



Rapport final du 4 février 2026

WheyActivChar

Production de biochar activé avec du petit-lait



Source : © HEIG-VD, 2025



Prestataire de subvention :

Office fédéral de l'énergie OFEN
Section recherche énergétique et cleantech
CH-3003 Berne
www.recherche-energetique.ch

Cofinancement : na

Bénéficiaires de la subvention :

HEIG-VD
Avenue des Sports 20 – CH 1400 Yverdon-les-Bains www.heig-vd.ch
www.heig-vd.ch

Énergie Durable
Rue du pré-Salomon 25 – CH 1242 Satigny
www.groupe-serbeco.ch/energie-durable

Auteur(s) :

Julien Ropp, HEIG-VD, julien.ropp@heig-vd.ch
Xenia Christodoulou, HEIG-VD, xenia.christodoulou@heig-vd.ch
Gabriel Tschumi, HEIG-VD, gabriel.tschumi@heig-vd.ch
Isabelle Monney, HEIG-VD, isabelle.monney@heig-vd.ch

Suivi du projet à l'OFEN :

Vanessa Burg, vanessa.burg@bfe.admin.ch

Numéro du contrat de l'OFEN : SI/502827-01

Les auteurs sont seuls responsables du contenu et des conclusions du présent rapport.



Résumé

Le projet WheyActivChar s'inscrit dans un contexte où le marché mondial du charbon actif connaît une forte croissance, stimulée par la demande pour des adsorbants durables destinés à la dépollution, la purification de l'eau et de l'air ou les applications agricoles. Il propose une voie innovante pour produire des biochars activés à partir de résidus lignocellulosiques locaux (fines de granulés de bois, coques de noix), tout en valorisant un coproduit laitier sous-utilisé, le petit-lait. L'objectif est de démontrer la faisabilité d'un procédé à plus faible empreinte énergétique, capable de générer des matériaux aux propriétés adaptées aux usages environnementaux ciblés.

Les résultats obtenus sont significatifs. Pour les résidus de granulés de bois, les meilleures conditions ont permis d'atteindre une surface spécifique de $395 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ et une teneur en HAP de 30 ppm, dépassant l'objectif fixé et respectant les critères environnementaux. Les coques de noix présentent un comportement différent : elles développent naturellement une forte microporosité lors de la pyrolyse, atteignant jusqu'à $307 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ sans imprégnation, ce qui confirme la nécessité d'adapter le protocole aux propriétés propres de chaque substrat. Ce résultat illustre le « match » entre biomasse, séquence de traitement et application visée, certains substrats nécessitant une activation minérale, d'autres profitant d'une activation principalement physique.

Un acquis important concerne la possibilité d'opérer à des températures réduites, notamment à $650 \text{ }^\circ\text{C}$ et dans certains cas à $500 \text{ }^\circ\text{C}$, tout en conservant des performances élevées. Cette capacité ouvre la voie à une activation basse énergie compatible avec des procédés simples, pilotés par perte de masse et offrant un potentiel de recirculation des gaz.

Le projet met également en évidence un rôle spécifique du petit-lait. S'il ne constitue pas un activateur primaire efficace — son utilisation en imprégnation ou en quenching avant pyrolyse tendant à obstruer les pores — il se révèle particulièrement utile en post-traitement. Appliqué après la pyrolyse, il permet de réduire ou d'éliminer les HAP et d'introduire des groupes fonctionnels azotés et oxygénés, absents avec les activateurs minéraux classiques. Ces propriétés ouvrent la possibilité de fonctionnaliser ou purifier des biochars déjà pyrolysés, y compris des produits du marché, pour des applications nécessitant une surface chimiquement active (adsorption de composés organiques polaires, catalyse douce, amendement de sols enrichi).

Ces avancées confirment la faisabilité technique du procédé et justifient des développements ultérieurs consacrés à l'optimisation des séquences selon le substrat, à la validation énergétique en échelle pilote et à l'évaluation complète des aspects économiques, notamment la logistique liée au petit-lait. À terme, WheyActivChar pourrait contribuer à structurer une filière locale de biochar activé fonctionnalisé, fondée sur la valorisation circulaire de ressources suisses.

Zusammenfassung

Das Projekt WheyActivChar steht vor dem Hintergrund eines weltweit stark wachsenden Marktes für nachhaltige Adsorbentien. Es untersucht einen innovativen Ansatz zur Herstellung aktivierter Biochars aus lokalen lignocellulose Reststoffen (Pellet-Feinanteile, Walnusschalen) und nutzt Molke – ein bislang wenig verwertetes Nebenprodukt der Milchverarbeitung – als funktionellen Bestandteil des Verfahrens. Ziel ist es, die Machbarkeit eines aktivierungsbasierten, energieeffizienten Prozesses zu demonstrieren, der auf die Anforderungen umwelttechnischer, landwirtschaftlicher oder katalytischer Anwendungen abgestimmt ist.

Die erzielten Ergebnisse sind bedeutsam. Für Pellet-Rückstände wurden unter optimalen Bedingungen spezifische Oberflächen von $395 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ und 30 ppm PAK erreicht und damit die Projektziele übertroffen. Walnusschalen zeigten ein anderes Verhalten: Sie entwickeln bei der Pyrolyse eine ausgeprägte natürliche Mikroporosität und erreichten ohne jegliche Imprägnierung bis zu $307 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. Dies bestätigt, dass der „Match“ zwischen Biomasse, Prozesssequenz und Zielanwendung substratspezifisch definiert



werden muss: Einige Substrate profitieren von einer mineralischen Aktivierung, andere von einer physikalischen Aktivierung mit nachfolgender gezielter Funktionalisierung.

Ein wesentliches Ergebnis betrifft die Möglichkeit, bereits bei 650 °C – und in einigen Fällen sogar 500 °C – wirksam zu aktivieren. Dies unterstreicht das Potenzial eines energiearmen Verfahrens, insbesondere in Kombination mit einer Steuerung über den Massenverlust und der Rückführung von Prozessgasen.

Molke erweist sich nicht als primärer Aktivator, da ihre Anwendung vor der Pyrolyse (Imprägnierung oder Quench) häufig zur Porenblockierung führt. Ihr Mehrwert liegt im Post-Treatment: Wird sie nach der Pyrolyse eingesetzt, kann Molke sowohl PAK reduzieren bzw. entfernen als auch Stickstoff- und Sauerstofffunktionen in die Oberfläche einführen – funktionale Gruppen, die mit klassischen mineralischen Aktivatoren nicht zugänglich sind. Dadurch eröffnen sich neue Möglichkeiten zur nachträglichen Reinigung oder Funktionalisierung bereits pyrolysierter oder kommerzieller Biochars für Anwendungen, bei denen die Oberflächenchemie entscheidend ist (Adsorption polarer organischer Schadstoffe, milde Katalyse, Bodenverbesserung).

Diese Fortschritte bestätigen die technische Machbarkeit des Ansatzes und bilden eine solide Grundlage für die nächste Projektphase. Die nächsten Schritte umfassen die Optimierung der Prozessparameter je Substrat, detaillierte Energiebilanzen im Pilotmaßstab, eine vollständige techno-ökonomische Bewertung (einschließlich Logistik der Molke) und anwendungsspezifische Tests. Damit legt WheyActivChar den Grundstein für eine lokale Wertschöpfungskette funktionalisierter Biochars aus Schweizer Ressourcen.

Summary

The WheyActivChar project addresses the growing global demand for sustainable adsorbents by exploring an innovative method for producing activated biochars from local lignocellulosic residues (wood pellet fines, walnut shells) while valorizing whey — an underused dairy by-product — within the process. The objective is to demonstrate the feasibility of a lower-impact activation pathway capable of delivering materials suited to environmental, agricultural or catalytic applications.

The results are significant. For wood pellet residues, optimal conditions yielded a specific surface area of 395 m²·g⁻¹ and 30 ppm PAHs, surpassing the project's performance target. Walnut shells exhibited a different behavior, reaching up to 307 m²·g⁻¹ without any impregnation, confirming the need for a substrate-specific alignment between the process sequence and the intended application. While some feedstocks benefit from mineral activation, others perform best under predominantly physical activation followed by targeted surface functionalisation.

A key finding is the ability to achieve effective activation at reduced temperatures, notably 650 °C and in some cases 500 °C. This demonstrates the potential for low-energy operation, especially when combined with mass-loss-based process control and internal recirculation of pyrolysis gases.

Whey does not act as an effective primary activating agent — its use in pre-treatment or quenching tends to obstruct pore development. Its value lies in post-treatment: when applied after pyrolysis, whey can reduce or eliminate PAHs and introduce nitrogen- and oxygen-containing functional groups, which are not obtained through classical mineral acids. This capability opens opportunities to clean or functionalise already pyrolysed materials, including commercial biochars, for applications that rely on specific surface chemistry (adsorption of polar organics, mild catalysis, soil enhancement).

These advances confirm the technical feasibility of the approach and form a solid basis for the next development steps. Future work will focus on optimising treatment sequences for each substrate, establishing detailed energy balances at pilot scale, conducting a full techno-economic assessment — including logistical aspects of whey — and evaluating performance in target applications. WheyActivChar thus lays the groundwork for a local value chain of functionalised activated biochars based on Swiss resources.



Table des matières

Résumé.....	3
Zusammenfassung.....	3
Summary	4
Table des matières	5
Liste des illustrations	6
Liste des tableaux	6
Liste des abréviations.....	7
1 Introduction.....	8
1.1. Contexte et motivation.....	8
1.2. Objectifs du projet.....	9
2 Activités, méthodes, résultats et discussions	11
2.1. WP1 - Production du biochar activé avec utilisation de petit-lait.....	11
2.2. WP2 – Caractérisation des avantages d’activation de biochar à partir du petit lait	19
2.3. Récapitulatif des données obtenues et discussion	25
3 Conclusions et perspectives.....	27
4 Bibliographie.....	29
5 Annexe.....	30
5.1. Caractérisation des résidus de granulés de bois	30
5.2. Caractérisation des coques de noix	31
5.3. Caractérisation du petit-lait.....	32
5.4. Plans d’expérience visant à déterminer l’influence du prétraitement et de la perte de masse sur le BET	33
5.5. Plans d’expérience visant à déterminer l’influence du prétraitement et de la perte de masse sur les groupements fonctionnels.....	34



Liste des illustrations

Figure 1 : thermobalance de laboratoire développée pour la torréfaction de la biomasse	11
Figure 2 : réacteur avec système pour le refroidissement rapide (quenching)	12
Figure 3 : thermobalance adaptée pour la pyrolyse avec traitement de la biomasse.....	13
Figure 4 : détail du four (gauche) et réacteur avant mise en place (droite)	13
Figure 5 : matières testées, résidus de pellets - coques de noix brutes - coques de noix broyées à 5 mm.....	15
Figure 6 : exemple de deux courbes obtenues avec et sans traitement intermédiaire.....	16
Figure 7 : effet sur la valeur et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience préliminaire	17
Figure 8 : effet sur la valeur du BET et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience d'optimisation	18
Figure 9 : effet sur la valeur du BET pour définir l'influence du pré-traitement et de la perte de masse	19
Figure 10 : bandes FTIR de l'essai 8 avant et après post-traitement	20
Figure 11 : HAP avant et après post-traitement.....	21
Figure 12 : effet sur la valeur du BET et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience sur les coques de noix	22
Figure 13 : bandes FTIR de l'essai 3 du PE6 avant et après post-traitement	23

Liste des tableaux

Tableau 1 : indicateurs clés de performance (ICP/KPI) pour ce projet.....	10
Tableau 2 : facteurs et niveaux du plan d'expérience préliminaire	14
Tableau 3 : facteurs et niveaux du plan d'expérience d'optimisation de la thermobalance avec des résidus de bois	18
Tableau 4 : facteurs et niveaux du plan d'expérience pour définir l'influence du prétraitement et de la perte de masse sur le BET et les groupements fonctionnels.....	19
Tableau 5 : facteurs et niveaux du plan d'expérience pour les coques de noix	22
Tableau 6 : récapitulatif des caractéristiques obtenues	25



Liste des abréviations

BET	Brunauer-Emmett-Teller – surface spécifique
EBC	European Biochar Certificate
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
HAP	Hydrocarbure aromatique polycyclique
H ₃ PO ₄	Acide phosphorique
ICP (KPI)	Indicateur Clé de Performance (Key Performance Indicator)
MP	Matière première
N ₂	Azote
Pellet	Granulés de bois
PL	Petit lait
PT	Post-traitement
WL	Weight loss / perte de masse
WP	Work package (lot de travail)



1 Introduction

1.1. Contexte et motivation

L'utilisation du charbon actif connaît une croissance soutenue dans les domaines de la dépollution, du traitement de l'eau, de la purification des gaz, de la catalyse ou encore de l'agriculture. Cette diversification renforce l'importance de produire des matériaux conformes à des standards de qualité reconnus, tels que la certification EBC¹, afin de garantir leur sécurité et leurs performances environnementales. Les applications concernées incluent notamment la réduction des polluants dans les effluents agricoles, l'amélioration des procédés de biogaz ou encore l'amendement des sols. Le présent projet n'a pas pour objectif de tester ces usages, mais de développer un matériau susceptible d'y répondre².

Traditionnellement, le charbon actif est produit soit par activation physique à très haute température, soit par activation chimique à l'aide d'acides minéraux. Si ces approches sont efficaces, elles présentent plusieurs limites : consommation d'énergie élevée, utilisation d'agents corrosifs, gestion d'effluents et dépendance aux importations, avec des coûts pouvant atteindre 800 €/t en Europe³. Dans ce contexte, l'exploration d'alternatives biogènes, locales et circulaires constitue un enjeu important.

Le projet WheyActivChar s'inscrit dans cette perspective en valorisant deux types de flux jusqu'ici peu exploités :

- des résidus lignocellulosiques tels que les fines de granulés de bois ou les coques de fruits à coque et à noyau⁴ ;
- un coproduit laitier abondant mais difficile à gérer : le petit-lait.

La Suisse produit environ 9 L de petit-lait par kilogramme de fromage⁵, soit 1,65 à 1,8 million de tonnes par an selon Agroscope. Bien que riche en protéines, lactose, minéraux et acide lactique, ce flux reste difficile à valoriser : une partie est utilisée en alimentation animale [4][5], une autre pour la fabrication de poudre de lactosérum (≈ 21 %) [12], une petite part en biogaz [8][9][10], mais des volumes importants doivent encore être éliminés, générant des coûts et un impact environnemental.

Ces caractéristiques ont motivé l'exploration du petit-lait comme ressource potentielle pour la production ou la modification de biochar. Son acidité naturelle, principalement due à l'acide lactique, lui confère des propriétés intéressantes : chélation de certains éléments traces métalliques, réduction possible des HAP et amélioration potentielle de la chimie de surface du biochar [11].

Parallèlement, un premier axe du projet concerne le développement d'un procédé de pyrolyse à faible empreinte énergétique. Contrairement aux approches fondées sur une température ou un temps imposé, le procédé étudié se pilote via la perte de masse, permettant d'adapter automatiquement le temps

¹ European Biochar Certificate

² Selon les [données récentes du marché européen](#), la consommation annuelle de charbon actif représente environ 1,27 milliard USD en 2024, avec une forte prédominance du traitement de l'eau (≈ 54 % des volumes) et une part significative consacrée à la purification des gaz, dont la [désulfuration du biogaz](#). Le marché mondial du charbon actif utilisé spécifiquement pour le biogaz atteint 310 millions USD en 2024, l'Europe comptant parmi les principaux consommateurs.

En Suisse, l'usage dépend quasi exclusivement [des importations](#), avec 23,5 à 32,2 millions USD importés en 2023, principalement depuis l'Allemagne, l'Inde, la France, la Chine et les Pays-Bas.

³ <https://www.terre-net.fr/economie-agricole/article/226159/le-biochar-nouvelle-star-des-investisseurs> ; L'entreprise Swiss-biochar vend des produits de biochar activé pour un sac de 460 kg/1,2 m³ de biochar contenant entre 75 et 85 % de carbone, à un prix d'environ 450 CHF.

⁴ En Valais, 8'200 tonnes d'abricots et 2'500 tonnes de noix sont produites par an. La Filière noix de la Broye et du pied du Jura a récemment planté 11'000 noyers sur 80 hectares : 16 tonnes de noix ont été récoltées en 2020. La production devrait être augmentée d'environ 70 tonnes en 2023 et de 250 tonnes en 2035.

⁵ TransLait, 2016. Journée des fromages Suisses AOP [WWW Document]. TransLait. URL <https://www.translait.ch/newsdetails?id=13> (accessed 7.22.24).



de séjour au comportement réel de la biomasse. Cette approche améliore la reproductibilité et permet d'obtenir des biochars à partir de températures plus basses (650 °C, voire 500 °C), en accord avec les tendances observées dans les réacteurs auto-thermiques ou autopilotés décrits dans la littérature [5].

Un second axe porte sur l'exploration du rôle du petit-lait. Les essais préliminaires menés dans le cadre d'un chèque Innosuisse (66088.1 INNO-EE), proposé par Énergie Durable, avaient montré que le petit-lait pouvait modifier la surface des biochars et générer des signatures chimiques intéressantes. Deux modalités avaient alors été testées :

- utilisation comme liquide de trempe post-pyrolyse ;
- imprégnation préalable de la biomasse.

Les paramètres étudiés incluaient la température, le temps de séjour, le ratio liquide/biomasse et la nature du fluide, avec des ratios PL/biomasse atteignant 3:1.

Toutefois, c'est au cours du présent projet OFEN que le comportement réel du petit-lait a pu être caractérisé de manière complète. Les essais ont montré qu'il n'est pas adapté comme agent de pré-traitement ou de trempe avant pyrolyse, car sa carbonisation entraîne une obstruction des pores et une diminution de la surface spécifique. Cette limite, non identifiée lors des tests préliminaires, constitue un résultat nouveau. En revanche, les résultats ont mis en évidence que le petit-lait présente une valeur ajoutée en post-traitement, où il permet d'introduire des groupes fonctionnels azotés et oxygénés et, dans certaines configurations, de contribuer à la réduction des HAP. Cette fonctionnalisation douce, inaccessible avec des acides minéraux, ouvre des perspectives pour des applications spécifiques (polluants organiques polaires, catalyse douce, interactions bio-géochimiques).

Dans ce contexte, WheyActivChar s'inscrit dans une démarche combinant sobriété énergétique, valorisation de sous-produits agricoles et optimisation de la qualité de biochars adaptés aux attentes environnementales actuelles.

1.2. Objectifs du projet

À partir de ces éléments de contexte, le projet WheyActivChar avait pour objectif initial d'évaluer dans quelle mesure le petit-lait pouvait jouer le rôle d'agent d'activation, en substitution partielle d'acides minéraux. Cette hypothèse se fondait sur :

- les propriétés chimiques de l'acide lactique (chélatation, réduction possible des HAP, modification de surface) ;
- des résultats préliminaires encourageants issus du chèque Innosuisse.

Cependant, les travaux menés dans le présent projet OFEN ont montré que le petit-lait n'est pas adapté à une utilisation en imprégnation ou en trempe avant pyrolyse, car il tend à obstruer la porosité lors de la carbonisation. Cette découverte constitue un apport important et a conduit à faire évoluer les objectifs opérationnels, en recentrant l'usage du petit-lait sur le post-traitement, où il apporte une valeur fonctionnelle claire.

Les objectifs actuels du projet sont donc les suivants :

- WP1 — Production de biochar, en variant les modalités d'utilisation du petit-lait (trempe, post-traitement), afin d'en analyser les effets sur la texture et la structure.
- WP2 — Caractérisation du rôle du petit-lait, incluant l'introduction de groupes fonctionnels, la réduction éventuelle des HAP et l'impact global sur les propriétés physico-chimiques.

Afin d'évaluer la performance du concept, des indicateurs clés de performance (ICP/KPI), inspirés de l'EBC, ont été définis (Tableau 1).



Enfin, la capacité d'adsorption constitue un critère essentiel pour les applications envisagées. Dans le présent projet, il n'a pas été possible de la mesurer directement ; les efforts se sont concentrés sur la caractérisation texturale (BET⁶) et chimique (FTIR). Des essais d'adsorption seront réalisés ultérieurement afin de relier plus précisément la fonctionnalisation induite par le petit-lait aux performances applicatives. En effet, une surface spécifique élevée n'implique pas nécessairement une bonne capacité d'adsorption : celle-ci dépend avant tout de la chimie de surface et de la présence de groupes fonctionnels adaptés.

Tableau 1 : indicateurs clés de performance (ICP/KPI) pour ce projet

Indicateur	Cible pour le projet
Surface spécifique (BET)	$\geq 300 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$
Teneur en HAP	$< 100 \text{ ppm}$
Ajout de fonctions chimiques	Groupes N

⁶ BET : méthode Brunauer-Emmett-Teller, utilisée pour mesurer la surface spécifique des charbons, en $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.
10/35



2 Activités, méthodes, résultats et discussions

2.1. WP1 - Production du biochar activé avec utilisation de petit-lait

2.1.1. Matériels de laboratoire

Pour la réalisation du lot de travail WP1 (Production de biochar activé avec utilisation du petit-lait), il a été nécessaire de développer un matériel dédié aux essais de pyrolyse et de traitement de la biomasse.

La HEIG-VD dispose depuis plusieurs années d'une thermobalance développée en interne et financée sur fonds propres (Figure 1).



Figure 1 : thermobalance de laboratoire développée pour la torréfaction de la biomasse

Cet équipement permet de torréfier automatiquement de la biomasse (jusqu'à une température maximale de 240°C). Il est conçu pour suivre la perte de masse de l'échantillon (jusqu'à 20 g) et contrôler les étapes suivantes :

- montée en température jusqu'à la température de séchage (généralement 105°C mais cette consigne est ajustable) ;
- palier de séchage : maintien de la température jusqu'à ce que la masse devienne constante (variation inférieure à 0,1 %, consigne également réglable). La masse finale obtenue à cette étape correspond à la masse sèche (ms), qui est mémorisée ;
- traitement thermique : une nouvelle température est définie par l'opérateur. L'arrêt du traitement peut être contrôlé de deux manières :
 - par une durée prédéfinie (par exemple, 15 minutes),
 - ou par un niveau de perte de masse cible par rapport à ms (par exemple, 30 %).
- refroidissement de l'échantillon : lorsque les conditions d'arrêt sont atteintes (température, durée ou perte de masse), l'échantillon est refroidi par trempage grâce à un conduit équipé d'une électrovanne et qui entre dans l'enceinte du réacteur.

Cet équipement a été complété par un dispositif permettant de traiter de plus grandes quantités dans plusieurs petits réacteurs, qui sont préalablement introduits dans un four de calcination (température max. : 1'100°C) et refroidis brutalement avec un dispositif dédié (Figure 2), lui aussi développé en interne. Mais avec ce second dispositif, il n'est pas possible de traiter la matière en cours de



transformation. Dans le cadre de ce projet de recherche, il a donc été nécessaire d'adapter la thermobalance pour atteindre des températures de traitements jusqu'à 700°C.

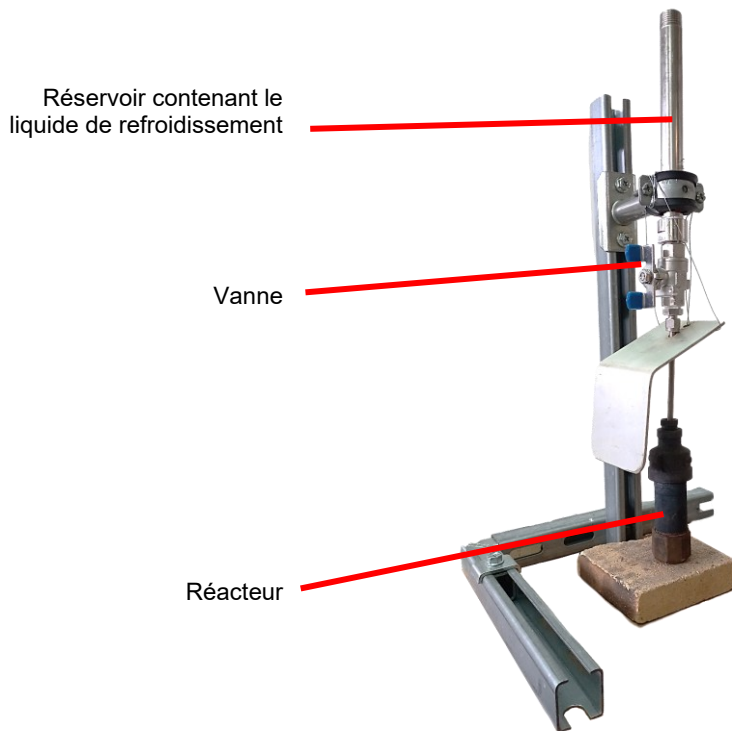


Figure 2 : réacteur avec système pour le refroidissement rapide (quenching)

2.1.1.1. Mise à niveau du matériel de production

La thermobalance mise à niveau (Figure 3) est désormais capable de :

- choisir les critères d'obtention de la masse sèche (temps et température de séchage) ;
- atteindre les 650°C en continu ;
- gérer un second réservoir destiné au traitement de la biomasse en cours de transformation thermochimique (ex. vapeur d'eau ou petit-lait) ;
- régler la pente de montée en température ;
- sélectionner le choix de traitement en durée ou en perte de masse par rapport à la matière sèche.

Le chauffage se fait par convection et rayonnement grâce à une bride chauffante de 400 W placée autour d'une cloche en acier. Après le chargement de la matière à traiter et l'installation du réacteur (Figure 4), l'opérateur configure les paramètres de traitement et lance le cycle. Les données (températures et masse) sont relevées toutes les secondes et compilées dans un fichier à la fin du processus.

L'automatisation de ce système préfigure celui qui sera développé à terme pour une utilisation industriel.

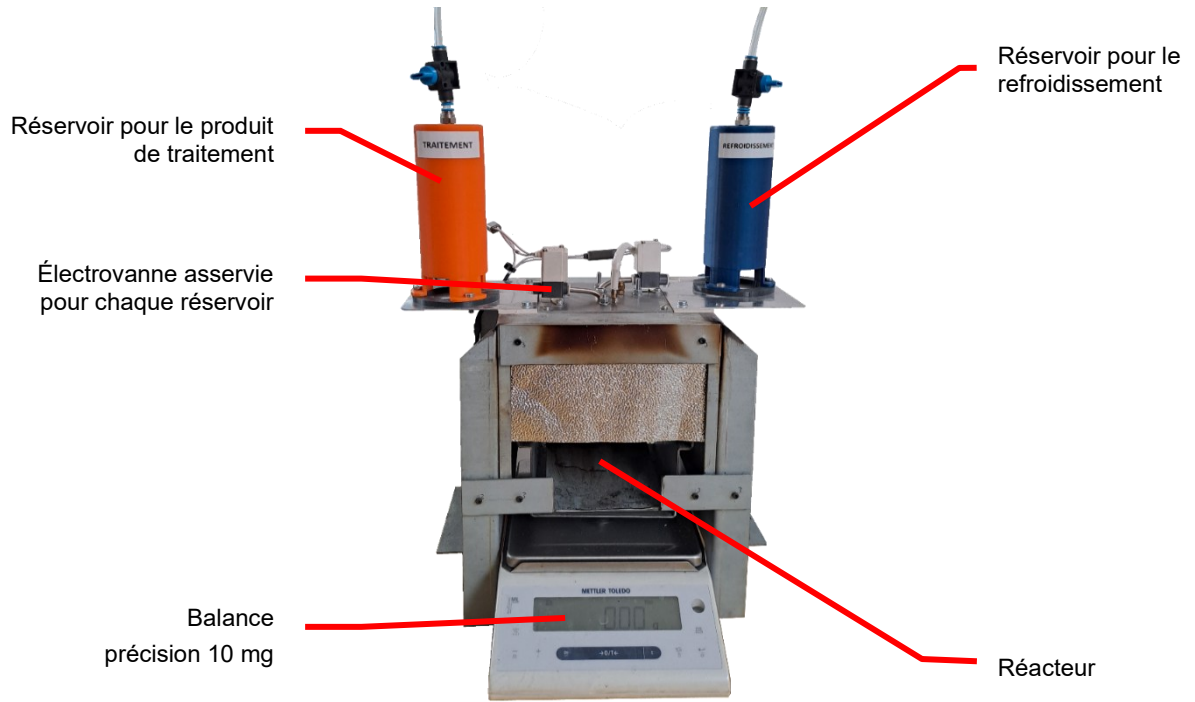


Figure 3 : thermobalance adaptée pour la pyrolyse avec traitement de la biomasse

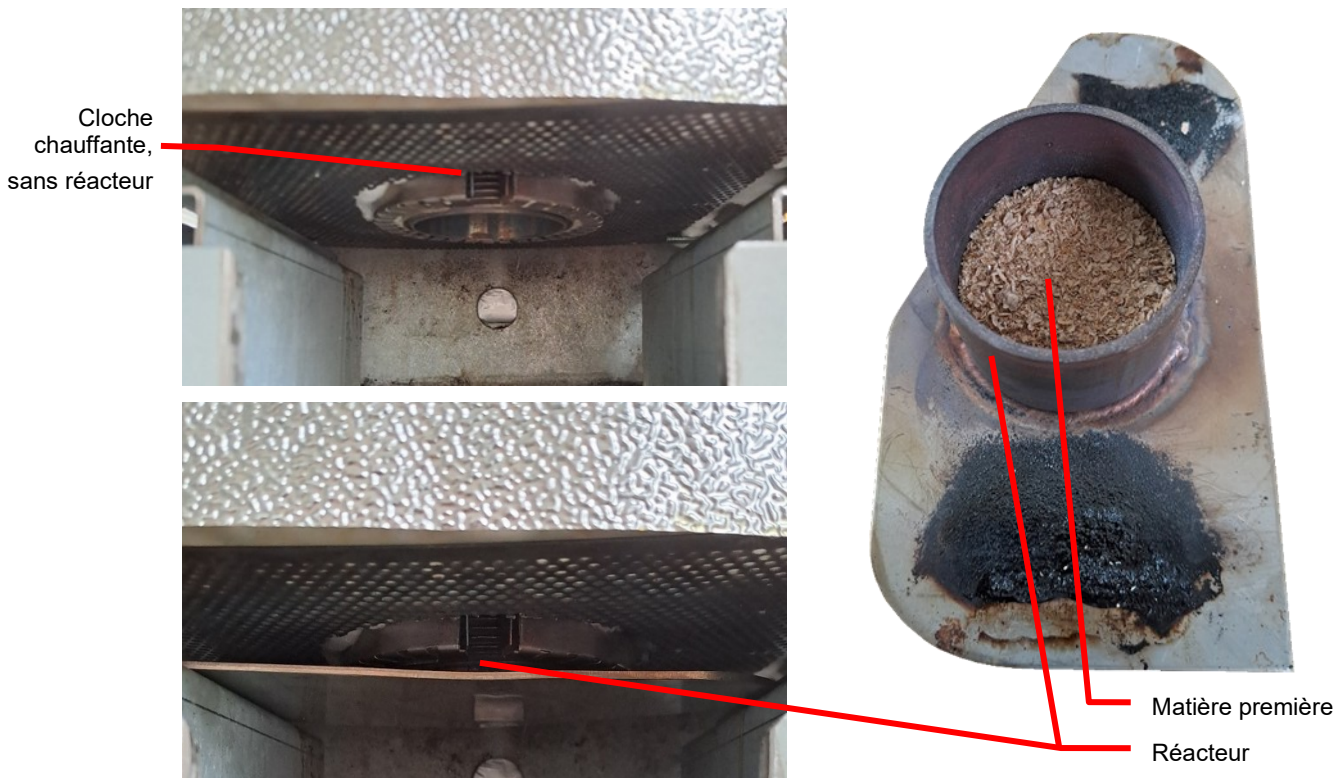


Figure 4 : détail du four (gauche) et réacteur avant mise en place (droite)



Plusieurs essais ont été menés afin de valider le fonctionnement du dispositif. Les résultats obtenus montrent que :

- la précision de 0,01 g de la balance est suffisante pour des lots de 10 g ;
- la détermination de la masse sèche de la matière à traiter après une phase de stabilisation à 110°C est identique à ce qui est obtenu en étude à 105°C ;
- le taux de montée observé en température est de $16,6 \pm 0,3^\circ\text{C}/\text{min}$;
- il est possible de mettre sous pression les réservoirs, sans dépasser 150 mbar relatif.

Le réservoir de traitement peut être inerté à l'azote afin d'éviter tout apport d'oxygène lors de son utilisation.

2.1.1.2. Protocoles d'essai

Parallèlement à la mise à niveau de la thermobalance, les protocoles d'essais et de caractérisation ont également été mis à jour. Les essais se réalisent de la manière suivante :

- tarage de la balance avec le réacteur vide ;
- remplissage des réservoirs de traitement et de refroidissement en fonction des essais ;
- remplissage du réacteur jusqu'à 10 g de biomasse ;
- mise en place du réacteur en veillant à ce que la masse soit stable (pas de contact entre le réacteur et le four) ;
- configuration du profil à exécuter : température de séchage, limite de stabilité pour définir la masse sèche, taux de montée de la température pour atteindre la phase de traitement, température de traitement intermédiaire (réservoir orange), température finale à atteindre, durée ou perte de masse à atteindre pour déclencher le refroidissement (réservoir bleu) ;
- récupération de l'échantillon pour caractérisation.

2.1.2. Essais préliminaires avec des résidus de bois pour la validation de la thermobalance

La réalisation de ce lot de travail (WP1) a débuté par une analyse des différents paramètres de formulation et de production d'échantillons suffisamment représentatifs en quantité. Les tests ont montré qu'une masse de matière sèche de 10 g est suffisante pour obtenir assez de matière au final pour une caractérisation du produit final.

Un premier plan d'expérience a été réalisé (Tableau 2), en 27 essais (9 configurations répétées 3 fois).

Tableau 2 : facteurs et niveaux du plan d'expérience préliminaire

Facteurs	niveau 1	niveau 2	niveau 3
Imprégnation	aucune	froid	chaud
Traitement	recirculation	vapeur eau	vapeur de petit-lait
Post-activation	aucune	eau	petit-lait
Matière première	noix broyées	résidus pellets	noix bruts



2.1.2.1. Description des facteurs étudiés

- Imprégnation :

L'imprégnation n'a été réalisée qu'avec du petit-lait (PL). Elle a consisté à placer la biomasse testée pendant 1 h dans un bain de PL, avec un rapport 3:1 en masse de PL vs. masse sèche de biomasse. L'imprégnation à froid s'est faite à température ambiante ($\approx 20^\circ\text{C}$) et à 40°C pour celle à chaud.

Le petit-lait a été fourni par la fromagerie Hanke à Combremont-le-Petit (VD) (caractéristique en annexe 5.3).

- Traitement :

Lors de la montée en température de la matière première (MP), il est possible d'ajouter un produit de traitement pour favoriser l'activation finale du biochar. La recirculation consiste à ne rien ajouter et laisser le syngas inerte le réacteur. La vapeur d'eau, respectivement le PL, est obtenue en injectant de l'eau qui se vaporise sous l'effet de la température dans le réacteur. Dans le cadre de ces essais préliminaires, la température de traitement était de 500°C . Il convient de noter que l'injection de vapeur de petit-lait à 500°C ne permet pas de représenter une activation optimale : à cette température, la décomposition des fractions lactiques est incomplète et favorise la formation de dépôts carbonés, ce qui limite la création de porosité. Cette observation a été confirmée lors des essais ultérieurs à 650°C , où le petit-lait n'a montré un intérêt que lorsqu'il est appliqué en post-traitement et non comme agent d'activation primaire.

- Post-activation :

Elle consiste à activer le biochar avec de l'eau ou du PL, après que la température de transformation finale soit atteinte ainsi que le temps de séjour ou la perte de masse choisie. Lors de ces essais, seul le temps de séjour (15 min) a été pris en compte. Lorsqu'aucune activation n'est souhaitée, le refroidissement est effectué sous azote.

- Matière première (Figure 5) :

Trois produits ont été testés, dont deux de nature différente, des résidus de pellets (annexe 5.1) et des coques de noix brutes ou broyées (annexe 5.2).



Figure 5 : matières testées, résidus de pellets - coques de noix brutes - coques de noix broyées à 5 mm

2.1.2.2. Données relevées et caractérisation BET

Les conditions au niveau du réacteurs n'étaient pas complètement maîtrisé à ce stade (position des tubes de traitements latéralement par rapport à la matière et en surface, température et temps de traitement, mais ces essais ont permis de définir qu'il n'était pas nécessaire d'imprégner les échantillons avant le cycle de traitement et qu'il était préférable de faire un traitement intermédiaire à la vapeur d'eau uniquement. À ce stade, ces conclusions ont été faites sur la mesure du BET uniquement.



Trois variables sont relevées au cours d'un essai :

- la température de la résistance chauffante du réacteur ;
- la température dans le réacteur, dans la matière. C'est elle qui sert de référence pour le pilotage en température de la thermobalance, que ce soit pour le séchage de la biomasse ou son traitement ;
- le suivi en continu de la masse, avec en particulier un relevé au départ, après séchage et au refroidissement.

La porosité du produit obtenu en fin de processus est déterminée selon la méthode BET. L'appareil utilisé est un Belsorp Mini X de Microtrac.

2.1.2.3. Retour d'expérience sur le premier plan d'essai et résultats

Les essais ont permis de valider le fonctionnement de la thermobalance. Les courbes présentées (Figure 6) montrent les trois phases que sont le séchage pour déterminer la masse sèche de référence, le moment du traitement s'il a lieu et la fin de l'essai lors du refroidissement (par liquide dans les deux exemples présentés).

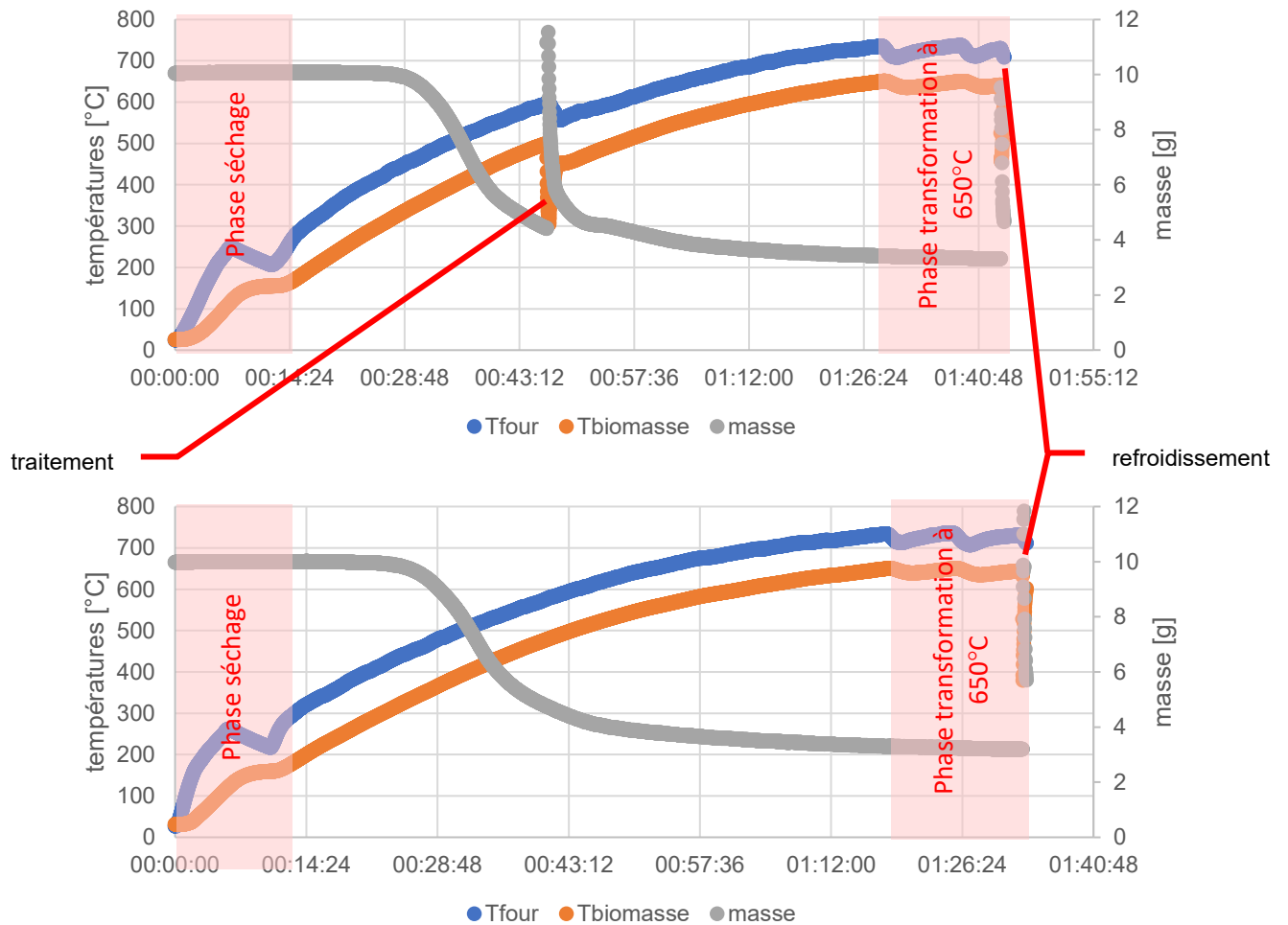


Figure 6 : exemple de deux courbes obtenues avec et sans traitement intermédiaire



L'analyse des données s'est faite en déterminant l'effet sur la valeur moyenne du BET de chacun des paramètres ainsi que l'étude du signal sur bruit (S/N), qui tient compte de la dispersion des résultats (Figure 7). C'est ce dernier critère qui est prioritaire pour maximiser la reproductibilité des traitements.

Il ressort de ces premiers essais que les facteurs influents pour l'activation du biochar sont :

- l'imprégnation préalable n'est pas nécessaire ;
- le traitement à la vapeur d'eau est plus efficace que la vapeur de petit-lait (à ce stade, rappel, seule la température de traitement à 500°C a été étudiée) ;
- la post-activation à l'eau semble aussi plus efficace ;
- la répétabilité du cycle complet n'est pas influencée par la matière première.

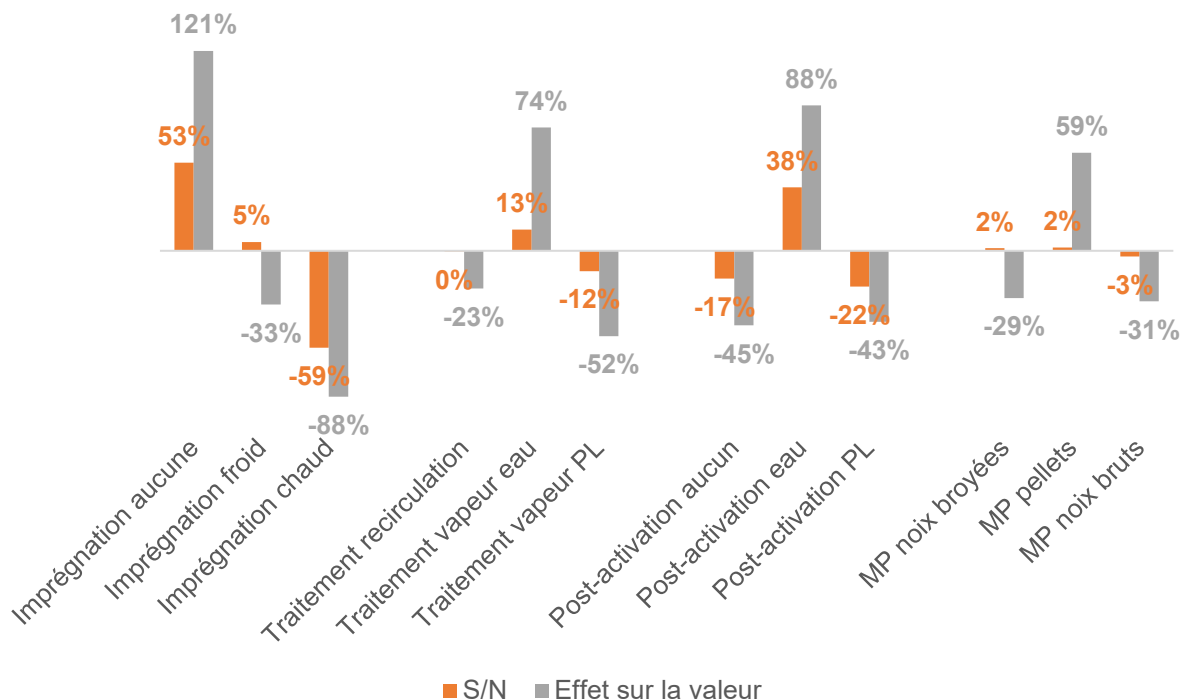


Figure 7 : effet sur la valeur et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience préliminaire

Dans ces conditions, le meilleur résultat pour le BET a été de $140 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, ce qui était encore éloigné des $300 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ fixés comme cible. Une série d'essai réalisé avec le four de calcination et le système de refroidissement rapide (Figure 2), a permis d'atteindre $396 \pm 26 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ à 650°C . Le système a donc dû être optimisé pour obtenir les mêmes résultats dans les mêmes conditions.

2.1.2.4. Optimisation des paramètres de la thermobalance

Un nouveau plan d'expérience (Tableau 3) en 12 essais (4 configurations répétées 3 fois) a été mené en tenant compte de la position des buses d'injection des fluides de traitement et de refroidissement ainsi que des températures de traitement. Il a été réalisé avec 40 ml d'eau (traitement uniquement, refroidissement à l'azote), sans pression dans les réservoirs et avec un critère de durée à 15 min à la température finale de 650°C .

Le plan a permis d'étudier l'interaction entre la température de traitement et la position des buses d'injections. Le changement de position a été motivé par une distribution non uniforme du produit de traitement, la position latérale ayant également tendance à chasser le produit à traiter du réacteur.



L'analyse des données s'est faite en déterminant l'effet sur la valeur moyenne de chacun des paramètres ainsi que l'étude du signal sur bruit (S/N), qui tient compte de la dispersion des résultats (Figure 8).

Tableau 3 : facteurs et niveaux du plan d'expérience d'optimisation de la thermobalance avec des résidus de bois

Facteurs	niveau 1	niveau 2
Température [°C]	500	600
Position	latérale / peu profonde	au milieu / dans matière
Interaction	I1	I2

Il est ressorti que la position et la température de traitement n'avait pas d'influence sur la reproductibilité des résultats mais qu'ils avaient un effet sur la valeur. Ainsi il a été possible d'atteindre un BET de $320 \pm 20 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ à 500°C avec une buse au milieu, dans la matière (interaction I1). Cette valeur se rapproche des résultats obtenus lors des travaux préliminaires.

Il a donc été décidé d'utiliser la buse d'injection du milieu et dans la matière pour la suite de cette étude pour ce qui concerne le traitement lors de la montée en température.

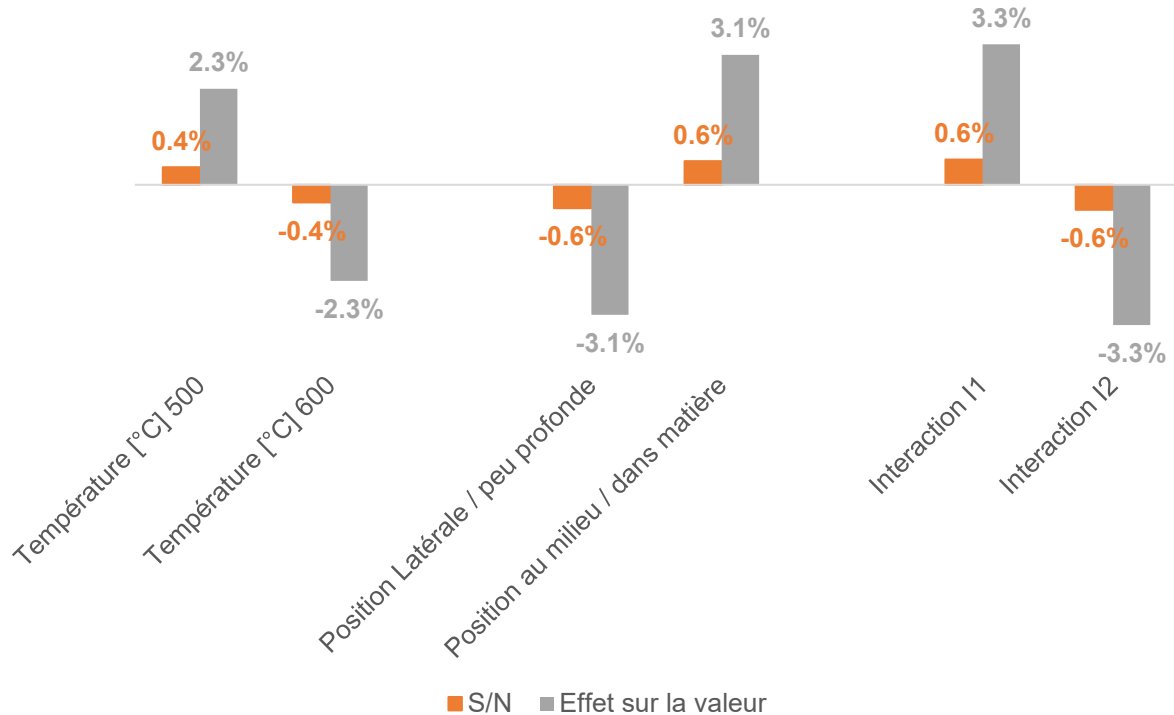


Figure 8 : effet sur la valeur du BET et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience d'optimisation

L'issue de cette campagne a permis de valider la première et la deuxième borne (Milestone 1&2) du projet :

- le matériel permet de suivre la perte de masse d'au moins 10 g biomasse à traiter et de refroidir l'échantillon en fin de traitement en fonction des conditions imposées (perte de masse souhaitée et/ou température atteinte et/ou durée de traitement imposé) ;
- l'activation du biochar devrait être au moins de $300 \text{ m}^2/\text{g}$ (méthode BET).



2.2. WP2 – Caractérisation des avantages d'activation de biochar à partir du petit lait

2.2.1. Analyse des effets des paramètres sur la porosité et la chimie de surface des biochars issus des résidus de bois

Un nouveau plan d'expérience Tableau 4 a permis de définir l'influence du prétraitement et de la perte de masse sur le BET et les groupements fonctionnels. Il a été réalisé à partir de résidus de pellets avec pour température cible 650°C, suivi d'un post-traitement par ultrasons de 30 min (Annexe 5.4). Ces essais ont également impliqué l'utilisation d'acide phosphorique H₃PO₄ en comparaison avec le PL.

Neuf essais ont été réalisés selon le tableau de l'annexe 5.4.1, les numéros d'essai sont ceux repris dans le texte et les graphiques par la suite de ce chapitre.

Tableau 4 : facteurs et niveaux du plan d'expérience pour définir l'influence du prétraitement et de la perte de masse sur le BET et les groupements fonctionnels

Facteurs	niveau 1	niveau 2	niveau 3
perte de masse	50%	60%	70%
Imprégnation	PL	H ₃ PO ₄	–
Refroidissement	eau	PL	N ₂
Post-traitement	ultrasons avec H ₃ PO ₄	ultrasons avec PL	ultrasons eau

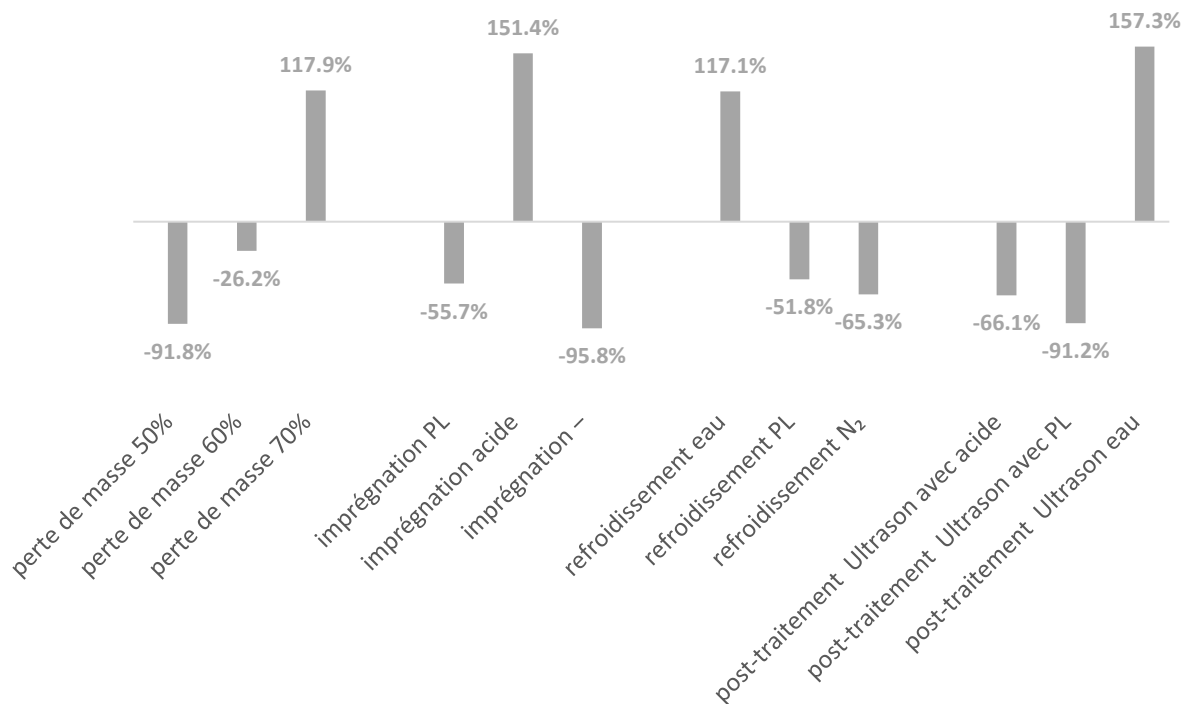


Figure 9 : effet sur la valeur du BET pour définir l'influence du pré-traitement et de la perte de masse

Les meilleurs résultats obtenus sont ceux de l'essai 8 qui correspond à une perte de masse de 70%, une imprégnation à l'acide inorganique, un refroidissement à l'eau et un post traitement par ultrasons dans l'eau. La chimie de surface et la porosité des biochars obtenus par pyrolyse du bois à 650°C sont fortement influencées par l'imprégnation préalable à la pyrolyse. L'imprégnation acide a



systématiquement favorisé le développement de groupes fonctionnels oxygénés ($-\text{COOH}$, $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{C}-\text{O}$), comme le révèlent les bandes FTIR proches de 1700 et 1200 cm^{-1} (Annexe 5.5.1 & Figure 10). Ces modifications s'accompagnaient de surfaces spécifiques BET modérées à élevées avant post-traitement ($30\text{--}83\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$), montrant que l'acide favorise à la fois l'oxydation de surface et la formation de pores (Annexe 5.4). En revanche, l'imprégnation avec le PL a introduit des caractéristiques riches en azote dans les spectres FTIR mais a souvent conduit à des valeurs BET plus faibles ou instables. Cela suggère que les résidus issus du PL se condensent à l'intérieur des pores lors de la carbonisation, obstruant partiellement la surface accessible.

Les échantillons sans imprégnation sont restés relativement inertes, montrant des signaux FTIR faibles et des valeurs BET très basses ($<5\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$), ce qui souligne la nécessité d'une modification chimique pour améliorer la fonctionnalité. Enfin, le pic observé à $\approx 2970\text{ cm}^{-1}$ dans certains essais (notamment 8 et 9) correspond à des groupements aliphatiques ($-\text{CH}$), probablement liés à des résidus condensés provenant du refroidissement rapide, suggérant la présence de fragments organiques lourds.

La méthode de refroidissement après pyrolyse a également joué un rôle déterminant. Le refroidissement sous N_2 tendait à préserver la porosité, en particulier dans les échantillons imprégnés d'acide (par ex. Essai 5, $\text{BET} = 42\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$), tandis que la trempe dans l'eau favorisait la condensation de goudrons à la surface, visible par des pics FTIR aliphatiques proches de 2970 cm^{-1} dans les essais 8 et 9. Le refroidissement avec le PL a généralement conduit à une obstruction des pores et à une réduction de la surface spécifique BET, confirmant que le milieu de trempe interagit avec les volatils résiduels et détermine si les pores restent ouverts ou obstrués. Cet effet explique pourquoi certains échantillons imprégnés et refroidis au PL (par ex. essai 4) présentaient une surface spécifique BET initialement élevée mais en perdaient une fraction significative après post-traitement, lorsque les résidus condensés étaient délogés.

Le post-traitement par ultrasons a induit des effets contrastés selon l'état initial du biochar (Annexe 5.5.2 & Figure 10). Dans les échantillons riches en résidus goudronneux (notamment acide + refroidissement à l'eau, essai 8), l'ultrasonication a efficacement éliminé les composés organiques condensés, entraînant une augmentation massive de la surface spécifique BET (de 83 à $395\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$) et une expression plus marquée des groupes oxygénés dans les spectres FTIR (Figure 10). À l'inverse, dans les échantillons imprégnés de PL, l'ultrasonication a souvent provoqué une forte diminution de la surface spécifique BET (essais 1, 2, 7), ce qui concorde avec un effondrement des pores ou leur obstruction par des fragments dérivés du PL. Pour les échantillons sans imprégnation, le post-traitement a eu un effet minimal, les valeurs BET et les signaux FTIR restant très faibles (essais 3, 6, 9).

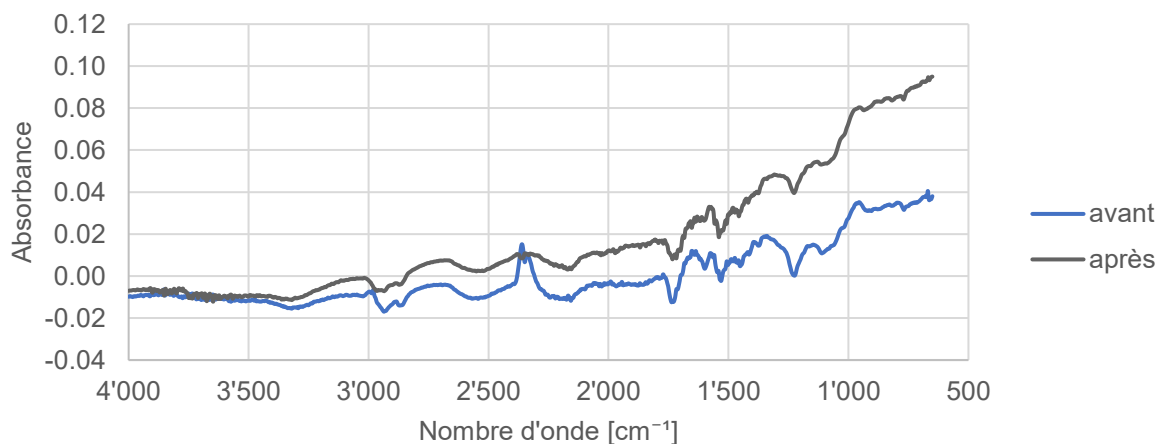


Figure 10 : bandes FTIR de l'essai 8 avant et après post-traitement



La perte de masse est un autre facteur important. Les essais avec pertes élevées (70%) montrent en général des structures plus poreuses, mais plus fragiles et sensibles aux traitements ultérieurs. Les pertes modérées (60 %) semblent offrir un compromis entre surface spécifique et stabilité chimique, alors que les pertes faibles (50 %) aboutissent à des charbons denses et peu fonctionnalisés.

Les analyses des HAP apportent un éclairage complémentaire sur la qualité environnementale et l'applicabilité des biochars. Les résultats montrent que le post-traitement par ultrasons joue un rôle décisif dans l'évolution des teneurs en HAP (Figure 11). Dans plusieurs cas, il permet une réduction drastique des HAP, parfois jusqu'à leur élimination quasi-complète (ex. essai 4 : de 344 ppm à 0 ppm ; essai 8 : de 145 ppm à 30 ppm). Ces effets positifs s'accompagnent d'une amélioration de la porosité et de la clarté des groupes fonctionnels observés par FTIR, ce qui renforce l'intérêt de cette étape pour purifier et activer les biochars. Cependant, dans d'autres conditions, le post-traitement entraîne une augmentation inattendue des HAP (ex. essai 6 : de 329 ppm à 1406 ppm ; essai 7 : de 1000 ppm à 1417 ppm). Ce phénomène semble particulièrement marqué lorsque le petit lait est impliqué, ce qui suggère que certaines fractions organiques résiduelles pourraient se recondenser ou se concentrer sous l'effet des ultrasons. Cette observation nécessite une investigation plus approfondie afin de comprendre si l'origine est liée à la dégradation des résidus protéiques/lactiques du PL, à une redistribution interne des HAP dans la matrice, ou à une limite analytique.

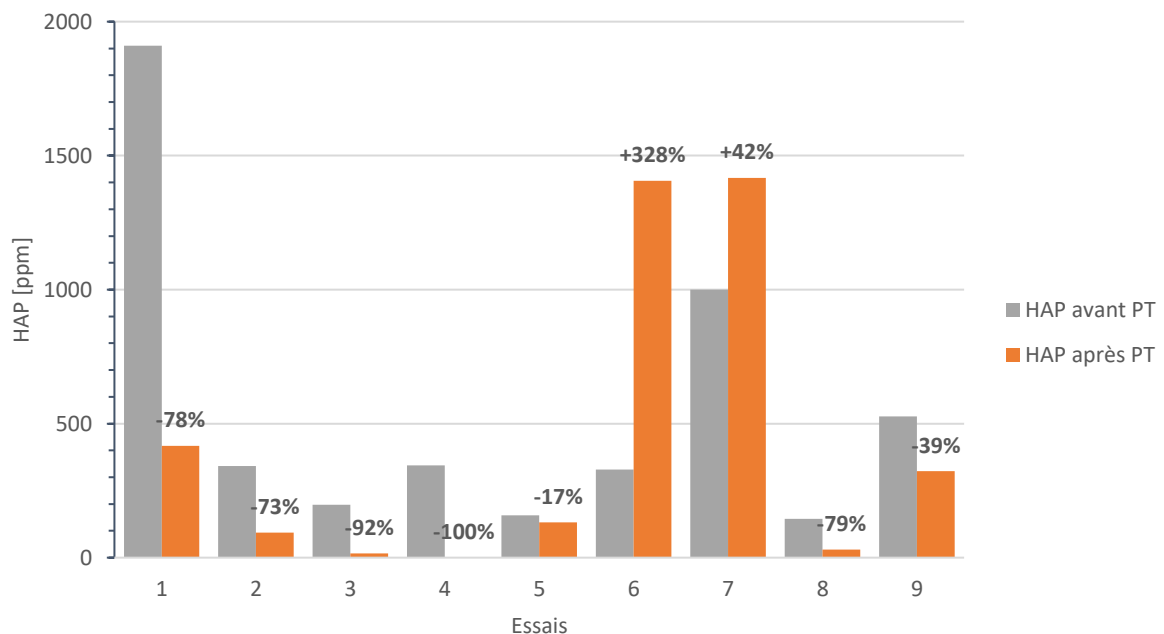


Figure 11 : HAP avant et après post-traitement

Il apparaît que le traitement du biochar issu des résidus de granulés de bois, avec du petit-lait, permet l'ajout de groupements fonctionnels.

Les résultats expérimentaux mettent en évidence que le petit-lait n'est pas l'agent d'imprégnation le plus performant pour développer une porosité élevée lors de la pyrolyse. Son utilisation en pré-traitement ou comme milieu de trempage tend à favoriser la condensation de résidus organiques et à obstruer une partie des pores, ce qui conduit à des surfaces spécifiques inférieures à celles obtenues avec H_3PO_4 ou un refroidissement à l'eau. Cette observation est cohérente avec la nature du PL, riche en lactose, protéines et minéraux, dont la carbonisation génère des structures condensées susceptibles de rester piégées dans la matrice carbonée.

Toutefois, le petit-lait présente un intérêt spécifique qui ne réside pas dans l'activation primaire mais dans la fonctionnalisation et l'épuration post-pyrolyse. Les analyses FTIR montrent que le PL introduit des groupes fonctionnels azotés et oxygénés qu'aucun autre protocole ne fournit, ouvrant une voie vers



des biochars enrichis en N susceptibles d'avoir des affinités différentes en adsorbance (interactions électrostatiques, catalyse douce, rétention organique). Par ailleurs, lorsqu'il est utilisé en post-traitement, notamment en combinaison avec des ultrasons, le PL peut favoriser le lessivage des goudrons et, dans certains cas, contribuer à une réduction significative des HAP, bien que ces effets dépendent fortement du degré d'imprégnation initial et de la structure du solide.

Ainsi, si le PL n'est pas le meilleur choix pour l'imprégnation acide ou le refroidissement, il constitue un modificateur de surface pertinent et original, capable de conférer au biochar des propriétés que ne permet pas l'acide phosphorique. Le projet montre donc que le petit-lait n'a pas vocation à remplacer les activateurs minéraux dans leur fonction classique, mais qu'il apporte une valeur ajoutée spécifique dans une stratégie d'activation douce, circulaire et adaptée à des biochars destinés à des applications environnementales où la fonctionnalisation chimique peut être aussi importante que la surface spécifique.

2.2.2. Généralisation des tests aux coques de noix

La généralisation du traitement pour les coques de noix s'est faite en élaborant un nouveau plan d'expérience (Tableau 5), complété par une configuration sans imprégnation préalable de la matière.

Quatre essais ont ainsi été réalisés selon le tableau de l'annexe 5.4.2, complétés par un cinquième essai sans imprégnation. Les numéros d'essai sont ceux repris dans le texte et les graphiques par la suite de ce chapitre.

Tableau 5 : facteurs et niveaux du plan d'expérience pour les coques de noix

Facteurs	niveau 1	niveau 2	essai supplémentaire
Refroidissement	PL filtré	eau	eau
Post traitement	ultrasons PL filtré	ultrasons eau	ultrasons PL filtré
Interaction	refroidis./post trait. 1	refroidis./post trait. 2	aucune imprégnation

Les résultats obtenus (Figure 12) montre que les facteurs les plus influents sur la stabilité et les performances sont les mêmes que pour les résidus de bois. Lorsque les coques sont pré-imprégnées avec du PL, il est préférable de refroidir et d'effectuer un post-traitement à l'eau. En revanche, lorsqu'il n'y a pas d'imprégnation, le post-traitement au PL est pertinent.

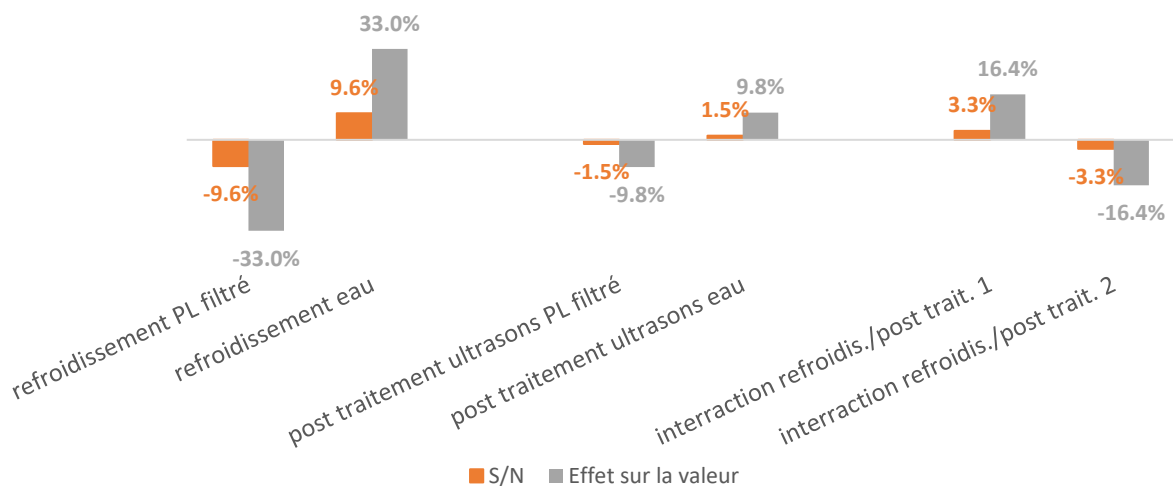


Figure 12 : effet sur la valeur du BET et signal sur bruit (S/N) du plan d'expérience sur les coques de noix



Les résultats de cette dernière série d'essais mettent en évidence l'influence déterminante du milieu de refroidissement, du solvant de post-traitement et de l'étape de lavage sur les propriétés texturales et chimiques des biochars issus de coques de noix. Les spectres FTIR enregistrés avant post-traitement (annexe 5.5.3 & Figure 13) montrent, pour tous les échantillons imprégnés avec 5 % d' H_3PO_4 , des bandes marquées dans la région $1250\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$, caractéristiques des vibrations P=O et P–O–C, confirmant l'incorporation de groupements phosphates dans la matrice carbonée. Les différences d'intensité observées suggèrent des niveaux de rétention phosphatée variables selon le mode de trempé. Après post-traitement et lavage, l'absence de bandes associées aux composés polyaromatiques dans les spectres FTIR (annexe 5.5.4 & Figure 13) confirme l'élimination efficace des HAP de surface, soulignant ainsi le rôle essentiel du lavage comme étape finale de purification après activation et ultrasonication.

Les mesures BET après post-traitement et lavage révèlent, malgré une forte dispersion, une augmentation très significative de la surface spécifique pour l'ensemble des échantillons imprégnés, atteignant respectivement $72 \pm 30\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ et $59 \pm 21\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ pour les biochars refroidis au petit-lait filtré (Essais 1 et 2), $104 \pm 13\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ pour l'échantillon refroidi à l'eau et post-traité dans le petit-lait filtré (Essai 3), et un maximum de $166 \pm 19\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ pour la combinaison trempé à l'eau + ultrasons dans l'eau (Essai 4). Ces résultats montrent clairement que le lavage permet d'éliminer les phosphates polymérisés et les dépôts organiques responsables du colmatage initial des pores, libérant ainsi une porosité jusque-là masquée. Le refroidissement à l'eau demeure la condition la plus favorable à l'activation structurale, tandis que le petit-lait filtré, utilisé lors du refroidissement ou du post-traitement, contribue davantage à la fonctionnalisation chimique qu'au développement textural.

Enfin, l'échantillon sans imprégnation, refroidi à l'eau et post-traité par ultrasons dans le petit-lait filtré, présente une surface spécifique exceptionnellement élevée ($307 \pm 15\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$), indiquant qu'en l'absence d'acide phosphorique, les coques de noix développent une microporosité très importante sous les conditions de pyrolyse étudiées. La comparaison croisée FTIR–BET montre ainsi que l'acide phosphorique joue un double rôle : il ancre des groupements phosphatés fonctionnels bénéfiques à la chimie de surface, mais limite partiellement l'activation physique maximale, limitation qui peut être en grande partie compensée par un post-traitement ultrasonique suivi d'un lavage adapté.

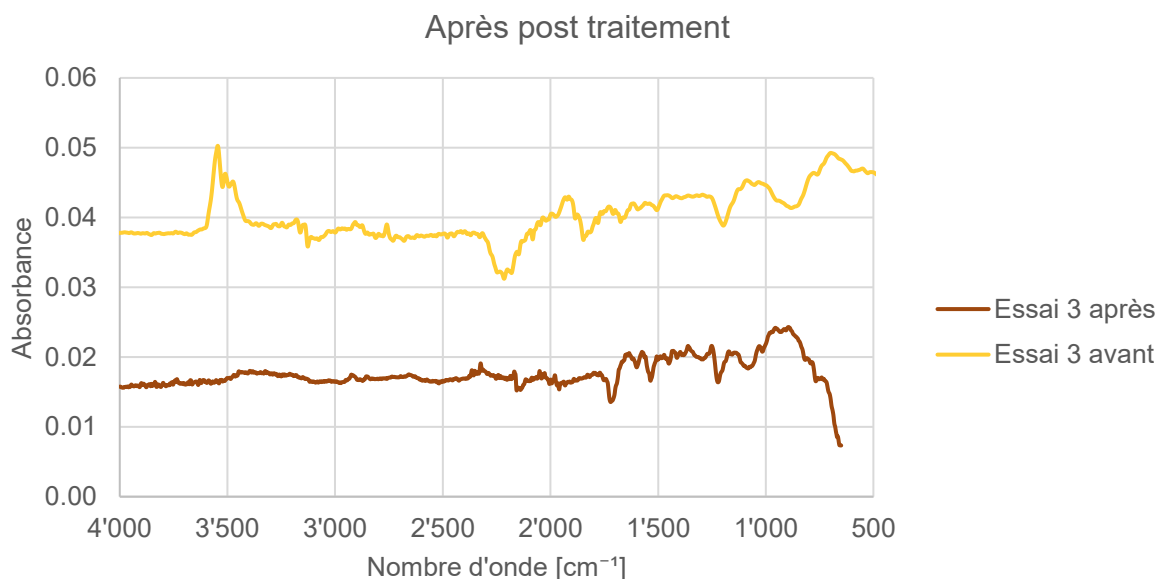


Figure 13 : bandes FTIR de l'essai 3 du PE6 avant et après post-traitement

Les spectres FTIR après post-traitement montrent des tendances très cohérentes avec les mécanismes attendus pour des biochars imprégnés à l'acide phosphorique et soumis à des traitements par ultrasons. Les échantillons 1 à 4 (imprégnés H_3PO_4) présentent toujours des bandes marquées dans la région



1250–1000 cm^{-1} , caractéristiques des vibrations P=O, P–O–C et P–O–P, indiquant que le post-traitement n'élimine pas totalement les espèces phosphatées liées chimiquement à la matrice carbonée. Toutefois, on observe une atténuation des bandes les plus larges, suggérant le retrait d'une fraction de phosphates polymérisés ou faiblement liés, particulièrement pour les échantillons traités aux ultrasons dans l'eau.

Les échantillons refroidis à l'eau (Essais 3 et 4) montrent des spectres plus nets et légèrement moins élevés, indiquant une structure superficielle plus propre après le traitement. À l'inverse, les échantillons refroidis au petit-lait filtré (Essais 1 et 2) présentent une légère remontée basale (baseline offset) et des signaux plus diffus, traduisant la présence résiduelle de composés organiques azotés ou oxygénés issus du petit-lait, malgré le nettoyage ultrasonique.

L'échantillon sans imprégnation (Essai 5) se distingue par un spectre totalement différent : absence de bandes phosphatées, présence de larges signaux C–H et C=O résiduels, et un profil global typique d'un biochar peu carbonisé mais très poreux. Ce comportement est en cohérence directe avec sa surface BET exceptionnellement élevée.

Comparée aux spectres avant post-traitement, la série après post-traitement montre une clarification des bandes et une réduction des signaux diffus, particulièrement pour les échantillons refroidis à l'eau, ce qui reflète l'élimination de dépôts amorphes par les ultrasons. Les échantillons refroidis au petit-lait conservent au contraire une composante organique résiduelle, visible en élévation basale et en bandes C–N/C=O plus marquées. Enfin, la disparition de certains signaux phosphatés secondaires confirme que le post-traitement facilite le retrait de phosphates non fixés, laissant apparaître le motif chimique réellement stabilisé au sein du biochar.

L'absence de bandes caractéristiques des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les spectres FTIR enregistrés après post-traitement constitue un indice fort de l'élimination des résidus polyaromatiques de surface. Conjuguée aux mesures HAP quantitatives (valeurs ≈ 0 ppm après traitement pour les échantillons analysés), cette absence spectrale confirme l'efficacité des étapes d'ultrasonication et, surtout, la nécessité d'un lavage après activation et post-traitement afin d'éliminer les goudrons et les résidus faiblement liés. Il est cependant important de préciser que le FTIR renseigne principalement la surface et que sa sensibilité aux faibles concentrations de HAP est limitée. En pratique, nos résultats montrent que le couple activation (H_3PO_4) + post-traitement ultrasonique + lavage constitue une chaîne opératoire efficace pour obtenir des biochars à la fois hautement poreux, fonctionnalisés et dépourvus de HAP détectables.

Ces observations mettent également en évidence un point important pour l'interprétation du procédé : le recours à un agent chimique d'imprégnation ne doit pas être systématique et dépend fortement du substrat considéré. Les coques de noix, du fait de leur structure très lignifiée et aromatique, développent déjà sous pyrolyse une microporosité importante. L'imprégnation à l' H_3PO_4 perturbe ce mécanisme naturel et limite l'ouverture maximale des pores, ce qui explique la surface inférieure observée pour l'échantillon imprégné ($166 \pm 19 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) par rapport à l'échantillon non imprégné ($307 \pm 15 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$). À l'inverse, le petit-lait n'apparaît pas pertinent comme pré-traitement ou comme fluide de trempe, mais il se révèle utile en post-traitement, où il apporte des groupes fonctionnels azotés et oxygénés sans altérer la porosité développée par activation physique. Ces résultats soulignent ainsi que le choix du protocole d'activation doit être adapté à la composition et à la réactivité thermique de la biomasse, et que les coques de noix constituent un exemple clair de substrat pour lequel l'activation physique reste la stratégie la plus efficace, la fonctionnalisation organique intervenant ensuite comme optimisation ciblée.



2.3. Récapitulatif des données obtenues et discussion

Ce chapitre résume les principaux résultats obtenus sur les résidus de bois et les coques de noix. Il aborde également, de manière succincte, les aspects économiques.

Le Tableau 6 rapporte les meilleures valeurs obtenues lors des différents essais et permet de valider les ICP du Tableau 1 en p. 10.

Tableau 6 : récapitulatif des caractéristiques obtenues

	Résidus de granulés de bois (pellets)	Coque de noix	Rôle du petit-lait (PL)
BET [m ² ·g ⁻¹]	395 (à 650 °C, imprégnation H ₃ PO ₄ , trempe eau, ultrasons eau)	166 ± 19 (imprégnation H ₃ PO ₄ , trempe eau, ultrasons eau – Essai 4 du PE6) * 307±15 (sans imprégnation, trempe eau, ultrasons PL, Essai 5 du PE6)	Activation primaire : non optimal (porosité moindre lorsque PL utilisé avant pyrolyse) Post-traitement : pertinent (pas d'obstruction si l'imprégnation n'est pas préalable)
Fonctions chimiques	Enrichissement en groupes oxygénés (–COOH, –C=O, –C–O) après imprégnation acide ; signatures N-containing observées avec PL ; besoin de lavage pour éliminer les condensats et clarifier la surface (FTIR).	Groupes phosphatés (1250–1000 cm ⁻¹) stables après imprégnation H ₃ PO ₄ ; nettoyage par ultrasons + lavage réduit les dépôts et ouvre la porosité ; sans imprégnation : surface très élevée mais chimie moins fonctionnalisée.	Fonctionnalisation spécifique PL : ajouts N/O ; modulation de la surface via signatures C–N / C=O ; utile quand la fonctionnalisation prime sur la surface.
HAP [ppm]	30±5	Non détectés après traitement pour les échantillons analysés (FTIR sans bandes polyaromatiques ; mesures quantitatives ≈ 0 ppm lorsque disponibles)	PL parfois efficace (lessivage), parfois défavorable (recondensation) → doit être utilisé en post-traitement ciblé.

Les ICP sont atteints pour la surface spécifique BET (résidus de pellets) et pour les teneurs en HAP (coques de noix). Les expérimentations montrent également que les températures nécessaires pour obtenir ces performances sont inférieures à celles utilisées en activation classique. En travaillant à 650 °C au lieu de 850 °C, une réduction de consommation énergétique d'environ 24 % est obtenue, soit environ 80 Wh/kg de matière. À l'échelle de 1 000 t/an, même modeste, cela représente un gain énergétique d'environ 80 MWh.

L'utilisation du petit-lait, souvent considéré comme un coproduit à évacuer, présente également un intérêt économique. Les coûts d'élimination peuvent atteindre 25–50 CHF/t selon les filières. Son usage comme agent de traitement permet d'éviter ces coûts et de substituer partiellement l'emploi d'acides minéraux (H₃PO₄, HCl), dont les prix se situent autour de 500–700 CHF/t en qualité technique. Malgré sa faible concentration (≈ 1,2 % d'acidité), le petit-lait peut contribuer à une substitution partielle. Sur cette base, la valorisation directe du petit-lait peut être estimée à :

Valeur totale [CHF/t] = évacuation évitée + substitution chimique équivalente,

avec :

- 1 t de petit-lait utilisée = 0 CHF d'achat (vs. 50 CHF de traitement) ;
- substitution d'environ 10 kg d'H₃PO₄ = 5–7 CHF ;

→ soit ≈ 55 CHF/t de petit-lait valorisé, hors bénéfices environnementaux.



Dans ce projet, les volumes nécessaires sont :

- imprégnation : 4 L de petit-lait par kg de matière sèche,
- trempage : 30 L de petit-lait par kg de biochar,
- post-traitement : 15 L de petit-lait par kg de biochar.

Les résultats montrent que la troisième option — le post-traitement — est la plus appropriée sur le plan fonctionnel, en particulier pour des substrats développant déjà une porosité importante lors de la pyrolyse.

Au-delà de la valorisation directe du petit-lait, il est également nécessaire d'évaluer le potentiel économique global de la filière biochar activé, indépendamment du rôle du PL. Les éléments suivants complètent ainsi l'analyse précédente :

Afin d'illustrer ce potentiel, un scénario de référence a été construit en distinguant la capacité industrielle théorique de l'unité (scénario techno-économique) de la disponibilité réelle de biomasse en Suisse. Sur la base d'un prix indicatif du biochar activé (≈ 980 CHF/t), une installation fonctionnant à pleine capacité générerait un chiffre d'affaires annuel compris entre 1,1 et 1,4 million CHF pour 1'100 à 1'400 t/an de production. Ce scénario ne reflète pas les volumes réellement mobilisables en Suisse ; il vise à situer le potentiel économique maximal et à comparer les coûts de production avec ceux de l'industrie internationale.

En mobilisant 30 % des ressources disponibles (note 4, p. 8), soit 750 à 900 t/an de matière première, et avec un rendement de pyrolyse typique de 30–40 %, la production réaliste serait de 225 à 360 t/an de biochar activé.

Concernant l'activation, les besoins en petit-lait demeurent compatibles avec la disponibilité nationale : même dans un scénario maximaliste (1'400 t/an nécessitant ≈ 21 millions de litres), la production suisse (1,6–1,8 Mt/an selon la source considérée) est très largement suffisante, même en tenant compte des valorisations existantes.

Enfin, même si les surfaces spécifiques les plus élevées sont obtenues via une imprégnation à l' H_3PO_4 , les résultats montrent que le petit-lait conserve un rôle pertinent dans une stratégie d'activation ciblée. Son intérêt principal réside dans la fonctionnalisation chimique : introduction de groupes azotés et oxygénés, modulation de la charge de surface et amélioration de l'affinité pour certains polluants. En post-traitement — lorsque la porosité est déjà formée — il agit comme un modificateur doux, permettant d'ajuster les propriétés de surface sans obstruer les pores.

Ainsi, le petit-lait ne vise pas à remplacer les agents d'activation classiques, mais constitue une valeur ajoutée unique dans la fonctionnalisation organique du biochar, tout en contribuant à la valorisation circulaire d'un coproduit laitier et en réduisant la dépendance aux agents chimiques minéraux.



3 Conclusions et perspectives

Le projet WheyActivChar a démontré la faisabilité de produire des biochars activés à partir de ressources locales, tout en intégrant des principes de durabilité, de circularité et de valorisation de coproduits agricoles sous-utilisés. Les substrats lignocellulosiques étudiés — résidus de granulés de bois et coques de noix — ont confirmé leur potentiel pour les applications environnementales ciblées, avec des performances alignées sur les besoins définis en début de projet : adsorption, dépollution, amendement de sols ou catalyse douce.

Sur les résidus de granulés de bois, les meilleures conditions ont permis d'atteindre $395 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ et 30 ppm de HAP, dépassant les cibles fixées. Les coques de noix ont montré une forte variabilité selon les protocoles, avec des surfaces spécifiques allant de $166 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ jusqu'à $307 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ sans imprégnation, illustrant leur capacité intrinsèque d'activation physique et confirmant l'importance d'un « match » précis entre substrat, procédé et application. Certains matériaux nécessitent une activation minérale, tandis que d'autres bénéficient d'une activation principalement thermique suivie d'une fonctionnalisation ciblée.

Un résultat majeur de ce projet concerne la capacité à atteindre des performances élevées à des températures plus faibles que dans les procédés classiques, notamment à $650 \text{ }^\circ\text{C}$, voire $500 \text{ }^\circ\text{C}$ pour certains substrats. Ce fonctionnement basse énergie constitue un acquis scientifique important, en particulier lorsqu'il est associé au pilotage par perte de masse et à la recirculation interne des gaz.

D'un point de vue chimique, le projet met en évidence un rôle distinctif et clarifié du petit-lait. Celui-ci n'est pas adapté comme agent d'imprégnation ou de trempe avant pyrolyse, car sa composition organique tend à obstruer les pores et à limiter l'activation primaire. En revanche, il se révèle particulièrement performant en post-traitement : il permet de réduire ou d'éliminer les HAP et d'introduire des groupes fonctionnels azotés et oxygénés qui ne peuvent être obtenus par activation minérale classique. Cette fonctionnalisation confère au biochar des propriétés adaptées à des usages où la chimie de surface est déterminante, par exemple pour l'adsorption sélective de polluants organiques polaires, certaines réactions catalytiques, ou encore les interactions bio-géochimiques dans les sols. Cette approche ouvre également la possibilité de purifier ou fonctionnaliser des biochars déjà pyrolysés — y compris des produits commerciaux — pour améliorer leur performance ou leur conformité environnementale.

Sur le plan économique et opérationnel, le projet montre un potentiel intéressant de valorisation du petit-lait, notamment par l'évitement des coûts d'élimination et la substitution partielle d'agents chimiques. Toutefois, l'analyse économique complète nécessite encore d'intégrer les coûts logistiques (collecte, transport, stockage) ainsi que la valeur d'opportunité du petit-lait dans ses filières actuelles. Ces aspects seront essentiels pour déterminer le positionnement optimal du procédé dans un contexte industriel réel.

En termes de maturité technologique, plusieurs acquis clés sont désormais établis : compréhension des mécanismes d'activation selon les substrats, identification des conditions permettant de contrôler les HAP, démonstration du rôle du petit-lait en post-traitement pour la fonctionnalisation chimique, et validation du potentiel d'une pyrolyse basse température. Néanmoins, des développements restent nécessaires avant un déploiement industriel : optimisation des séquences pour chaque type de biomasse, confirmation de la reproductibilité en conditions semi-industrielles, caractérisation des performances en adsorption selon les applications visées, et élaboration d'un modèle techno-économique complet intégrant les flux logistiques.

Les prochaines étapes viseront donc à (i) consolider les protocoles optimaux en fonction du substrat et de l'usage final ; (ii) instrumenter les bilans énergétiques en réacteur pilote ; (iii) formaliser les conditions d'utilisation optimale du petit-lait, en particulier comme post-traitement fonctionnalisant ; (iv) évaluer les performances et la conformité des biochars dans les contextes applicatifs définis (eaux usées agricoles, biogaz, sols).



Ainsi, WheyActivChar pose les bases d'une technologie modulable, durable et adaptée aux ressources suisses, capable d'alimenter une filière locale de biochar activé fonctionnalisé, intégrant la valorisation circulaire du petit-lait et répondant aux besoins croissants en adsorbants écologiques.



4 Bibliographie

- [1] Heredia Salgado, M.A., Coba S, J.A., Tarelho, L.A.C., 2020. Simultaneous production of biochar and thermal energy using palm oil residual biomass as feedstock in an auto-thermal prototype reactor. *Journal of Cleaner Production* 266, 121804. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121804>.
- [2] Petchaihan, L., Panyoyai, N., Khamdaeng, T., Wongsiriamnuay, T., 2020. Test of a modified small-scale biochar kiln. *IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci.* 463, 012004. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/463/1/012004>.
- [3] Flühmann, R., 2015. Potentiel quantitatif de valorisation du petit-lait dans l'alimentation humaine en Suisse. *Agrarforschung Schweiz*. <https://www.agrarforschungschweiz.ch/fr/2015/06/potentiel-quantitatif-de-valorisation-du-petitlait-dans-lalimentation-humaine-en-suisse/> (accessed 7.22.24).
- [4] Stoll, P., 2011. Utilisation du petit-lait dans l'alimentation du porc - Fiche technique destinée à la pratique (No. APL n°38), ALP actuel. *Agroscope*.
- [5] Schori, F., 2009. Valoriser le petit-lait par les bovins - Fiche technique destinée à la pratique (No. APL n°35), APL actuel. *Agroscope*.
- [6] Ryan, M.P., Walsh, G., 2016. The biotechnological potential of whey. *Rev Environ Sci Biotechnol* 15, 479–498. [HTTPS://DOI.ORG/10.1007/S11157-016-9402-1](https://doi.org/10.1007/S11157-016-9402-1)
- [7] El Tanboly, E. sayed, El Hofi, M., Khorshid, 2017. Recovery of cheese whey, a by-product from the dairy industry for use as an animal feed. *Journal of Nutritional Health & Food Engineering* Volume 6. [HTTPS://DOI.ORG/10.15406/JNHFE.2017.06.00215](https://doi.org/10.15406/JNHFE.2017.06.00215)
- [8] Ryan, M.P., Walsh, G., 2016. The biotechnological potential of whey. *Rev Environ Sci Biotechnol* 15, 479–498. <https://doi.org/10.1007/s11157-016-9402-1>
- [9] Ramos, G.L. de P.A., Guimarães, J.T., Pimentel, T.C., da Cruz, A.G., de Souza, S.L.Q., Vendramel, S.M.R., 2021. Chapter 19 - Whey: generation, recovery, and use of a relevant by-product, in: Bhat, R. (Ed.), *Valorization of Agri-Food Wastes and By-Products*. Academic Press, pp. 391–414. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824044-1.00030-1>
- [10] Giulianetti de Almeida, M.P., Mockaitis, G., Weissbrodt, D.G., 2023. Got Whey? Sustainability Endpoints for the Dairy Industry through Resource Biorecovery. *Fermentation* 9, 897. [HTTPS://DOI.ORG/10.3390/FERMENTATION9100897](https://doi.org/10.3390/fermentation9100897)
- [11] Panesar, P.S., Kennedy, J.F., Gandhi, D.N., Bunko, K., 2007. Bioutilisation of whey for lactic acid production. *Food Chemistry* 105, 1–14. [HTTPS://DOI.ORG/10.1016/J.FOOD-CHEM.2007.03.035](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.03.035)
- [12] Bisig W., Schmidt R. (2025). Petit-lait pour des denrées alimentaires et des aliments pour animaux de qualité élevée. *Agroscope Science*.

Des outils d'intelligence artificielle ont été utilisés pour la relecture, la correction et l'amélioration de la clarté du texte.



5 Annexe

5.1. Caractérisation des résidus de granulés de bois

Prélèvement	30.10.2024	# échantillons	1 résidu pellet	valeurs mesurées
Date de réalisation	30.10-27.11.24	Réalisées par	IMY	valeurs calculées

Humidité relative M_{ar} [% sur brut] ISO 18134-2

# mesures	moyenne	écart type	soit *
4	6.9	0.1	6.9 ± 0.2

Matière volatile V_d [% sur sec] selon ISO 18123

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	82.3	0.1	82.3 ± 0.3

Taux de cendres issu de la matière (815°C) A [% sur sec] selon ISO 1171

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	0.3	0.0	0.3 ± 0.1

Taux de cendres issu de la combustion (550°C) A_d [% sur sec] selon ISO 18122

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	0.5	0.0	0.5 ± 0.0

Carbone fixe $C_{fix,ad}$ [% sur sec] selon ISO 17246

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	17.4	0.1	17.4 ± 0.3

C-H-N-S-O [% sur sec] ISO 16948

	# mesures	moyenne	écart type	soit *
C	3	50.6	0.1	50.6 ± 0.2
H	3	5.9	0.2	5.9 ± 0.5
N	3	0.0	0.0	0.0 ± 0.0
S	3	0.0	0.0	0.0 ± 0.0
O	3	42.8	0.2	42.8 ± 0.4

Pouvoir calorifique supérieur sur sec et vol. cst $q_{v,gr,d}$ [$\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$] selon ISO 18125

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	20 274	104	20270 ± 260

Pouvoir calorifique supérieur à réception et vol. cst $q_{v,gr,ar}$ [$\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$] selon ISO 18125

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	18 865	96	18870 ± 240

Pouvoir calorifique supérieur sur sec et pres. cst $q_{p,gr,d}$ [$\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$] selon ISO 18125

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	20 276	104	20280 ± 260



Pouvoir calorifique inférieur sur sec et pres. cst $q_{p,net,d}$ [$\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$] selon ISO 18125

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	18 985	104	18980 ± 260

Pouvoir calorifique inférieur à réception et pres. cst $q_{p,net,ar}$ [$\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$] selon ISO 18125

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	17 496	96	17500 ± 240

Masse volumique apparente à réception BD [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$] ISO 17828

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	470.2	3.5	470 ± 10

Densité énergétique à réception [$\text{kWh}\cdot\text{m}^{-3}$]

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	2285.0	12.6	2280 ± 30

* il s'agit d'un intervalle de tolérance comprenant 95% des valeurs moyennes

5.2. Caractérisation des coques de noix

Prélèvement	30.10.2024	# échantillons	1 coques broyées 5mm	valeurs mesurées
Date de réalisation	30.10-27.11.2024	Réalisées par	IMY	valeurs calculées

Humidité relative M_{ar} [% sur brut] ISO 18134-2

# mesures	moyenne	écart type	soit *
4	7.3	0.1	7.3 ± 0.1

Matière volatile V_d [% sur sec] selon ISO 18123

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	78.8	0.3	78.8 ± 0.7

Taux de cendres issu de la matière (815°C) A [% sur sec] selon ISO 1171

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	0.6	0.2	0.6 ± 0.6

Taux de cendres issu de la combustion (550°C) A_d [% sur sec] selon ISO 18122

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	1.0	0.0	1.0 ± 0.1

Carbone fixe $C_{fix,ad}$ [% sur sec] selon ISO 17246

# mesures	moyenne	écart type	soit *
3	20.5	0.4	20.5 ± 1.1

C-H-N-S-O [% sur sec] ISO 16948

	# mesures	moyenne	écart type	soit *
C	3	53.1	0.4	53.1 ± 0.9
H	3	6.0	0.2	6.0 ± 0.6
N	3	0.5	0.1	0.5 ± 0.2



S	3	0.0	0.0	0.0 ± 0.0
O	3	39.3	0.5	39.3 ± 1.3
Pouvoir calorifique supérieur sur sec et vol. cst $q_{v,gr,d}$ [kJ·kg ⁻¹] selon ISO 18125				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	21 458	73	21460 ± 180
Pouvoir calorifique supérieur à réception et vol. cst $q_{v,gr,ar}$ [kJ·kg ⁻¹] selon ISO 18125				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	19 896	67	19900 ± 170
Pouvoir calorifique supérieur sur sec et pres. cst $q_{p,gr,d}$ [kJ·kg ⁻¹] selon ISO 18125				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	21 463	73	21460 ± 180
Pouvoir calorifique inférieur sur sec et pres. cst $q_{p,net,d}$ [kJ·kg ⁻¹] selon ISO 18125				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	20 159	73	20160 ± 180
Pouvoir calorifique inférieur à réception et pres. cst $q_{p,net,ar}$ [kJ·kg ⁻¹] selon ISO 18125				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	18 514	67	18510 ± 170
Masse volumique apparente à réception BD [kg·m ⁻³] ISO 17828				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	638.2	3.5	640 ± 10
Densité énergétique à réception [kWh·m ⁻³]				
	# mesures	moyenne	écart type	soit *
	3	3281.9	11.9	3280 ± 30

* il s'agit d'un intervalle de tolérance comprenant 95% des valeurs moyennes

5.3. Caractérisation du petit-lait

pH selon ISO 10523	
Prise de l'échantillon	1
	3.96
Conductivité [mS] selon ISO 7888	
Prise de l'échantillon	1
	6.5
Acide lactique [g/L]	
Prise de l'échantillon	1
	14.4
Acidité [%]	
Prise de l'échantillon	1
	1.2



5.4. Plans d'expérience visant à déterminer l'influence du prétraitement et de la perte de masse sur le BET

5.4.1. Pour le biochar issu des résidus de granulés de bois

Essai N°	perte de masse	imprégnation	refroidissement	post-traitement	BET avant [m ² ·g ⁻¹]	BET après [m ² ·g ⁻¹]	HAP avant [ppm]	HAP après [ppm]
1	50%	PL	eau	Ultrason avec H ₃ PO ₄	12	2	19010	417
2	50%	H ₃ PO ₄	PL	Ultrason avec PL	31	10	342	94
3	50%	–	N ₂	Ultrason eau	4	3	197	15
4	60%	PL	PL	Ultrason eau	144	76	344	0
5	60%	H ₃ PO ₄	N ₂	Ultrason avec H ₃ PO ₄	43	58	158	132
6	60%	–	eau	Ultrason avec PL	1	3	329	1406
7	70%	PL	N ₂	Ultrason avec PL	71	4	1000	1417
8	70%	H ₃ PO ₄	eau	Ultrason eau	83	395	145 ± 19	30 ± 5
9	70%	–	PL	Ultrason avec H ₃ PO ₄	3	3	527	323

5.4.2. Pour le biochar issu des coques de noix

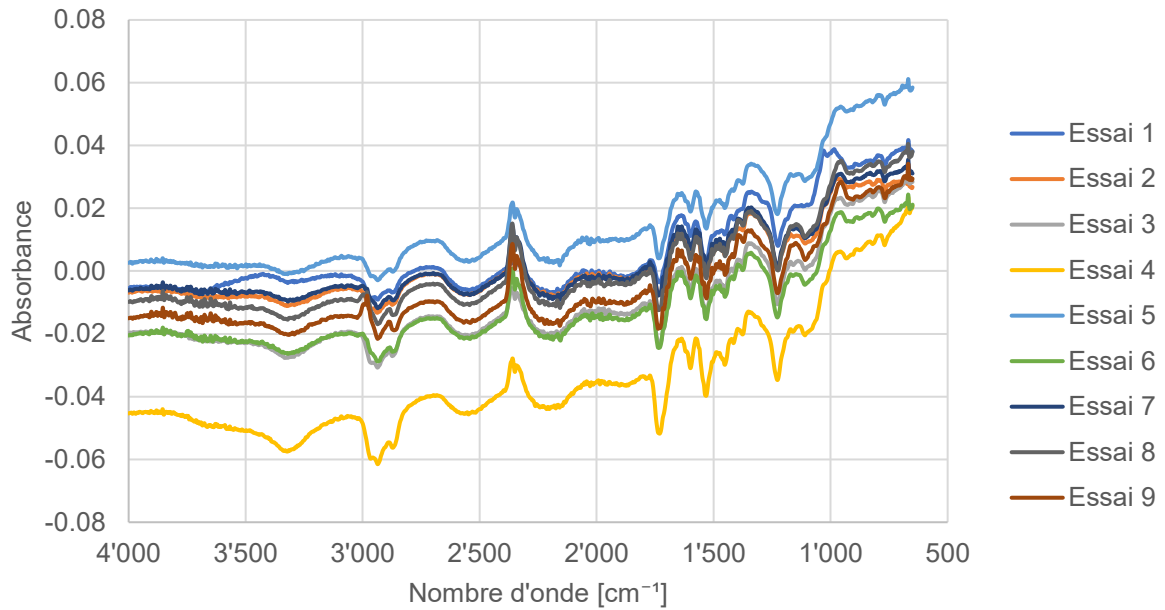
Essai N°	refroidissement	post-traitement	BET avant post-traitement [m ² ·g ⁻¹]	BET après post-traitement + lavage [m ² ·g ⁻¹]*
1	PL filtré	ultrasons PL filtré	10 ± 6	72 ± 30
2	PL filtré	ultrasons eau	5 ± 1	59 ± 21
3	eau	ultrasons PL filtré	15 ± 1	104 ± 13
4	eau	ultrasons eau	19 ± 6	166 ± 19
sans imprégnation	eau	ultrasons PL filtré	300 ± 6	307 ± 15

* l'intervalle de tolérance correspond à un écart-type

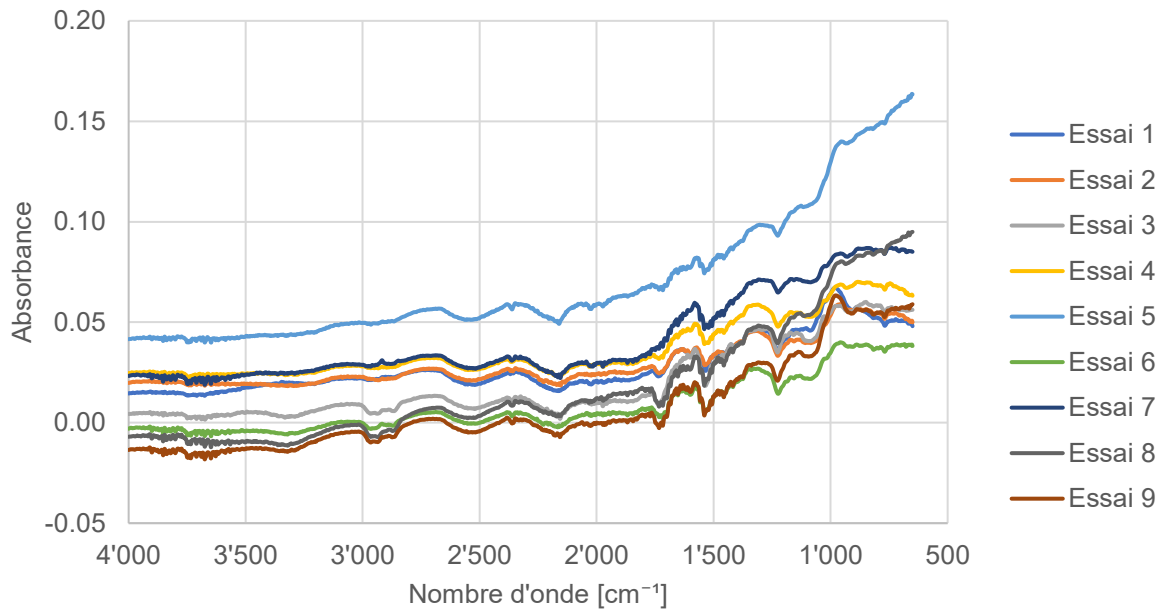


5.5. Plans d'expérience visant à déterminer l'influence du prétraitement et de la perte de masse sur les groupements fonctionnels

5.5.1. Bandes FTIR avant post-traitement sur les résidus de granulés de bois

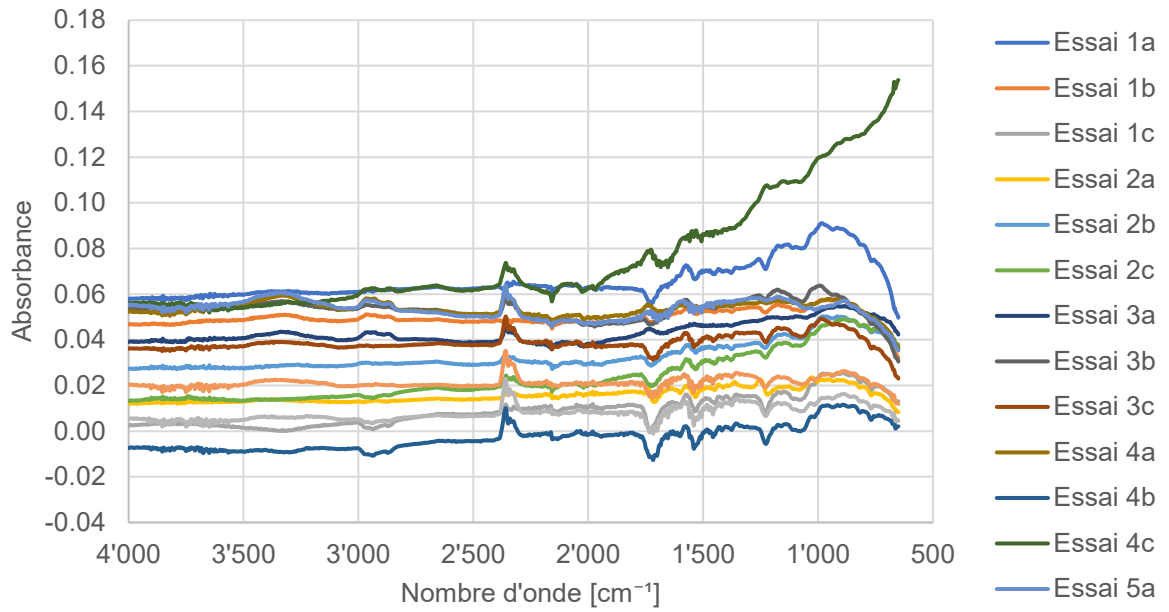


5.5.2. Bandes FTIR après post-traitement sur les résidus de granulés de bois





5.5.3. Bandes FTIR avant post-traitement sur les coques de noix



5.5.4. Bandes FTIR après post-traitement sur les coques de noix

