....	13
TABLEAU 2: TEMPERATURE DE CHANGEMENT DE VITESSE DE CHAUFFE.....	20
TABLEAU 3: ANALYSE IMMEDIATE ET ANALYSE DES COMPOSES DE L'EUCALYPTUS .....	22
TABLEAU 4: RESULTATS DE L'EUCALYPTUS .....	34
TABLEAU 5: RESULTATS DES HEMICELULOSES (XYLAN) .....	35
TABLEAU 6: RESULTATS DE LA CELLULOSE.....	35
TABLEAU 7: RESULTATS DE LA LIGNINE .....	36

### **FIGURES**

FIGURE 1: LA CELLULOSE.....	5
FIGURE 2: L'HEMICELULOSE (XYLAN).....	6
FIGURE 3: SCHEMA SIMPLIFIE DE LA PYROLYSE [6].....	7
FIGURE 4: EVOLUTION DE LA MASSE NORMALISEE D'UN ECHANTILLON D'EUCALYPTUS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE [8].....	8
FIGURE 5: EFFETS DE LA PRESSION SUR LE RENDEMENT EN CHARBON DE LA CELLULOSE [21] .....	12
FIGURE 6: ANALYSEUR THERMOGRAVIMETRIQUE (SETSYS SETARAM).....	18
FIGURE 7: SCHEMA DE LA THERMOBALANCE UTILISEE AU LABORATOIRE .....	19
FIGURE 8: PROTOCOLE EXPERIMENTALE DE PYROLYSE .....	21
FIGURE 9: PYROLYSE EUCALYPTUS A 2°C/MIN .....	23
FIGURE 10: PYROLYSE EUCALYPTUS A 100°C/MIN .....	24
FIGURE 11: PYROLYSE EUCALYPTUS ET CONSTITUANTS A 2°C/MIN .....	25
FIGURE 12: PYROLYSE DE LA LIGNINE.....	26
FIGURE 13: PYROLYSE DE LA LIGNINE CHANGEMENT DE VITESSE A 500°C.....	27
FIGURE 14: PYROLYSE DE L'HEMICELULOSE (XYLAN).....	28
FIGURE 15: PYROLYSE DE L'HEMICELULOSE (XYLAN).....	29
FIGURE 16: PYROLYSE XYLAN AVEC CHANGEMENT DE VITESSE A 300°C .....	30
FIGURE 17: PYROLYSE DE LA CELLULOSE AVEC CHANGEMENT DE VITESSE A 360°C.....	31
FIGURE 18: PYROLYSE DE LA CELLULOSE .....	32
FIGURE 19: PYROLYSE DE L'EUCALYPTUS AVEC CHANGEMENT A 360°C.....	33

---

## **SIGLES**

<b>2IE</b>	: Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement
<b>CIRAD</b>	: Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement
<b>CO<sub>2</sub></b>	: Dioxyde de Carbone
<b>LBEB</b>	: Laboratoire de Biomasse Energies et Biocarburants
<b>DSC</b>	: Differential Scanning Calorimetry
<b>ATG</b>	: Analyse ThermoGravimétrique

---

## **RESUME**

Dans le travail proposé ici, nous déterminons à l'aide de la thermogravimétrie le régime thermique optimal pour la pyrolyse du bois d'eucalyptus, bois fréquemment utilisé dans la fabrication du charbon de bois. Les thermogrammes de l'eucalyptus sont comparés avec ceux des hémicelluloses (xylan), de la cellulose et de la lignine. Les données thermogravimétriques des différentes substances sont traitées pour pouvoir obtenir les rendements en charbon et en carbone fixe suivant chaque régime de chauffe. Les courbes de pertes de masse des substances étudiées mettent en évidence les différentes phases de la pyrolyse. Les courbes dTG des différents constituants du bois font apparaître chacune une étape de décomposition maximale, pour un régime à vitesse de chauffe faible et sans changement de phase et deux étapes pour un régime avec changement de phase. Tandis que celle de l'Eucalyptus en fait paraître trois étapes pour le régime sans changement de phase dont deux assez visibles et une moins. Les résultats des calculs de rendements obtenus montrent que les rendements sont meilleurs lorsqu'on fait une pyrolyse avec changement de phase et pour l'eucalyptus la meilleure température de changement de phase est 360°C, lorsqu'on a comme vitesse de chauffe faible 2°C/min et 100°C/min pour la grande vitesse de chauffe.

**Mots Clés:** Pyrolyse, Rendement, Eucalyptus, ATG. DSC



---

## **ABSTRACT**

In the present work, the optimal thermal regime for pyrolysis of Eucalyptus wood, a species frequently used in the traditional manufacture of charcoal, is determined by thermogravimetry. Thermograms of eucalyptus are compared with those of hemicellulose (Xylan), cellulose and lignin. Data Thermogravimetric of different substances are processed in order to obtain yields in coal and fixed carbon of different substances following each system of heating rate. The different curves of mass losses of test substances show the various stages of pyrolysis. The DTG curves of the various constituents of wood appear each at a maximum decomposition stage for a low system heating rate, without phase change and two steps for a system with phase change. While that of the Eucalyptus gives three steps for the system without phase change of which two are very visible and one less. The calculation results show that yields are better when pyrolysis is made with phase change and the eucalyptus best temperature phase change is 360 ° C, when the low heating rate is at 2°C/min and 100°C/min for a high heating rate.

**Key Words:** Pyrolysis, Yield, Eucalyptus, ATG, DSC.

## INTRODUCTION GENERALE

### *1. Contexte*

Le charbon de bois représente depuis de nombreuses années le premier combustible solide, il est utilisé à travers le monde dans la cuisson des aliments, le raffinage des métaux et la médecine [1]. En Afrique La consommation des combustibles ligneux (bois, charbon de bois, déchets végétaux etc.) représente jusqu'à 80% à 90% de la consommation totale d'énergie des ménages de la plupart des pays (World Energy Outlook 2002) [2]. Le charbon de bois est préféré à cause du transport plus facile et le peu de fumée qu'il provoque.

Toutefois, les risques liés à sa production et les problèmes environnementaux qu'il soulève (pression sur les ressources forestières et émissions de CO<sub>2</sub> notamment) compromettent son intérêt par rapport aux autres sources d'énergie. A ce titre, les technologies du charbon propre constituent un enjeu majeur. De ce fait le charbon de bois produit par carbonisation (pyrolyse lente) de biomasse continue de susciter un intérêt croissant. Dans les pays du Sud, le charbon de bois est un combustible très apprécié pour des applications domestiques en zone urbaine et parfois de première nécessité. Et dans les pays du Nord, en plus de son rôle de combustible pour barbecue, il est actuellement vu comme une alternative aux réducteurs traditionnels (coke..) dans l'industrie sidérurgique et ce, pour diminuer les émissions de ces industries en CO<sub>2</sub>.

### *2. Problématique*

La satisfaction des besoins en charbon produit par des procédés traditionnels de bas rendements, notamment les meules forestières, ne peut malheureusement plus s'inscrire comme une politique durable.

Dans ce contexte, plusieurs laboratoires étudient les voies d'optimisation des rendements et de la qualité du charbon. Les procédés de carbonisation sous pression atmosphérique dépassant rarement les 30% de rendement, nous avons cependant les résultats d'études récentes menées par le 2IE, le Centre de Recherche Forestière de Rabat et le Cirad qui ont montré la possibilité d'atteindre des rendements en charbon d'environ 40% sous pression atmosphérique. Ces rendements ont été obtenus par un régime thermique en deux phases : phase lente basse température suivie d'une autre rapide haute température. La qualité chimique des charbons obtenus est très intéressante.

Ces résultats nécessitent d'être confirmé par des études thermogravimétriques et calorimétriques afin de déterminer le régime thermique optimal pour la carbonisation et ensuite comprendre et

---

mettre en évidence la nature des différentes réactions mises en œuvre dans ce procédé, notamment en termes de demande en énergie.

### *3. Objectifs de l'étude*

L'objectif général de l'étude est de vérifier après une série de manipulations faites sur le bois (Eucalyptus) et ses constituants avec différentes vitesses de chauffe en modifiant les températures de changement de phase, qu'on obtient de meilleurs rendements en faisant une pyrolyse en deux phases (vitesse lente - vitesse rapide) et de déterminer pour chaque élément, la température de changement de phase pour laquelle nous avons une bonne adéquation rendement en charbon et teneur en carbone fixe.

Comme objectifs spécifiques, il s'agit de:

- Faire une recherche bibliographique sur la carbonisation-pyrolyse du bois ;
- Des analyses thermogravimétriques et calorimétriques de la pyrolyse du bois sous argon ;
- Des analyses thermogravimétriques et calorimétriques de la pyrolyse des constituants du bois (hémicelluloses (xylan), cellulose et lignine) sous argon.

### *Méthodologie*

Les travaux du présent mémoire de fin d'étude se sont déroulés selon la chronologie ci-après :

**La recherche bibliographique:** Cette partie décrit nous édifie non seulement sur le procédé de pyrolyse et nous renseigne sur les différents travaux qui sont jusqu'à présent fait sur l'étude de l'optimisation des rendements en pyrolyse lente.

**Choix des paramètres et analyses de nos échantillons:** Dans cette partie, il est d'abord question de faire un choix sur nos paramètres à savoir les vitesses de chauffe, les températures de changement de phase, le débit du gaz inerte, la température finale et ensuite faire une analyse immédiate et une analyse des composantes du bois d'eucalyptus.

**Manipulations:** Il s'agit de faire des essais de pyrolyse de nos échantillons de biomasse dans notre analyseur thermogravimétrique et ensuite faire des calculs.

## Chapitre 1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

La demande en énergie et la pression sur les ressources énergétiques sont de plus en plus croissantes, ceci est dû à la croissance des populations et à l'urbanisation. Les énergies dites conventionnelles ou encore énergies fossiles ne peuvent entièrement répondre ces problèmes car non seulement elles sont en stock limité, et contribuent massivement au réchauffement de la planète par leur émissions de gaz à effets de serre dû à leur combustion et présentent aussi des risques de catastrophes majeures : marées noires, fuites radiatives et explosion de centrale et de gazoducs.

Ces principales constatations ont conduit à un accroissement important de la recherche sur les énergies dites renouvelables qui utilisent des flux inépuisables d'énergies d'origine naturelle à savoir le soleil, le vent l'eau et les ressources végétales pour compenser les besoins énergétiques présents et futurs. Dans ce contexte, la valorisation de la biomasse apparaît comme une alternative séduisante pour la production de combustibles. Comme processus de valorisation de la biomasse, nous avons les processus physico-chimique, biochimique et les processus thermochimiques. Les processus physico-chimique permettent d'obtenir les huiles végétales directement utilisables dans les moteurs spéciaux ou moteurs diesel après une étape d'estérification. Nous nous intéresserons aux processus thermochimiques plus précisément à la pyrolyse.

L'étude la pyrolyse de la biomasse au sens large a fait l'objet de nombreuses recherches [1]. Cet engouement de dernières années est sans doute dû aux problèmes environnementaux liés à ce type de transformation, et l'objectif de cette synthèse bibliographique est de faire un état des lieux des différents travaux de la littérature s'inscrivant dans la problématique de ce mémoire à savoir, l'optimisation des rendements de pyrolyse.

### **Description de la matière première bois**

La norme NF B 50-003 (vocabulaire du bois) le définit comme « un ensemble de tissus résistants secondaires (de soutien, de conduction, et de mise en réserve) qui forment les troncs, branches et racines des plantes ligneuses. Issu du fonctionnement du cambium périphérique, il est situé entre celui-ci et la moelle ».

C'est un matériau apprécié pour ses propriétés mécaniques, pour son pouvoir calorifique et une matière première pour l'industrie chimique, que l'on tire principalement du tronc des arbres et des bambous. Il a de nombreux usages notamment dans le bâtiment, l'industrie papetière, et il sert également en tant que combustible. Le bois de chauffe ou cuisson des aliments constitue encore à ce

---

jour l'application la plus répandue, souvent la moins performante sur le plan énergétique mais néanmoins la plus vitale pour une grande partie de l'humanité. Pour beaucoup de pays africains, il représente près de 90% du bilan énergétique global. Cela couplé à la problématique de la désertification suscite l'intérêt qu'on doit porter à l'amélioration des rendements sur les procédés de conversion.

### **1.1.1. Propriétés physiques du bois**

#### **1.1.1.1. La densité**

La connaissance de la densité du bois est très utile parce qu'elle nous renseigne sur d'autres propriétés fondamentales, notamment sur la dureté et la résistance à la compression. Il faut distinguer entre la densité réelle ou absolue du bois (qui est la densité de la matière ligneuse) et la densité apparente de la masse du bois. Pour mesurer la densité réelle on réduit le bois en poudre impalpable. On constate alors que la densité de la matière ligneuse est sensiblement la même quelle que soit l'espèce considérée. Elle est comprise entre 1,40 et 1,50. C'est la densité dont on approche en réduisant à néant par compression, la porosité du bois. Mais il ne s'agit là que d'une curiosité scientifique (sauf pour les utilisateurs du bois en poudre). La densité qui intéresse le fabricant est la densité apparente. Et cette densité apparente est très variable et est fonction de l'espèce de bois. Des conditions du climat, de la nature du sol, et de l'exposition à la lumière, des diverses parties du bois ainsi le cœur sera plus dense que l'aubier.

#### **1.1.1.2 L'homogénéité**

Du point de vue purement anatomique, nous disons qu'un bois est homogène lorsque les différents tissus (vaisseaux et fibres notamment) sont uniformément répartis dans la masse. Les bois qui présentent une répartition uniforme des vaisseaux, sensiblement égaux, dans toute l'épaisseur d'une couche annuelle et aussi d'une couche annuelle à une autre sont homogènes.

#### **1.1.1.3 Couleur des bois**

La couleur est variable d'essence à essence et nous trouvons une gamme très riche de coloris depuis les bois très blancs comme le houx, le marronnier, le sycomore jusqu'aux bois violets et bruns comme le palissandre, l'eucalyptus ou franchement noirs comme l'ébène ou rouges comme les acajous.

#### **1.1.1.4 Hygrométrie et Rétractabilité**

Le taux d'humidité dans le bois est variable d'une espèce à une autre, des conditions climatiques et du moment d'abatage. Généralement nous avons un taux  $< 18\%$  pour les bois secs et  $> 30\%$  pour le

---

bois vert ou ressuyé. Pour la rétractabilité, l'importance des variations dimensionnelles n'est pas la même suivant les espèces, mais variable suivant les directions considérées. Ainsi nous aurons un retrait pratiquement négligeable dans le sens de l'axe, 5 ou 6% dans le sens radial et pouvant atteindre 3 fois le retrait du sens radial dans le sens tangentiel.

### 1.1.2 Composition Élémentaire Du Bois

La biomasse a une composition élémentaire relativement constante. Les résultats de l'analyse ultime réalisée au laboratoire donnent comme valeurs : 50-53% de carbone (C), 38-42% d'oxygène (O), 5-10% d'hydrogène (H), 0,1-0,3% d'azote (N) et 0,08-0,2% de soufre (S) [9,10].

### 1.1.3 Composition Chimique Du Bois

Le bois est composé de différents types de tissus végétaux : tissu vasculaire, fibres, parenchymes de réserve. Les fibres sont les faisceaux de cellules résistantes, disposées dans le sens axial, qui assurent la rigidité et la résistance mécanique du bois. Il est constitué essentiellement de matières organiques (cellulose et lignine), d'un faible pourcentage d'éléments minéraux et de l'humidité dans les proportions suivantes [5]:

- **Cellulose** (30 à 60 %)
- **Lignine** (15 à 30 %)
- **Hémicellulose** (20 à 35 %)
- **Éléments minéraux** (1 à 1,5%)
- **Humidité** variable selon l'espèce

#### 1.1.3.1 La Cellulose

La cellulose est un glucide constitué d'une chaîne linéaire de molécules de D-Glucose (entre 200 et 14 000) et principal constituant des végétaux et en particulier de la paroi de leurs cellules. Ce polyholoside a la formule brute  $(C_6H_{10}O_5)_n$  est caractérisé par son degré de polymérisation moyen qui correspond au nombre de motif glucopyranose (Fig. 1)

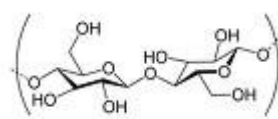


Figure 1: La cellulose

### 1.1.3.2 Les Hémicelluloses

L'hémicellulose est un polymère branché avec différents types de sucres. Par rapport à la cellulose, l'hémicellulose ne contient pas que des glucoses anhydres. Par exemple, en plus du glucose, les monomères de l'hémicellulose peuvent être du xylose, du mannose, du galactose, du rhamnose, ou de l'arabinose. L'hémicellulose est faite majoritairement de D-pentoses, parfois de petites quantités d'oses de configuration L. Le Xylose est toujours l'ose le plus représenté mais les acides mannuronique et galacturonique sont aussi souvent présents. Parmi les différentes hémicelluloses, les xylanes (Fig.2) sont les plus réactifs et très sensibles aux réactions de décomposition thermique.

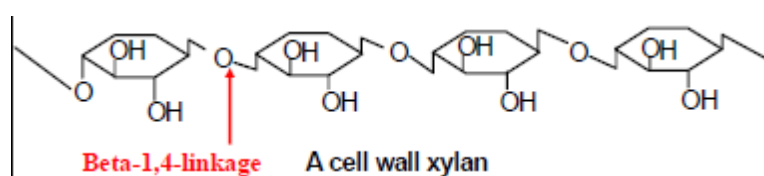


Figure 2: l'hémicellulose (xylan)

### 1.1.3.3 La Lignine

La lignine est le deuxième biopolymère renouvelable le plus commun sur terre après la cellulose et à eux deux, ils cumulent plus de 70% de la biomasse totale. Le mot lignine est en fait un nom générique pour un ensemble de polymères polyphénoliques, de masses molaires élevées, de décompositions et de structure variables très complexes.

## 1.2. La Pyrolyse Généralités et Définition

La pyrolyse est un procédé qui consiste en un traitement de matière organique en absence des produits oxydants, et parfois en présence d'un gaz inerte qui est soit de l'hélium de l'azote ou de l'argon. Il n'est pas rare que certaines personnes distinguent souvent deux étapes dans la pyrolyse [6] :

- La pyrolyse primaire qui provoque la décomposition du solide uniquement en gaz non condensables, en vapeurs condensables et en char ;
- La pyrolyse secondaire qui fait intervenir des réactions homogènes (par exemple craquage et repolymérisation des gaz et des vapeurs condensables de la pyrolyse primaire), et hétérogènes (par exemple « gaz-char »).

Dans la suite de notre étude le terme pyrolyse englobe ces deux termes. La fig. 3 présente le schéma simplifié de la pyrolyse.

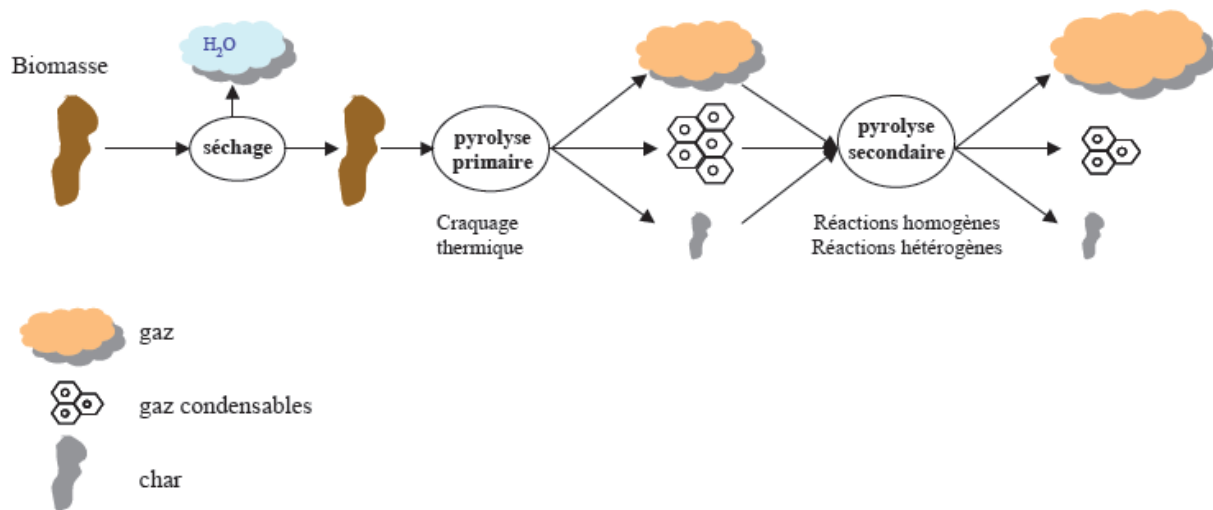


Figure 3: Schéma simplifié de la pyrolyse [6]

Nous avons trois types de pyrolyse à savoir [8] :

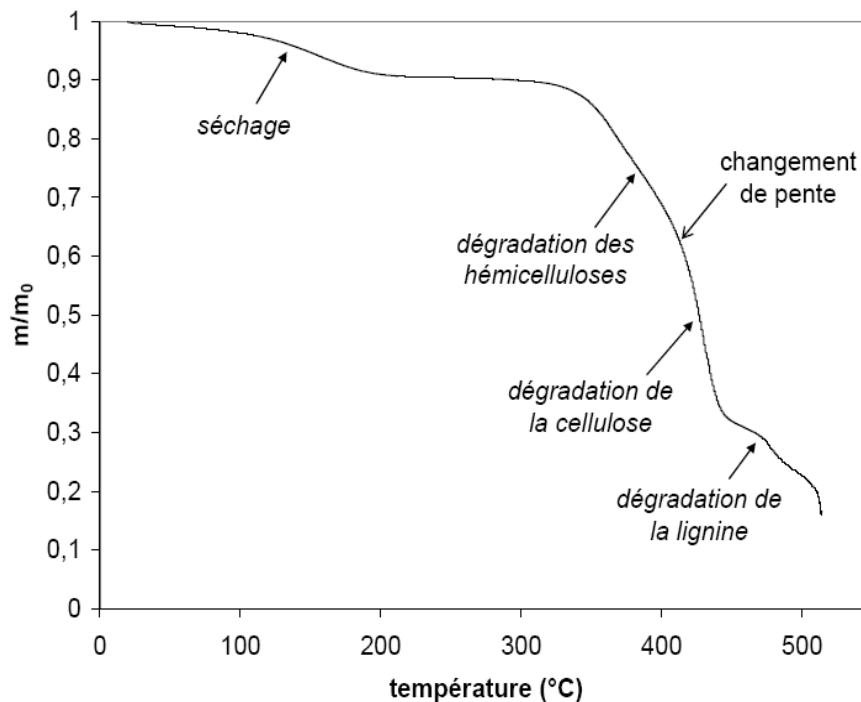
- La **pyrolyse lente** (0.1-1°C/min) caractérisée par un temps de résidence élevé, les températures faibles (250-600°C) favorisent la formation du charbon. (Avec des taille des particules utilisées de +/- de l'ordre de dizaine de millimètre) ;
- La **pyrolyse rapide** (entre 10 et 200°C/min) qui conduit a une plus grande quantité de produit liquide. Les températures (500-1000°C). Ce processus donne de grand rendement en lit fluidisé. (taille de particules utilisées +/- de l'ordre du millimètre) ;
- La **pyrolyse flash** (supérieur à 1000°C/min), les températures (800-1200°C) qui conduit à des rendements en liquide très élevés (la tailles des particules est de l'ordre de centaines de micromètre) ;

D'après Kifani-Sahban et al. A Khelfa et al [5,6] la pyrolyse de la biomasse est constituée de trois réactions primaires de dégradation à savoir :

- La dégradation des hémicelluloses (xylan) entre 250 et 300°C précédé par la réaction de déshydratation au cours de laquelle toute l'humidité résiduelle du bois est évacuée ;
- La dégradation de la cellulose entre 300 et 350°C ;



- La fin de la dégradation des lignines entre 450 et 550°C, sa cinétique de dégradation est plus lente que celle des hémicelluloses et de la cellulose.



**Figure 4: Evolution de la masse normalisée d'un échantillon d'eucalyptus en fonction de la température [8]**

Même si l'analyse Thermogravimétrique (ATG) ne donne qu'une information générale sur l'ensemble des réactions qui ont lieu au cours de la pyrolyse de la biomasse, elle permet de comparer le comportement thermique de substances de même origine et de mettre en évidence l'influence de certains paramètres (composition chimique, température, vitesse de chauffe...) sur la cinétique de la réaction. Plusieurs approches sont proposées quant à l'explication du processus de pyrolyse du bois [5]. Pour la première, la pyrolyse de la biomasse est considérée comme une réaction chimique pure alors que dans une autre approche la pyrolyse résulte d'une compétition entre une réaction chimique et un transfert diffusionnel thermique. Dans le second cas, Maa p et bailie [11] ont noté que l'étape déterminante de la transformation de la biomasse peut évoluer d'un régime chimique à un régime thermique suivant la taille de la particule et la température du milieu réactionnel. Ainsi pour des particules de diamètre inférieur à 2mm la décomposition du solide est contrôlée par la réaction chimique, et que pour des particules de diamètres supérieurs 20 mm la transformation est limitée par la conduction de la chaleur dans la couche de charbon formé. Et pour Patrick Rousset et al [12] comprendre la pyrolyse du bois passe par l'identification des mécanismes

---

réactionnels et la détermination des paramètres cinétiques mis en jeu lors de la dégradation thermique du bois et de ses constituants majeurs, c'est-à-dire cellulose, hémicelluloses et lignines.

### 1.2.1 La Pyrolyse De La Cellulose

La cellulose étant le principal composé de la plupart des matériaux ligno-cellulosiques, il n'est pas surprenant que son étude revêt un intérêt tout particulier par le grand nombre d'articles et d'ouvrage qui lui sont consacrés [11]. Après une étape de déshydratation qui se fait avant 180°C, la pyrolyse de la cellulose commence entre 280°C et 300°C. La vitesse de perte de masse est maximale est comprise entre 310°C et 350°C, et le pourcentage de charbon est de 14% sur base sèche [11,12]. Après la déshydratation, la perte de masse s'accompagne d'un premier effet exothermique, suivi d'un effet endothermique, et enfin d'un autre effet exothermique. Et les avis entre chercheurs divergent quand à l'interprétation de ces différents effets. **F.kifani et al.** disent l'effet endothermique et la contraction de la cellulose sont dus à la dépolymérisation alors que l'effet exothermique et la dilatation sont dus à la polymérisation. L'exothermicité de fin de pyrolyse de la cellulose serait due à la chaleur emmagasinée dans la structure lors de la recombinaison et restituée après la rupture de la structure conformément aux concepts de la mécanique de la rupture [12]. D'après la littérature, l'effet exothermique initial traduit les réarrangements qui se produisent dans la cellulose suite à la déshydratation [13]. L'effet endothermique est lié aux réactions de dépolymérisation et de volatilisation des produits [14,15]. Quant au deuxième effet exothermique, **Beall et al 1971** estime qu'il est dû aux impuretés contenues dans la cellulose.

Il naît donc une discussion entre ceux qui soutiennent le fait que pour des vitesses de chauffe supérieures ou égale à 2°C/min, le modèle intégrant plusieurs schémas réactionnels n'est pas nécessaire pour décrire la perte de masse de la cellulose, une réaction unique de premier ordre avec une énergie d'activation  $E = 238$  kJ/mol suffirait pour la description de la dégradation [16,17] et ceux qui défendent un schéma pluri-réactionnel [18].

### 1.2.2 La Pyrolyse des hémicelluloses

Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés. La nature et la proportion des hémicelluloses varient sensiblement entre les espèces, paramètre qui aura un rôle déterminant dans le comportement du bois lors de son traitement thermique [11]. Parmi les différentes hémicelluloses, les xylanes sont les plus réactives et très sensibles aux réactions de dégradation et de déshydratation entre 200 et 260°C (**Kotilainen R. 2000**). Elles sont la principale source de produits volatiles et jouent un rôle important dans les réactions d'initiation et de propagation des réactions de pyrolyse. L'étude de la décomposition thermique du xylane sous atmosphère d'azote

---

par analyse dilatométrique indique une altération de sa structure chimique à partir de 180°C. Elle se décompose à partir des températures faibles car sa molécule est courte et a peu de branches [4]. La vitesse de perte de masse passe par un maximum dans la zone de température 250-280°C, avec production de la majorité des composés volatils [19]. D'autres auteurs ont démontré que la décomposition thermique du xylane ne pouvait être modélisée par une simple réaction mais par des mécanismes pluri-réactionnels (**Koufopoulos C.A. et al. 1989, Sefain M.Z et al. 1985**).

### 1.2.3 La pyrolyse de la lignine

L'étude de la structure des lignines reste difficile, car les relations entre ce polymère et les autres constituants de la paroi cellulaires sont mal connues. Elles ne peuvent être dissociées des autres constituants des parois végétales qu'après des traitements physiques ou chimiques énergiques qui altèrent en partie leur intégrité structurale. Comparativement à la cellulose ou aux hémicelluloses, la pyrolyse de la lignine est relativement peu explorée et peu comprise (Blazek J. et al. (2001)). Des trois principaux constituants du bois, la lignine serait celui qui commence à se décomposer dès les basses températures (110-200°C). Il semblerait qu'à ces températures, seules des réactions de condensation soient présentes et non pas une dégradation réelle qui n'interviendrait qu'au-delà de 400 °C [20]. Pour **Baumberger S. et al. (2002)** Les propriétés des lignines, et en particulier la température de transition vitreuse, seraient proportionnellement liées à leur degré de condensation, les phases de transition fluctuant entre 170°C et 190°C. Le mécanisme de dégradation de la lignine est souvent décrit par une réaction irréversible de premier ordre. Nous relevons dans la littérature une diversité de résultats qui s'explique par les conditions opératoires différentes en particulier, les vitesses de chauffe qui ont un impact considérable sur le rendement en charbon des lignines.

## 1.3 Produits de la pyrolyse du bois

### 1.3.1 Le charbon

Comme définition du charbon de bois, **Emrich (1985)** propose la définition suivante : le charbon de bois c'est le résidu solide non aggloméré de matière organique végétal ou animal. Il résulte de la pyrolyse en absence d'air à une température proche de 300°C. La science de la carbonisation est immature ce qui fait que les rendements en charbon jusqu'ici ne sont pas très élevés. Dans la littérature, le rendement en charbon sous pression atmosphérique atteint rarement 30%. Mais à haute pression, des rendements supérieurs à 40% ont été obtenus par pyrolyse de cellulose, d'hémicellulose et de bois [16]. Notons cependant que nous avons bon nombres de paramètres qui influencent ce rendement à savoir : la composition de la biomasse, la vitesse de chauffe, la

---

température finale, la pression, le débit du gaz inerte, la présence des catalyseurs et la probabilité d'autocatalyse par des produits volatiles issus des réactions en cours [20].

Comme autres produits issus de la pyrolyse, nous avons les goudrons (gaz condensables) et les gaz non condensables.

## **1.4 Facteurs influençant la pyrolyse**

Bon nombre de facteurs influencent le rendement en charbon de la pyrolyse, tels que la granulométrie, le temps de résidence, la vitesse de chauffe, la température finale, la pression, la proportion de catalyseurs et ainsi de suite [22]. Comme facteurs ici nous nous intéresserons, à la vitesse de chauffe, la température finale et la pression.

### **1.4.1 La vitesse de chauffe**

Lorsque la biomasse est chauffée rapidement de la température ambiante à 500°C, aucun charbon de bois n'est formé. Par conséquent, il a été longtemps retenu que la vitesse de chauffe avait une influence notable sur le rendement en charbon. Cette supposition n'est pas indéfiniment vraie car une asymptote est atteinte lorsqu'on baisse la vitesse de chauffe [21]. Une étude thermogravimétrique réalisée par **Varhegyi et al (1988)** [16] n'a révélée aucune influence sur le rendement en charbon lorsqu'on baisse la vitesse de chauffe de 80 à 10°C/min. ces résultats sont en adéquation avec l'étude faite sur la bagasse par le laboratoire R3L (Renewable Resources Research Laboratory) de l'université de Hawaï qui ne note pas de différence majeure sur le rendement en charbon lorsque que la vitesse de chauffe diminue de 2 à 0.5°C/min. Cependant une légère augmentation en rendement est notée lorsqu'on diminue la vitesse de chauffe de 20 à 2°C/min. Et Mackay et Roberts [1] ont rapporté une augmentation de 22 à 32% dans le rendement de charbon de bois de séquoia quand la vitesse de chauffe a été réduit de 200 à 1° C/min. Les résultats rapportés par **G. Wang et al.** [23] rapportent que la vitesse de chauffe n'influence pas uniquement la température à laquelle nous avons le taux perte de masse le plus élevé mais également la valeur de ce taux de perte de masse.

### **1.4.2 La température final**

La température finale est généralement fixée entre 600°C et 700°C pour la pyrolyse du bois [24]. La température finale couplée avec le temps de résidence ont une influence considérable sur le rendement et la quantité de carbone fixe qu'on obtient par pyrolyse du bois. Dans la littérature **Michael Jerry Antal, Jr. Et al. (1990)** obtiennent 49% avec de la bagasse en la maintenant 65h à 260°C et 81% en la maintenant 158h à 203°C.

### 1.4.5 La Pression

La recherche fondamentale sur la pyrolyse de la cellulose montre qu'une augmentation de la pression de 1 MPa fait croître le rendement en charbon voir la Fig5 [21].

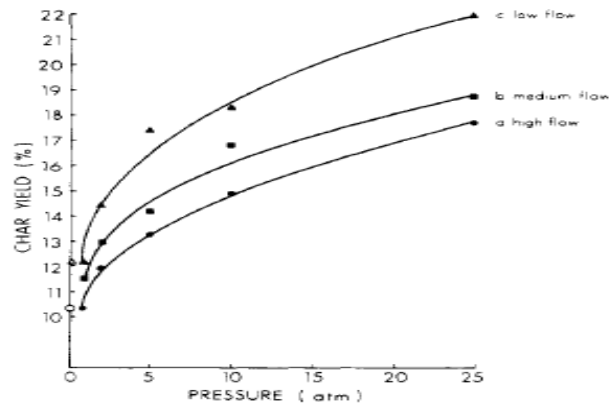


Figure 5: effets de la pression sur le rendement en charbon de la cellulose [21]

*Source : Michael Jerry Antal, Jr et al. 1990*

Sur cette figure Antal et al arrivent à des conclusions que ce rendement est plus grand pour les faibles vitesses de chauffe que pour les vitesses de chauffe élevées. Plus récemment, des procédés de carbonisation sous pression (plus de 10 MPa) ont été étudiés en laboratoire et sur pilotes et ont atteint des rendements proches de 40%. Cependant, le niveau technologique et les coûts associés à la carbonisation sous pression font que, s'ils sont adaptés pour produire du charbon à des fins industrielles, il n'en est pas de même pour l'utilisation du charbon comme combustible, notamment dans le contexte des pays du Sud. Une étude récente fait par **Khalid ELYounssi et al**, démontre que même à pression atmosphérique, on peut obtenir de meilleurs rendements en charbon. Leurs recherches ont montré la possibilité d'atteindre des rendements en charbon d'environ 40% sous pression atmosphérique.

Après lecture nous avons pu répertorier dans un tableau, les différents auteurs, la granulométrie de leur biomasse et leur conditions opératoires, question d'avoir une vue nous permettant de bien

choisir nos conditions opératoires et être à mesure de comparer nos résultats avec ceux des autres auteurs.

**Tableau 1: modes de pyrolyse dans la littérature**

Auteurs	Granulométrie et masse	Régime de chauffe	Débit et nature du gaz inerte	Température finale
<b>B. Cagnon et al. 2009</b>	200µm 40mg	et 5°C/min	Azote, 0.5l/min	800°C
<b>G. Wang et al. 2008</b>	65µm 20mg	5, 10, 15 ou 20°C/min	Hydrogène ou gaz synthétique 45 ml/min	600°C
<b>F.He et al. 2006</b>	125µm 88µm	et 10°C/min	Azote 25ml/min	700°C
<b>G. Vårhegyi et al. 1997</b>	0.3-3mg	Entre 2°C/min et 50-80°C/min	Argon 140ml/min	600°C
<b>F.Kifani-Sahban et al.1997</b>	5mg	10°C/min	Azote 10Cm <sup>3</sup> /min	800°C
<b>K. Elyounssi et al.2010</b>	cube de 2cm	2 phases vitesses faible<5°C/min et vitesse fortes>50°C/min	-	600°C et 700°C

## Conclusion

Dans cette brève revue bibliographique il apparait clairement qu'un nombre relativement restreint d'articles sont consacrés à l'étude systématique de la pyrolyse. En effet, peu d'études font état

---

d'analyses comparatives de rendement en charbon de la pyrolyse d'eucalyptus. L'une des approches de ce travail est donc d'analyser le rendement en charbon de la pyrolyse du bois d'eucalyptus selon les conditions opératoires définies.

## Chapitre 2. MATERIELS ET METHODES

Dans ce chapitre, nous analyserons nos échantillons et nous présenterons nos expérimentations. Comme biomasses nous avons pris l'eucalyptus, la cellulose, l'hémicellulose (xylane) et la lignine.

### 2.1. Matières premières et opérations de traitement

Nous avons choisi le bois d'eucalyptus issu des forêts du Burkina Faso, cet eucalyptus est disponible dans la salle à biomasse au LBEB. Notre échantillon de bois a été broyé à l'aide d'un broyeur à couteaux Retsch Type SM100 Comfort et a été tamisé pour avoir une granulométrie comprise :  $212\mu\text{m} < X < 400\mu\text{m}$ . nous l'avons ensuite mis à l'étuve à  $105^{\circ}\text{C}$  pendant 4h de temps pour évacuer l'humidité. L'échantillon a été ensuite introduit dans un bocal avec couvercle à partir de duquel on le sortait pour nos essais.

Pour ce qui est des constituants du bois, à savoir la cellulose microcristalline  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$  de référence K39709730 920, l'hémicellulose (xylan from beechwood) de référence X4252-25G et la lignine (lignin alkali Typical Mn5,000) de référence 370959-100G, tous sous forme de poudre sont commercialisés par Sigma-Aldrich en France.

### 2.2. Caractérisation de la biomasse

Les analyses qui ont été faites sur notre biomasse sont l'analyse immédiate et l'extraction ou l'isolation des composés. Les détails de l'analyse immédiate du bois sont décrits dans le manuel : Mesure des caractéristiques des combustibles bois de l'ADEME [*Critt Bois – Fibois – CTBA JUILLET 2001*]. Pour l'isolation des composés du bois, la séparation des différents composés est difficile de par leur étroite association dans les parois cellulaires. Ils sont dans la plupart des cas dégradés ou modifiés. Nous avons suivi le protocole détaillé dans l'article de Shiguang Li [22]. Nous avons répété nos analyses afin de nous assurer de la répétitivité. Les résultats trouvés ne sont pas très éloignés de ceux que nous avons trouvés dans la littérature, ils seront présentés dans le chapitre suivant.

Trois types de polymères (cellulose, hémicelluloses et lignine) qui forment les principaux composés du bois sont présents à environ 95% en masse. En plus, on trouve une petite quantité de composés de faible masse moléculaire représentant environ 5% en masse. Ils sont désignés en tant qu'extractibles du bois grâce à des solvants plus ou moins neutres [25].



---

Dans le bois, on trouve également d'autres composés qui sont organiques et inorganiques mais en faible concentration (0.1 à 1%).

Le protocole de l'analyse des composés pour les extractibles, les hémicelluloses la cellulose et la lignine est présente dans les paragraphes qui suivent [22]:

### **2.2.1. Analyse des extractibles**

Une masse  $G_0$  de biomasse sèche est lessivée à température ambiante avec un mélange de benzène/éthanol (2 :1 en volume) pendant 3h et après séchage à l'air libre, est séchée à l'étuve à 105°C-110°C jusqu'à stabilisation de la masse. Elle est ensuite refroidit dans un dessiccateur puis pesée on obtient la masse  $G_1$ . Le taux des extractibles est obtenu par :

$$W_1(\%) = \frac{G_0 - G_1}{G_0} \times 100\% \quad \mathbf{1.1}$$

### **2.2.2. Analyse des hémicelluloses**

Une masse  $G_1$  du résidu des extractibles est introduite dans un flacon dans lequel on verse 150 ml d'une solution de NaOH de concentration 20g/l, le mélange est bouilli pendant 3.5h avec de l'eau distillée recyclée. Filtrer et laver jusqu'à élimination des ions  $\text{Na}^+$ . Le filtrat est séché à l'étuve jusqu'à stabilisation de la masse. Il est refroidit dans un dessiccateur puis pesé, on obtient la masse  $G_2$ . Le taux des hémicelluloses est obtenu par :

$$W_2(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \times 100\% \quad \mathbf{1.2}$$

### **2.2.3. Analyse de la lignine**

Environ 1g du résidu après extraction des extractibles, est introduit dans un flacon puis sécher à l'étuve jusqu'à stabilisation de la masse. Après refroidissement dans un dessiccateur, la masse est pesée, on obtient  $G_3$ . Après introduction tout doucement de 30ml d'une solution d'acide sulfurique (72%) dans le flacon. Le mélange est conservé entre 8 et 15°C pendant 24h. il est ensuite introduit dans un flacon de 300ml d'eau distillée et bouilli pendant 1h avec un mélange d'eau distillée recyclée. Le mélange est refroidi et filtré jusqu'à disparition des ions sulfate (détection des ions sulfate par 10% de chlorure de baryum dans la solution). Le résidu est ensuite séché à l'étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse. Il est ensuite refroidi dans un dessiccateur et pesé. On obtient la masse  $G_4$ . Le taux des lignines est donc obtenu par la formule :

---

$$W_3(\%) = \frac{G_4(1 - W_1)}{G_3} \times 100\% \quad \mathbf{1.3}$$

## **2.2.4 Analyse de la cellulose**

Le taux de la cellulose est calculé par la formule :

$$W_4(\%) = 100 - (A_d + W_1 + W_2 + W_3) \quad \mathbf{1.4}$$

Où  $A_d$  est le taux des cendres.

## **2.3. Dispositif expérimental**

### **2.3.1. Description et principe de fonctionnement**

Pour notre, travail nous avons utilisé comme appareil l'analyseur thermogravimétrique du LBEB (voir Fig. 6), qui permet de suivre les étapes de décomposition de la biomasse lors de la pyrolyse, par la mesure directe de la variation de la masse en fonction de la température et (ou) du temps. Cette technique d'analyse est le plus souvent couplée avec d'autres méthodes d'analyse effectuées simultanément. Ces autres méthodes sont la Differential Scanning Calorimetry (DSC), l'analyse thermique différentielle (ATD) et des technologies de séparation tel que la chromatographie couplée à la spectrométrie de masse MS. L'appareil présent au 2IE est l'ATG Setsys évolution 16/18 de marque *SETARAM*® couplé avec l'extension DSC et des possibilités d'extension pour les modules complémentaires. Pour notre étude nous avons utilisé le mode TG/DSC.



**Figure 6: Analyseur thermogravimétrique (SETSYS SETARAM)**

La thermobalance est dotée d'une enceinte étanche dans laquelle circule le gaz de protection ici l'argon qui permet de contrôler l'atmosphère dans le four où est chauffé notre échantillon. Un système de circulation d'eau non seulement agit sur la régulation de la température du four, mais sert aussi à refroidir l'appareil à la fin de la manipulation. La DSC est dotée :

- D'un plateau métallique usiné comportant deux logements pour les creusets de mesure et de référence ;
- D'un thermocouple de régulation dans la partie centrale du plateau ;
- D'une hampe céramique quadrifilaire recevant les différents thermocouples (mesure, référence, régulation) ;
- De deux creusets en alumine  $Al_2O_3$  de référence : S08/GG.28204 pouvant supporter des températures de  $1700^{\circ}C$ .

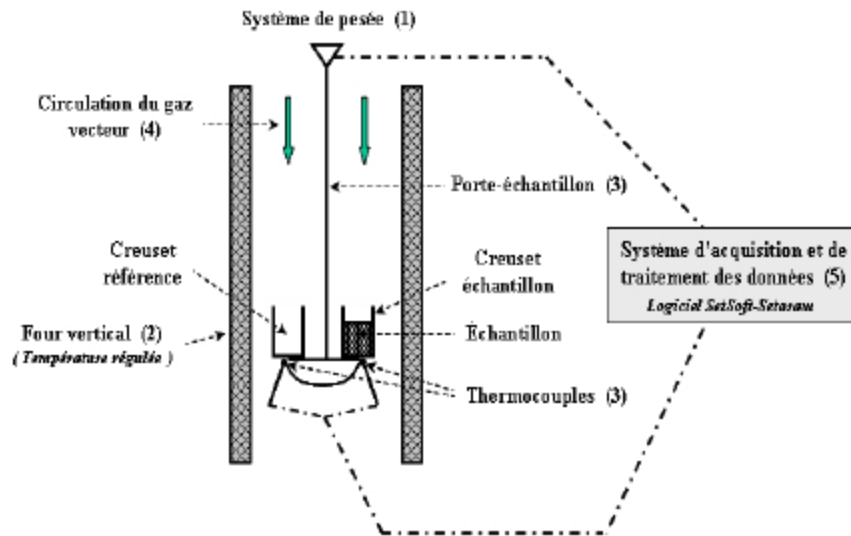


Figure 7: Schéma de la thermobalance utilisée au laboratoire

Notre dispositif nous permet d'avoir au niveau de notre système d'acquisition trois signaux à savoir, le signal TG qui représente la perte de masse de l'échantillon en fonction de la température de l'échantillon, le signal du flux de chaleur (heat flow) qui représente la différence de flux de chaleur entre le creuset portant l'échantillon et le creuset de référence et le signal de la température de l'échantillon.

### 2.3.2 Mode opératoire de la pyrolyse

Toutes les expériences de pyrolyse d'eucalyptus et des constituants sont faites sur des échantillons de granulométrie  $212 \mu\text{m} < X < 400 \mu\text{m}$ . Une masse comprise entre 18mg et 20mg est d'abord pesée sur une balance de grande précision et ensuite introduite dans notre four où elle suivra le régime de température défini pour chaque essai selon le protocole suivant :

- Une période de balayage d'argon à 200 ml/min de 10min pour permettre l'évacuation de l'oxygène résiduel du four, ensuite on fait le vide dans l'enceinte ;
- Un nouveau renvoi de l'argon à 200 ml/min dans l'enceinte jusqu'au remplissage pour s'assurer que nous sommes dans un milieu neutre ;
- Un balayage d'argon de 20ml/min pendant 3min permet de retrouver les conditions d'analyse après la période de balayage à 200 ml/min.
- Phase de séchage, le débit d'argon est de 20 ml/min pendant toute l'expérimentation, on part de la température ambiante à 105°C à 10°C/min avec un palier de 10min à 105°C pour nous assurer que l'humidité résiduelle est évacuée.

- Phase de la pyrolyse, nous partons de 105°C à 2°C/min jusqu'à une température  $T_1$  (température de changement de vitesse de chauffe) pour ce qui est des essais avec changement de vitesse de chauffe. Ensuite de  $T_1$  à 900°C avec une vitesse de chauffe de 100°C/min et à 900°C un palier de 10min. Dans le cas où nous ne faisons pas de changement de vitesse de chauffe, la vitesse de chauffe reste constante (2°C/min ou 100°C/min) de 105°C à 900°C ;
- Phase de refroidissement de 900°C à 200°C à 30°C/min et de 200°C à 50°C à 20°C/min.

### 2.3.2.1. Choix des températures de changement de phase et de vitesse de chauffe

Pour chaque éléments ayant subit le processus de pyrolyse nous avons choisis en fonction des résultats trouvés dans la bibliographie des températures ( $T_1$ ) auxquelles le changement de vitesse de chauffe de 2°C/min à 100°C/min est réalisé. L'objectif est de mieux apprécier l'effet du changement de la vitesse de chauffe sur les rendements en carbone fixe et en charbon lors de la pyrolyse. Le tableau suivant les présente.

**Tableau 2: Température de changement de vitesse de chauffe**

Eléments	Températures de changement de phase
Eucalyptus	300°C, 330°C, 360°C 400°C
Hémicellulose (xylan)	230°C, 300°C
Céllulose	300°C, 330°C, 360°C
Lignine	300°C, 330°C 500°C

La figure ci-dessous montre notre protocole expérimentale.

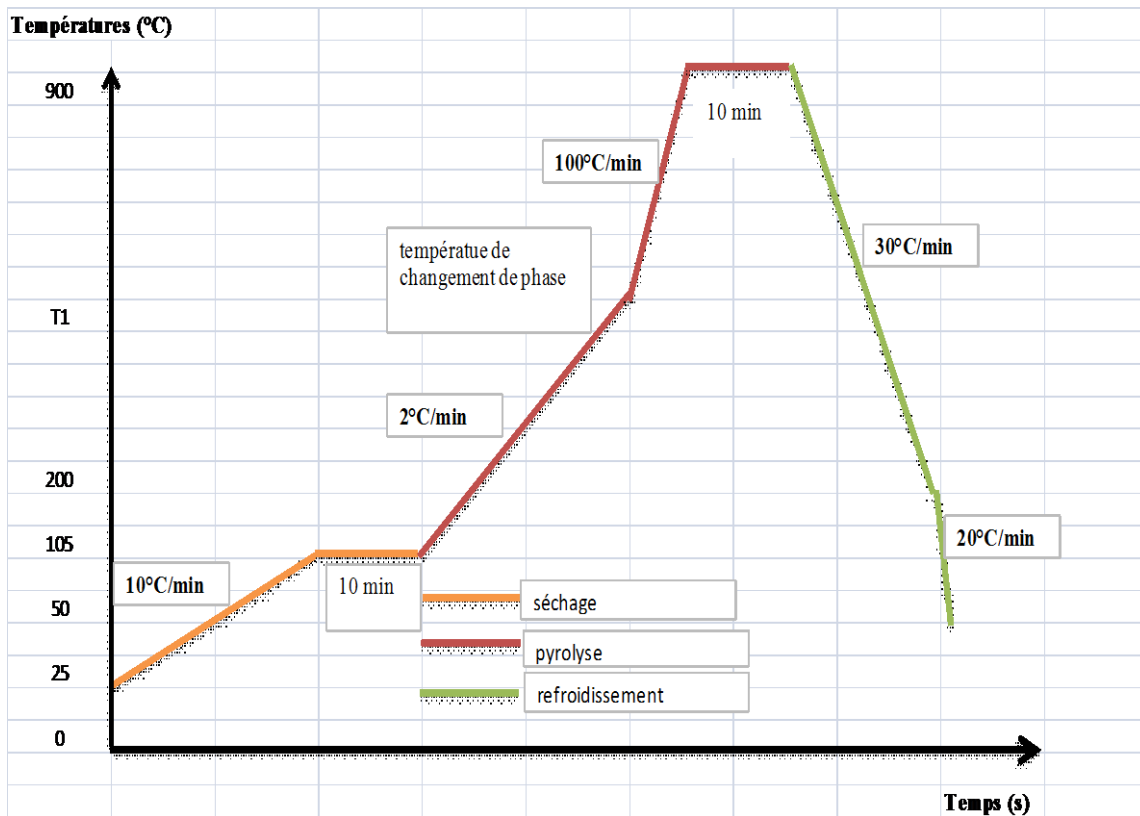


Figure 8: protocole expérimentale de pyrolyse

Remarque : le palier de 10 min à 900 C sur la figure 8 a été introduit comme équivalent à la phase de cuisson à 900 C lors de la procédure de détermination du carbone fixe.

## Chapitre 3. RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre nous présenterons l'ensemble des résultats que nous avons eu tout au long de ce travail.

### 3.1. Résultats des analyses immédiates et des composés

Les résultats de l'analyse immédiate et l'analyse des composés du bois d'Eucalyptus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 3: Analyse immédiate et analyse des composés de l'eucalyptus

Paramètres	Eucalyptus
<i>Analyse immédiate</i>	(%)
Humidité	<b>9.40</b>
Cendres	<b>0.575</b>
Matières volatiles	<b>80.80</b>
Carbone fixe	<b>18.62</b>
<i>Analyse des composés</i>	(%)
Extractibles	<b>1.61</b>
Hémicellulose	<b>19.09</b>
Cellulose	<b>36.89</b>
Lignine	<b>41.83</b>

Au regard de ces résultats on constate que notre bois a un taux élevé de lignine, un taux d'extractibles assez faible, ce qui est typique aux bois durs [22].

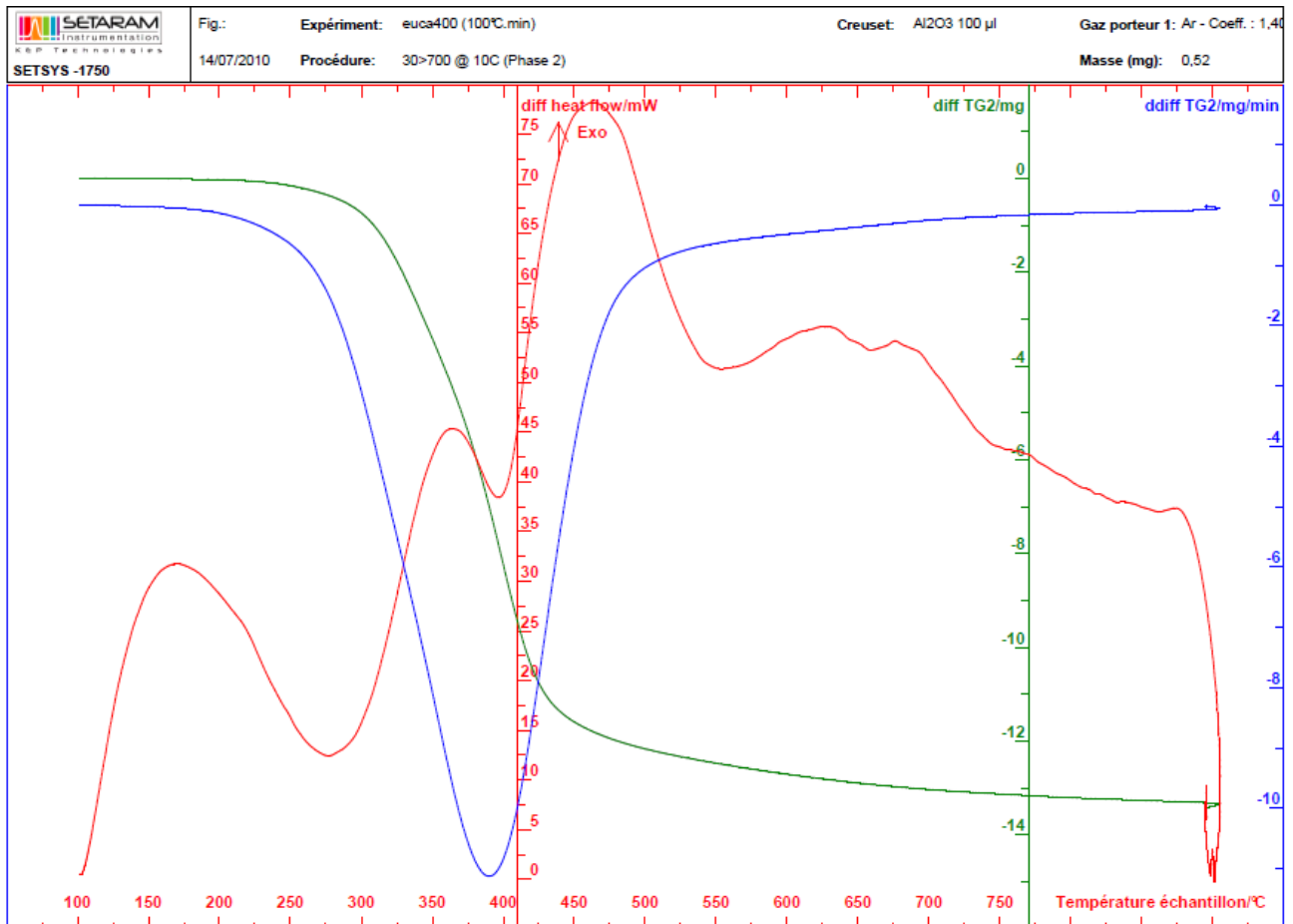
### 3.2. Analyse thermogravimétrique de l'eucalyptus et de ses constituants

#### 3.2.1 Analyse TG de l'Eucalyptus

Toutes les analyses thermogravimétriques, réalisées sur nos échantillons étudiés, sont effectuées d'après le mode opératoire décrit dans le chapitre précédent. Elles ont été réalisées dans les mêmes conditions opératoires (débit de gaz vecteur, masse initiale de l'échantillon, ...). Les masses initiales employées lors de ces analyses thermogravimétriques sont d'environ 18 mg. Les expériences ont été accomplies dans un intervalle de température compris entre  $T_i = 25$  °C et  $T_f = 900$  °C.







**Figure 10: pyrolyse Eucalyptus à 100°C/min**

Sur cette courbe on se rend compte qu'avec des vitesses de chauffe grande les pics de dégradation des constituants se superposent à ~390°C.

Dans le souci de bien comprendre la pyrolyse de l'eucalyptus nous avons superposé les signaux TG de l'eucalyptus et de ses trois constituants (cellulose, hémicellulose, et la lignine) à 2°C/min Fig.11 en observant cette courbe, on constate que le xylan est le premier à se dégrader à partir de 190°C et atteint son maximum à 260°C, ensuite l'eucalyptus commence sa dégradation juste après le xylan à 200°C et sa courbe DTG figure 14 présente trois pics dont deux sont le premier à 265°C qui correspond à la dégradation des hémicelluloses et le second à 330°C qui correspond à la dégradation de la cellulose le troisième à 388°C correspond à la dégradation de la lignine. La pyrolyse de la lignine à la gamme de la température la plus large et le DTG le plus plat, il a deux sommets à 279°C et 550°C respectivement, son rendement en charbon est le plus élevé des constituants du bois on dit de lui qu'il est le constituant responsable de la formation de la biomasse [23].

La cellulose quant à elle est stable jusqu'à 300°C et commence sa dégradation juste après 300°C et se décompose totalement dans l'intervalle 300°C-350°C dont le maximum est à 330°C. Il est

important de noter ici que ces températures sont fonction des vitesses de chauffe plus les vitesses de chauffe sont grandes plus elles sont grandes.

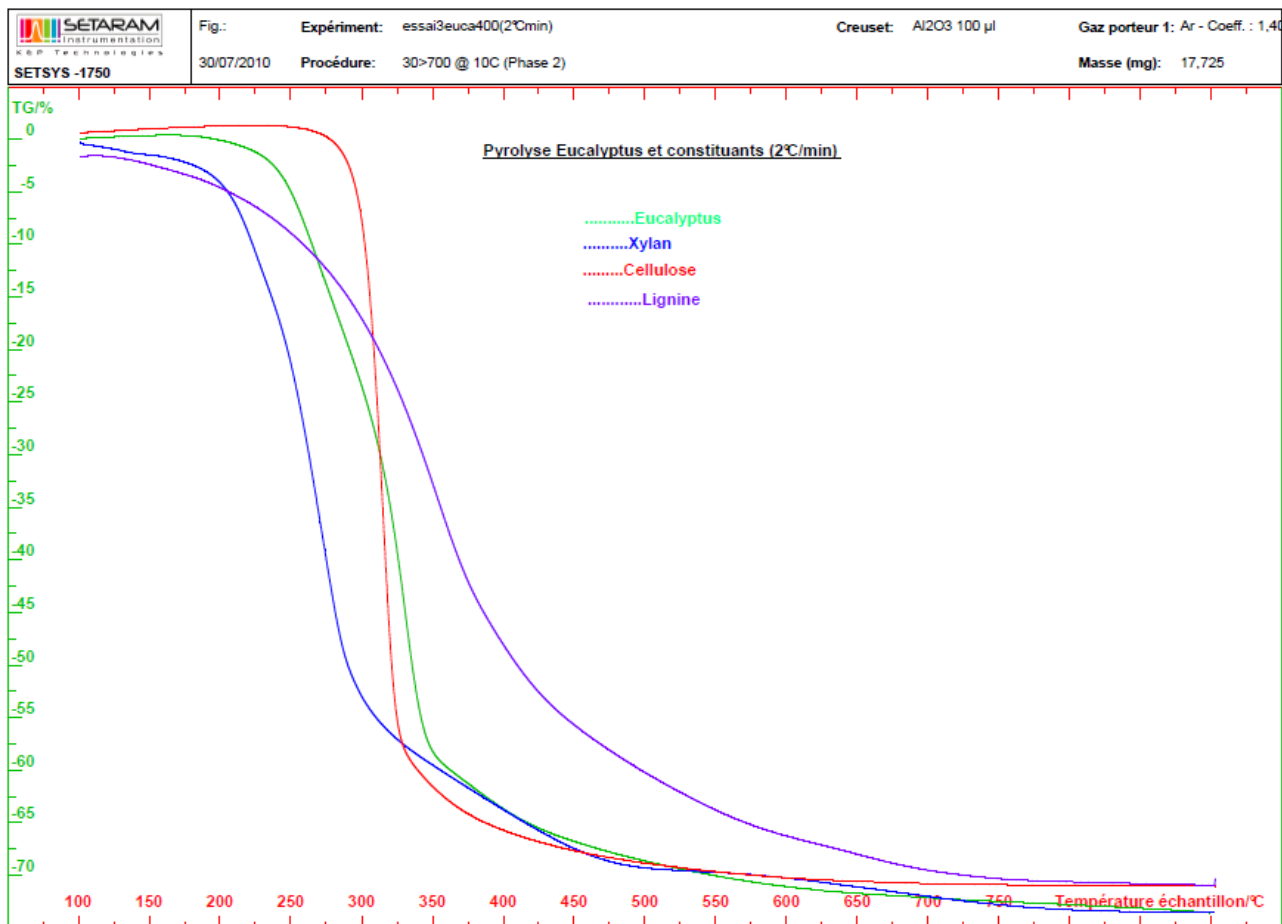
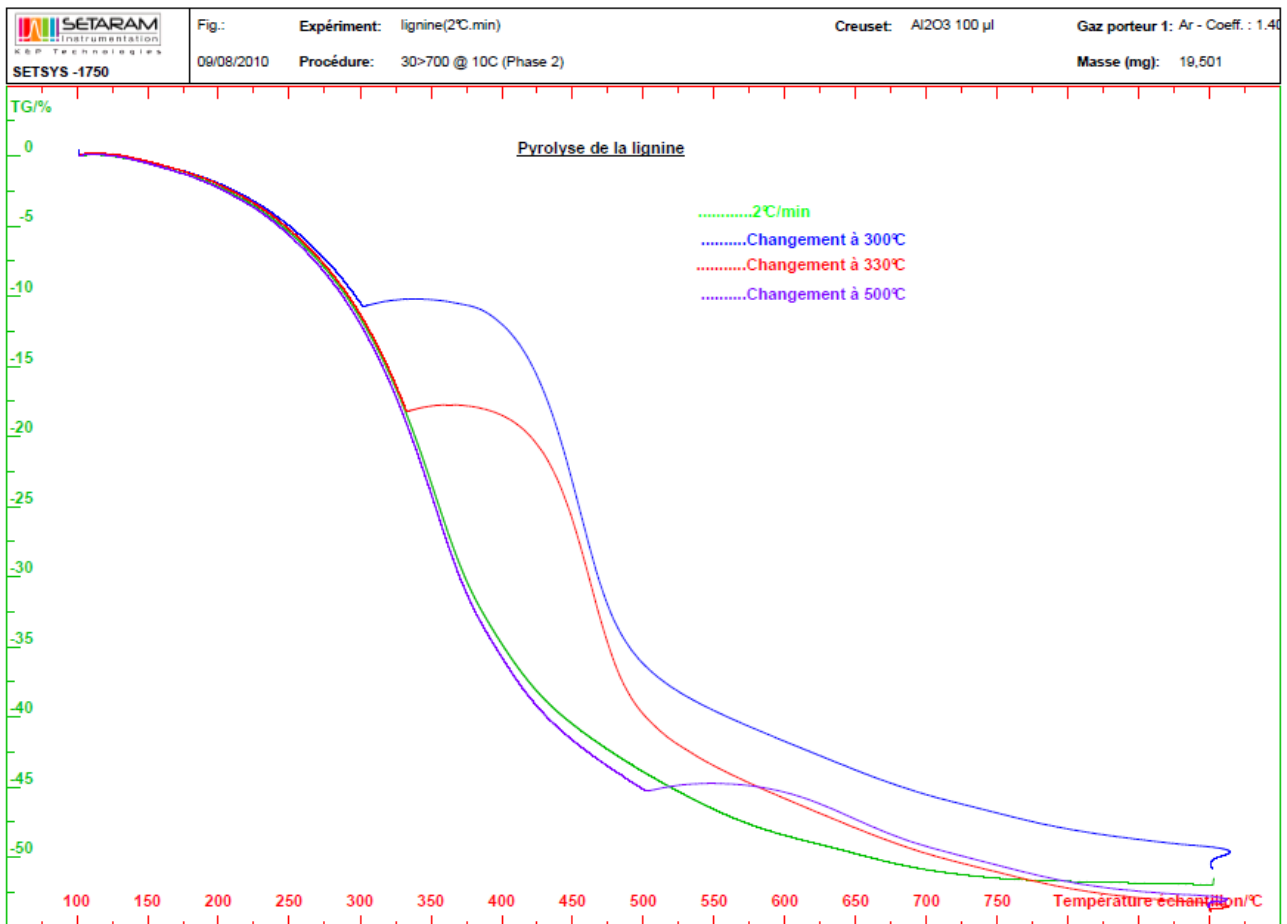


Figure 11: pyrolyse Eucalyptus et constituants à 2°C/min

L'une des remarques qu'on peut faire sur cette figure est que la décomposition de l'eucalyptus est plus tardive que celle du xylan l'une des explications plausibles serait l'interaction entre constituants qui fait que la décomposition de l'eucalyptus est tardive.

### 3.2.2. Analyse TG de la lignine

La lignine est les constituants dont le rendement en charbon à 900°C est le plus élevé parmi les constituants. On dit d'elle qu'elle est responsable de la formation du charbon dans le procédé de pyrolyse.

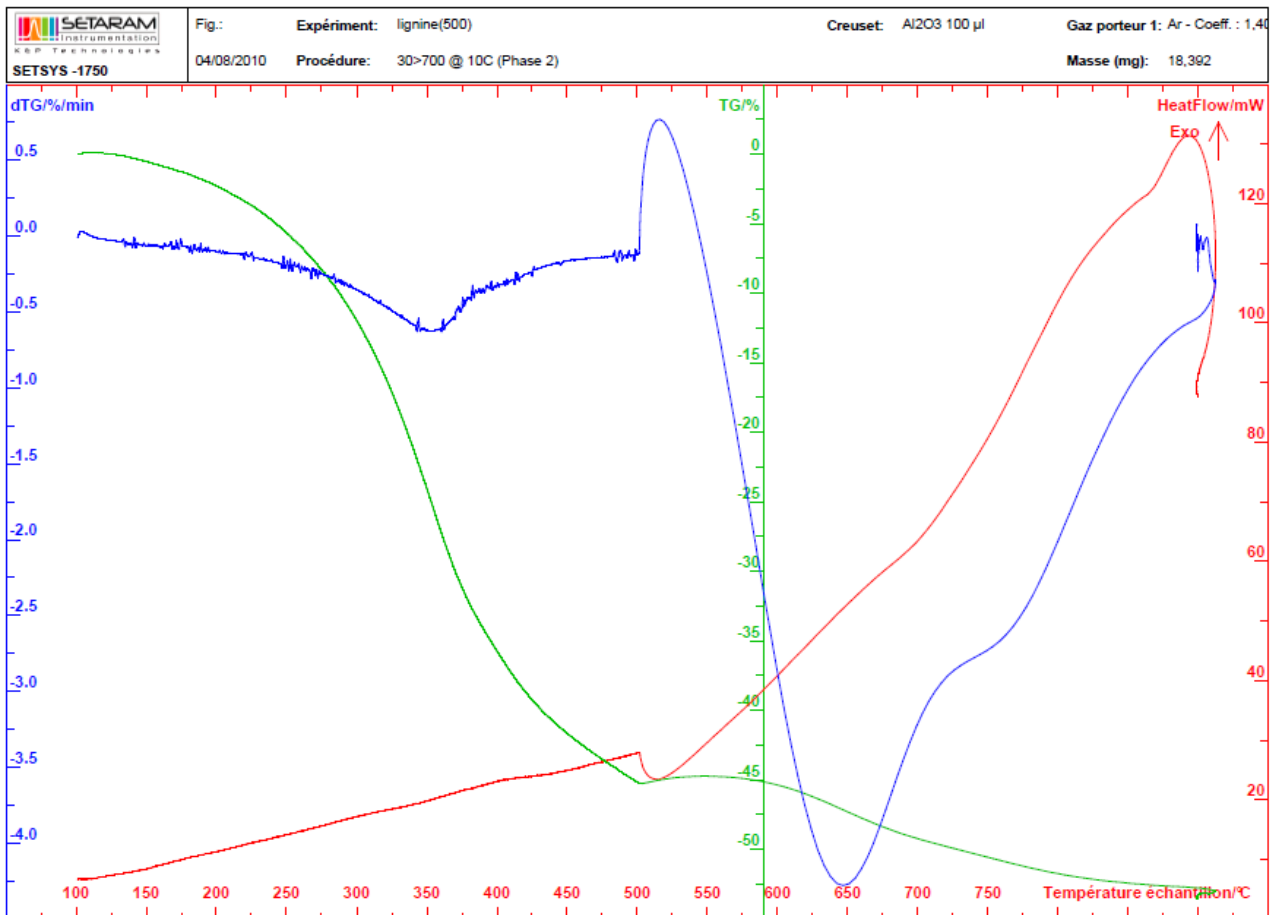


**Figure 12:pyrolyse de la lignine**

Les courbes de la figure 12 représentent les différentes étapes et les températures de changement de vitesse de chauffe. Sur la courbe, on observe que la température de 500°C prise comme température de changement de vitesse de chauffe offre un meilleur rendement que celle de 300°C.

La courbe de la pyrolyse de la lignine à 2°C/min pendant toute l'expérimentation est en annexe 2, sur cette courbe on se rend compte que la température à laquelle la vitesse de décomposition est maximale est de 360°C. La courbe de la figure 13 nous présente la pyrolyse de la lignine avec comme température de changement de vitesse de chauffe 500°C. En observant la courbe du signal DTG, on a deux pics le premier à 360°C et le second à 650°C.

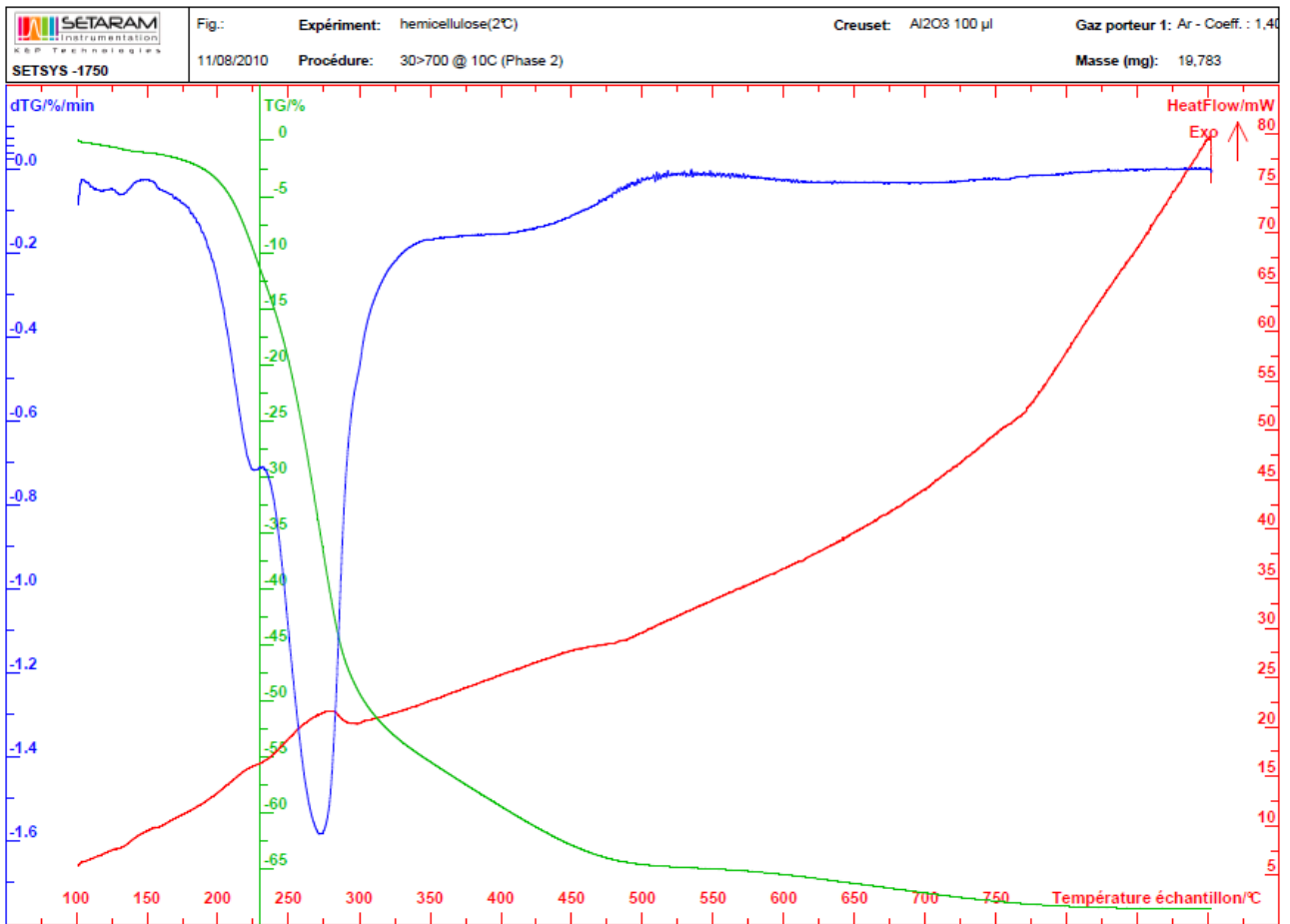
Sur la même courbe, on se rend compte qu'à 500°C la lignine a perdu 85% de sa perte de masse totale et le reste se dégrade entre 500 et 650°C.



**Figure 13:pyrolyse de la lignine changement de vitesse à 500°C**

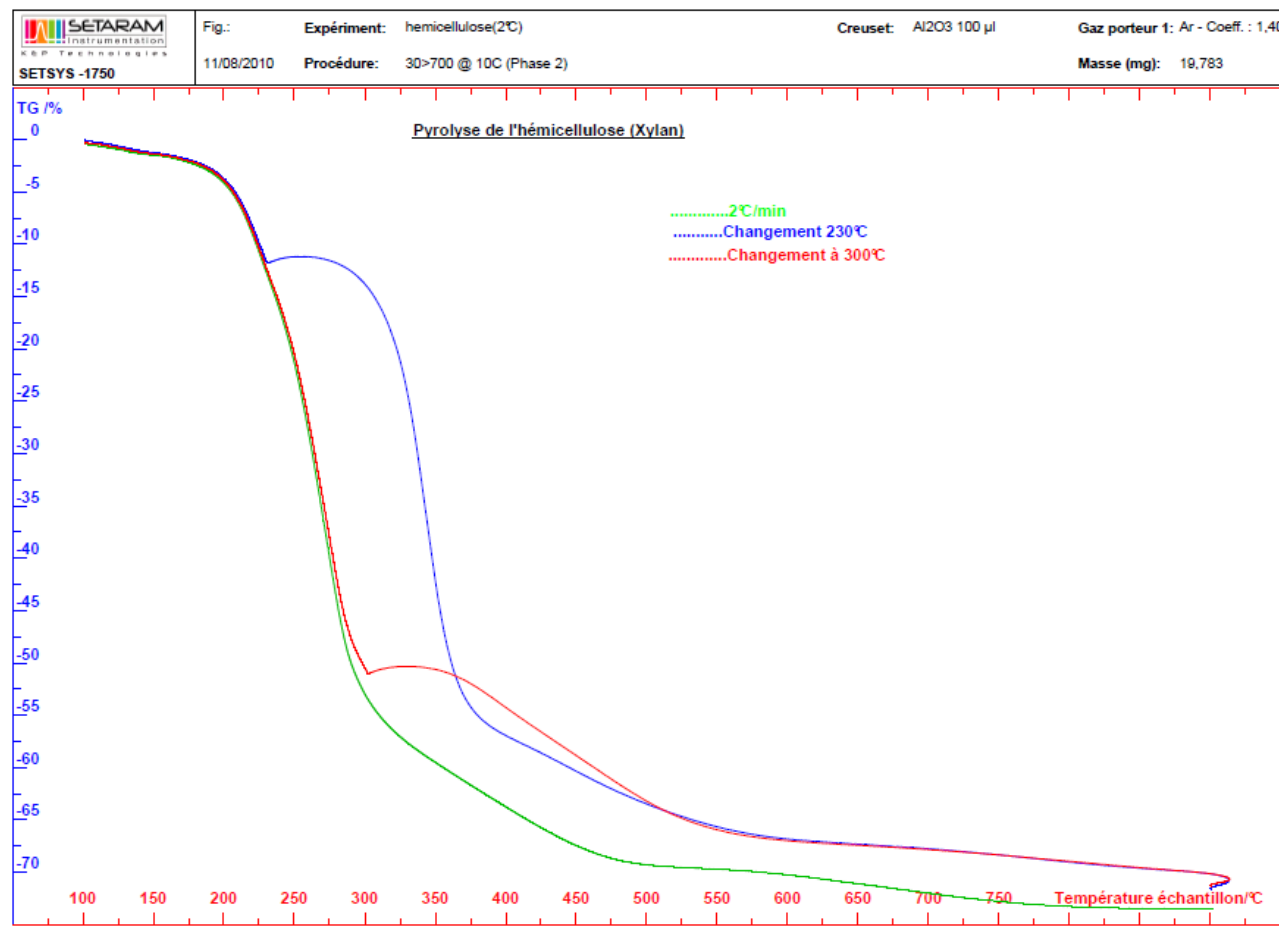
L'observation de la courbe Fig.13 donne un signal DTG qui présente deux pics également, le premier à 360°C et le second à 650°C, à 500°C les 90% de la perte de masse totale des lignines s'est transformée en grande majorité en charbon de bois et le reste en matières volatiles. La molécule de lignine est la plus difficile à dégrader. C'est, après la cellulose, le deuxième composé organique de la biosphère et une ressource naturelle renouvelable et abondante. Peu sensible à la dégradation biologique, elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes, et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [25]

### 3.2.3. Analyse TG de l'hémicellulose (xylan)



**Figure 14: pyrolyse de l'hémicellulose (xylan)**

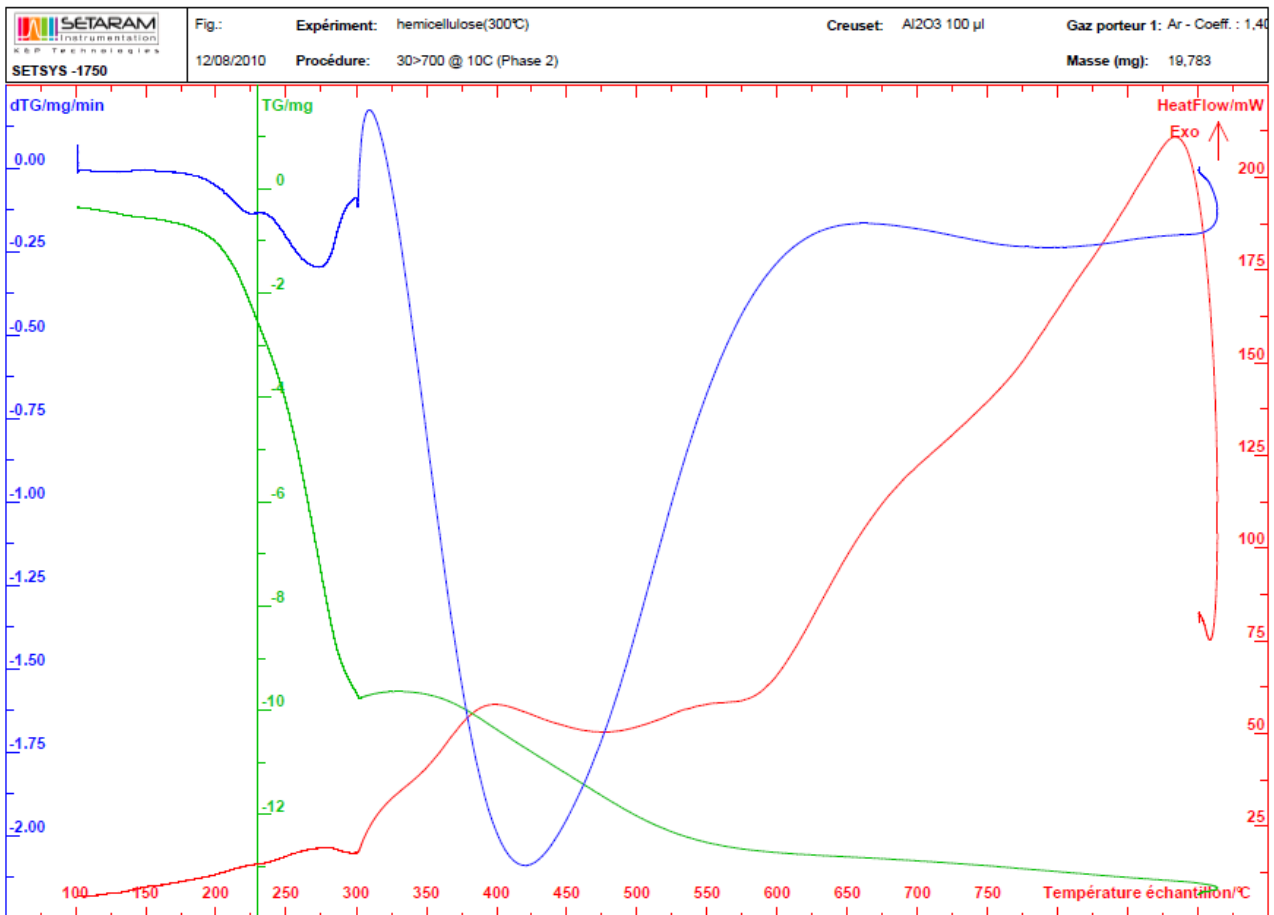
Fig.14 : l'observation de la courbe montre un signal dTG a deux sommets, le premier à 260°C et le second à 420°C, donc à 300°C, toute l'hémicellulose ne s'est pas dégradé, environ 77% de sa masse s'est convertit en matières volatiles et en charbon. Les hémicelluloses se décomposent à des températures basses parce que leur chaîne moléculaire est courte [23], elles ont en plus de leur masse moléculaire faible, des structures moins régulières et des chaînes différentes dans leurs chaînes [25].



**Figure 15: pyrolyse de l'hémicellulose (xylan)**

Sur ce graphique on se rend compte que la température de changement de vitesse de 300°C offre de meilleur rendement que celle de 230°C et la pyrolyse à 2°C/min. Au vue de ces remarques, une température de changement de vitesse supérieure ou égale à 300°C est à retenir pour le xylan.

Nous allons analyser la pyrolyse du xylan avec comme température de changement de phase à 300°C, pour voir si à 300°C toute la lignine sera convertit.

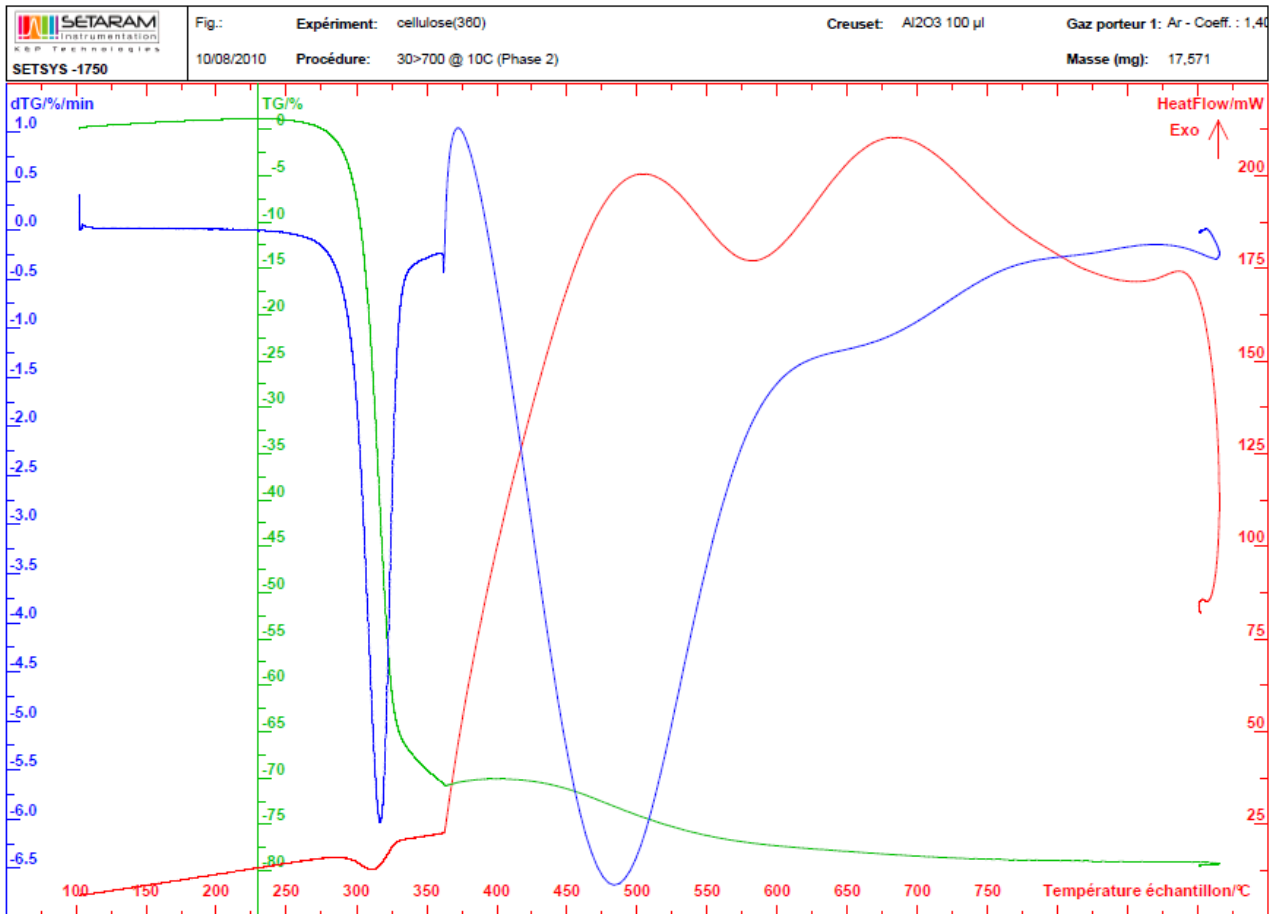


**Figure 16: pyrolyse xylan avec changement de vitesse à 300°C**

Les résultats de cette courbe confirme effectivement que la dégradation du xylan se poursuit jusqu'à 450°C.

### 3.2.4. Analyse TG de la cellulose

Fig.16 : le signal DTG présente deux pics, le premier à 330°C et le second à 480°C, correspondant aux grandes vitesses de chauffe. A 360°C environ 92% de la perte de masse totale, de la cellulose s'est dégradé pour donner des matières volatiles et du charbon. C'est le constituant qui contribue le moins à la formation du charbon quand on regarde son rendement en charbon confère tableau 6.

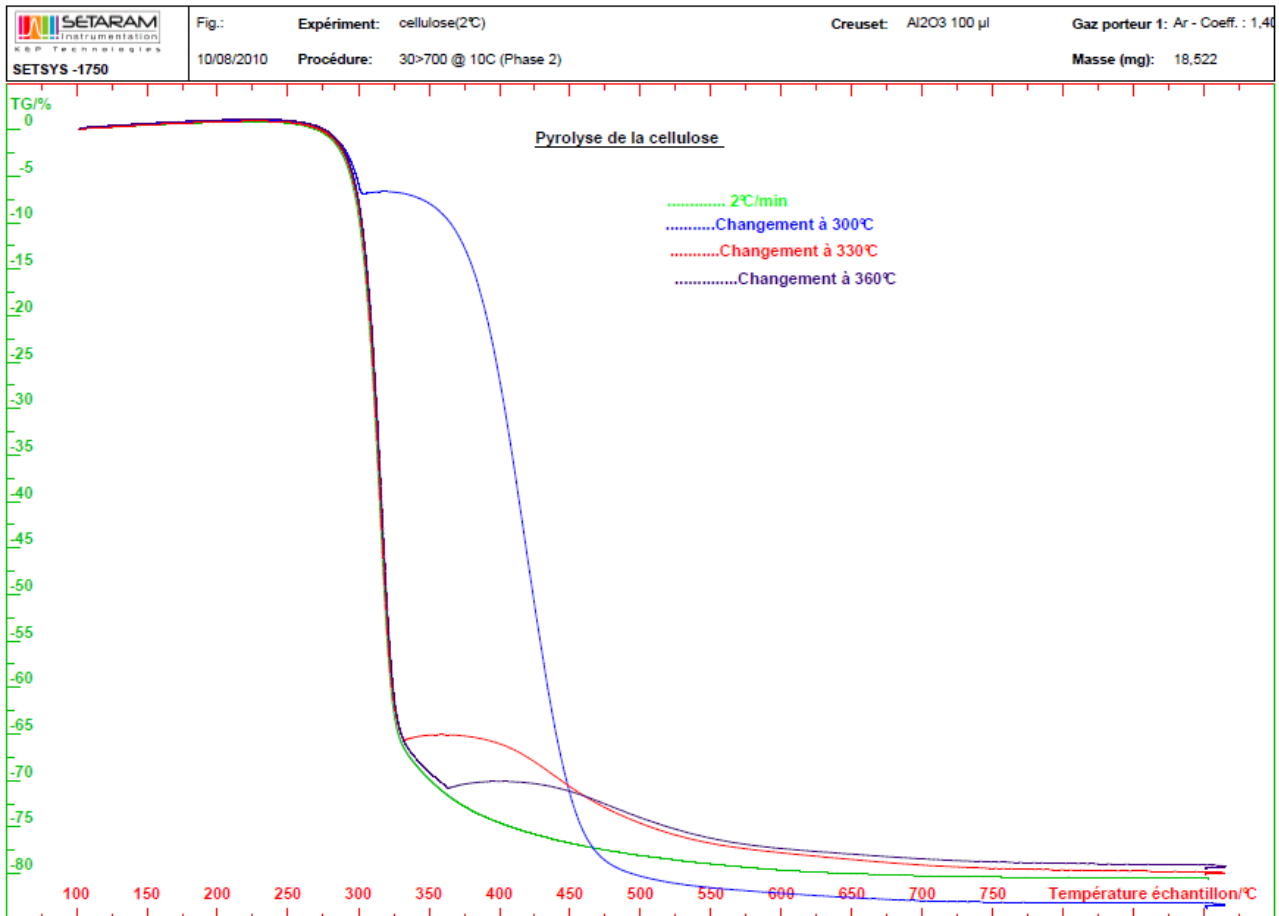


**Figure 17: pyrolyse de la cellulose avec changement de vitesse à 360°C**

Les courbes de la figure 17 montre qu'avec 360°C comme température de changement de vitesse de chauffe, on obtient de bien meilleurs rendements qu'avec 330°C, 300°C et une pyrolyse à 2°C/min comme vitesse de chauffe pendant toute l'expérimentation. Au vue de toutes ces remarques la température de changement de vitesse de 360°C pour la cellulose est à retenir.

La courbe de la figure 17 nous montre qu'à 360°C la dégradation de la cellulose est presque finie et le faible gain de masse suivi de la perte de masse est dû à la hausse de la vitesse de chauffe qui va brusquement de 2°C/min à 100°C/min effet observable sur toutes les courbes avec changement de phase, et celle avec comme vitesse de chauffe 100°C/min tout au long de la pyrolyse.





**Figure 18: pyrolyse de la cellulose**

### 3.3. Effets du changement de la vitesse de chauffe sur les rendements

La fig.18 donne un signal TG qui présente une perte de masse d'environ 87.5% à 360°C, et l'augmentation de la vitesse de chauffe à cette température aurait un effet de recristallisation ce qui augmenterait le taux de carbone fixe et justifiera le rendement élevé en charbon. On trouve donc un compromis entre les différentes température de changement de phase en s'appuyant sur les différentes températures de changement de phase des constituants qui favorisent la formation en charbon, pour le xylan il faudrait que la température soit supérieure à 300°C, la cellulose à 360°C comme température de changement de phase on a un bon résultat et pour la lignine, la meilleur température de changement de phase est de 500°C mais à 360°C elle a perdu environ 66% de sa

masse.

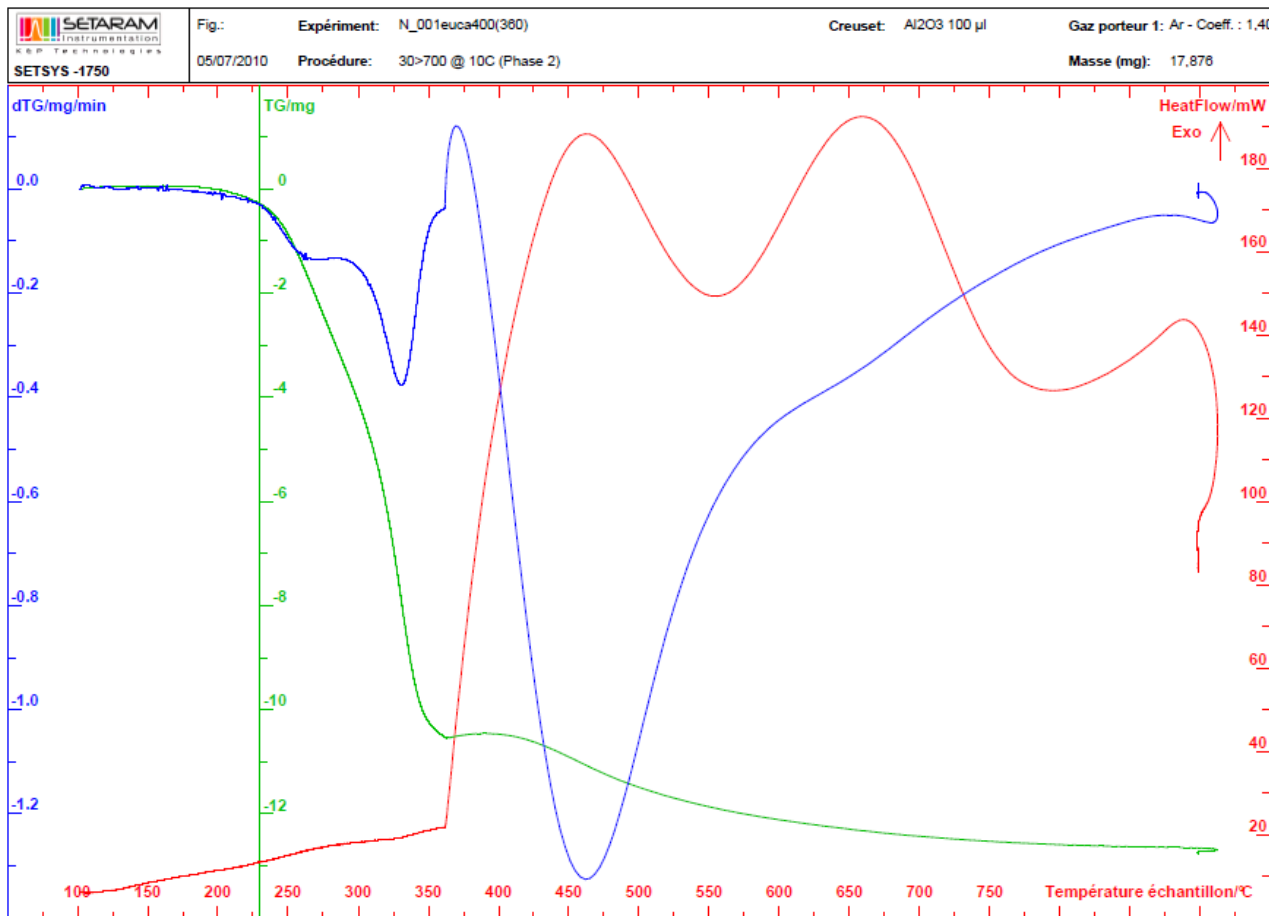


Figure 19: pyrolyse de l'eucalyptus avec changement à 360°C

### 3.3.1 Calculs de rendements

Durant le processus de pyrolyse, la masse de bois à décomposer décroît pendant que le taux de carbone fixe augmente. Le rendement en charbon et le rendement en carbone fixe sont les deux principaux indicateurs dans la production du charbon. Cependant pris séparément ils ne fournissent aucun renseignement sur les transformations chimiques lors de la conversion, et ne permettent pas de faire une comparaison entre deux charbons de bois obtenus avec des rendements différents. Le rendement en carbone fixe est obtenu par la formule suivante [24] :

### 3.3.2. Rendement en charbon

C'est le rapport de la masse de charbon obtenue à 900°C sur la masse de bois anhydre. C'est-à-dire après évacuation de l'humidité résiduelle après le palier de 10 minutes à 105°C.

Au regard de nos résultats, la pyrolyse de l'eucalyptus tableau 4 montre que le changement de phase lors de la pyrolyse a un impact considérable sur le rendement en charbon. On part de 22.53% à 28.15% entre la pyrolyse à 2°C/min et celle avec changement de phase à 360°C. Elle est bien faible certes la différence entre le rendement en charbon de la pyrolyse de l'hémicellulose (xylan) à

2°C/min et avec changement de phase à 300°C on part de 27.73% à 27.74%, pour la cellulose on a 18.50% à 2°C/min et 19.55% avec changement de phase à 360°C, pour la lignine quant à elle, à 2°C/min le rendement en charbon est 47.27% alors qu'avec changement de phase à 500°C, on a 47.43% ce qui est en accord avec la conclusion tirée par K. Elyounssi et al. [24], selon laquelle le rendement en charbon croît lorsqu'on fait une pyrolyse avec changement de phase à condition qu'on choisisse judicieusement la température de changement de phase. On se servira de l'analyse des thermogrammes de chaque pyrolyse pour bien cerner l'effet de ces températures de changement de phase sur les rendements.

**Tableau 4: Résultats de l'eucalyptus**

Régime de chauffe	Rendement en charbon à 900°C (%)	Taux Carbone fixe (%)	Rendement en CF (%)
2°C/min	<b>22.53</b>	98.98	<b>22.43</b>
100°C/min	<b>26.83</b>	96.87	<b>26.14</b>
Changement 300°C	<b>27.58</b>	96.82	<b>26.86</b>
Changement 330°C	<b>27.80</b>	96.18	<b>26.90</b>
Changement 360°C	<b>28.15</b>	97.01	<b>27.47</b>
Changement 400°C	<b>26.59</b>	96.40	<b>25.78</b>

Tous les essais ont été faits trois fois pour s'assurer de la répétitivité. Les résultats présentés ici sont les valeurs moyennes.

### 3.3.3. Rendement en carbone fixe

C'est le rapport de la masse charbon résiduel après évacuation des matières volatiles durant l'étape de 10 min à 900 C sur la masse de charbon obtenue à 900°C.

$$Y_{fc} = Y_c \times \left[ \frac{FC}{100 - A} \right] \quad \mathbf{1.5}$$

Où  $Y_c, FC$  et  $A$  représentent respectivement le rendement en charbon, le taux de carbone fixe et le taux de cendres. Et  $Y_c$  et  $FC$  sont donnés par les relations :

$$Y_c = \frac{MC}{M_w} \quad \mathbf{1.6} \quad , \quad FC = \frac{Mr}{M_c} \quad \mathbf{1.7}$$

Ici  $M_c, M_w$  et  $Mr$  représentent la masse de charbon obtenue à 900°C, la masse de bois anhydre et la masse de charbon résiduel après évacuation des matières volatiles respectivement.

---

Le taux de carbone fixe exprime la quantité réelle de carbone pure restant après décomposition complète de la biomasse.

La qualité du charbon de bois sera fonction du taux de carbone fixe qu'il contient, plus ce taux est important plus ce charbon est de bonne qualité.

Nous avons également réalisé les mêmes essais sur les composants de la biomasse à savoir la cellulose, l'hémicellulose (xylan) et la lignine. Les résultats sont présentés dans les tableaux suivants :

**Tableau 5: Résultats des hémicelluloses (xylan)**

Régime de chauffe	Rendement en charbon à 900°C (%)	Taux Carbone fixe (%)	Rendement en CF (%)
2°C/min	<b>27.73</b>	100	<b>27.90</b>
Changement à 230°C	<b>26.81</b>	92.68	<b>24.99</b>
Changement à 300°C	<b>27.74</b>	93.54	<b>26.10</b>

**Tableau 6: Résultats de la cellulose**

Régime de chauffe	Rendement en charbon à 900°C (%)	Taux Carbone fixe (%)	Rendement en CF (%)
2°C/min	<b>18.50</b>	99.00	<b>18.42</b>
Changement à 300°C	<b>16.12</b>	97.50	<b>15.81</b>
Changement à 360°C	<b>19.55</b>	98.01	<b>19.27</b>

---

**Tableau 7: Résultats de la lignine**

Régime de chauffe	Rendement en charbon à 900°C (%)	Taux Carbone fixe (%)	Rendement en CF (%)
2°C/min	<b>47.27</b>	99.42	<b>47.27</b>
Changement 300°C	<b>46.14</b>	95.04	<b>44.11</b>
Changement 330°C	<b>46.39</b>	97.87	<b>45.66</b>
Changement 500°C	<b>47.43</b>	96.60	<b>46.08</b>

---

L'analyse des résultats du rendement en carbone fixe des tableaux 4 à 7 nous montre que le rendement en carbone fixe est fonction du rendement en charbon, plus le rendement en charbon d'un régime de chauffe est grand plus le rendement en carbone fixe est élevé, par contre la teneur en carbone fixe ne varie pas dans le même sens pour ce qui est de l'eucalyptus, tout porte à croire que l'interaction entre constituant y est pour quelque chose. Pour l'eucalyptus nous avons le meilleur taux de carbone fixe à 2°C/min il est de 98.98%, pour le xylan à 2°C/min également 100%, la cellulose comme l'eucalyptus et le xylan a son meilleur taux de carbone fixe à 2°C/min il est de 99.00% et la lignine toujours au même régime de chauffe à un taux de carbone fixe de 99.42%. La comparaison des taux en carbone fixe des tableaux 4 à 7 montre que les faibles vitesses de chauffe favorisent la production du carbone fixe ce qui est en accord avec la littérature [16].

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif de ce travail était de vérifier après une série de manipulations faites sur le bois (Eucalyptus) et ses constituants avec différentes vitesses de chauffe en modifiant les températures de changement de phase, qu'on obtient de meilleurs rendements en faisant une pyrolyse en deux phases (vitesse lente (2°C/min) - vitesse rapide (100°C/min)) afin de confirmer les résultats de l'étude menée par le 2IE, le Centre de Recherche Forestière de Rabat et le Cirad. Au terme de cette étude, et au vue des résultats cette hypothèse est vérifiée en ce qui concerne l'eucalyptus par contre en ce qui concerne les constituants du bois le xylan a un meilleur rendement à 2°C/min (27.73%) qu'avec une pyrolyse à deux phases avec changement de phase à 230°C (26.81%). La cellulose quant à elle a un meilleur rendement lorsqu'elle subit une pyrolyse à 2°C/min (18.50%) qu'en subissant une pyrolyse en deux phases avec changement de vitesse à 300°C (16.12%).

L'autre objectif de ce travail était de déterminer la nature des réactions en termes de demande en énergie, l'énergie calorimétrique requise pour le procédé de pyrolyse revêt une influence capitale dans la compréhension du phénomène de la conversion thermique de la biomasse. Cependant, les données précises sont difficiles à obtenir par les méthodes du calcul courantes à cause de la complexité de processus. L'option DSC vient en réponse à cette difficulté. Nous projetons donc poursuivre notre étude dans l'étude de cet aspect, il a été reporté dans la littérature que le rendement en charbon et l'énergie requise pour la pyrolyse ont une corrélation linéaire [26], nous envisageons aussi utiliser la micro GC pour pouvoir déterminer la proportion des gaz issus de ces réactions afin de mieux les comprendre.

---

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] : Michael Jerry Antal, M.G., *Review: The Art, Science, and Technology of Charcoal Production*. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2003. **42(8)**.
- [2] : Word Energy Outlook
- [3] : Enrico Biagini, Federica Barontini, and L. Tognotti, *Devolatilization of Biomass Fuels and Biomass Components Studied by TG/FTIR Technique*. Ind Eng Chem Res, 2006. **45**.
- [4] : Wang, G., et al., *TG study on pyrolysis of biomass and its three components under syngas*. Fuel, 2008. **87(4-5)**: p. 552-558.
- [5] : Van de Velden M and al., *Fundamentals, kinetics and endothermicity of the biomass pyrolysis reaction*,. Renewable Energy, 2009.
- [6] : Khelfa, A., *Etude des étapes primaires de la dégradation thermique de la biomasse lignocellulosique*. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine Metz,, 2009.
- [7] : Courbet J. Thèse de doctorat, Université de la rochelle 2005
- [8] : Mermoud, F., *Gazéification de charbon de bois à la vapeur d'eau : de la particule isolée au lit fixe continu*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse INPT, 2006.
- [9] : Van de Velden M and al., *Fundamentals, kinetics and endothermicity of the biomass pyrolysis reaction*,. Renewable Energy, 2009.
- [10]: G Goyal, D Seal, and R. Saxena, *Bio-fuel from thermochemical conversion of renewable resources: A review*. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2008. **12(2)**: p. 504-517.
- [11]: ROUSSET, P., et al., *Choix d'un modèle de pyrolyse ménagée du bois à l'échelle de la microparticule en vue de la modélisation macroscopique*. Revue, 2004.
- [12]: Kifani-Sahban, F., et al., *Variations dimensionnelles accompagnant le traitement thermique de la cellulose sous atmosphère inerte*. Thermochemica Acta, 1997. **307(2)**: p. 135-141
- [13]: D. Dollimore and G.R. Heal, Carbon 5, 1967. **65**.
- [14]: F. Shafizadeh and G.W Bradbury, J. Appl. Polymer Sci., 1431. **23(1979)**.
- [15]: D.F Arsenau and C. J., *Chem*. 1970. **49**: p. 632.
- [16]: Antal M.J., Varhegyi G., and Jakab E., *Cellulose pyrolysis kinetics: revisited*, Ind. Eng. Chem Res, 1998. **37**: p. 1267–1275.
- [17]: Zaror C.A and Pyle D.L, *Competitive reactions model for the pyrolysis*

---

*of lignocellulose: a critical study*. J. Anal. Appl. Pyrolysis, 1986. **10**: p. 1–12.

[18]: Milosavljevic I. and Suuberg E.M., *Cellulose thermal decomposition kinetics: Global mass loss kinetics*. Ind. Eng. Chem. Res, 1995. **35**: p. 653-662.

[19]: Zeriouh, A. and L. Belkbir, *Etude dilatométrique de la pyrolyse du xylane en régime non isotherme*. Thermochemica Acta, 2000. **351**(1-2): p. 171-175.

[20]: Avat F., *Contribution à l'étude des traitements thermiques du bois (20–300 C) : transformations chimiques et caractérisations physico-chimiques*,. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, Saint-Étienne, 1993: p. 237.

[21] : Michael Jerry Antal, J. and W.S.L. Mok, *Review of Methods for Improving the yield of Charcoal from Biomass*. American chemical society Journal, 1990. **4**.

[22] : Shiguang Li, S.X., Shuqin Liu, Chen Yang, Qinghua Lu, *Fast pyrolysis of biomass in free-fall reactor for hydrogen-rich gas*. Fuel Processing Technology, 2003. **85**(2004): p. 10.

[23] : Wang, G., et al., *TG study on pyrolysis of biomass and its three components under syngas*. Fuel, 2008. **87**(4-5): p. 552-558.

[24] : Khalid, E., B. Joël, and H. Mohammed, *High-yield charcoal production by two-step pyrolysis*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2009. **87**: p. 6.

[25] : Mellouk, H., *Extraction des volatiles à partir du bois par détente instantanée contrôlée (DIC): Valorisation industrielle des extraits et des résidus solide*. L'université de la Rochelle, 2007.

[26] : J. Ratha, M.G.W., G. Steinera, G. Krammera, F. Barontinib, V. Cozzanib, *Heat of wood pyrolysis*. Fuel, 2002. **82**(2003): p. 81-91.



## ANNEXES

### Annexe 1.1: Protocole d'utilisation de l'Analyseur Setsys Evolution ATG16/18

- Utilisation en mode TG-DSC

#### A.1.1.1 Mise en route des appareils

Allumer l'ordinateur qui sert pour l'acquisition des données puis allumer l'Analyseur thermogravimétrie (interrupteur à l'arrière).

Ouvrir les bouteilles de gaz : gaz de protection (argon), gaz porteur et 2ème gaz (en cas de mélange dans le four). La pression sur les manomètres doit être inférieure à 3bar (la pression maximum d'entrée est de 3 bars).

Ouvrir la circulation d'eau (robinet connecté au tuyau bleu) et vérifier que la sortie est bien dans le lavabo.

Démarrer l'application **Collection**. Cliquer sur *Visualisation, Programmation directe*. Sélectionner l'appareil *Setsys 1750(TGA-DSC 1500) CS Evol*.

#### A.1.1.2 Mise en route du module de pesée

Dans l'onglet **TG Setsys 1750 (TGA) CS Evol**, on peut lire différentes valeurs :

**DTG (mg/min)** : Variation du signal TG au cours du temps (indique si la balance est stable)

**TG sans tare (mg)** : Masse de l'échantillon mesurée par la balance

**TG avec tare (mg)** : Masse de l'échantillon après avoir effectué la tare

**Tare (mg)** : Valeur de la TG sans tare lorsque la dernière a été effectuée

Equilibrer la balance en plaçant des billes de plomb écrasées dans les plateaux d'équilibrage et en prévoyant la masse de l'échantillon à ajouter. En prenant en compte la **perte de masse** lors de l'**analyse**, la masse **TG sans tare** doit toujours être comprise entre **-200mg** et **+200mg**. En dehors de cette gamme de mesure, le signal est saturé et la balance affiche une masse inexacte. Dans le cas où cette masse varie entre -20mg et 20mg (perte de masse inférieure à 40mg), il est possible de cocher la case *Petite Gamme* pour une meilleure résolution du signal et des mesures encore plus précises.

Exemple :

- TG sans tare : + 100mg

Masse de l'échantillon à ajouter : 250mg

---

En ajoutant l'échantillon, la masse TG sans tare serait de 350mg, ce qui est hors de la portée de la balance. Il faut donc ajouter des billes de plomb du côté référence pour abaisser la TG sans tare sans arriver en dessous de -200mg

- TG sans tare : -170mg, avec l'échantillon, la TG sans tare sera de +80mg donc dans la portée de la balance.

Quand le signal DTG est inférieur ou égal à 0,01mg/min faire la tare en cliquant sur *Effectuer tare*

#### **A.1.1.3 Mise en place de l'échantillon**

Lever la tête pivotante de la carrosserie et enlever le capot de la balance. Faire monter la colonne de manière à sortir entièrement le tube anti-convection. Placer la plaque métallique pour boucher le dessus du four. Après avoir peser l'échantillon dans la balance à précision située sur la paillasse, poser le creuset contenant l'échantillon dans la canne proche du creuset de référence. Enlever la plaque métallique et faites descendre la canne dans le four jusqu'à la butée.

Ensuite attendre que le signal dTG soit inférieur ou égal à 0,01mg/min alors noter les différentes valeurs de TG sans tare TG avec tare et tare.

Renvoyer le gaz inerte à 200ml/min pendant 5min ensuite faire le vide et après avoir fait le vide, remplir le four avec le gaz inerte en renvoyant le gaz avec un débit de 200ml/min jusqu'à saturation, puis réduire le débit du gaz à 20ml/min et lorsque le signal dTG est à nouveau inférieur ou égal à 0,01ml/min alors noter à nouveau les valeurs de TG sans tare , TG avec tare et tare.

#### **A.1.2. Programmer une expérimentation**

Cliquer sur l'onglet *Acquisition* et choisir *Acquisition Setsys 1750 (TGA-DSC 1500) CS Evol*. Dans l'onglet **Description**, saisir le **nom de l'expérimentation**, un éventuel Commentaire, la **Masse de l'échantillon**.

L'expérimentation est divisée en **Phases**, elles-mêmes pouvant comportées plusieurs **Séquences**. Toutes les phases d'une expérimentation sont enregistrées dans le fichier portant le même nom. Par contre, pour traiter les données, on ne peut faire apparaître sur un même graphique que les tracés correspondant à une seule phase. Dans **Explorateur d'expérimentation**, choisir la **Phase Standard** à modifier. Il est possible d'ajouter une phase supplémentaire. Pour cela cliquer droit sur une Phase standard et sélectionner *Ajouter Phase*, la nouvelle phase est insérée après la phase sélectionnée. Une phase peut être constituée de plusieurs séquences (**paliers** ou **rampes**). Pour ajouter une séquence, cliquer droit dans la Liste des Séquences et sélectionner *Ajouter Palier* ou

---

*Ajouter Rampe.* Pour chaque séquence, modifier les paramètres dans **Description d'une séquence** : **T. initiale, T. finale, Durée, Gaz de protection et de balayage, circulation d'eau** (le symbole rouge signifie désactivé et vert activé). Il est préférable de programmer une phase en fin d'expérience pour refroidir le four, arrêter la circulation d'eau et des gaz.

Cocher en dessous si vous souhaitez **enregistrer les données** de toute la phase et pour faire la **tare** au démarrage de la phase. Vérifier sur le graphique représentant la température en fonction du temps s'il n'y a pas de discontinuité sur le programme. Quand tout est prêt, sélectionner *Lancer expérimentation* « en cliquant sur le petit bonhomme qui court » dans **Acquisition**.

A la fin de l'expérimentation, démonter l'appareil en suivant le protocole inscrit dans **Notices Setaram, un dossier situé dans Mes Documents** sur le Bureau de l'ordinateur.

### A.1.3 Consignes de Sécurité

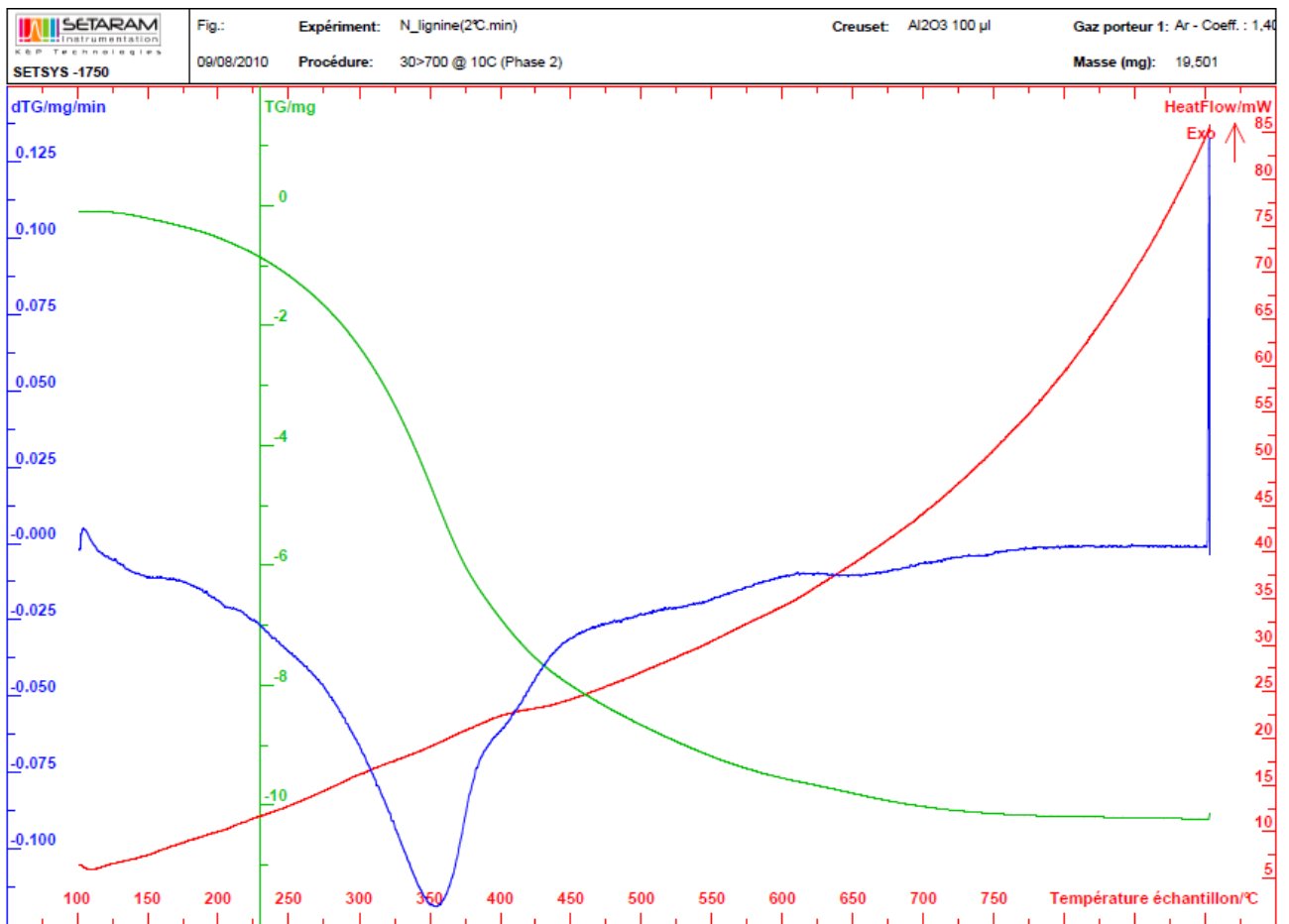
1) Le débit minimum de fonctionnement est de 1,4l/min soit 4 LED verte (diodes visibles à travers le plexiglas). Si le débit est en dessous une LED rouge s'allume. Au bout de 10 secondes, l'expérimentation est arrêtée

2) Il n'est pas possible d'ouvrir le four et de monter la colonne quand la température du four est supérieure à **70°C**. Il est possible de désactiver cette sécurité en cliquant sur *Sécurité* dans **Programmation Directe**.

3) La colonne est bloquée tant que la pression dans la chambre d'analyse est inférieure à **680mbar**

4) En cas de court-circuit, si la puissance de chauffe est supérieure à 100% pendant 1 minute, la sécurité coupe la puissance.

## Annexe 2



Annexe 1.1 pyrolyse lignine 2°C/min