

**COMPORTAREA TERMICĂ A CINCI  
REZIDUURI DE PALMIER (CURMAL) DIN  
ALGERIA PRIN ANALIZA  
TERMOGRAVIMETRICĂ**

**THERMAL BEHAVIOUR OF FIVE  
DIFFERENT DATE PALM RESIDUES OF  
ALGERIA BY THERMOGRAVIMETRIC  
ANALYSIS**

**Siham AMIROU\***

Dr. UR-MPE, University of M'Hamed Bougara, Boumerdes, Algeria  
Adresa/Address: Cité Frantz fanon, Boumerdes, Algeria  
E-mail: [amirou.siham@gmail.com](mailto:amirou.siham@gmail.com)

**Imane HADDADOU**

Dr. UR-MPE, University of M'Hamed Bougara, Boumerdes, Algeria  
Adresa/Address: Cité Frantz fanon, Boumerdes, Algeria  
E-mail: [haddadou.imane@gmail.com](mailto:haddadou.imane@gmail.com)

**Abdellatif ZERIZER**

Prof.Dr. UR-MPE, University of M'Hamed Bougara, Boumerdes, Algeria  
Adresa/Address: Cité Frantz fanon, Boumerdes, Algeria  
E-mail: [zerizer\\_ab@yahoo.fr](mailto:zerizer_ab@yahoo.fr)

**Rezumat:**

Energia regenerabilă a devenit mai importantă la nivel global, în special odată cu actuala criză economică și de combustibil. Biomasele de palmier (curmal) sunt materiale cu un potențial mare ca resurse de energie. Faptul că acestea sunt regenerabile și disponibile în cantități mari reprezintă motive atractive de utilizare a lor ca sursă majoră de energie regenerabilă. Scopul acestui studiu a fost de a investiga comportarea termică a biomasei din palmier pentru a evalua utilitatea acesteia în producția de energie. La o scară mică și în mod particular analiza termo-gravimetrică (TGA) este una dintre tehnicile utilizate pentru a determina proprietățile termice a cinci reziduuri diferite de palmier: axul central al frunzei (rachis) (DPR), trunchiul (DPT), pețiolul (LB), resturile de fructe provenite din elagaj (FP) și baza coroanei (LP). Tehnica TGA constă în înregistrarea pierderii de masă în timpul creșterii temperaturii de la 20 °C la 600 °C cu o rată de încălzire de 10 °C/min. Diagramele reprezintă faza de eliminarea a apei libere (de la temperatura camerei la 110 °C) înainte de procesul de degradare a componentelor lignocelulozici. Liginina și hemicelulozele joacă un rol important în degradarea materialelor lignocelulozice la temperatură sub 250 °C. Degradarea celulozei începe la 250 °C și se suprapune peste cea a ligninei până la 450 °C.

**Cuvinte cheie:** TGA; DSC; material lignocelulozic; biomasă; palmier de Algeria (curmal).

**Abstract:**

Renewable energy has become more important globally especially with the current fuel and economic crisis. Date palm biomasses are highly potential materials for energy resources. The fact that they are renewable and abundantly available are amongst the attractive reasons of employing them as the major source for renewable energy. The purpose of this research was to investigate the thermal behavior of date palm biomass in order to evaluate their usefulness for energy production. In microparticulate scale, the thermogravimetric analysis (TGA) is one of the techniques used to determine the thermal properties of five different date palm residues that were studied: (date palm rachis (DPR), date palm trunk (DPT), leaf base (Petiole) (LB), fruitstalk prunings (FP) and luff (LP)). The TGA technique consists to record the lost weight during the increase in temperature from 20 °C until 600 °C with a 10 °C/min heating rate. The thermograms presented a departure phase of free water (from room temperature to 110 °C) before the degradation process of the lignocellulosic constituents. The lignin and hemicellulose play an important role on the degradation of lignocellulosic materials at the temperature under 250 °C. The degradation of cellulose begins at 250 °C and overlaps to that of lignin until 450 °C.

**Key words:** TGA; DSC; lignocellulosic material; biomass; Algerian date palm.

\* Autor corespondent / Author to whom all correspondence should be addressed

## INTRODUCERE

Larga răspândire a biomasei, cea de-a treia printre resursele primare de energie, după cărbune și petrol, care este de asemenea regenerabilă și posibil neutră în relație cu încălzirea globală, a motivat realizarea unor studii extinse în deceniile trecute pentru dezvoltarea industrială a instalațiilor de conversie termochimică (Sami ș.a. 1999; Maniatis 2001). Dependența crescătoare de reziduurile importate, precum și urgența de a reduce emisiile cu efecte de seră, reprezintă unele dintre motivele care justifică o politică energetică ce ia în considerare cu atenție rolul surselor regenerabile ca energie suport. Se crede palmierii că sunt printre cele mai vechi plante cu flori din lume (Redhead 1989). Curmalul (*Phoenix dactylifera*) este una dintre cele mai cultivate specii de palmieri din zonele aride și semiaride ale lumii. În Algeria acest palmier ocupă o suprafață mare din teritoriu, crescătoare, date statistice recente arătând că Algeria are circa 10 milioane de arbori de curmal care produc circa 270 mii tone de fructe pe an (C.D.A.R.S 1996).

Anual o cantitate uriașă de biomasă este generată în timpul prelucrării reziduurilor de palmier. O medie de 210 000 tone de pețiol de palmier, 73 tone de frunze și 52 tone de reziduuri după recoltarea curmalelor sunt produse numai în Algeria. În întreaga lume, sunt produse anual peste 1 200 000 tone de pețiol, 410 000 de frunze și 300 000 de reziduuri după recoltarea curmalelor (Agoudjil ș.a. 2011). Deși aceste resturi agricole conțin celuloză, hemiceluloză, lignină și alți compuși care pot fi utilizați în multiple procese biologice și industriale, acestea sunt arse în ferme, cauzând o amenințare serioasă pentru mediu.

Merită subliniat că Algeria este considerată una dintre cele mai importante regiuni producătoare de ulei de palmier din lume. Prin urmare, nimeni nu a luat considerare fructele de palmier și altă biomasă din această regiune ca surse posibile de energie regenerabilă. Utilizării deșeurilor agricole ca resurse de energie i s-a acordat mai multă atenție în deceniile trecute. De fapt, aceste biomase au diferite avantaje economice și pentru mediu (Lee ș.a. 2007). Rezerve semnificative de energie regenerabilă sub diferite forme nu sunt încă utilizate în această țară. Energia solară și biomasa pot fi printre sursele majore de producție de energie pentru următorii ani. Sunt cunoscute doar câteva publicații despre caracterizarea termică a surselor de biomasă de palmier (Al-Omari 2006; Al-Omari 2009).

Analiza termogravimetrică (TGA) a devenit cea mai des utilizată metodă de caracterizare polimerică. Pentru a determina proprietățile termomecanice și termodielectrice este necesară informația despre stabilitatea termică a materialului. Principalul obiectiv al acestui studiu a fost de a identifica caracteristicile termo-chimice ale biomasei de palmier.

## INTRODUCTION

The widespread availability of biomass, the third among primary energy resources after coal and oil, which is also renewable and potentially neutral in relation to global warming, motivated the extensive research undertaken in the past decade for the industrial development of thermochemical conversion plants (Sami *et al.* 1999; Maniatis 2001). The increasing dependence on imported date, as well as the urgency to reduce greenhouse emissions, are some of the reasons that justify an energy policy that carefully considers the role of renewable sources as energy carriers. Palms are believed to be among the oldest flowering plants in the world (Redhead 1989). Date palm (*Phoenix dactylifera*) is one of the most cultivated palms in the arid and semi-arid regions of the world. In Algeria, date palm, occupies an increasingly large part of the surface area, recent statistics showed that Algeria has about 10 millions palm trees, which produce about 270 thousand tons of dates per year (C.D.A.R.S 1996).

Annually a huge amount of date palm biomass waste is generated while processing date palm fruit. An average of approximately 210.000 tons of date palm petioles, 73.000 tons of leaves and 52.000 tons of bunches are produced in Algeria alone. Worldwide, an estimated over than 1 200.000 tons of petioles, 410.000 tons of leaves and 300.000 tons of bunches are produced annually (Agoudjil *et al.* 2011). Although these agricultural wastes consist of cellulose, hemicelluloses, lignin and other compounds which could be used in many biological and industrial processes, they were burned in farms causing serious threat to environment.

It is worth noted that Algeria is considered one of the main oil producing regions in the world. Therefore, so far none has looked into date palm and other biomass in these regions as potential renewable source of energy. Utilization of agricultural residues as an energy resource has received in the last decades much attention. In fact, these biomasses have various economical and environmental advantages (Lee *et al.* 2007). Significant reserves of renewable energy forms are not yet used in this country. Solar energy and biomass can be among the major sources of energy production for the next years. Only few papers are known about thermal characterization of the date palm (Al-Omari 2006; Al-Omari 2009).

Thermal analysis as Thermogravimetric analysis (TGA) has become the polymer characterization method the most frequently used. The information on the thermic stability of the material is necessary to determine the thermomechanical or thermodielectric properties. The main objective of this research work was to identify the thermo-chemical characteristics data of date palm biomass.

## MATERIALE

Biomasa de palmier a fost obținută local din oaza Tolga (provincia Biskra-Algeria). Au fost investigate diferite reziduuri de palmier (axul central al frunzei (DPR), trunchiul (DPT), pețiolul (LB), resturile de fructe provenite din elagaj (FP) și baza coroanei (zona îngroșată (LP)) (Fig. 1.). Pentru a reduce conținutul de apă aceste reziduuri diferite au fost uscate natural la soare între 5-7 zile. După cernere prin sită, probele având particule între 1 și 2mm au fost alese pentru testele experimentale.

## MATERIALS

Date palm biomass was obtained locally from the Tolga oasis (province of Biskra-Algeria). The different date palm residues (date palm rachis (DPR), date palm trunk (DPT), leaf base (petiole) (LB), fruitstalk prunings (FP) and luff (LP)) were investigated (Fig. 1.). These different residues were naturally dried in the sun during 5 - 7 days in order to reduce water content. After sieving, the samples with particle size between 1 and 2mm were collected for the experimental tests.



**Fig. 1.**

**Surse de biomasa din arbore de palmier (curmal) / Date palm tree:**  
**a –foliole/ leaflets; b –axul central al frunzei/ rachis; c – pețiol/petiole; d – trunchi/ trunk; e – baza coroanei (zona îngroșată)/ luff.**

## ANALIZA TERMICĂ

Analiza termică a unor reziduuri diferite de palmier au fost supuse la diferite scanări calorimetrice (DSC) și analizate termogravimetric. Măsurătorile DSC și analiza TGA au fost realizate folosind un aparat STA 409 PC Luxx® în condiții dinamice între 25°C și 600°C, la o rată de încălzire constantă de 10°C/min la presiune atmosferică. Au fost analizate mase ale probelor de 5mg la 20mg. Probele au fost plasate într-o cupă mică din aluminiu agățată de o microbalanță (balanță de precizie foarte mare).

## THERMAL ANALYSIS

Thermal analyses of different date palm residues were conducted by differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA). DSC measurements and TGA analysis were performed by using a STA 409 PC Luxx® in dynamic conditions between 25°C and 600°C at a constant heating rate 10°C/min under an air atmosphere. 5mg to 20mg masses of sample were analyzed. The sample was placed in a little cup made of aluminium hanging from a microbalance.

### Analiza Termo-Gravimetrică (TGA)

De la temperatura camerei până la 110°C, diagramele TGA (Fig. 2.) prezintă pierderea de masă datorată eliminării apei libere. Faza de degradare a probelor din diferite materiale au fost observate între 200°C și 550°C. Pețiolul a avut o cantitate de apă liberă mai mare decât cea a fructelor provenite din elagaj, a bazei coroanei, a trunchiului și a axului central al frunzei. După măsurare în ATG (de la temperatura camerei la 110°C) procentul de apă liberă pentru fiecare mostră, prezentat în Fig. 2., reprezintă curbele TGA ale diferitelor probe de palmier.

### Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

From a room temperature until 110°C, the TG thermograms (Fig. 2.) present the loss of mass due to the departure of free water. The phases of degradation of different sample materials were observed between 200°C and 550°C. The petiole has a high quantity of free water than those of fruitstalk prunings, liff, date palm trunk and date palm rachis. The percentage of free water for each specimen after the measure in ATG (from a room temperature to 100°C) is given by Fig. 2. represent the TGA curves of different palm samples.

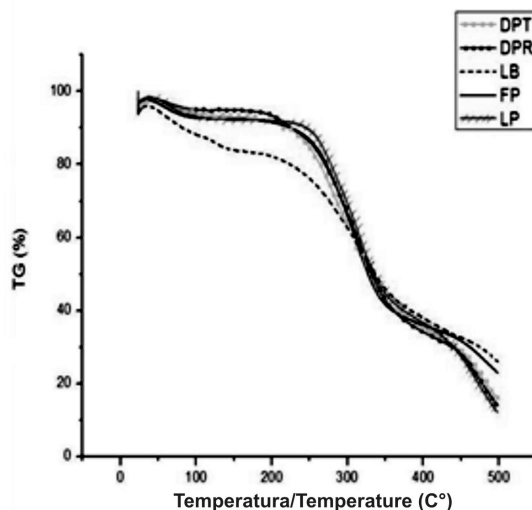


Fig. 2.

*Curbele TGA ale diferitelor reziduuri de palmier / TGA of different residues.*

După cum se observă în Fig. 2. prima pierdere de masă, între 50 și 110°C, corespunde căldurii de evaporare a apei din probă. În lemn apa se prezintă sub trei forme: apa liberă, apa legată și apa din compoziția moleculară. Apa liberă se evaporă fără aport de energie, în timp ce apa legată și cea din compoziția moleculară formează legături chimice cu compușii peretelui celular (Sales 1979). Conform datelor din literatură, nu există o degradare până la 160°C (Wielage 1999). Peste această valoare stabilitatea termică scade treptat, iar descompunerea termică îi ia locul.

Analiza termo-gravimetrică a cinci probe a indicat că pierderea de masă inițială a început de la 210°C la 265°C. S-a observat că ratele maxime de descompunere au apărut la circa 271, 292, 309, 299 și 295°C pentru LB, DPT, LP, DPR și respectiv FP. Aceste valori sunt în aceeași ordine de magnitudine cu rezultatele obținute de El may (2012). La sfârșitul oxidării masa reziduală de LB a fost 16,08% din masa inițială, care este mai mare decât cenușa obținută pentru DPT (5.77%), LP (2.23%), DPR (4.04%) și FP (12.05%). Ar trebui menționat că un

As seen in Fig. 2., the first weight loss between 50 and 110°C corresponds to the heat of vaporization of water in the sample. The water in the wood presents in three forms: the free water, the linked water, and the water of constitution. The free water evaporates without energy contribution whilst the linked water and the water of constitution form the chemical bounds with the constituents of the wood wall (Sales 1979). According to the literature, there is no degradation up to 160°C (Wielage 1999). Above this, thermal stability gradually decreases, and decomposition takes place.

The thermogravimetric analysis of five samples indicated that the initial weight loss started for both samples from 210°C to 265°C. It is noted that the maximum of decomposition rates occur at about 271, 292, 309, 299 and 295°C for LB, DPT, LP, DPR and FP, respectively. These values are in the same order of magnitude as the results obtained by El may (2012). At the end of oxidation, residual mass of LB is about 16.08% of the initial mass which is higher than the ash obtained for DPT (5.77%), LP (2.23%), DPR (4.04%) and for FP (12.05%). It

combustibil cu un procent mare de cenușă în componența sa prezintă o temperatură inițială de degradare mai scăzută (Mansaray ș.a. 1998).

#### Analiza calorimetrică cu scanare diferențială (DSC)

Stabilitatea termică a probelor de palmier caracterizate prin DSC sunt prezentate în Fig. 3. O reacție endotermă puternică s-a observat la variația temperaturii de la temperatura camerei la 110°C, la toate probele de palmier analizate (DPR, DPT, LB, FP și LP) și a indicat prezența moleculelor de apă în fibre.

În general, descompunerea începe pentru fibrele lemnoase (celuloză, hemiceluloze și lignină) la temperaturi între 200°C și 360°C (Lee 2006). Prin urmare, următoarele vârfuri endoterme, care au fost mai mari de 200°C, indică temperaturi de descompunere ale fibrelor lignocelulozice.

should be noted that a fuel with a higher percentage of ash in its composition, presents a lower initial temperature of degradation (Mansaray *et al.* 1998).

#### Differential Scanning Calorimetry (DSC) analysis

The thermal stability palm samples characterized by DSC are shown in Fig. 3. A broad endotherm observed in the temperature range from room temperature to 110°C in different palm samples (DPR, DPT, LB, FP and LP) for all species indicates the presence of water molecules in the fibers.

Generally, decomposition starts for wood fiber (cellulose, hemicelluloses and lignin) at temperatures around 200°C to 360°C (Lee 2006). Therefore, the second endothermic peaks, which were higher than 200°C, indicate the decomposition temperatures of the lignocellulosic fibers.

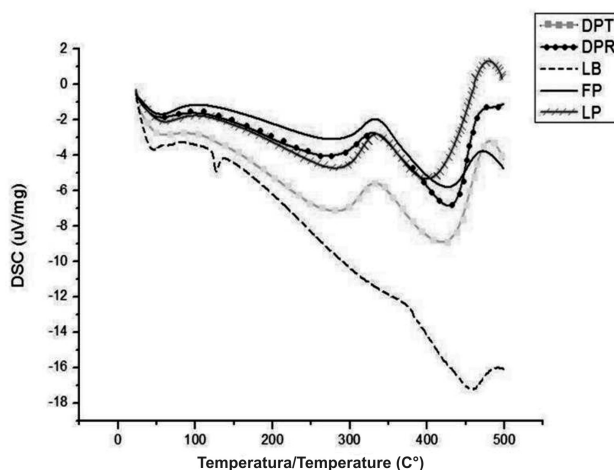


Fig. 3.

Analiza DSC a diferitelor reziduuri de palmier / DSC of different residues.

#### CONCLUZII ȘI PERSPECTIVE

Rezultatele obținute prin analiza TGA ne dau informații esențiale. În primul rând, pețiolul este cel mai umed dintre cele cinci tipuri de probe (DPR, DPT, LB, FP și LP) studiate. În al doilea rând, această probă (pețiolul) începe să se degradeze la o temperatură mai scăzută decât la celelalte probe, respectiv 125°C. De menționat faptul că zona de stabilitate termică este limitată de temperatura de descompunere începând cu principalii compuși ai materialelor utilizate.

Procesul de degradare a diferitelor probe de palmier (DPR, DPT, LB, FP și LP) pot fi astfel rezumate. După eliminarea apei libere, degradarea principalilor compuși lignocelulozici începe la 125°C și prezintă, în general, două sau trei stadii. Xilanul din hemiceluloze se degradează primul iar produșii descompunerii sale pot activa degradarea unei părți din lignină. La temperaturi peste 250°C o mare parte din materialul lignocelulozic se desface în produse

#### CONCLUSION AND PERSPECTIVE

In TGA, the observed results give us two essential informations. Firstly, the petiole is the most moisturized wood amongst the five samples (DPR, DPT, LB, FP and LP) studied. Secondly, this sample (petiole) begins to degrade at 125°C which is a lower temperature than those of the rest samples. It is noticed that the thermal zone of stability is limited by the temperature of the decomposition beginning of the main constituents of the materials.

The degradation process of the different residues of date (DPR, DPT, LB, FP and LP) can be then summarized. After the departure of the free water, the degradation of the main constituents lignocellulosic begins at 125°C and presents two or three stages in general. The xylane of the hemicelluloses degrades firstly and the products of its decomposition may activate the degradation of one part of the lignin. At the temperatures above 250°C the great part of the material lignocellulosic is

volatile. Degradarea constă în două stadii: între 250°C și 350°C se datorează suprapunerii degradării ligninei și hemicelulozelor. Pentru temperaturi mai mari de 350°C, degradarea celulozei se suprapune peste descompunerea ligninei și se stabilizează la circa 425°C (Jieheng 2004; Hafsi ș.a. 2007).

În această lucrare am determinat zonele de stabilitate termică a cinci tipuri de reziduuri de palmier (DPR, DPT, LB, FP și LP). Cunoașterea acestor limite de temperaturi nu ne-au permis să realizăm determinarea proprietăților termo-mecanice ale pețiolului, trunchiului, axului central al frunzei, fructelor provenite din elagaj (FP) și bazei coroanei. Relațiile între structura și proprietățile acestei biomase din Algeria vor fi definite în studii viitoare.

broken down into volatile products. The degradation consists of two stages: between 250°C and 350°C is due to the superposition of the lignin and the hemicellulose degradations. For the temperatures higher than 350°C, the deterioration of the cellulose overlaps with the decomposition of the lignin and stabilizes around 425°C (Jieheng 2004; Hafsi *et al.* 2007).

In this work, we have determined the thermal stability zones of five residues date palm (DPR, DPT, LB, FP and LP). Knowledge of these temperature ranges enables us to carry out the determination of thermo-mecanical properties of petiole, trunk, rachis, fruitstalk prunings (FP) and liff. The relationship between structure and properties of this Algerian biomass will be defined.

## BIBLIOGRAFIE / REFERENCES

Agoudjil B, Benchabane A, Boudenne A, Ibos L, Fois M (2011) Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood. *Energy and Buildings* 43:491–497.

Al-Omari SAB (2006) Experimental investigation on the combustion and heat transfer characteristics in a furnace with unconventional biomass fuels (date stones and palm stalks). *Energy Conversion and Management* 47:778-90.

Al-Omari SAB (2009) Evaluation of the biomass “date stones” as a fuel in furnaces: a comparison with coal combustion. *International Communications in Heat and Mass Transfer* 36:956 – 61.

C.D.A.R.S (1996) Le Patrimoine Phoenicicole National, Potentiel et Diversité. Stage de Perfectionnement sur la Phoeniculture, INFSAS Ouargla.

El may Y, Jeguirim M, Dorge S, Trouvé G, Siad R (2012) Study on the thermal behavior of different date palm residues: Characterization and devolatilization kinetics under inert and oxidative atmospheres. *Energy* 44:702-709.

Hafsi S, Benbouzid M (2007) Slow and Flash Pyrolysis of Eucalyptus globulus Wood Research of applied Sciences 2:810- 814.

Jieheng G (2004) Pyrolysis of wood powder and gasification of wood-derived char. Technische Universiteit Eindhoven pp. 170.

Lee SY, Doh GH, Kangl A (2006) Thermal behavior of hwangto and wood flour reinforced high density polyethylene (HDPE) composites. *Mokchae Konghak* 34:59-66.

Lee S, Speight JG, Loyalka SK (2007) Handbook of alternative fuel technologies. CRC Press, Taylor & Francis Group, LLC.

Maniatis K (2001) Progress in biomass gasification: An overview. In *Progress in Thermochemical Biomass Conversion*.

Mansaray KG, Ghaly AE (1998) Thermal degradation of rice husks in nitrogen. *Bioresource Technology* 65:13-20.

Redhead J (1989) Utilization of tropical foods: trees. In: *FAO food and nutrition paper No 47:3*. FAO, Rome, pp. 52.

Sales C (1979) Le séchage des bois tropicaux, *Revue Bois et forêt des Tropiques* 184:61-71.

Sami M, Annamalai K (1999) The sedimentation velocity of dilute suspensions of nearly monosized spheres. *Energy Combust Sci. Int. J. Multiphase Flow* 25:559-574.

Wielage B, Lampke T, Mark G, Nestler K, Starke D (1999) Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibers and polypropylene. *Thermochim Acta* 337:169-177.