

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET  
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERRI TIZI-OUZOU  
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION  
DEPARTEMENT D'ARCHITECTURE



## **MEMOIRE**

En vue de l'obtention du diplôme de  
Master en Architecture  
Option : Architecture bioclimatique.

SUR LE THEME :

**MATERIAUX COMPOSITES A BASE DE DECHETS  
VEGETAUX :**  
**Élaboration, caractérisation et propriétés thermiques**

Présenté par :  
M<sup>me</sup> Kerbiche Chahrazed née Cerbah

Encadrée par :  
M<sup>me</sup> Manel Hannachi  
M<sup>r</sup> Mustapha Nechiche

Soutenu le 27/06/2019

# RESUME

L'évolution de la technologie et des exigences du monde actuel impose aux architectes et ingénieurs la conception d'œuvres plus imposantes et plus durables en plus d'être économiques. De plus, la prise de conscience concernant la nécessité de concevoir en respectant les politiques de développement durable et de protection de l'environnement pousse l'homme à chercher des solutions au recours abusif aux ressources fossiles, cause principale de la détérioration de certains milieux écologiques et du réchauffement climatique. Ce dernier phénomène trouve également l'une de ses causes dans la surconsommation en énergie dans l'habitat –en hiver par le chauffage des locaux et en été par la climatisation. De plus, du fait de la vocation « artistique » et « innovatrice » propre à l'architecte, nous nous retrouvons à imaginer des matériaux répondant aux exigences techniques requises pour les matériaux destinés au secteur de l'habitat, qui atténuent le mieux les soucis de nuire à l'environnement et qui présentent un intérêt particulier pour notre région.

Ces trois préoccupations se traduisent par la nécessité d'élaborer des matériaux, à la fois résistants et légers pour pouvoir rentrer dans les constructions ; suffisamment isolants pour minimiser les pertes de chaleur en hiver et conserver au mieux l'ambiance intérieure en été (minimiser l'énergie consommée par la climatisation) ; présentant un bon comportement au feu et au vieillissement hygrothermique ; à faible coût de revient et « respectueux de l'environnement », soit par sa nature recyclable, biodégradable ou non nocif pour l'atmosphère. Ces critères ont dicté notre choix de matériau : un composite à matrice polymère et renforts de déchets végétaux.

Une étude bibliographique nous a permis de constater que parmi les matrices les plus intéressantes, d'un point de vue compatibilité chimique, pour de tels matériaux figure le Polyuréthane (PU). Ce polymère présente l'avantage supplémentaire de se présenter sous forme de résine polymérisable permettant une élaboration très aisée (simple moulage). Les farines de grignons d'olives (GO), principalement les noyaux, déchets végétaux non exploités au niveau des huileries de Kabylie, peuvent constituer des renforts végétaux pour ce matériau.

Dans ce travail, nous nous proposons d'élaborer des composites à base de PU et de farine de GO et de les étudier pour les situer par rapport aux exigences citées plus haut. A cet effet, ces matériaux sont facilement élaborés au laboratoire Sciences des matériaux de l'Université Mouloud MAMMERI et il est fait appel à des techniques de caractérisation mécanique, structurale et physico-chimique.

Ce mémoire, reprenant l'essentiel du travail réalisé, est structuré comme suit :

- Une partie bibliographique permettant de bien situer et décrire le problème tout en définissant l'objectif est à l'entame du manuscrit. Elle est divisée en trois chapitres dans lesquels les matériaux composites, les performances énergétiques et les propriétés sont successivement traitées.
- Une partie dédiée au travail expérimental qui commence par la description des matières premières et des procédures expérimentales, d'élaboration et techniques de

caractérisation. Cette partie regroupe naturellement les principaux résultats expérimentaux à savoir les résultats de caractérisation mécanique, physique (d'isolation thermique), structurale (IRTF) et microstructurale (MEB) ainsi que physico-chimique (absorption d'eau et inflammabilité) et les interprétations qui en découlent.

- Une conclusion générale récapitulant l'ensemble des résultats obtenus et des perspectives, à titre indicatif, clôturent ce manuscrit.

## REMERCIEMENTS

Louange à Dieu le tout puissant de m'avoir donné santé, patience et courage tout au long de ce travail.

Je tiens à remercier avant tous Mme Bourbia enseignante au département Agronomie à l'Université Mouloud Mammeri TiziOuzou qui m'a mise en contact avec mes encadreurs.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mes encadreurs, Madame Hannachi Manel et Monsieur Nechiche Mustapha pour m'avoir accueilli dans leur équipe et m'avoir épaulé dans la réalisation de ce mémoire.

Je tiens également à remercier les personnes qui ont accepté de juger mon travail : Madame Boutiba Aldjia enseignante à l'Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury.

Madame Allioua et Monsieur Kacimi enseignants à l'Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou pour avoir consenti à examiner ce manuscrit.

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de :

Aux responsables du laboratoire « Science des matériaux » de l'Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, pour m'avoir ouvert les portes de leurs laboratoire et ont contribué au bon déroulement de ce travail, en particulier Monsieur AZEM, pour sa disponibilité et ses précieux conseils.

Monsieur Mezian Makhlof responsable du laboratoire thermique au niveau du Centre National d'Etude et de Recherche Intégré du bâtiment, « C.N.E.R.I.B ». de son aide précieuse pour la caractérisation thermique de notre matériaux.

Madame Touati Zahra ingénieur de laboratoire de recherche en chimie appliqué université Tizi Ouzou, pour les essais IRTF, ainsi que sa convivialité et son aide précieuse.

Monsieur Kechidi Arezki ingénieur du laboratoire chimie organique université Tizi Ouzou pour la détermination des températures de fusion.

Je remercie ma tante « Rosa » de m'avoir procuré la matière pour la réalisation de ce travail. Ainsi que pour son soutien moral tout au long de cette épreuve.

Tous les membres de ma famille et belle famille, ma mère en particulier, pour son aide, son encouragement et son soutien infailible. Merci d'être toujours là pour moi « **YEMMA THA3ZIZTH** » quel que soit les circonstances.

Je finirai en remerciement les personnes sans qui je ne serais pas là aujourd'hui et qui me supportent au quotidien, je pense bien évidemment à ma petite famille. Votre amour et votre confiance en moi me permettent de me surpasser chaque jour un peu plus. Mention spéciale à A mon très cher mari « Farid », qui m'a toujours soutenu et conforté dans mes choix, qui a su m'encourager et me supporter durant mes moments de faiblesse et de lassitude. Mais tu sais chez nous y'a des choses qu'on ne dit pas ☺

CHAHRA.

# DÉDICACES

JE SOUHAITE DÉDIER CE MANUSCRIT À  
MON PÈRE, J'ESPÈRE QUE CE TRAVAIL TE  
REND FIER DE LÀ OU TU ES.

A MA RAISON D'EXISTER, À MA SOURCE  
D'ÉNERGIE, MES DEUX ENFANTS DASSINE ET  
SYPHAX.

## Sommaire

REMERCIEMENTS .....	1
Liste des figures.....	6
Liste des tableaux .....	8
Liste des abréviations .....	9
Introduction générale.....	11
1. Problématique générale .....	13
Enjeux environnementaux .....	13
✓ La problématique des déchets .....	14
❖ L'économie circulaire.....	14
Choix des matériaux et leurs impacts sur l'environnement.....	14
2. Hypothèses de l'étude .....	15
3. Objectifs et limites de l'études .....	15
4. Méthodologie de recherche et structure du mémoire .....	15
Chapitre introductif : .....	16
Chapitre I : « Efficacité énergétique des bâtiments : Isolation thermique ».....	16
Chapitre II : « Matériaux composites pour la construction et la performance énergétique ».....	16
Chapitre III : « Matériaux et techniques expérimentales ».....	16
Chapitre IV : « Résultats et discussion ».....	17
Structure du mémoire .....	17
<b>Chapitre I : « Efficacité énergétique des bâtiments : Isolation thermique ».</b> ....	19
Introduction .....	19
I-1. Généralité sur la thermique.....	19
I-1.1. Les performances thermiques des matériaux.....	19
I-2. Confort thermique.....	20
I-2.1. Conception bioclimatique .....	21
I-2.2. L'enveloppe thermique d'une construction .....	23
I-2.3. Evolution historique de l'enveloppe .....	23
I-3. L'isolation thermique.....	24
I-3.1 Isolation des parois .....	24
I-3.2 Familles d'isolants thermiques .....	25
<b>Chapitre II : « Matériaux composites pour la construction et la performance énergétique ».</b> 19	
Introduction .....	28
II-1. Les matériaux composites .....	28
II-2. Les composites : des matériaux d'avenir.....	28

II-3. La structure des composites : renfort et matrice.....	29
II-3.1. Matrice.....	29
II-3.1.1. Classification des types de matrices .....	29
II-3.2. Renfort.....	31
II-3.2.1. Classification des types de renforts .....	31
II-3.2.2. Géométrie des renforts .....	31
II-4. L'interphase.....	32
II-4.1. Les charges .....	32
II-4.2. Les additifs .....	33
II-5. Cas d'étude.....	33
II-5.1. Les polyuréthanes.....	33
II-5.2. GRIGNON D'OLIVE .....	34
II-5.2.1. L'olivier et l'environnement.....	34
II-5.2.2. Définition du Grignon d'olive.....	35
II-5.2.3. Type des grignons d'olive .....	35
II-5.2.4. Le grignon comme ingrédient des matériaux de construction .....	35
II-6. Revue littéraire sur les traitements de la farine de bois.....	36
II-6.1. Traitement de la farine de grignon d'olive.....	36
II-6.1.1. Article de synthèse de traitement chimique par NAOH.....	37
II-6.1.2. Retardateur de flamme .....	39
<b>Chapitre III : « Matériaux et techniques expérimentales ».....</b>	<b>19</b>
III.1. Matériaux utilisés .....	43
III.1.1. le polyuréthane .....	43
III.1.2. Farine du grignon d'olive .....	43
III.1.3. Produits chimiques .....	44
III. 2. Techniques expérimentales .....	44
III.2.1. La modification chimique de la farine de grignon d'olive .....	44
III.2.1.1. Modification chimique des particules de grignon d'olive par la mercerisation (NaOH) .....	44
III.2.2. Elaboration des composites PUR/ farine de grignon d'olive .....	45
III.2.2.1. Préparation des mélanges .....	45
III-3. Technique de caractérisation.....	45
III-3.2. Propriétés mécaniques.....	46
• Test de traction .....	46
• Essai de compression : .....	49
III-3.3. Propriétés thermiques.....	49

III-3.3.2. Coefficient de conductivité thermique .....	49
III-3.4. Propriétés physiques .....	50
III-3.4.1. Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	50
III-3.4.2. Test d'absorption d'eau.....	51
<b>Chapitre IV: « Resultats et discussion ».....</b>	<b>54</b>
IV.1. Caractérisation par microscopie électronique à balayage .....	53
IV.1.1. Etude de l'interface des composite PU-50% particules GO non traitées .....	53
IV.1.2. Effet du traitement chimique au NaOH des composites à 50%GO.....	53
IV.1.3. Etude du faciès de rupture des composite PU-50% particules GO non traitées.....	54
IV.1.2. Effet du traitement chimique au NaOH des composites à 50%GO.....	54
IV.2. Caractérisation mécanique .....	54
IV.2.1. Effet du taux de charge sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50%GO. ....	54
IV.2.2. Effet du taux de charge sur l'évolution du module de Young des composites à 30 et 50%GO .....	55
IV.2.3. Effet du traitement chimique au NaOH sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50%GO.....	56
IV.2.4. Effet du traitement au NaOH sur l'évolution du module de Young des composites à 30 et 50%GO.....	57
IV.3. Propriétés thermiques.....	58
IV.3.1 Coefficient de conductivité thermique .....	58
IV.3.2. Effet du taux de charge sur la résistance thermique des composites à 30 et 50%GO.....	59
IV.3.3. Effet du traitement au NaOH sur la résistance thermique des composites à 30 et 50%GO. ....	60
IV.4.1. Caractérisation de la farine.....	61
de grignon d'olive traitée et non traitée.....	61
IV.4.2. Analyse spectrale des composites PU-GO (traité et non traité) .....	62
IV.5. Test d'absorption d'eau.....	64
IV.5.1. Effet du taux de charge sur l'absorption d'eau des composites à 30 et 50%GO.....	64
IV.5.2. Effet du traitement chimique au NaOH sur l'absorption d'eau des composites à 30 et 50%GO.....	65
IV.6. Test d'inflammabilité.....	67
IV.6.1. Effet du taux de charge sur l'inflammabilité des composites à 30 et 50%GO.....	67
IV. 7. Conclusion.....	67
Conclusion générale .....	69

## Liste des figures

Fig 01. Emissions de CO<sub>2</sub> par secteur dans le monde.

Fig 02. Utilisation considérable des systèmes de climatisation.

Fig 03. Consommation d'énergie finale dans le secteur résidentiel et tertiaire en Mtep\*.

Fig 04. Structure du manuscrit.

FigI.1. La conductivité thermique de divers matériaux.

Fig I.2. Confort thermique.

Fig I.3. La triple règle du bioclimatisme.

FigI.4. Consommation énergétique en fonction de la compacité.

Fig I.5. Organisation des espaces.

FigI.6. Echange thermique dans le bâtiment.

Fig II.1. Le torchis.

FigII.2. Type de matrices.

Fig II.3. Type de renforts.

Fig II.4. Type de renfort.

Fig II.5. Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène en phase humide et sèche.

Fig II.6. Triangle du feu.

FigIII.1. Résine Polyuréthane 78.

Fig III.2. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527.

FIG III.3. Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.

Fig III.4. Courbe de traction type des plastiques.

FigIII.5. Machine de traction Iber Test.

FigIII.6. Spectrophotomètre infrarouge à transforme de fourrier.

Fig IV.1. Images du microscope électronique à balayage des composites.

Fig.IV.2. Images du microscope électronique à balayage des faciès de rupture des composites 50% GO.

Fig IV.3. Contrainte déformation suivant le taux de charge en GO non traité.

Fig IV.4. Evolution du module de Young en fonction du taux de charge et du traitement des particules de GO.

Fig. IV.5. Effet du traitement des particules de GO au NaOH sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50% GO traitées.

Fig IV.6. Evolution du module de Young en fonction de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.

Fig. IV.7. Evolution de la résistance thermique des composites renforcés de GO non traité.

Fig IV.8. Evolution de la résistance thermique des composites en fonction du traitement au NaOH.

Fig IV.9. Evolution de la résistance thermique des composites en fonction de l'ajout de la charge inerte  $\text{CaCO}_3$ .

Fig. IV.10. Spectres IRTF superposés de la farine GO traitée et non traitée.

Fig. IV.11. Spectres IRTF des échantillons PU vierge, PU-30% GO traité et PU-30% GO non traité.

Fig IV.12. Spectres IRTF des échantillons PU vierge, PU-30% GO non traité +10%  $\text{CaCO}_3$ .

Fig V.13. Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU/GO non traité en fonction du temps.

Fig V. 14. Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU-30% GO traité en fonction du temps.

Fig. V.15. Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU-50% GO traité en fonction du temps.

Fig V.16. Evolution du temps d'inflammabilité en fonction du taux de charges.

FIG IV.17. Evolution du temps d'inflammabilité des éprouvettes (30%) en fonction du traitement (NaOH et  $\text{CaCO}_3$ ).

## Liste des tableaux

Tableau II.1. Température et enthalpies de décomposition des carbonates alcalino-terreux

Tableau III.1. Propriétés chimique  $\text{CaCO}_3$ .

Tableau III.2. Propriétés chimique  $\text{NaOH}$ .

Tableau III.3. Récapitulatif des éprouvettes élaborées.

Tableau III.4. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527.

Tableau IV.1. Coefficients de conductivité et résistance thermiques des différents matériaux.

Tableau IV.2 : Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosique.

## Liste des abréviations

PU :Polyuréthane.

GO : grignon d'olive.

CaCO<sub>3</sub> : Carbonate de Calcium.

NaOH : L'hydroxyde de sodium.

IRTF : Infrarouge à Transformer de Fourier.

---

**CHAPITRE**  
**INTRODUCTIF**

---

## Introduction générale

**B.** Givoni a écrit: « La relation de l'architecture avec l'environnement est à l'ordre du jour ; elle concerne l'impact écologique et visuel mais aussi les échanges entre le climat et les ambiances intérieures. Cet aspect a été particulièrement négligé ces dernières années mais il est devenu en raison de crise de l'énergie un des principaux thèmes de recherches en matière d'architecture »<sup>1</sup>



La standardisation tend à éloigner l'architecture de son environnement mais face à la demande mondiale croissante en énergie, à la nécessité de trouver une alternative aux ressources naturelles qui s'épuisent, à la pollution liée au développement industriel et au réchauffement climatique, un nouvel objectif destiné à répondre aux enjeux environnementaux et planétaires est d'actualités.

Cet objectif concerne l'ensemble des fabrications humaines tous secteurs confondus, mais implique particulièrement celui de la construction de l'établissement humain qui consomme à lui seul 40% de l'énergie finale et émet près de 30% des gaz à effet de serre.<sup>2</sup>

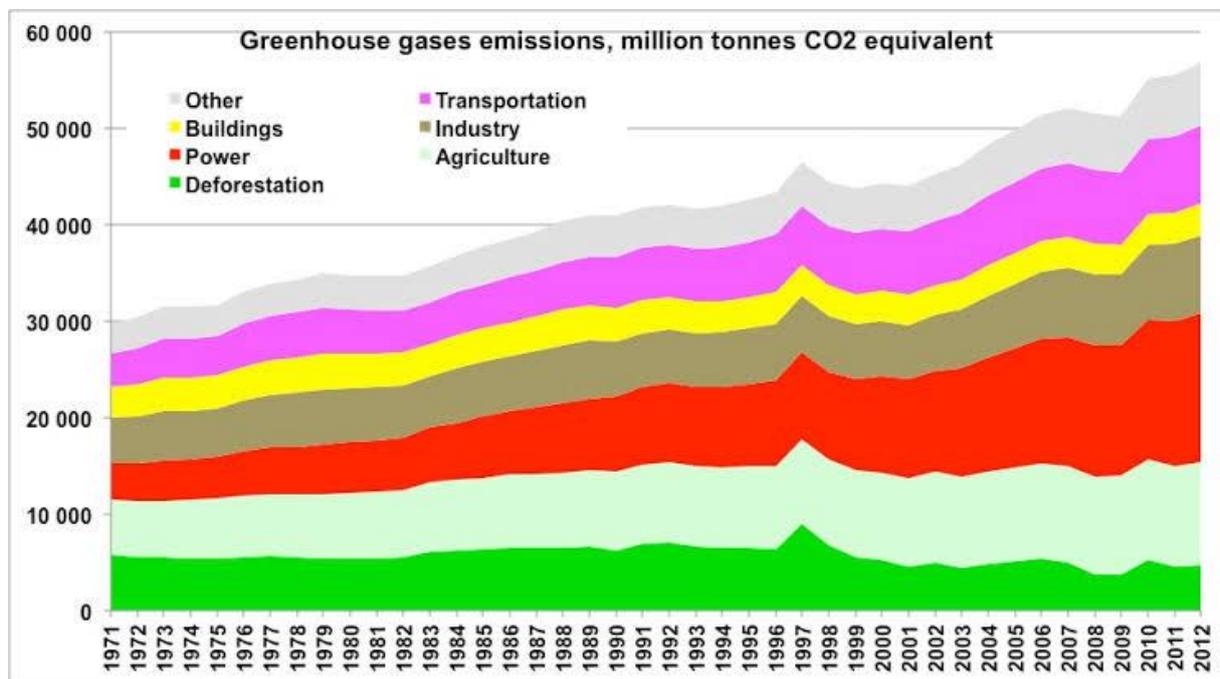


Fig. 01. Emissions de CO2 par secteur dans le monde.

<sup>1</sup>B. Givoni, *l'homme l'architecture et le climat*. Paris: le moniteur, (1978).

<sup>2</sup>N. Hoyet, *Matériaux et architecture durable*. Paris: DUNOD, (2013).

En effet, l'enveloppe du bâtiment assure des échanges entre les climats intérieurs et extérieurs. Ces échanges se traduisent par des pertes de chaleurs à travers différentes surfaces exposées impliquant ainsi la facture énergétique.



Fig. 02. Utilisation considérable des systèmes de climatisation.  
Source : site web

L'objectif ultime étant d'assurer un confort thermique, la conception constructive s'applique avec intérêt à la nature des matériaux constituant l'enveloppe du bâtiment. Ainsi l'utilisation des matériaux plus fidèles à l'environnement et moins énergivores est devenue une vraie politique écologique.

Beaucoup de ressources végétales produites par le sol Algérien, peuvent être une réponse à cette problématique. Le grignon d'olive est l'une des substances végétales rejetées en quantités importantes par les huileries. Il est considéré comme l'un des déchets provoquant des désagréments majeurs pour l'environnement.

Dans le cadre de notre travail nous allons essayer de valoriser ce déchet sous forme d'un matériau composite à matrice polymère pour l'élaboration d'un isolant qui contribuera à réduire les échanges thermiques des habitations. A cet effet, des travaux récents et nombreux réalisés dans le cadre de la préparation de mémoires de magister (M. Dahli\* et R. Toubal 3 Samia.Djadouf; Abdelhamid.Tahakourt; Nacer.Chelouah; Djoudi.Merabet 4...), montrent et mettent l'accent sur l'intérêt de valoriser le grignon d'olive, et de l'utiliser dans les matériaux de construction.

---

<sup>3</sup> Dans son mémoire de magister intitulé «Valorisation de l'architecture villageoise en Kabylie pour un développement durable.» soutenu à l'université de Tizi-Ouzou, il estime que l'économie d'énergie dans le bâtiment peut être accomplie à travers l'utilisation d'éléments isolants thermiques à base de la valorisation de déchets issus de l'industrie de transformation de l'olive qui est le grignon d'olive, ainsi que de papier-carton (cellulose).

<sup>4</sup>Dans son article publié en 10/10/2010, Samia Djaouf et al ont analysé dans leur étude qui s'intègre dans la politique générale de l'économie d'énergie et de la protection de l'environnement. l'influence de l'ajout de deux résidus organiques sur la brique de terre cuite. Le grignon d'olive et le foin. La capacité d'isolation de la brique augmente avec l'augmentation de sa porosité. Les additions de résidus organiques se sont avérées efficaces pour former des pores tout en maintenant les propriétés mécaniques dans les limites des normes algériennes.

# 1. Problématique générale

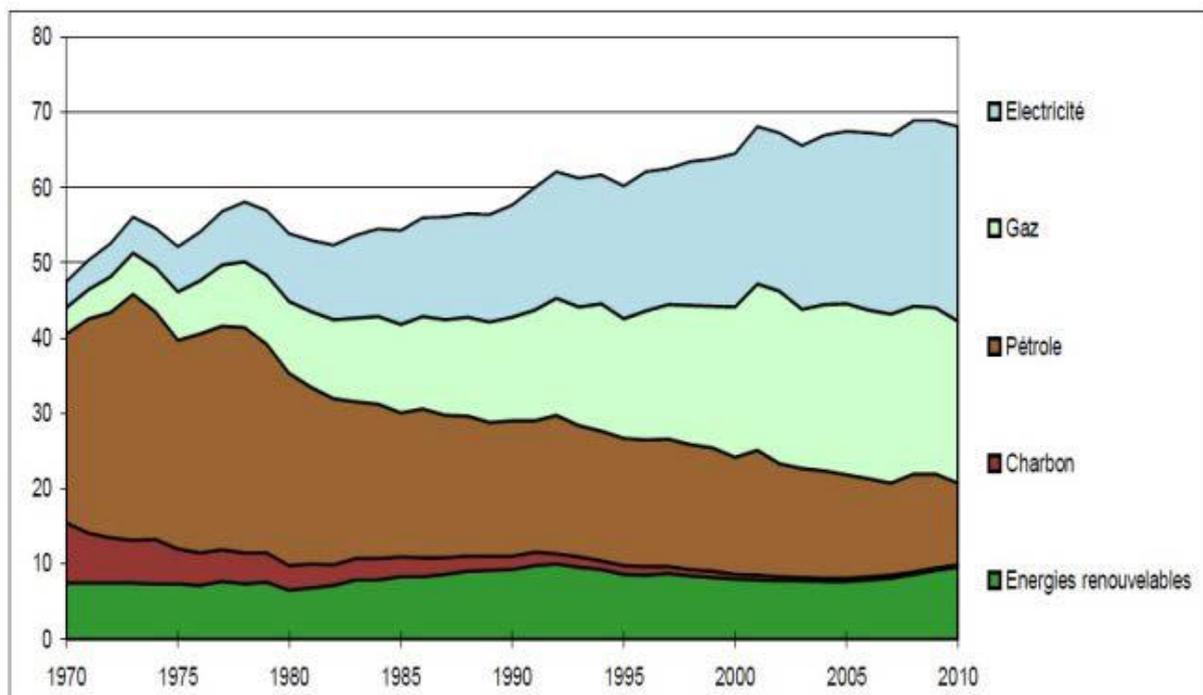
## Enjeux environnementaux

- ✓ **Problématique de l'énergie** : Un bâtiment est considéré comme absolument durable, lorsque son empreinte environnementale annuelle est moindre que sa charge sur la planète<sup>5</sup>

Ces dernières années différents acteurs – économistes, scientifiques, ingénieurs et politiciens- cherchent des solutions afin de réduire l'émission de gaz à effet de serre, pour ne pas dépasser 2°C de réchauffement climatique. Un ensemble de mesures et d'actions sont entreprises selon les secteurs d'activités et les zones géographiques concernés.

Le secteur résidentiel est connu comme étant l'une des sources principales de pollution atmosphérique de par le monde. Aussi bien par la production de matériaux de constructions que les consommations énergétiques des bâtiments en phase d'exploitation ( chauffage, ventilation et climatisation ) [ United Nations environnement programme 2009 ].

Dans le but d'analyser l'influence environnementale d'un édifice, les critères de consommation d'énergie ne sont plus les seuls qui prévalent, dorénavant l'énergie grise des bâtiments tout au long de leur cycle de vie est de plus en plus prise en compte. L'impact du type des matériaux employés devient alors prépondérant.



Source : SOeS, bilan de l'énergie 2010

Fig. 03. Consommation d'énergie finale dans le secteur résidentiel et tertiaire en Mtep\*.

<sup>5</sup>Nykaer. *The absolute environmental performance of buildings. Building and environment.* (2017).

✓

## ✓ **L'épuisement des ressources naturelles**

Une autre problématique, la gestion des ressources naturelles épuisables, en effet le secteur de la construction utilise jusqu'à 31% des de ressources naturelles tel que le sable, les granulats et des matériaux issus du pétrole. L'exploitation des matériaux issus de ressources agricoles renouvelables, peu transformées, recyclables, biodégradable et disponible localement et une alternative forte intéressantes aux défis présents et à venir.

## ✓ **La problématique des déchets**

La gestion des déchets et non exclusif, non rival et une responsabilité publique, l'élimination des déchets est indispensable pour la santé publique et la protection de l'environnement.

L'urbanisation rapide et sauvage des pays d'Afrique a causé la détérioration de l'environnement. L'une de ses conséquences les plus inquiétantes dans le monde en développement, et particulièrement en Afrique, réside d'ailleurs dans les problèmes de gestion des déchets solides, liquides et toxiques<sup>6</sup>.

En Algérie, de fortes pression sur l'environnement ont été enregistrées ; notamment dans le domaine de service des déchets, leurs traitement dans le but de valorisation et un moyen de compenser l'épuisement des ressources et les dégradations liées à leur exploitation.

## ❖ **L'économie circulaire**

L'économie circulaire aborde la problématique du développement durable sous l'angle habituelle, de création de bénéfices par la combinaison d'une meilleure efficacité énergétique et une utilisation rationnelle des matières premières.

L'économie circulaire privilégie autant que possible l'utilisation de matériaux renouvelable<sup>7</sup>, ainsi, l'emploi de matières premières végétales à croissances annuelle participe à la mise en place d'un système d'économie circulaire.

## **Choix des matériaux et leurs impacts sur l'environnement**

Un bâtiment est conçu pour protéger les usagers des effets climatiques (chaud, froid) en créant un microclimat intérieur satisfaisant pour l'exercice de diverses activités, tout en assurant une gestion efficace de l'énergie.

Le bilan énergétique d'un bâtiment varie selon la performance de son enveloppe extérieure. Une bonne isolation thermique des murs extérieurs avec des matériaux adéquats, une épaisseur correcte et une bonne mise en œuvre permet de réduire la consommation énergétique pour le chauffage et le rafraîchissement du bâtiment. Selon Schiavoni<sup>8</sup>,

<sup>6</sup> B. Djemaci. *La gestion des déchets municipaux en Algérie : Analyse prospective éléments d'efficacité*. Université de Rouen. (2012)

<sup>7</sup> P. Ghisellini. *A review on circular economy : the expected transition to a balanced interplay of environmental and economic systems*. *Journal of Cleaner Production*(114), pp. 11-32. (2016).

<sup>8</sup> Schiavoni. *Insulation materials for the building sector: A review and comparative*. (2016).

l'isolation acoustique, la résistance au feu, la perméabilité à la vapeur ainsi que son impact sur l'environnement et la santé humaine sont d'autres critères à prendre en considération pour un matériau isolant.

## 2. Hypothèses de l'étude

L'ajout d'une charge végétale au polymère polyuréthane conduira à :

1. Une isolation thermique élevée, offrant un meilleur confort aux occupants.
2. Réduction du coût des matériaux tout en conservant l'aspect esthétique
3. Minimisation des épaisseurs des parois et gain sur les surfaces habitables.

## 3. Objectifs et limites de l'études

Ce travail vise à avoir plusieurs fins où les plus importantes sont :

Etudier le confort thermique :

- Par l'étude de l'importance des matériaux issus de ressources renouvelables comme remplaçant des énergies fossiles.
- Assurer un confort grâce à l'amélioration de l'enveloppe du bâtiment

Valorisation des déchets et protection de l'environnement :

- Par la valorisation d'un déchet se trouvant en abondance dans l'environnement qui est le grignon d'olive.

Élaborer des synthèses et des recommandations en s'appuyant sur les avantages et les inconvénients de cas d'étude.

## 4. Méthodologie de recherche et structure du mémoire

Notre travail de recherche concerne l'étude et la caractérisation d'un nouveau matériau composite isolant, avec comme objectif la valorisation du déchet de grignon d'olive, Ce déchet est intéressant du point de vue économique, car son abondance permet d'envisager sa possible utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique.

Notre mémoire est alors réparti en deux phases dont, la première partie est théorique et se présente sous la forme d'un état de l'art relatif à la compréhension de la notion d'efficacité énergétique. L'objectif est également de rappeler les connaissances et les notions préliminaires à l'étude de cas.

La seconde partie pratique est consacrée au cas d'étude, qui concerne l'élaboration de notre matériau et la réalisation des différents essais relatifs à sa caractérisation. Le mémoire développe à cet effet les chapitres suivants :

### **Chapitre introductif :**

Ce chapitre a pour but d'introduire notre thème de recherche, à travers un aperçu sur la consommation énergétique dans le secteur du bâtiment et son impact sur l'environnement, cet aperçu est ensuite redéfini dans une problématique général et d'autres spécifiques.

### **Chapitre I : « Efficacité énergétique des bâtiments : Isolation thermique ».**

Le second chapitre commence par des généralités sur la thermique afin de mieux comprendre comment opèrent les échanges de chaleurs entre l'intérieur d'une construction et son environnement extérieurs, dans le but d'assurer un confort thermique pour les occupants.

La performance énergétique d'une maison dépend avant tout d'une approche cohérente par la conception bioclimatique. En effet c'est au niveau du plan qu'un maximum de mesures efficaces et écologiques peuvent être prises vient par la suite le choix de l'isolation et des matériaux la constituants, suivants leurs caractéristiques. Toutes ces notions ont été détaillées au niveau de ce chapitre.

### **Chapitre II : « Matériaux composites pour la construction et la performance énergétique ».**

Nous avons consacré cette partie aux généralités sur les matériaux composites, cela nous a permis de poser les bases de ce travail en réalisant un état de l'art des connaissances sur les matériaux composites à base d'une matrice organique. Nous nous sommes intéressés plus particulièrement à l'amélioration des techniques de compatibilité entre la fibre et la matrice. Ainsi que le perfectionnement du comportement au feu des composites polymériques par l'ajout d'additif biosourcés.

### **Chapitre III : « Matériaux et techniques expérimentales ».**

Ce chapitre a pour objectif de présenter d'une part les matériaux utilisés dans le cadre de notre recherche, et d'autre part les dispositifs employés pour la mise en œuvre et la caractérisation de notre matériau.

# Chapitre IV : « Résultats et discussion ».

Enfin nous avons consacré le dernier chapitre à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

A partir de ces différents travaux, une vision d'ensemble sera proposée en conclusion afin de mettre en évidence les principales avancées de ce travail ainsi que les perspectives envisagées.

## Structure du mémoire

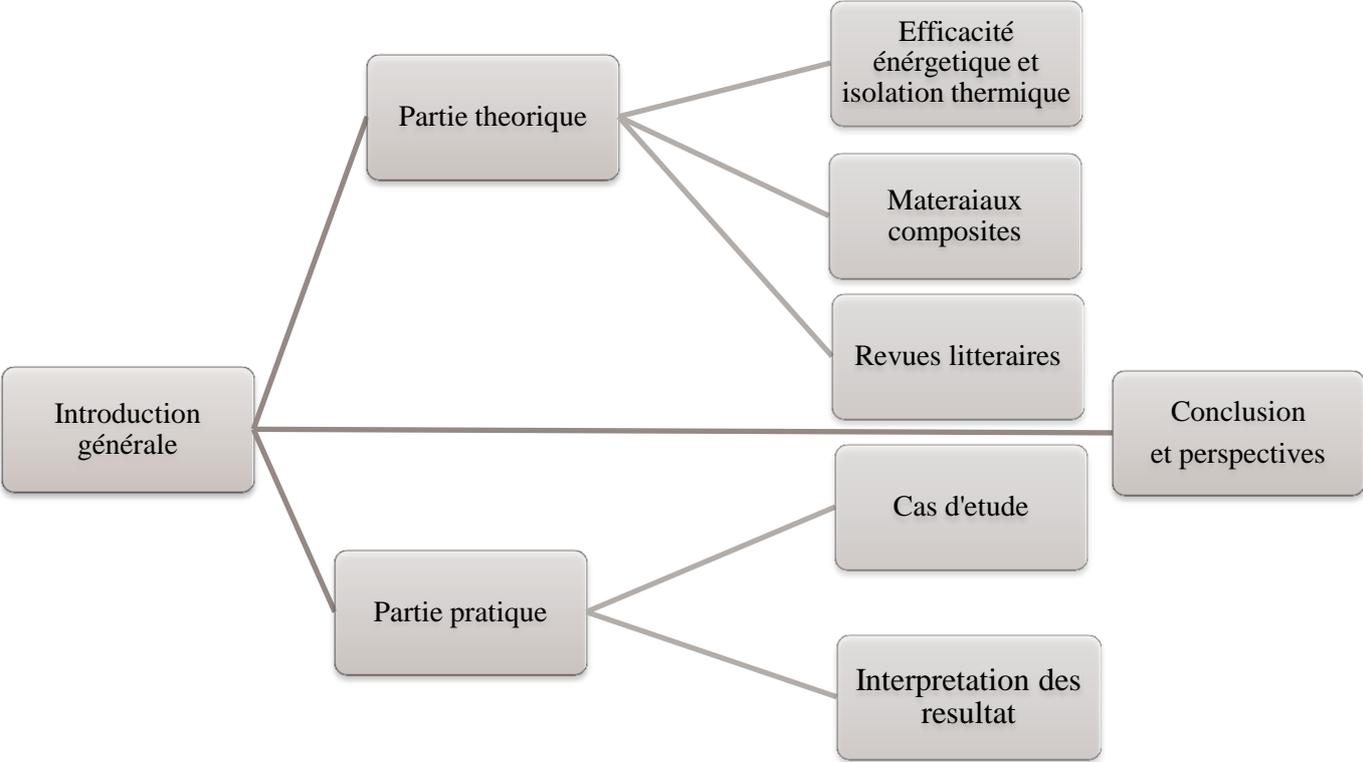


Fig. 04. Structure du manuscrit.

Source : Auteur.

---

# **Efficacité énergétique des bâtiments : Isolation thermique**

---

# Chapitre I : « Efficacité énergétique des bâtiments : Isolation thermique ».

## Introduction

Face aux dangers encourus par notre planète, les enjeux environnementaux en termes d'épuisement des ressources et de changement climatique sont très importants. De multitudes recherches se portent sur l'efficacité énergétique des bâtiments et plus précisément sur la réduction de leur consommation énergétique. Cette volonté conduit à deux voies de recherche distinctes :

- Un axe de recherche centré sur l'amélioration de l'efficacité des systèmes énergétiques du bâtiment.
- L'amélioration de l'enveloppe du bâtiment.

## I-1. Généralité sur la thermique

### I-1.1. Les performances thermiques des matériaux

Suivant les lois thermodynamique tout corps qui s'échauffe cherche à retrouver son équilibre thermique en échangeant de la chaleur avec l'environnement.

Dans un bâtiment comme dans tout corps solide, la chaleur se propage de trois façons différentes : par conduction, par convection ou par rayonnement. Cela a des incidences directes sur la façon dont il faut concevoir un bâtiment et avec quels matériaux.

Transfert par conduction : Ce mode de transmission s'effectue sans déplacement de matière, la chaleur se transmettant de proche en proche à l'intérieur du matériau considéré <sup>9</sup>.

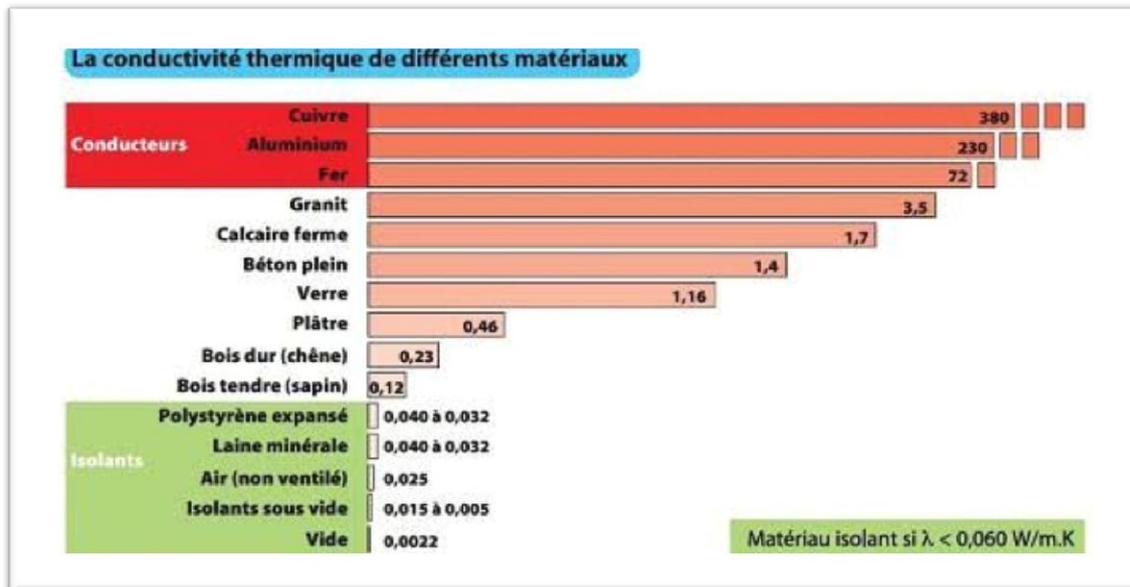
Transfert de chaleur par convection : Ce transfert s'effectue en mettant en jeu des déplacements de matière. La chaleur se transmet entre un fluide en mouvement (Gaz ou liquide) et une surface solide (ou liquide). Le fluide, au contact d'une surface de température plus élevée va se réchauffer et emporter avec lui cette chaleur en créant un courant de convection <sup>9</sup>.

Transfert de chaleur par rayonnement : Tous les matériaux rayonnent de l'énergie sous forme d'ondes électromagnétiques dues au mouvement continu de vibration de leurs molécules. Ce rayonnement qui se propage même dans le vide est en partie reconverti en chaleur lorsqu'il entre en contact avec un autre corps (le reste étant soit réfléchi, soit transmis) <sup>9</sup>.

---

<sup>9</sup> L. Bousquet. *Mise en oeuvre des réglementations thermique et acoustique.* (2014).

Chaque matériau possède une conductivité thermique propre. Pour classer les matériaux selon ce critère, on utilise le coefficient lambda. ( $\lambda$ ) Il s'exprime en watt par mètre kelvin (w/m.K);et représente la quantité de chaleur traversant un mètre carré de matériau d'une épaisseur d'un mètre, avec une différence de température d'un degré entre les deux faces, dans un temps donné <sup>10</sup>.



FigI.1. La conductivité thermique de divers matériaux <sup>10</sup>.

## I-2. Confort thermique

Assurer une sensation de chaleur en hiver et se préserver des fortes chaleurs en été est depuis longtemps un souci majeur pour les architectes, les ingénieurs et les thermiciens.

Cette notion reste difficile à définir, Car le ressenti du confort varie d'un individu à l'autre, en fonction de son métabolisme, de ses habitudes et de ses ressenties visuelles, tactiles,

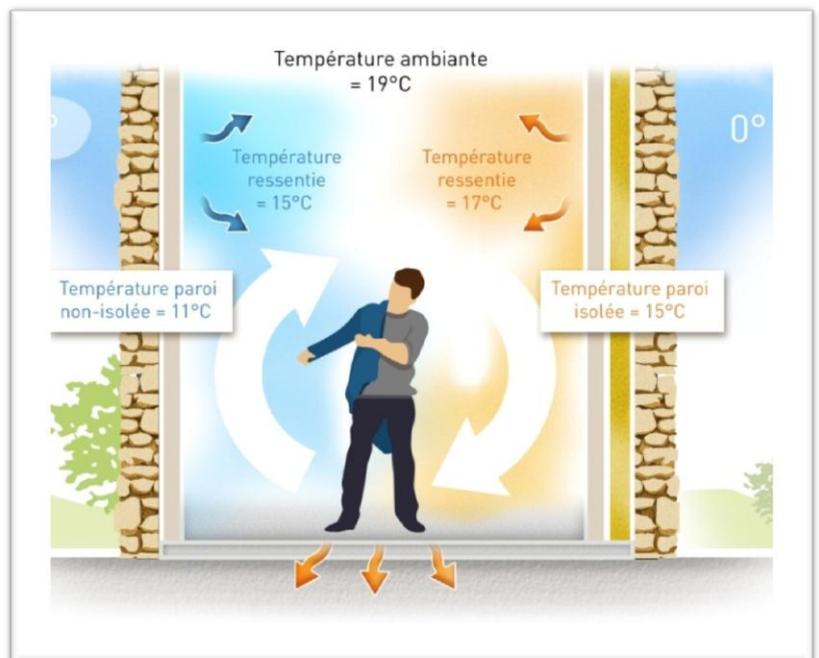


Fig I.2.Confort thermique.

Source : Site web.

<sup>10</sup> T. G. Fedullo. le grand livre de l'isolation. p. 15. (2010).

auditives et psychologiques. Malgré sa complexité, le confort thermique est décrit comme étant l'état où l'on n'a pas trop froid, ni trop chaud et où l'on ne ressent pas de courant d'air désagréable.

L'enveloppe thermique permet en l'occurrence de créer un climat ambiant, confortable, en minimisant les pertes de chaleurs entre l'environnement intérieur et extérieur.

### I-2.1. Conception bioclimatique

Si l'on souhaite qu'une construction offre de façon simple un confort thermique acceptable en hiver comme en été, elle doit présenter certaines performances, dont les trois principales sont :

- accumuler l'énergie afin de valoriser de façon permanente les apports aléatoires de la météorologie, qu'il s'agisse de chaud ou de froid.
- Amortir les fluctuations de chaleur, en isolant l'intérieur de l'extérieur, et en lissant les variations des apports thermiques.

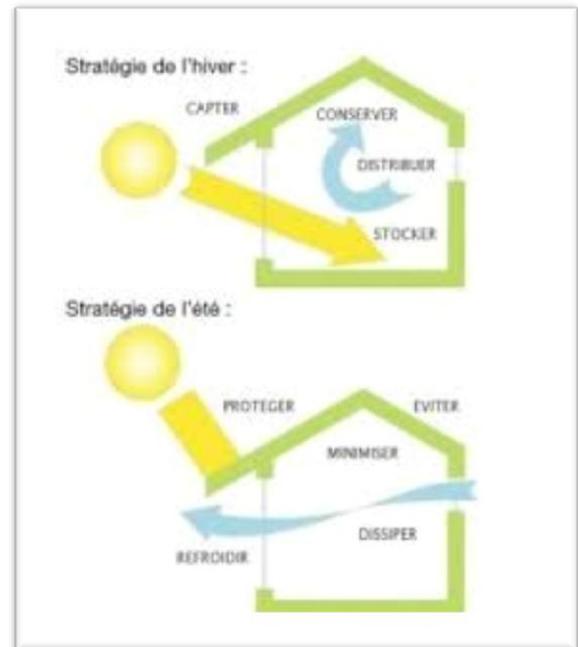


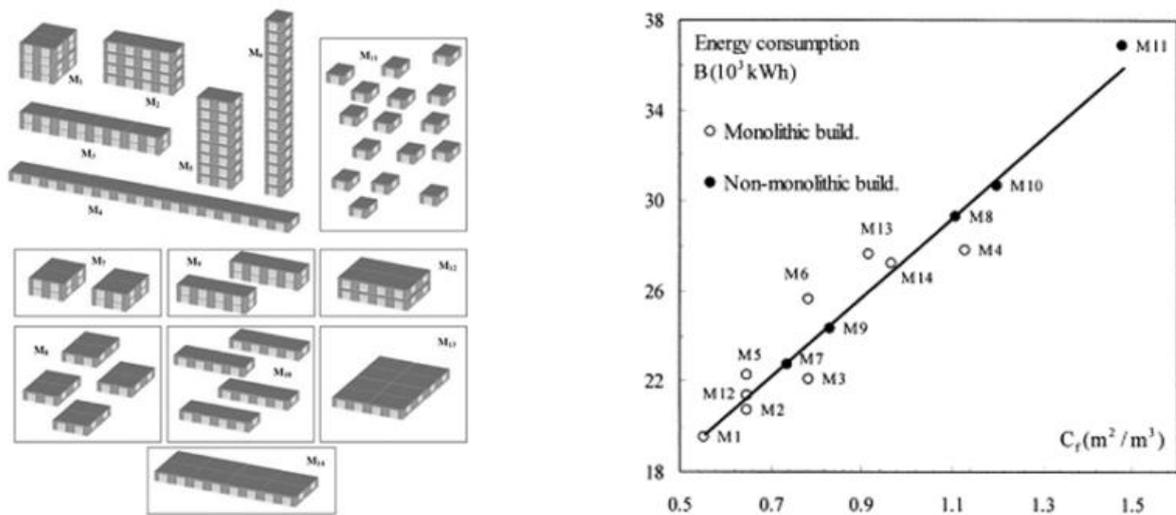
Fig I.3. La triple règle du bioclimatisme.

Source : Site web.

- Déphaser les variations météorologiques, afin de bénéficier au bon moment des apports de cette météorologie.

C'est à l'étape du plan qu'un maximum de mesures efficaces et écologiques peuvent être prises, en effet à l'étape du plan il est facile d'agir sur la compacité de la maison, sur son orientation en fonction des contraintes urbanistiques et du terrain, sur le choix des matériaux ou sur le dimensionnement et l'exposition des ouvertures.

Le choix de la forme de la construction devra être un équilibre judicieux entre esthétique et performance thermique. En effet pour un même volume, plus la surface de parois extérieures est grande, plus les déperditions de chaleur seront grandes.



FigI.4.Consommation énergétique en fonction de la compacité.  
Source : Site web.

Un second point capital, l'organisation des espaces d'une habitation bioclimatique suivant la course apparente du soleil, en effet orientée plein Sud les pièces à vivre profiteront des apports solaires en hiver grâce aux baies vitrées et fenêtres placées sur sa façade. au plus fort de l'été, des auvents ou un débordement de toit permettent de contrebalancer l'exposition Sud qui devient un inconvénient.

Les chambres sont idéalement situées à l'Est pour bénéficier du soleil matinal et de fraîcheur en soirée, au Nord on favorisera les pièces qui n'ont pas besoin d'une chaleur et d'une luminosité constantes, avec des ouvertures les plus petites possible. Tels que les espaces de rangement, les pièces techniques (Salle de bain, WC, buanderie, garage..), Ces pièces, moins chauffées, jouent le rôle de « zone tampon » entre l'extérieur et l'espace de vie. Enfin L'énergie captée par l'architecture bioclimatique doit être conservée à l'intérieur de la maison, en maximisant l'isolation et l'étanchéité à l'air.

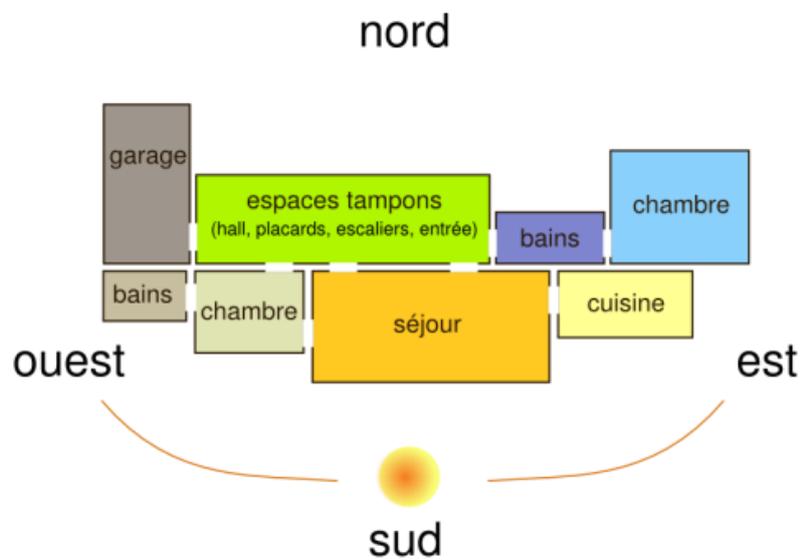


Fig I.5.Organisation des espaces.  
Source : Site web.

## I-2.2. L'enveloppe thermique d'une construction

"C'est une sorte de peau séparant l'extérieur de l'intérieur d'un bâtiment" <sup>11</sup>

L'enveloppe exprime l'apparence d'un ouvrage et communique avec son environnement. Elle filtre et organise les sons, la lumière et les couleurs, l'ensoleillement et l'ombre, les vues et le chaud et le froid <sup>11</sup>.

Les conditions de confort de l'habitat passent par une meilleure connaissance des comportements thermiques des parois, une grande partie de déperdition de chaleur se font par les toits et les murs, par conséquent une bonne isolation thermique de l'enveloppe thermique permettra de réduire les consommations énergétiques dans les bâtiments de plus de 60%.

Le but de l'isolation est de rendre l'enveloppe la plus étanche possible aux pertes thermiques vers l'extérieur, et de permettre ainsi de garder les parois de l'habitation à une température la plus proche possible de celle de l'air intérieur.

## I-2.3. Evolution historique de l'enveloppe

Durant la l'architecture vernaculaire l'enveloppe était caractérisée par une forte masse thermique. Il s'agit d'enceintes lourdes à forte inertie thermique à des percements en petite surfaces en partie haute du mur afin d'évacuer l'air chaud et vicié <sup>12</sup>. Pour l'architecture méditerranéenne par exemple les matériaux de construction utilisés durant cette période sont généralement, la pierre associée à l'argile armée de roseaux ou de bois <sup>12</sup>.

A partir du XVI<sup>e</sup> siècle, l'architecture vernaculaire commence à marquer sa fin, laissant place à l'Age moderne ou l'enveloppe devient plus en plus maigre par l'agrandissement des baies vitrées. Cela a provoqué l'accélération des échanges thermiques entre l'intérieur et l'extérieur <sup>12</sup>.

L'arrivée de l'âge industriel était marquée par l'extraction d'une nouvelle source d'énergie considérée comme inépuisable qui est le charbon. L'enveloppe devient plus légère par les verrières métalliques en XIX<sup>e</sup> siècle pour répondre au problème d'éclairage. Le soleil n'est plus considéré comme une source énergétique mais exprimé sous l'angle Lumineux. Cette légère construction a posé le problème de la qualité thermique par des surchauffes en été et des dépenses exorbitante pour le chauffage en hiver<sup>12</sup>.

---

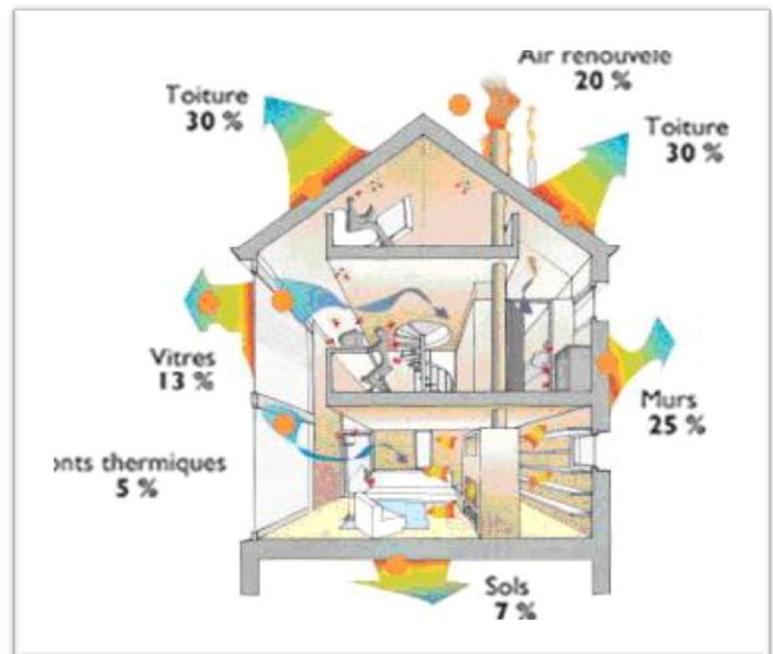
<sup>11</sup> D. C. Bernstein. « Anatomie de l'enveloppe des bâtiments, constructions et enveloppes lourdes ». (1997).

<sup>12</sup> G. e.-M. Alexandroff. Architectures et climats ; Soleil et énergies naturelles dans l'habitat ». (é. Berger-Levrault, Éd.) (1982).

Mais on ne tarde de revenir vers la réalité car le choc pétrolier de 1974 et la crise énergétique qui s'ensuit impriment une pression sans précédent sur les prix de l'énergie et conduisent les pouvoirs publics à initier une politique de réduction des consommations énergétiques, notamment dans le secteur du bâtiment où les gisements potentiels d'économie d'énergie sont repérés comme très importants. A cet effet les règles de conception des bâtiments sont essentiellement basées sur la minimisation des déperditions thermiques, cela se traduit par une prédominance de l'isolation de l'enveloppe thermique qui est considérée comme un vecteur de pertes d'énergie vers l'environnement.

### I-3. L'isolation thermique

Dès que deux éléments en contact possèdent des températures différentes, il se produit un échange de chaleur entre eux jusqu'à ce que leurs températures deviennent identiques. Le but de l'isolation est de freiner cet échange thermique, et de permettre ainsi de garder les parois de l'habitation à une température la plus proche possible de celle de l'air intérieur.



FigI.6. Echange thermique dans le bâtiment.

#### I-3.1 Isolation des parois

Il existe trois types d'isolation des parois :

✓ L'isolation intérieure :

Ce type d'isolation est la plus répandue, surtout en rénovation. Elle est d'un coût raisonnable et relativement simple à mettre en œuvre (ne nécessite pas l'intervention d'un professionnel)

Alors que ses inconvénients sont plus importants car elle diminue l'espace habitable, supprime les bienfaits de l'inertie thermique, provoque la condensation des parois et n'élimine pas les ponts thermiques.

✓ L'isolation extérieure :

Elle est plus performante que le premier type d'isolation grâce à la suppression de tous les ponts thermiques, l'augmentation de l'effet de l'inertie thermique et La protection de la maçonnerie des intempéries et des variations de la température. L'isolation par l'extérieur est caractérisée aussi par son empêchement du froid et de la chaleur d'arriver aux parois intérieures et la préservation des surfaces des espaces intérieurs.

Il convient en revanche de faire attention en thermique hiver aux ponts thermiques intégrés dus à la présence d'ossature ou d'éléments de fixation traversant les systèmes d'isolation. Mais son inconvénient majeur reste son coût élevé et le besoin d'un professionnel pour son application.

✓ Isolation intégrée au matériau porteur :

Ce type de procédé d'isolation thermique est intégré au sein de la structure porteuse. L'enveloppe est réalisée principalement :

- En monomur terre cuite : brique en terre cuite d'épaisseur importante jusqu'à 50 cm constituées d'une structure alvéolaire en quinconce avec de fines cloisons intérieures.
- Ou en monomur béton cellulaire : blocs d'épaisseurs identiques constitués d'un mélange de sable, d'eau, de chaux, de ciment et d'un agent d'expansion. Leurs structures riches en microbulles d'air conduit à des performances thermiques élevées<sup>9</sup>.

### **I-3.2 Familles d'isolants thermiques**

Les matériaux isolants se présentent soit en vrac, soit sous forme de panneaux, plaques, ou rouleaux, soit sous forme de complexes manufacturés associant des matériaux De nature différente.

✓ **Les isolants fibreux**

Nous distinguons dans cette catégorie, les isolants fibreux minéraux, qui sont des produits manufacturés à partir de matière amorphe (non cristallisée) fondue telle que le basalte, le verre et la silice vitreuse. Les principaux d'entre eux sont les isolants en fibres céramiques et les laines minérales. Les isolants fibreux organiques, par contre, sont d'origine naturelle comme la laine de bois, la laine animale (de mouton) ou manufacturés à partir de matières plastiques<sup>13</sup>.

✓ **Les isolants cellulaires**

Ce sont les matériaux poreux à matrice solide contenant des cellules fermées, ouvertes ou partiellement ouvertes, contenant de l'air ou un autre gaz. On retrouve le béton cellulaire

léger, le verre cellulaire, le polystyrène expansé ou extrudé, le polyuréthane, le polychlorure de vinyle et les mousses souples d'élastomères<sup>13</sup>.

✓ **Les isolants pulvérulents, modulaires ou granulaires**

Ce sont, soit des matériaux d'origine minérale comme la perlite et la vermiculite, se présentant sous forme de grains et de paillettes, obtenus à partir de l'expansion à chaud des roches volcaniques et de mica, soit des matériaux d'origine organique comme les granulats de liège, les copeaux de mousse rigide de polychlorure de vinyle, les fibres de cellulose (obtenues à partir de papier, cartons, pâte à bois avec ou sans liant) et les parles expansées de polystyrène<sup>13</sup>.

✓ **Les super isolants**

Ce sont des produits manufacturés de matériaux microporeux de type cellulaire, comme les plaques aérogels de silice monolithique<sup>13</sup>.

✓ **Les produits minces réfléchissants**

Ils sont également désignés par le vocable : films minces réfléchissants, isolants minces réfléchissants ou isolants thermo réfléchissants. Ils sont constitués d'une ou plusieurs couches très fines de feuilles d'aluminium. La surface réfléchissante de ces feuilles permet d'améliorer la performance globale d'une paroi lorsque le produit est en contact avec une lame d'air non ventilée<sup>13</sup>.

Le principe de la construction reposait jusqu'à maintenant sur la juxtaposition de différents matériaux chacun ayant une tâche dévolue. Cependant, cette accumulation de matériaux séduit de moins en moins, car ils deviennent coûteux et finissent par occuper un volume non négligeable. Ceci explique l'évolution des techniques de construction et le développement de nouveaux matériaux servant à l'isolation thermique et qui peuvent réduire le coût de la construction, d'une part et baisser la facture énergétique, d'autre part. Parmi ces matériaux, les matériaux composites à base de déchets végétaux, qui sont capables de jouer un rôle en tant qu'isolants tout en conservant des niveaux de performances suffisant.

---

<sup>13</sup> M.Chabi. *Etude bioclimatique du logement social-participatif de la vallée du m'zab : cas du ksar de tafilet*. (2009).

*Matériaux composites pour la  
construction et la performance  
énergétique*



## Introduction

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés. Structures hétérogènes isotropes, ou anisotropes, ils présentent des performances souvent bien supérieures à celles des matériaux homogènes (propriétés chimiques, mécaniques, optiques, thermiques ou diélectriques) qui leur offrent des perspectives d'utilisation fort prometteuses <sup>14</sup>.

## II-1. Les matériaux composites

Dans le domaine de l'habitat « le Torchis » est considéré comme le premier matériau composite de l'histoire. Il est composé d'une matrice plastique (terre) et de renfort (fibres végétales). C'était le matériau de construction des habitations des néolithique. Les celtes l'ont utilisé pour construire les murs de leur maison.

Le Torchis est une technique de construction de type ossature –remplissage traditionnellement, l'ossature porteuse principale est constituée de solives en bois, qui sont de petits morceaux de bois, de châtaigniers appelés :

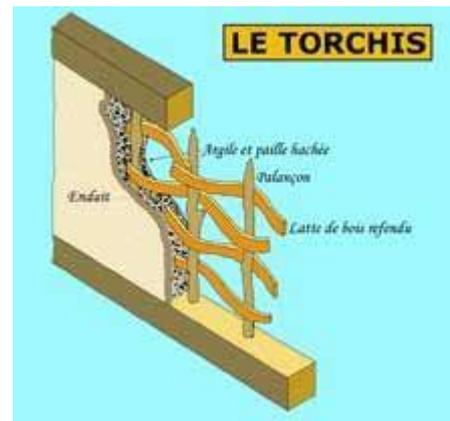


Fig II.1. Le torchis.

fuseau, joncs, roseaux ou bambous. Ces fuseaux sont enroulés d'un mélange de terre à l'état plastique auquel sont souvent ajoutées des fibres végétales ou animales.

En Europe le torchis a été remplacé par la technique de la terre –paille qui n'utilise pas de clayonnage.

En Amérique latine de nombreuses constructions humbles sont encore construites avec du torchis. un clayonnage de bambou « bahareque » en Colombie

## II-2. Les composites : des matériaux d'avenir

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de nature différente, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément <sup>15</sup>.

Comme l'indique ce terme, « matériau composite » évoque un matériau différent des matériaux macroscopiquement homogènes habituels.

<sup>14</sup> D. S. M. Roy. Action of water in the degradation of low-density polyethylene studied by X-ray photoelectron spectroscopy. *Express Polymer Letters*, pp. 506–511. (2007).

<sup>15</sup> A. N. SANDALI. Comportement au choc des stratifiées composites renforcées par des fibres naturelles. Ouargla, Université Kasdi Marbah (2013).

On appelle maintenant de façon courante « matériaux composites » des arrangements de fibres continues ou non d'un matériau résistant (le renfort) qui sont noyées dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible <sup>16</sup>.

Cette définition très large regroupe un grand nombre de produits, on peut citer le béton armé utilisé en construction est un composite de béton (la matrice) et d'acier (le renfort).

### II-3. La structure des composites : renfort et matrice

Pratiquement tous les composites sont constitués d'éléments discontinus appelés « renforts », noyés dans une phase continue appelée « matrice ».

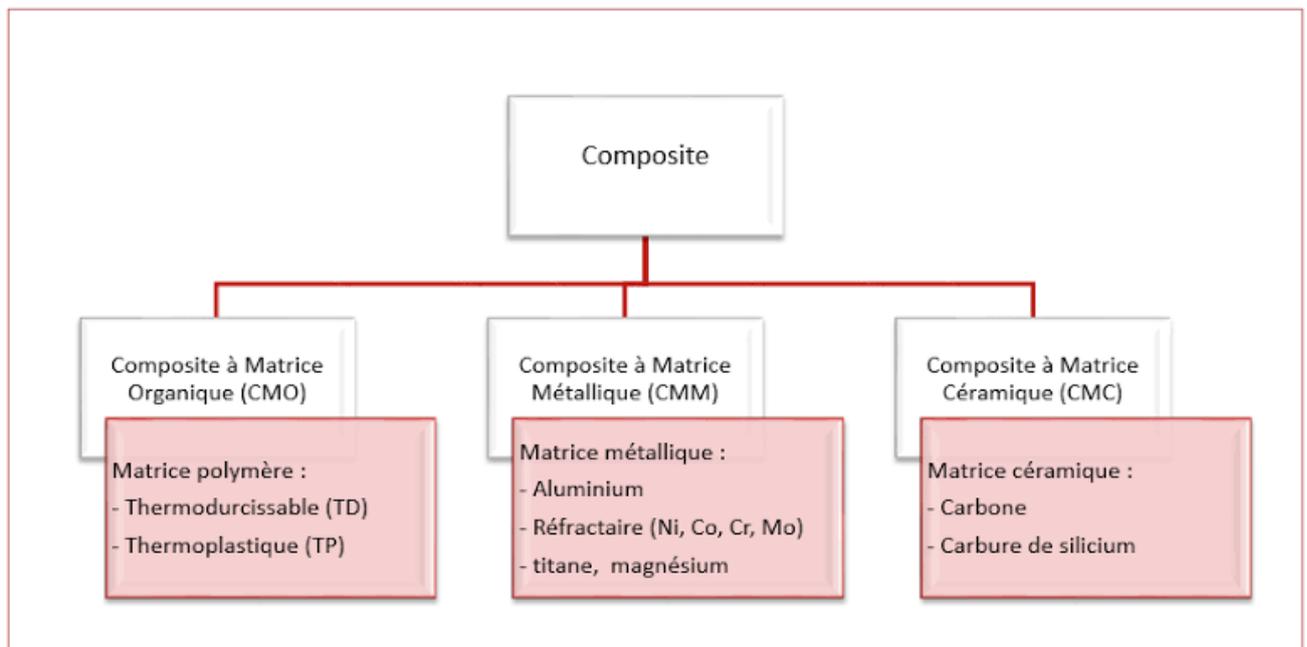
#### II-3.1. Matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation <sup>16</sup>.

Elle assure la cohésion du matériau et permet de retransmettre les contraintes au renfort. Elle protège également les fibres contre l'abrasion et un environnement agressifs (thermique, chimiques, chocs).et donne sa forme extérieure au produit fini.

Elles doivent être en outre assez déformable pour pouvoir apporter au matériau composite des propriétés mécanique assez élevés

##### II-3.1.1. Classification des types de matrices



FigII.2.Type de matrices.

Source : Auteur.

<sup>16</sup> A. N. SANDALI. *Comportement au choc des stratifiées composites renforcées par des fibres naturelles. Ouargla, Université Kasdi Marbah . (2013).*

### ✓ **Composites à Matrice Organique (CMO)**

Ils sont constitués d'une résine polymère renforcée par des fibres de verre, de carbone, d'aramide ou de polypropylène. Possédant des coûts de revient généralement assez bas pour permettre une production de masse, il s'agit des composites les plus courants.

Il existe une grande variété de résines polymères synthétiques généralement réparties en deux grandes catégories :

- Les résines thermoplastiques :

Elles se présentent sous formes solide (granulés, plaques ...). Ce sont des résines qui ramollissent sous l'effet de la chaleur, elles sont moulables et formables à chaud ; en refroidissant elles se re-solidifient. Elles sont constituées de longues molécules linéaires, reliées entre elles par de faibles liaisons. (de type hydrogène ou Van der Waals). ces liaisons se cassent et se refroidissent de façon réversible.

- Les résines thermodurcissables :

Moulées et polymérisées à chaud. Une fois mises en forme elles sont résistantes à la température et leur transformation est irréversible, due à la nature de liaisons des molécules en forme de réseaux tridimensionnels. (Liaisons covalentes).

Elles sont généralement les plus employées de par leur plus grande facilité de mise en œuvre. Plus rigides et résistantes que les résines thermoplastiques

### ✓ **Composites à Matrice Céramique (CMC)**

Beaucoup plus coûteux, il s'agit d'une matrice de céramique renforcée de fibres courtes ou de filaments. Matrice et renforts sont tous deux constitués de matériaux tels que le carbure de silicium, le carbone ou l'alumine. Ils peuvent être employés à des températures très élevées.

### ✓ **Composites à Matrice Métallique (CMM)**

La matrice de ces matériaux est un métal léger tel que l'aluminium, le magnésium ou le titane. Le renfort est constitué de fibres ou de particules de type céramique comme le carbure de silicium. Ils sont également très coûteux.

## II-3.2. Renfort

Les composites sont souvent désignés selon le type de renfort. Ainsi il existe des composites à particules, des composites sandwichs, des composites à phase dispersées ou encore des composites fibreux <sup>17</sup>.

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau, il contribue à améliorer la résistance mécanique (rigidité et résistance) du composite.

### II-3.2.1. Classification des types de renforts

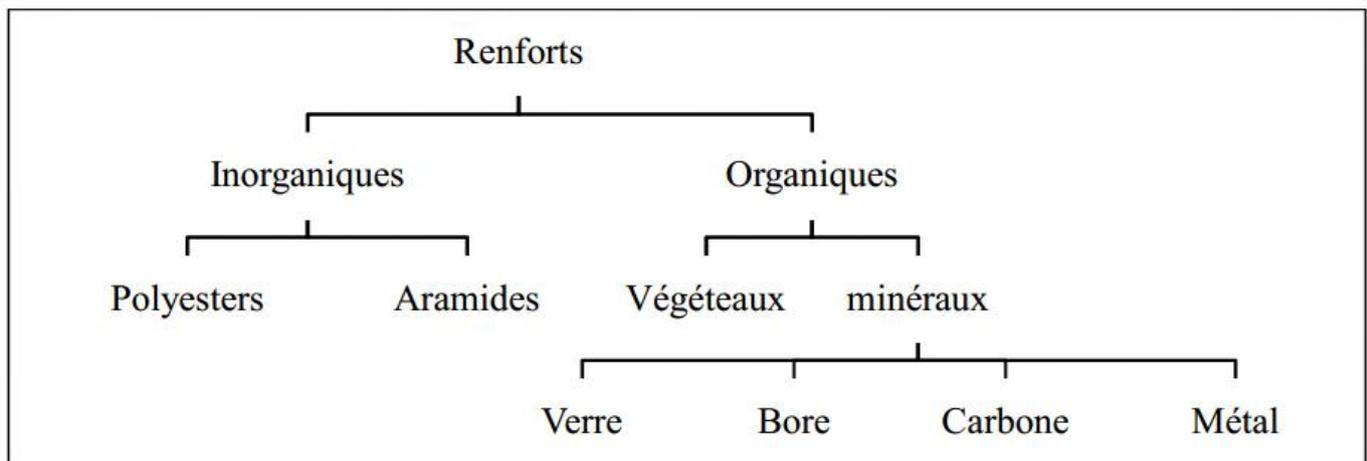


Fig II.3.Type de renforts <sup>18</sup>.

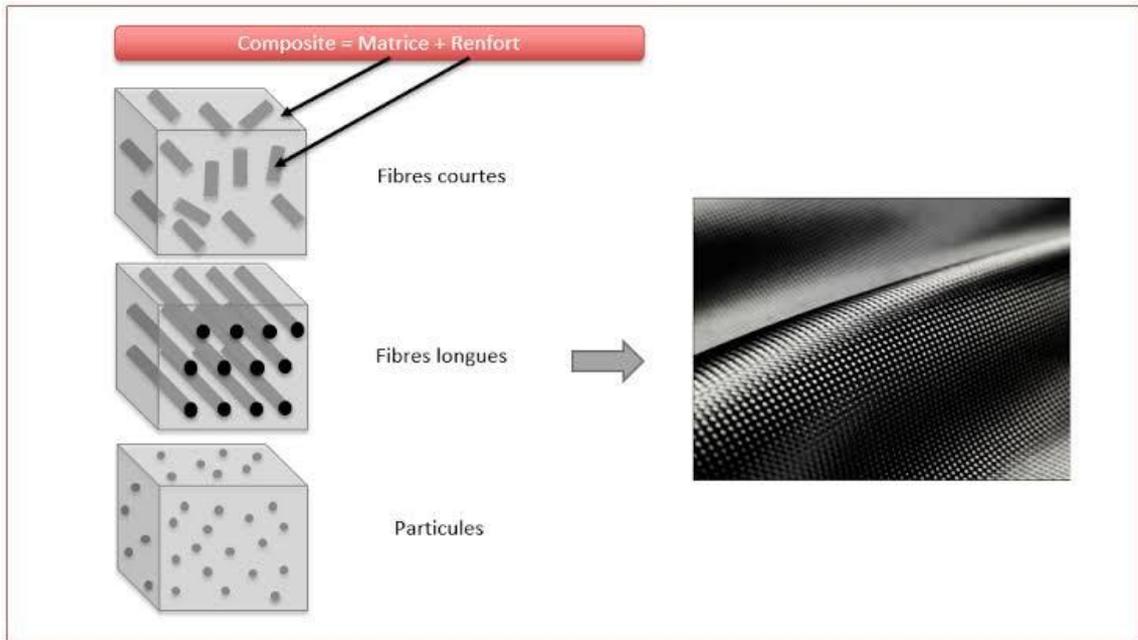
### II-3.2.2. Géométrie des renforts

D'un point de vue géométrique, on peut distinguer trois grands types de renforts :

- Les fibres longues (i.e. longueur comparable aux dimensions de la pièce) ;
- Les fibres courtes (i.e. de longueur faible devant les dimensions de la pièce) ;
- Les particules, ou charges renforçantes.

<sup>17</sup> j. Aucher. *étude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. thèse de doctorat. France , INSA de Rouen. (2009).*

<sup>18</sup> L.GORNET. *Généralités sur les matériaux composites. (version 1 - 6). (2010).*



FigII.4. Type de renfort.

Source :site web.

## II-4. L'interphase

Il existe différents types de matériaux composites en fonction du couple renfort/matrice choisi. Chacune de ces familles possède des propriétés différentes, et le type de renfort employé est différent pour chacune d'entre elles.

Entre le renfort et la matrice existe une zone de liaison appelée « INTERFACE ».

Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, en particulier des produits chimiques, afin de modifier une propriété de la matrice à laquelle on l'ajoute.

### II-4.1. Les charges

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électrique ou thermique.

Il s'agit de matières organiques, minérales, métalliques ou synthétiques permettant de modifier de manière sensible les propriétés du matériau composite <sup>19</sup>.

- Les charges organiques : fibres et poudres de cellulose, farine de bois, poudre de noyau de fruits ;
- Les charges minérales : carbonates de calcium et/ou de magnésium, silices, sulfates ;
- Les charges métalliques : poudres ou paillettes de nickel, cuivre...
- Les charges synthétiques : microbilles de verre, silices, fibres de nylon, ryselan.

<sup>19</sup> CARMA. *Glossaire des matériaux composite*. INSA de Rouen, France. (2009).

## II-4.2. Les additifs

Il s'agit de la substance ajoutée à la résine pour modifier ou améliorer le comportement rhéologique ou les propriétés du produit fini <sup>20</sup> :

- Accélérateurs et catalyseurs de polymérisation ;
- Diluants ;
- Plastifiants ou flexibilisateurs ;
- Tensioactifs ;
- Pigments et colorants ;
- Stabilisants;

Antioxydants, anti UV, anti-ozones, antistatiques.

## II-5. Cas d'étude

Au cours de cette étude consacrée à la valorisation des déchets lignocellulosiques. Un intérêt particulier a été porté au grignon d'olive, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyuréthane.

### II-5.1. Les polyuréthanes

Les polyuréthanes 78 (PU) sont obtenus par le mélange de trois composants, un polyol, un isocyanate et un agent d'expansion (HFC ou CO<sub>2</sub>) en présence de catalyseurs. Un retardateur de flamme est nécessaire dans les produits à base de polyuréthane.

Les isolants polyuréthanes sont recyclables par broyage ou traitement chimique, cependant la filière est encore peu développée <sup>21</sup>.

L'application la plus importante des polyuréthanes dans les bâtiments est l'isolation. Ces matériaux représentent un moyen abordable, durable et sans danger de réduire les émissions de carbone qui causent le réchauffement planétaire. Les polyuréthanes peuvent diminuer considérablement la perte de chaleur par les temps froids. En été ils jouent un rôle important en préservant la fraîcheur à l'intérieur des bâtiments.

L'utilisation des polyuréthanes dans les bâtiments présente une multitude d'avantages :

- Les bâtiments durent plus longtemps et nécessitent moins d'entretien grâce à la durabilité des polyuréthanes.
- Non seulement les polyuréthanes sont très intéressants en termes d'économies d'énergie, mais ils ont également une empreinte carbone relativement faible et décroissante.

---

<sup>20</sup> D.Azzedine. *étude du comportement à la rupture du béton polymère, renforcé par des fibres végétales. mémoire master. université de M'sila. (2012, juin).*

<sup>21</sup> T. G.Fedullo. *Le grand livre de l'isolation . pp. 118-120. (2010).*

Ces différents avantages nous ont conduits au choix du polymère thermodurcissable polyuréthane autant que matrice dans nos matériaux composite isolant à charge organique.

## II-5.2. GRIGNON D'OLIVE

De nombreux végétaux produisent des fibres qui peuvent être mises à profit pour fabriquer des isolants efficaces et naturels.



Source site web

### II-5.2.1. L'olivier et l'environnement

La culture de l'olivier peut avoir des impacts positifs et/ou négatifs sur l'environnement (air, eau, sol et animaux).

L'implantation de l'olivier favorise l'oxygénation de l'air, la conservation de la fertilité du sol et lutte contre l'érosion, bien que les effets positifs soient nombreux, l'activité oléicole engendre des margines et des résidus nocifs pour la nature.

L'industrie oléicole engendre, en plus de l'huile comme produit principal, de grandes quantités de sous-produits. Ainsi 100Kg d'olive produisent en moyenne 35Kg de grignon d'olive et 100 litre de margine<sup>22</sup>.

En effet, le grignon d'olive généré par le procédé d'extraction de l'huile d'olive, constitue une véritable menace pour l'environnement écologique. Bien que son utilisation soit multiple, comme alimentation des chaudières, chauffer les maisons, en aliment de bétail ou en

---

<sup>22</sup> A.Nefzaoui. Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par l'valorisation optimale des sous-produits. Tunisie. (1987, Janvier ).

combustible, mais la grande majorité est rejeté dans le milieu et constitue de sérieux problèmes à travers leurs contenu nocif riche en polyphénols, qui sont des composés difficilement biodégradable.

Toutefois, de leurs caractère ligno-cellulosique, les grignons d'olives sous formes de farine pourraient trouver application comme charge dans les matériaux composites.

### **II-5.2.2. Définition du Grignon d'olive**

Les grignons d'olives sont les résidus solides issus de la première pression ou centrifugation, constitués de pulpes et de noyaux d'olives<sup>23</sup>.

### **II-5.2.3. Type des grignons d'olive**

Selon le traitement subit, les grignons se divisent :

✓ Grignon brut :

C'est le résidu de l'extraction de l'huile d'olive entière. Ses teneurs relativement élevées en eau et en huile favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre<sup>22</sup>

✓ Grignon épuisé :

C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par solvant, l'hexane généralement.<sup>22</sup>.

✓ Grignon partiellement dénoyauté :

il résulte de la séparation partielle des débris de noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation.

Il est dit « gras » si son huile n'est pas extraite par solvant.

Il est dit « dégraissé ou épuisé » si son huile est extraite par solvant.

### **II.5.2.4. Le grignon comme ingrédient des matériaux de construction**

Diverses méthodes de traitement sont utilisées pour tenter de diminuer l'impact des déchets d'olive sur l'environnement, plusieurs travaux de recherche sont axés sur l'extraction de l'hémicellulose (plus particulièrement les xylanes) pour être exploités par la suite dans le domaine pharmaceutique (produit cosmétique et autres), d'autres travaux sur l'extraction de lignine pour l'incorporer dans des polymères en raison de sa haute résistance thermique.<sup>24, 25</sup>.

---

<sup>22</sup> CNUCED. (2010). Récupéré sur <http://r0.unctad.org/infocomm/francais/olive/technologie.html>

<sup>24</sup> R. K. B. Derriche. Valorisation of olive oil cake by extraction of hemicelluloses. *Journal of Food Engineering*(78), pp. 1149-1154. (2007).

<sup>25</sup> F. B. Maurizio Canetti. Thermal degradation behaviour of isotactic polypropylene blended with lignin. *Polymer Degradation and Stability*(91), pp. 494-498. (2006).

Mais, peu de travaux de recherche ont été réalisés dans le domaine de la valorisation du grignon d'olive comme charge végétale dans les matériaux composites.

Il se peut que l'avenir du bâtiment soit lié aux grignons d'olive, en effet la réutilisation des grignons d'olive en tant que matière première dans l'industrie du bâtiment, permet non seulement de réduire les déchets issus de l'industrie oléicole, mais aussi de compenser le coût des matières premières. Il s'agit également d'un moyen écologique et durable de valoriser les déchets tout en préservant les ressources naturelles.

## **II-6. Revue littéraire sur les traitements de la farine de bois**

Grace au caractère Lignon-cellulosique les grignons d'olive sous forme de farine pourraient trouver application comme charge dans les bio composites. Cependant, les mélanges polymères charge cellulosique, conduisent souvent à des matériaux composites fragiles et très peu performant en raison du manque de compatibilité entre les deux composites<sup>26</sup>. En effet la nature hydrophile des charges Lignon cellulosique et le caractère hydrophobe de la matrice polymère sont responsables de cette incompatibilité, d'où la nécessité de modifier les contraintes interfaciales. L'application de traitements chimiques ou thermiques peut les préserver et les stabiliser.

Plusieurs travaux de recherche ont été réalisés, dont le but est de diminuer l'hydrophilie des charges végétales.

### **II-6.1. Traitement de la farine de grignon d'olive**

Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres.

Les fibres peuvent être modifiées de manière physique ou chimique. Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermodurcissable<sup>27</sup>. On peut citer entre autres :

- L'irradiation par Ultra-violet
- Les traitements par décharges électriques (corona, plasma froid)
- Le traitement par irradiation lumineuses (a, g et b).

Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique, ou encore des molécules à base de benzoyl, d'isocyanate, de triazine ou d'imidazolidinone, etc.]<sup>28</sup>.

---

<sup>26</sup> A. D. M. DUFRESNE. *Lignocellulosic flour-reinforced poly (hydroxybutyrate-covalerate) composites*. *J.Appl.Polym.Sci.* (1302-1315), p. 87. (2003).

<sup>27</sup> H. Boussehel. *ETUDE DES MOYENS DE STABILISATION DES COMPOSITES A BASE DE POLYSTYRENE*. (2018).

Ces méthodes ont pour but de rendre compatible la fibre et la matrice, par introduction d'un agent modifiant ou un agent compatibilisant qui permet l'association des fibres cellulosiques qui sont fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes <sup>28</sup>.

Ces traitements sont très efficaces, et moins onéreux et leur mise en œuvre ne nécessite pas l'acquisition de dispositifs industriels. En effet leur mise en œuvre est très facile, ainsi Ils ont fait objet de plusieurs articles de synthèses.

### II-6.1.1. Article de synthèse de traitement chimique par NAOH

#### ✓ L'effet de l'humidité

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentiels d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles. À cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres <sup>29</sup>.

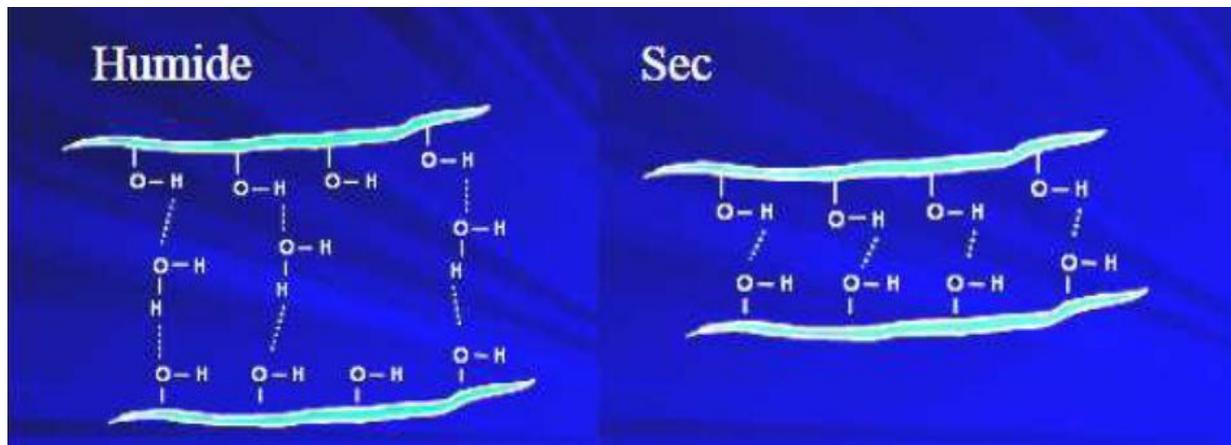


Fig II.5. Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène en phase humide et sèche<sup>29</sup>

<sup>28</sup> A. A. B. Viksne. *A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre—PP composites. Composites: Part A*, 36, , pp. 789–797. (2005).

<sup>29</sup> C.P.L. Chow, X. X. «Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites». *Composites Science and Technology*, pp. 306-313. (2007). *Manufacturing*, Vol.39., pp. 1582–1588.

## ✓ Traitement Par mercerisation

La mercerisation a été découverte par John Mercer, qui a fait un brevet sur le processus en 1850. Elle a été utilisée pour améliorer des propriétés telles que l'affinité de colorant, la réactivité chimique, la stabilité dimensionnelle, la résistance à la traction et la lisse des tissus de coton <sup>30</sup>.

La mercerisation est un traitement alcalin de fibre cellulosique. Elle dépend de la concentration de la solution alcaline, la température et le temps de traitement et sur les additifs <sup>31</sup>.

Paul et al ont étudié l'effet du taux de fibres et leurs traitements chimiques sur les propriétés thermo physiques (conductivité et diffusivité thermique) des matériaux composites fibres de banane/polypropylène. Parmi les traitements utilisés, ils ont immergés les fibres dans une solution alcaline à des concentrations différentes (2% et 10%) pendant 1 h, après les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès du NaOH. Le lavage final a été fait avec de l'eau contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées dans un four d'air à 70 °C pendant 3 h. Les résultats ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur les propriétés thermo physiques des composites. Les composites à base de fibres traitées par NaOH de 10% présentent les meilleures propriétés thermophysiques que celles à base des fibres traitées par NaOH de 2% <sup>32</sup>.

D'après les travaux de (M. Rokbi et H. Osmani, 2011), le traitement alcalin des fibres Alfa améliorent la qualité de l'interface fibre-matrice. Par conséquent l'adhésion des fibres Alfa traitées avec la matrice polymère est importante. Le renforcement par des fibres traitées avec 10% de NaOH durant 24h conduit à l'amélioration de la contrainte et du module de flexion d'environ 60% et de 62%, respectivement. Le traitement des fibres pour des durées prolongées les rend plus rigides. Les résultats de ce travail suggèrent que les fibres locales Alfa sont comparables à d'autres fibres naturelles utilisées comme renfort dans des matrices polymériques. Elles sont complètement aptes à l'utilisation comme renfort dans les matériaux composites <sup>33</sup>.

---

<sup>30</sup> S. K. Batra. «Other long Vegetable fibers: Abaca, Banana, Sisal, Henequen, Flax, Ramie, Hemp, Sun, and Coir.», In: Menachem Lewin. (Taylor & Francis, Éd.) *Handbook of fiberchemistry*, pp. pp476-477. (2007).

<sup>31</sup> M. Abdelmouleh, S. B. « Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading." *Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 1627–1639. (2007).

<sup>32</sup> S. A. Paul. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite. *Composites Part A: Applied Science* . (2008).

<sup>33</sup> M. Rokbi et H. Osmani. «L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa. », . 20ème Congrès Français de Mécanique Besançon., p. 263. (2011).

Hazizan Md Akil et al Ont étudié la modification chimique des fibres de KénaF en utilisant des solutions de NaOH à différentes concentrations (3%, 6%, 9%). Le résultat montre une amélioration significative des propriétés mécaniques pour les fibres traitées par rapport à celle non traitées. Le traitement des fibres avec NaOH à 9% a permis d'obtenir une meilleur purification de la surface des fibres mais une diminution dans de la contrainte à la rupture, autrement dit d'abaisser la résistance mécanique et probablement d'endommager les fibres. La concentration optimale de NaOH a été estimée à 6% <sup>34</sup>.

X. Y. Liu, et all : Se sont intéressés à l'étude des propriétés micromécaniques des composites PP/fibre de jute, la surface des fibres à été modifiée avec un traitement alcalin, aux silanes et un traitement alcalin plus le PP-g-MA en émulsion. Les modifications de la surface extérieure des fibres de jute se sont avérées très efficaces dans l'amélioration de l'adhérence fibre-matrice. Il a été démontré que le traitement avec NaOH enlève les cires et les substances grasses et apporte un changement et une amélioration non seulement de la topographie extérieure mais également de la distribution du diamètre. En conséquence, les propriétés mécaniques telles que les résistances à la traction, au cisaillement, et à la flexion des composés ont augmenté après traitement, tandis que la résistance au choc a légèrement diminué<sup>35</sup>.

## **II.-6.1.2. Retardateur de flamme**

### **✓ L'inflammabilité des Polyuréthanes**

Depuis les années 1970, les matériaux traditionnellement employés (bois, métaux) sont progressivement remplacés par des matériaux polymères. La configuration actuelle des habitations est donc propice à un départ de feu facilité et à un développement rapide et violent des incendies<sup>36</sup>.

Le développement d'un feu est très complexe et dépend de nombreux paramètres tels que la localisation de l'incendie dans une pièce ou encore les conditions de ventilation. Le fuel, le comburant et la chaleur sont les constituants du triangle de feu.

---

<sup>34</sup> Hazizan Md Akil, A. M. *Materials Letters*, Vol 61, pp. 2023- 2025. (2007).

<sup>35</sup> X. Y. Liu, G. C. *Express Polymer Letters*, Vol.1( No.5), pp. 299–307. (2007).

<sup>36</sup> T.Kashiwagi, A. K. *Effects of weak linkages on the thermal and oxidative degradation of poly (methyl methacrylates)*. pp. 2160-2168. (1986).

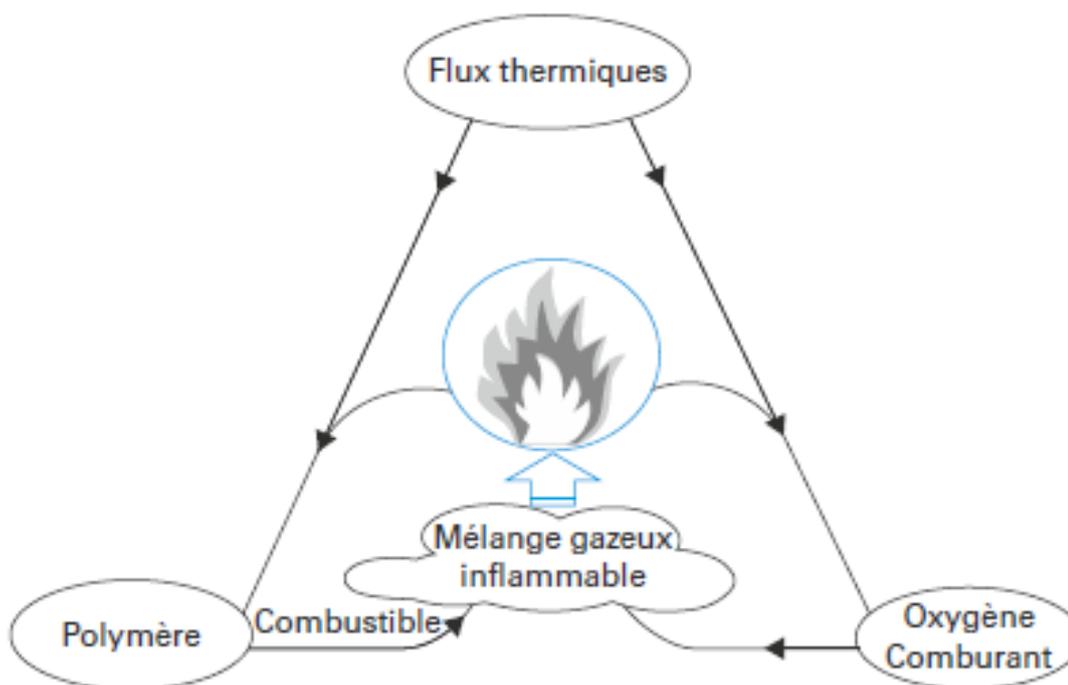


Fig II.6. Triangle du feu <sup>37</sup>

#### ✓ L'utilisation de Retardateur de Flamme

Il existe cinq familles de retardateurs de flammes : les retardateurs de flammes inorganiques, les organiques halogénés, les organiques phosphorés, les organiques azotés et les organiques contenant du bore.

- Les retardateurs de flammes inorganiques doivent être utilisés en grande quantité (>60% en masse), ils ont un rôle de dilution des polymères combustibles.
- Les retardateurs de flammes bromés protègent principalement les équipements électriques et électroniques.
- Les retardateurs de flammes phosphorés sont utilisés dans les résines thermoplastiques et thermodurcissables, les mousses et polyuréthanes.
- Les retardateurs de flammes azotés sont utilisés majoritairement dans les nylons.
- Les retardateurs contenant du bore agissent sur la cellulose (contenue dans le coton).

#### ✓ Retardateurs de flamme conventionnels et biosourcés pour les polymères

Afin de réduire l'inflammabilité du matériau polymère, on y ajoute souvent des charges inorganiques en raison de leur faible coût, de leur facilité d'emploi (ajout par voie additive) et de leur bonne résistance au feu, voire incombustibilité. On distingue les charges inertes et les charges actives à partir de leur mode d'action.

<sup>37</sup> C. NEGRELL. *Retardateurs de flamme phosphorés*. (2016, juillet)

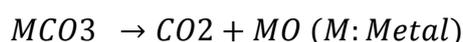
La silice, le carbonate de calcium et le noir de carbone sont des charges inertes opérant essentiellement par des mécanismes de dilution de la matière combustible et de puits de chaleur. Selon leurs caractéristiques morphologiques, certains composés permettent également de former à la surface du polymère une couche isolante à la fois vis-à-vis de la chaleur et des gaz combustibles résultant de la dégradation du polymère<sup>38</sup>.

- **Les carbonates de calcium**

Le carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>) est le composé le plus répandu (en termes de distribution géographique et d'abondance dans les précipités minéraux d'origine biologique (organismes marins et géologiques). Les poudres de CaCO<sub>3</sub>, peu coûteuses, sont largement utilisées en tant que charge dans le caoutchouc, le plastique, l'industrie du papier, les encres d'impression, les cosmétiques, les dentifrices et l'industrie agro-alimentaire. Par ailleurs, de nombreuses études se sont intéressées au carbonate de calcium dans le but d'éviter la formation de calcaire dans les installations industrielles.

- **Principe global**

Tous les carbonates libèrent du dioxyde de carbone en se décomposant de manière endothermique selon la réaction :



Seuls les carbonates alcalino-terreux MgCO<sub>3</sub> et CaCO<sub>3</sub> peuvent trouver un intérêt comme retardateurs de flamme car ils se décomposent en dessous de 800 °C (tableau II-1). Néanmoins, c'est le carbonate de magnésium qui possède la température de décomposition la plus compatible avec les domaines de décomposition thermique des polymères.

- **Exemple littéraire**

La vitesse de combustion (mesurée selon la norme ASTM-D 4804) d'un copolymère SBS charge à 5 % en masse de CaCO<sub>3</sub> diminue d'environ 10 % et passe de 0,63 mm/s à 0,56 mm/s pour du carbonate micrométrique. Dans le cas du carbonate nanométrique (50-70 nm) et toujours pour un taux de charge de 5 %, la diminution de la vitesse de combustion est de 30 %<sup>39</sup>.

Tableau II.1. Température et enthalpies de décomposition des carbonates alcalino-terreux<sup>39</sup>

Formule chimique	Température de début de décomposition (°C)	Enthalpie de décomposition (KJ/Kg)
MgCO <sub>3</sub>	540	1 100
CaCO <sub>3</sub>	740	1 710
SrCO <sub>3</sub>	830	1 530
BaCO <sub>3</sub>	960	1 340

<sup>38</sup> l'ingénieur, T. d. retardateurs de flamme conventionnels et biosourcés pour les polymères. (Janvier 2018).

<sup>39</sup> M. C. VAGNER. Retardateurs de flamme conventionnels et biosourcés pour les polymères. techniques d'ingénieur. (2018, Janvier).

---

Matériaux et  
techniques  
expérimentales

---

## III.1. Matériaux utilisés

### III.1.1. le polyuréthane

Le polymère utilisé est la résine thermodurcissable « POLYURETHANE 78 », La résine PU blanche est une résine de coulée qui durcit très rapidement. Le produit se compose d'une résine de couleur crème à base de polyol et d'un durcisseur de MDI, les 2 composants se mélangent très facilement et très rapidement et se versent en un laps de temps très court (quelques minutes).



FigIII.1. Résine Polyuréthane 78.  
Source : Auteur.

### III.1.2. Farine du grignon d'olive

Dans notre étude, la charge utilisée est le grignon d'olive brut. Il a été récupéré au niveau d'une huilerie moderne fonctionnant avec un système à deux phases dans la région de TiziOuzou située au Nord de l'Algérie, ce grignon a subi plusieurs prés traitements :

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide, ainsi que la récupération d'une matière solide constituant du grignon d'olive (noyaux concassés).
- Lavage avec de l'eau chaude pour éliminer les impuretés insolubles dans l'eau froide.
- Séchage à l'air libre pendant 48 heures.

- Séchage à l'étuve à 105°C pendant 24h.
- Broyage à l'aide d'un broyeur de laboratoire, suivit par le tamisage.

### III.1.3. Produits chimiques

- **L'hydroxyde de sodium**

L'hydroxyde de sodium utilisé a été produit par la société «CheminovaInternacional,S.A », ses caractéristiques sont représentées dans le tableau (III.1)

la formule chimique	La masse moléculaire	La pureté
NaOH	40 g/mol	98%

Tableau III.1. Propriétés chimique NaOH

- **Carbonate de calcium**

Le carbonate de calcium utilisé a été produit par « Riedel de haen ag seelzehannoverses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau (III-2).

la formule chimique	La masse moléculaire	La pureté
CACO3	100.09 g/mol	99%

Tableau III.2. Propriétés chimique CaCO3.

## III. 2. Techniques expérimentales

### III.2.1. La modification chimique de la farine de grignon d'olive

La farine de grignon d'olive a été modifiée selon les méthodes décrites ci-dessous (toutes les concentrations sont exprimées en % massique).

#### III.2.1.1. Modification chimique des particules de grignon d'olive par la mercerisation (NaOH)

La farine de grignon d'olive est immergée dans une solution de la soude avec une concentration de 10% (en masse) pendant une durée d'une heure à température ambiante. La farine est ensuite rincée avec de l'eau distillée pour enlever l'excès de NAOH. Le lavage final a été fait avec l'eau contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées dans une étuve à 70°C pendant 3h. ce processus est tiré du travail paul et al<sup>40</sup>

---

<sup>40</sup> J. S. A. Paul. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite. Composites Part A: Applied Science Manufacturing., Vol.39., 2008, pp. pp 1582–1588. 2008.

## III.2.2 Elaboration des composites PUR/ farine de grignon d'olive

### III.2.2.1. Préparation des mélanges

Au cours de notre étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir de polyuréthane renforcé par la farine de grignon d'olive (traité ou non traité). Les mélanges à différentes proportions massiques (30 et 50 %) ont été soigneusement préparés par pesée. Les proportions de la résine PU sont représentées dans le tableau (III.4).

Composants	Formulation						
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
				Traité	Traité	+CaCO <sub>3</sub>	+CaCO <sub>3</sub>
PU Vierge	100	70	50	70	50	60	40
PU-%GO non traité	00	30	50	30	50	30	50
PU-%GO traité au NaOH	00	00	00	00	00	50	00
PU-%GO + % CaCO <sub>3</sub>	00	00	00	00	00	10	10

Tableau III.4. Récapitulatif des éprouvettes élaborées.

## III-3. Technique de caractérisation

Pour mettre en évidence la modification chimique de la farine de grignon d'olive et les performances des matériaux composites élaborés, différents tests ont été utilisés à savoir :

- Propriété morphologique : Microscope Electronique à Balayage (MEB).
- Propriétés mécaniques : test de traction, test de compression.
- Propriétés thermiques : Coefficient de conductivité thermique. (CT Metre)
- Propriétés physiques : Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)  
test d'absorption d'eau et le test d'inflammabilité

### III-3.1. Propriétés morphologiques par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet de visualiser des structures par bombardement d'électrons. Les électrons incidents excitent la couche superficielle de l'échantillon et donneront naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaîtront plus sombres. Les micrographies ont été prises par un microscope électronique à balayage du laboratoire de chimie Hassnaoua, UMMTO ,TiziOuzou.

### III-3.2. Propriétés mécaniques

Les tests mécaniques effectués sont : les tests de traction et de compression.

- **Test de traction**

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction suivant son axe, généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. En effet, Les essais de traction sont des expériences dont le but est de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux. Ces essais permettent d'établir une relation entre les contraintes et les déformations et de déterminer la nature du matériau (rigide ou souple). Le test de traction est réalisé sur des éprouvettes normalisées sous forme parallélépipédiques. Selon la norme **NF EN ISO 527, Juin 1993**. Ces essais ont été réalisés au labo de génie civil UMMTO sur une machine électrique de type « *iber test* », pilotée par un microordinateur à la température ambiante et une vitesse de déplacement 10 mm/min.

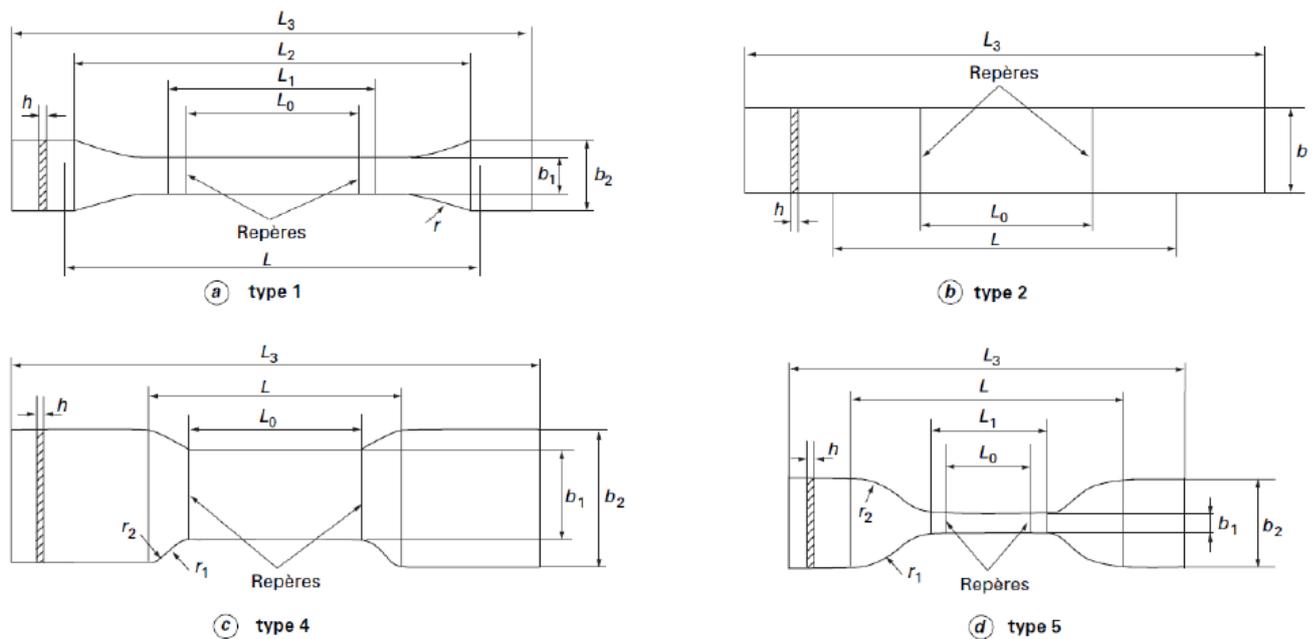


Fig III.2. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527

Type d'éprouvette		1 A	1 B	1 BA	1 BB	5 A	5 B	2	4	5
Longueur totale	$L_3$	$\geq 150$	$\geq 150$	$\geq 75$	$\geq 30$	$\geq 75$	$\geq 30$	$\geq 150$	152	$\geq 115$
Longueur partie calibrée	$L_1$	$80 \pm 2$	$60 \pm 0,5$	$30 \pm 0,5$	$12 \pm 0,5$	$25 \pm 1$	$12 \pm 0,5$			$33 \pm 2$
Rayon	$r$	20 à 25	$\geq 60$	$\geq 30$	$\geq 12$					
Petit rayon	$r_1$					$8 \pm 0,5$	$3 \pm 0,1$		22	$14 \pm 1$
Grand rayon	$r_2$					$12,5 \pm 1$	$3 \pm 0,1$		25,4	$25 \pm 2$
Distance initiale entre mâchoires	$L$	$115 \pm 1$	$L_2 \cdot \delta^5$	$L_2 \cdot \delta^2$	$L_2 \cdot \delta^1$	$50 \pm 2$	$20 \pm 2$	$100 \pm 5$	73,4	$80 \pm 5$
Distance entre parties larges à faces parallèles	$L_2$	104 à 113	106 à 120	$58 \pm 2$	$23 \pm 2$					
Largeur aux extrémités	$b_2$	$20 \pm 0,2$	$20 \pm 0,2$	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,2$	$12,5 \pm 0,1$	$6 \pm 0,5$	10 à 25	38	$25 \pm 1$
Largeur partie étroite	$b_1$	$10 \pm 0,2$	$10 \pm 0,2$	$5 \pm 0,2$	$2 \pm 0,2$	$4 \pm 0,1$	$2 \pm 0,1$		$25,4 \pm 0,1$	$6 \pm 0,4$
Épaisseur recommandée	$h$	$4 \pm 0,2$	$4 \pm 0,2$ ou $\leq 1$	$\geq 2$	$\geq 2$	$\geq 2$	$\geq 1$	$\leq 1$	$\leq 1$	$\leq 1$
Longueur de référence	$L_0$	$50 \pm 0,5$	$50 \pm 0,5$	$25 \pm 0,5$	$10 \pm 0,2$	$20 \pm 0,5$	$10 \pm 0,2$	$50 \pm 0,5$	$50 \pm 0,5$	$25 \pm 0,25$
Norme ISO		527-2	527-2 (537-3)	527-2	527-2	527-2	527-2	527-3	527-3	527-3

Tableau III.5. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527

- Résultats typiques :

La figure (III.3) représente la courbe théorique contrainte /déformation des matériaux polymères en général.

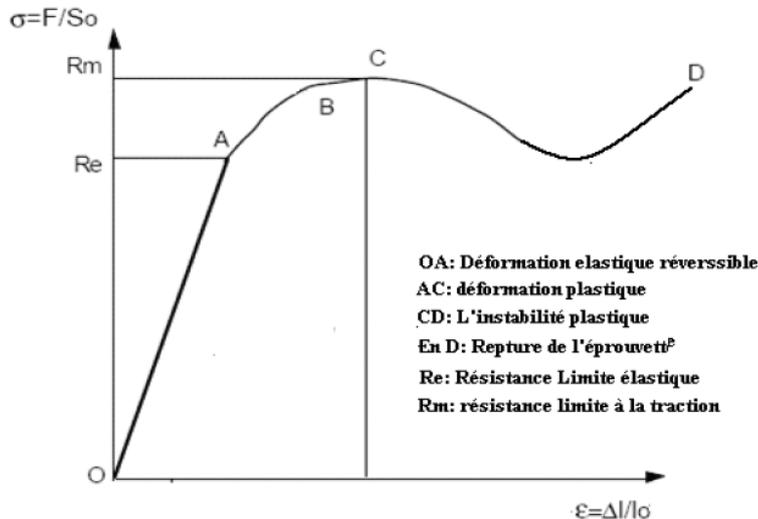


FIG III.3. Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.

La pente de la partie linéaire OA (Figure) représente le module d'Young (E) exprimé en MPa ou en GPa, appelé aussi ou module d'élasticité. On appelle loi de Hooke la relation (1) :

$$\sigma_{\text{Elastique}} = E \cdot \varepsilon_{\text{elastique}} \quad (1)$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé Mega Pascal est donnée par la formule suivante (2) :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2)$$

Avec :  $\sigma$  Contrainte à la rupture.  
 S Section de l'éprouvette.  
 F la force d'étirement.

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante (3):

$$\varepsilon \% = \frac{L-L_0}{L_0} \quad (3)$$

Avec  $\varepsilon$  Allongement à la rupture.  
 L Longueur finale de l'éprouvette.  
 L<sub>0</sub> Longueur initiale de l'éprouvette.

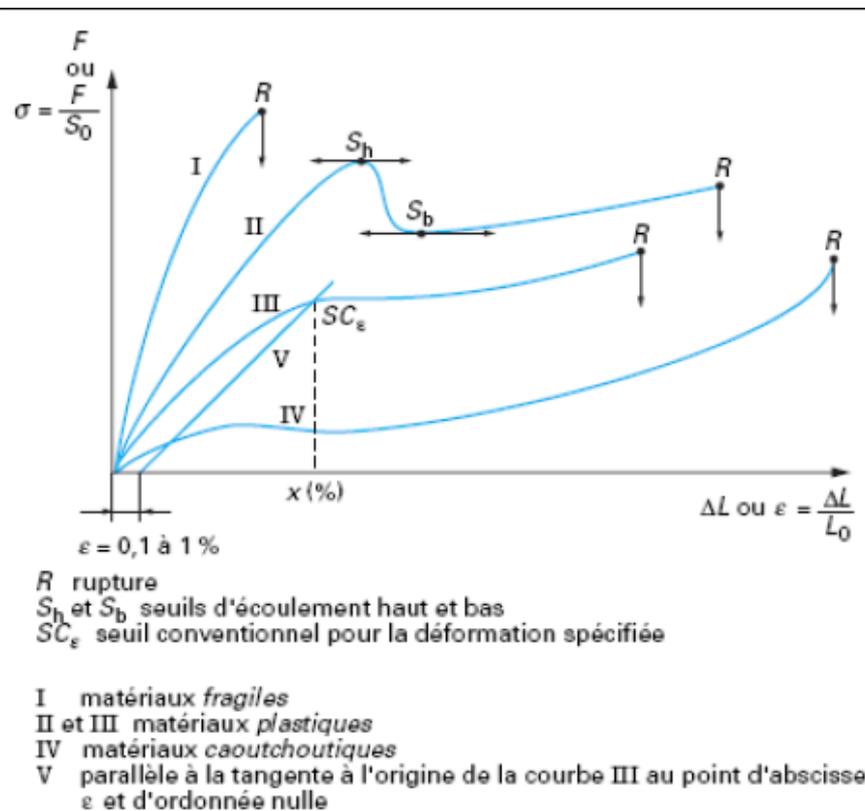


Fig III.4. Courbe de traction type des plastiques.

La photo de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure (III.5)



FigIII.5.Machine de traction Iber Test.

- Essai de compression :

L'essai est réalisé en utilisant des dispositifs inverseurs ou des plateaux peuvent être montés sur les machines de traction pour solliciter une éprouvette en compression, afin de déterminer des caractéristiques telles que module de compression, contraintes et déformations relatives aux points singuliers (seuils d'écoulement, rupture) ou conventionnels, ces derniers étant définis de la même manière qu'en traction. Les éprouvettes doivent avoir la forme d'un prisme droit, d'un cylindre ou d'un tube.

### III-3.3.Propriétés thermiques

#### III-3.3.2. Coefficient de conductivité thermique

Dans le but de déterminer le coefficient de conductivité thermiques des éprouvettes de dimension (8\*8\*1cm) ont été confectionnées. Les surfaces rugueuses ont été polies à l'aide d'une ponceuse à papier à verre afin d'avoir des surfaces lisses, planes et parallèles.

Les critères pris en compte sont le dosage et les traitements chimiques de la charge.

Le dispositif utilisé pour déterminer les valeurs du coefficient de conductibilité thermique de nos éprouvettes est la méthode du fil chaud. L'appareillage utilisé est le CT-mètre développé par le SCTB, conforme à la norme NF EN 993-15<sup>41</sup>.

La méthode du fil chaud permet d'estimer la conductivité thermique d'un matériau à partir de l'évolution de la température mesurée par un thermocouple placé à proximité d'un fil résistif.

---

<sup>41</sup> NF EN 993-15 – 'Méthodes d'Essai pour Produits Réfractaires Façonnés Denses-Partie 15 : Détermination de la Conductivité Thermique par la Méthode du Fil Chaud', Octobre 2005.

La sonde, constituée du fil résistif et du thermocouple dans un support isolant en kapton, est positionnée entre deux échantillons du matériau à caractériser. Le CT-mètre, développé au CSTB, utilise cette méthode avec les critères suivants :

- Conductivité de 0,02 à 5 W.m-1.K-1 ;
- Température de mesure de 20 à 80 °C;
- Échantillons: au moins 80 × 40 mm, de quelques millimètres d'épaisseur pour les isolants à quelques centimètres pour les conducteurs.

La résistance thermique ( R ) des éléments est proportionnelle à l'épaisseur ( E ) et inversement proportionnelle à  $\lambda$  elle est déterminée suivant la relation:

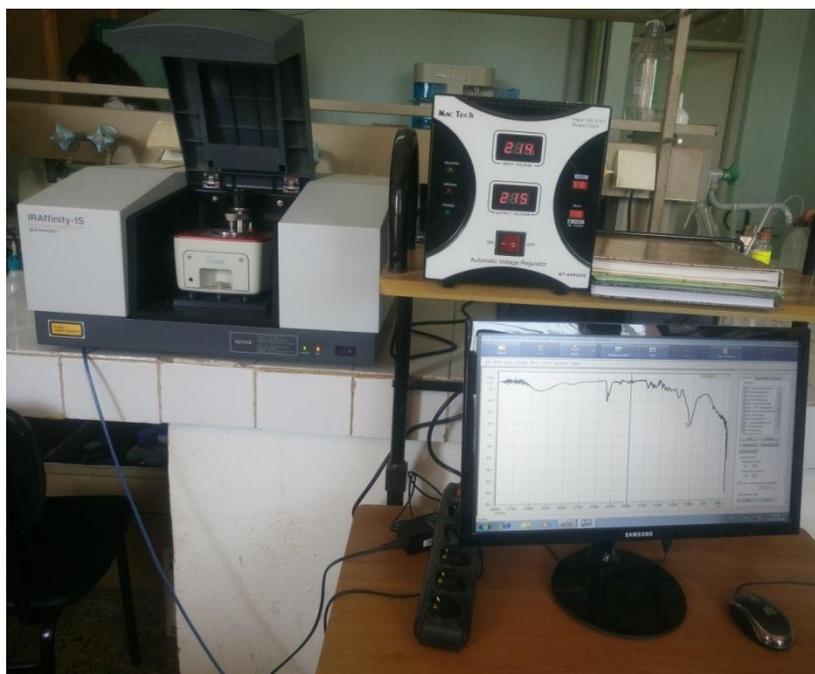
$$R = \frac{E}{\lambda}$$

### III-3.4. Propriétés physiques

#### III-3.4.1. Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie IRTF est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transforme de fourrier (IRTF) qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de TiziOuzou. La plage de balayage est comprise entre 400 et 4000 avec une résolution de 4cm-1



FigIII.6.Spectrophotomètre infrarouge à transforme de fourrier.

### III-3.4.2. Test d'absorption d'eau

Pour éliminer la quantité d'eau retenue, il y'a lieu de sécher des éprouvettes carrés de 50 mm de côté, dans une étuve pendant 24 h à 50°C, on les laisse refroidir dans un dessiccateur et on les pèse ( $m_0$ ) sur une balance analytique de précision 0,01g. Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à une température de 23°C, selon la norme NF 51-002. Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant. On pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ), l'opération continue pendant cinq (03) jours. La variation de masse en (%) est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

### III-3.4.3. Test d'inflammabilité

Des éprouvettes de 63mm de largeur et 3.17mm d'épaisseur ont été coupées de l'échantillon d'essais de conductivité thermique.

Chaque échantillon a été marqué de 2cm d'un bout, puis fixés horizontalement. Après cela la flamme du bruleur a été ajustée à 6mm et inclinée d'environ 45 °. Enfin le temps nécessaire pour que la flamme se propage jusqu'à la marque de 2 cm a été enregistrée <sup>42</sup>.

Les résultats ont été analysés en termes de temps d'inflammabilité en fonction du taux de charge de grignon d'olives et l'influences des différents traitements chimiques.

---

<sup>42</sup> B.KOUINI « Elaboration et caractérisation des nanocomposites à matrice PP/PP-g-AM/PA66 renforcés par des nanoargiles », These de doctorat, université M'hamed Bouguerra, Boumerdes , 2013.

---

## **Résultat et discussion**

---

## IV.1. Caractérisation par microscopie électronique à balayage

L'interface polyuréthane-grignon d'olive (PU-GO), a été examinée par observation du faciès de rupture par microscopie électronique à balayage (MEB). Ainsi, les éprouvettes PU-50%GO, en particules traitées et non traitées au NaOH (10%), ont été observées en mode électrons secondaires. Les figures IV.1 et IV.2 montrent les micrographies obtenues.

### IV.1.1. Etude de l'interface des composite PU-50% particules GO non traitées

La Figure IV.1 (a) présente des images de l'interface du composite PU-50%GO non traitées. Nous distinguons deux phases : la matrice, en couleur relativement claire et contenant de fins micropores bien dispersés et la (es) particules de GO de couleur homogène (gris) très Bien que la surface soit relativement homogène on note l'apparition de plusieurs trous qui résultent de l'arrachement des particules de grignon d'olive au sein de la matrice. Cela s'explique par le fait que les particules de grignon d'olive ont tendance à s'agglomérer lorsqu'elles sont mélangées avec une matrice apolaire. Il en résulte un composite hétérogène, ceci pouvant induire par la suite une diminution des propriétés mécaniques du matériau composite.

### IV.1.2. Effet du traitement chimique au NaOH des composites à 50%GO

La figure IV.1 (b) représente l'image du MEB des composites traités avec le NaOH. Elle présente une surface plus homogène avec moins de pores. Ainsi, une meilleure dispersion des particules de grignons d'olive dans la matrice Polyuréthane (Fig. IV.4. b) est également constatée. Cette dispersion est due au bon mouillage des particules de grignons d'olive, qui se traduit par une meilleure adhésion des particules de la farine à la matrice. Ceci est expliqué par la diminution de l'énergie interfaciale et de la polarité de la charge <sup>44</sup>. Ce qui permet de dire que le traitement au améliore la compatibilité entre la farine et la matrice.

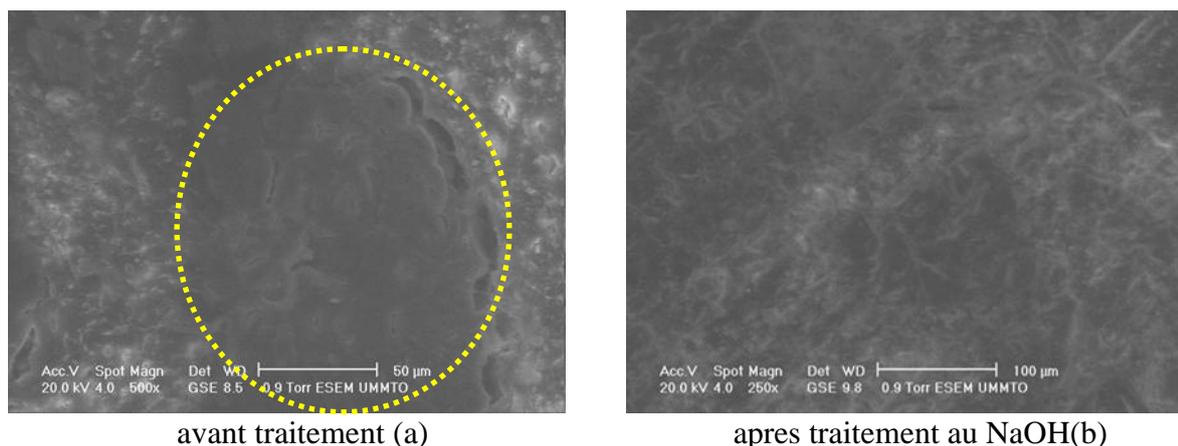


Fig IV.1. Images du microscope électronique à balayage des composites.

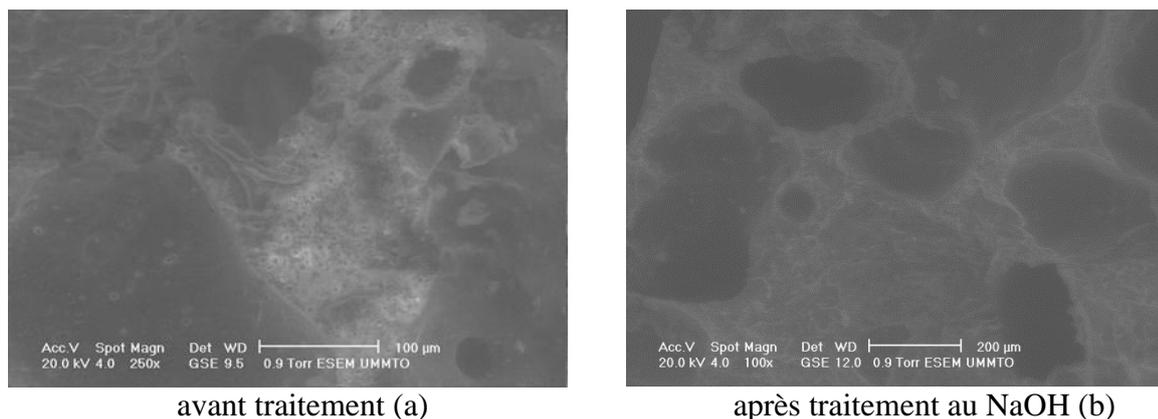
<sup>44</sup> S.M. Sapuan R.M.N. Arib, M.M.H.M. Ahmad, M.T. Paridah , H.M.D. Khairul Zaman. 2006. *Materials and Design*. 2006, Vol. 27, pp. 391–396.

### IV.1.3. Etude du faciès de rupture des composite PU-50% particules GO non traitées

La figure IV.2.a présente des images du faciès de rupture du composite PU-50%GO non traité. Nous remarquons une surface rugueuse, irrégulière et hétérogène signifiant que la rupture est intergranulaire. Autrement dit, les particules de la farine de grignon d'olive ont été complètement retirées de la matrice (PU) lors de la rupture. Ceci peut s'expliquer par la mauvaise adhésion interfaciale et la différence dans les énergies (ou polarité) de la surface libre de la charge et du polymère <sup>45</sup>. L'adhésion n'étant pas assez bonne, lorsque le composite est soumis à une contrainte les particules sont étirés et vont s'extirper de la matrice, les interactions particules/matrice n'étant pas assez fortes pour les retenir.

### IV.1.2. Effet du traitement chimique au NaOH des composites à 50%GO

La Figure IV.2.b présente des images du faciès de rupture du composite PU-50%GO traité au NaOH. Nous constatons que la matrice présente un aspect différent (moins de micropores) et que la rupture intergranulaire est moins prononcée.



avant traitement (a) après traitement au NaOH (b)  
Fig.IV.2. Images du microscope électronique à balayage des faciès de rupture des composites 50% GO

## IV.2. Caractérisation mécanique

### IV.2.1. Effet du taux de charge sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50%GO.

L'évolution de la résistance à la traction des composites non traités en fonction du taux de charge est illustrée sur la figure IV.3. Nous remarquons une diminution de la contrainte à la rupture des composites chargés par les particules de grignon d'olive non traitées, comparé au PU non chargé (vierge). Cette baisse est évaluée à 30 et 87 % pour les composites PU-30% et PU-50% non traités respectivement. Ces résultats sont prévisibles et en accord avec les résultats rapportés dans la littérature. Cette baisse est attribuée à la diminution de la force de

<sup>45</sup> Sonia M.B. Nachtigall, Graziela S. Cerveira. Polymer Testing. 2007, Vol. 26, pp. 619-628.

liaison entre les particules de renfort et la matrice, responsable de la propagation de fissures suite à l'effort de traction.

Cette diminution augmente au fur et à mesure que le taux de charge augmente. Ce qui peut s'expliquer par la tendance des particules de GO à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice. Il se produit alors une diminution des caractéristiques de résistance mécanique du matériau composite.

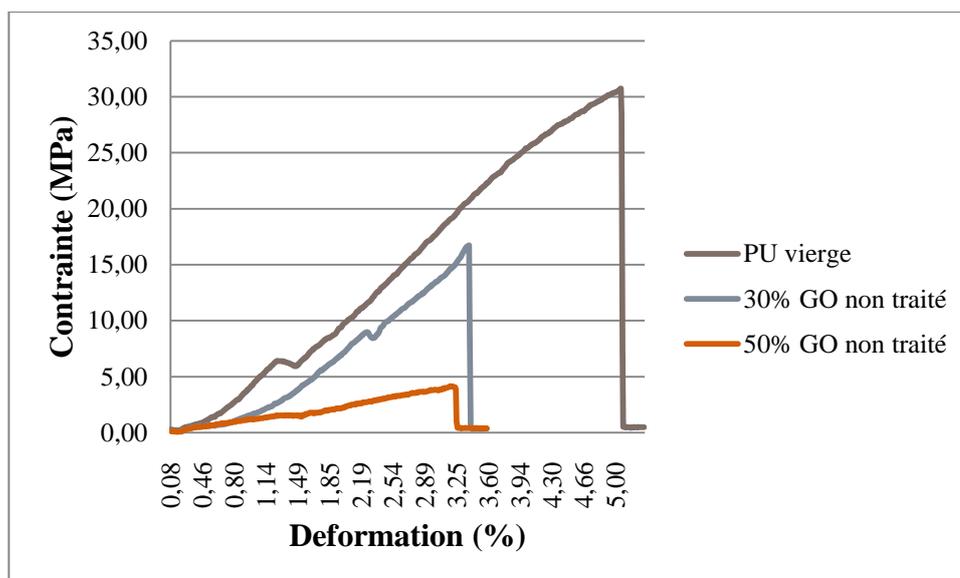


Fig IV.3. Contrainte déformation suivant le taux de charge en GO non traité

#### IV.2.2. Effet du taux de charge sur l'évolution du module de Young des composites à 30 et 50%GO

La figure IV.4 met en évidence l'évolution du module de Young des composites à base de particules de GO traitées et non traitées en fonction du taux de GO (voir les PU-30 et 50% GO non traitées). L'introduction de particules GO non traitées dans la matrice polyuréthane diminue la rigidité du matériau. Cette diminution est d'autant plus importante que le taux de GO est élevé. En effet, Sabu Thomas et al <sup>46</sup>, F. Tihminliog et al <sup>47</sup> et A.Sapuan et al <sup>48</sup> rapportent des résultats tendant dans le même sens et expliquent ce phénomène par la plastification de la farine ce qui rend le composite moins rigide et lui conférant des propriétés de souplesse. Dans notre cas, nous pensons que la multiplication d'interfaces GO-PU, zones d'initiation et de propagation de fissures, notamment dans le composite à 50%GO, participe à ce phénomène.

<sup>46</sup> Sabu Thomas, Maya Jacob John, Bejoy Francis, K.T. Varughese. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol 39 (2), 352-363, 2008.

<sup>47</sup> F. Tihminliog ũ, D. Meti n, D. Balkose, S. Ulku. *Composites, Part A* 35, 23-32, 2004.

<sup>48</sup> S.M. Sapuan R.M.N. Arib, M.M.H.M. Ahmad, M.T. Paridah , H.M.D. Khairul Zaman. *Materials and Design*, Vol 27, 391-396, 2006.

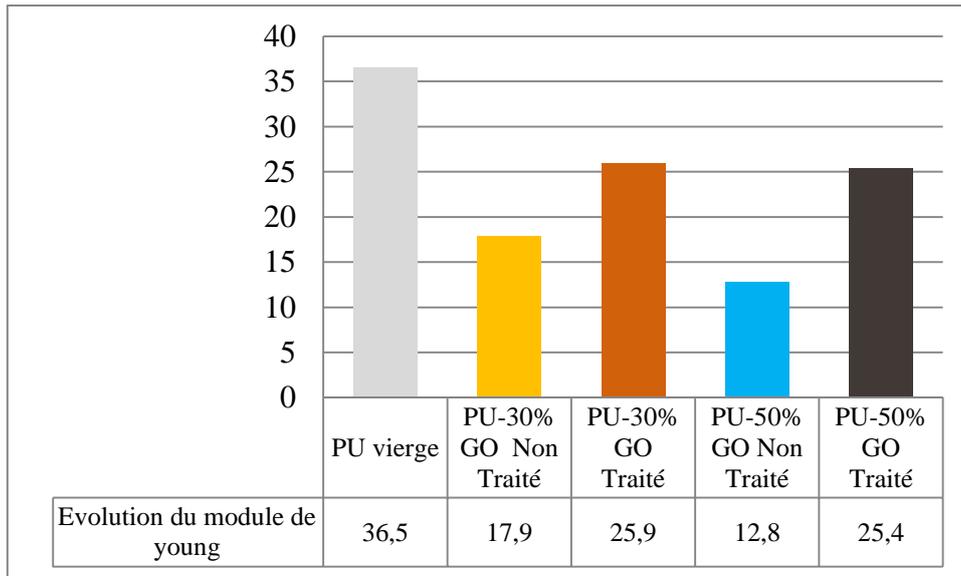


Fig IV.4. Evolution du module de Young en fonction du taux de charge et du traitement des particules de GO.

### IV.2.3. Effet du traitement chimique au NaOH sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50%GO

La figure IV.5. met en évidence une comparaison des contraintes à la rupture enregistrées sur les échantillons étudiés. Les contraintes à la rupture du PU vierge, de PU-30%GO (GO traité et non traité) et de PU-50%GO (GO traité et non traité) sont comparées pour mettre en évidence l'effet du traitement chimique. Comparativement au PU vierge et aux composites à base de particules non traitées, nous remarquons une augmentation de la contrainte à la rupture pour les composites chargés par les particules de GO traitées. Cette augmentation peut s'expliquer par la tendance à l'amélioration de l'interface matrice PU-particule GO suite au traitement par le NaOH. Ce qui se fait suite à l'activation chimique des chaînes moléculaires de cellulose – lignine constituant le GO. Ceci ajouté au fait que le traitement au NaOH favorise la neutralisation partielle d'acides gras qui subsisteraient sur la surface des particules de GO et qui constituent, vu leur saturation, une sorte de barrière à l'établissement de liaisons chimiques.

Nous observons le même phénomène pour les composites chargés à 50% par les particules de grignon d'olive traitées et non traitées(figure IV.5).

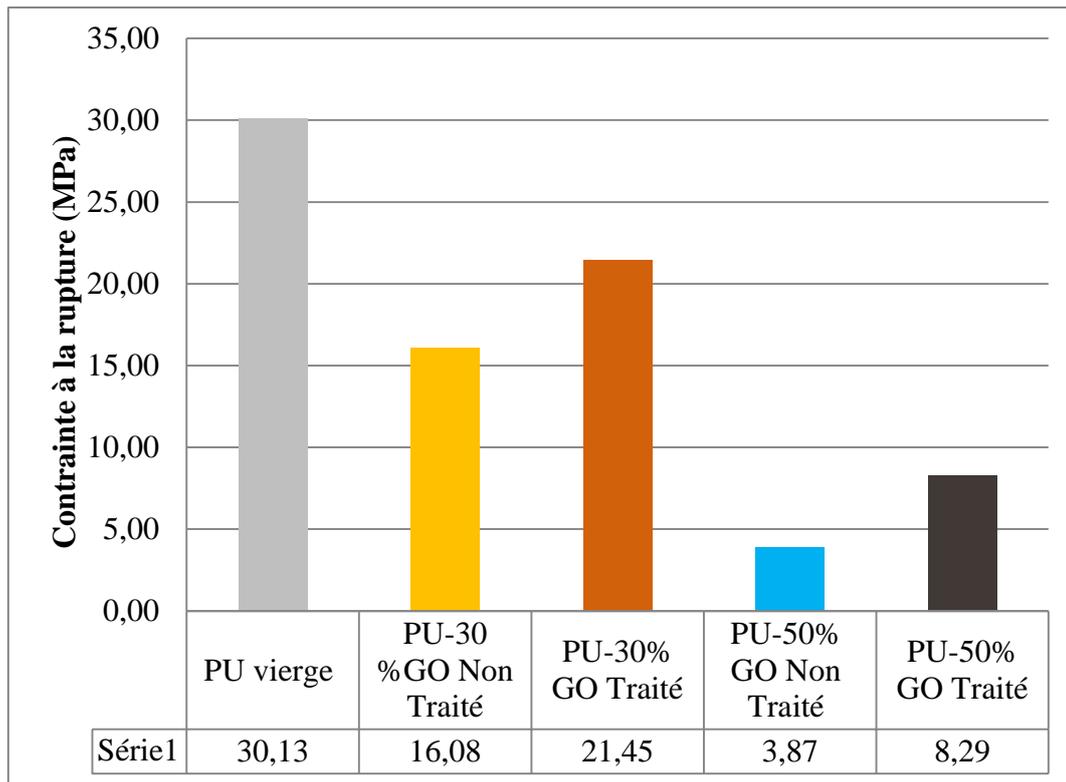


Fig IV.5. Effet du traitement des particules de GO au NaOH sur la résistance à la traction des composites à 30 et 50%GO traités.

#### IV.2.4. Effet du traitement au NaOH sur l'évolution du module de Young des composites à 30 et 50%GO

La figure IV.6. montre l'évolution du module de Young (en MPa) en fonction du taux de charge et du traitement des particules de GO. Comme pour la limite à la rupture, le traitement chimique de la farine avec le NaOH augmente considérablement le module de Young, comparé aux composites non traités. Ceci s'explique par le fait que le traitement alcalin contribue à améliorer le rapport d'aspect en éliminant les zones très pointues des particules et en les rendant relativement rugueuses (par élimination des phases moins résistantes au traitement alcalin). La rugosité de surface est augmentée du fait de la quantité plus importante de cellulose exposée à la surface des fibres. Ceci offre par ailleurs une meilleure mouillabilité ainsi qu'un nombre de sites réactionnels plus important. Par ailleurs, au vu des résultats d'observation au MEB (voir figure IV.1), il semble que le traitement au NaOH favorise la dispersion des particules de grignon d'olive, diminuant ainsi la formation d'agglomérats qui induisent des hétérogénéités et une transmission uniforme des contraintes au sein de la matrice. Ce qui défavorise l'apparition et la multiplication de zones à fortes intensité de contraintes.

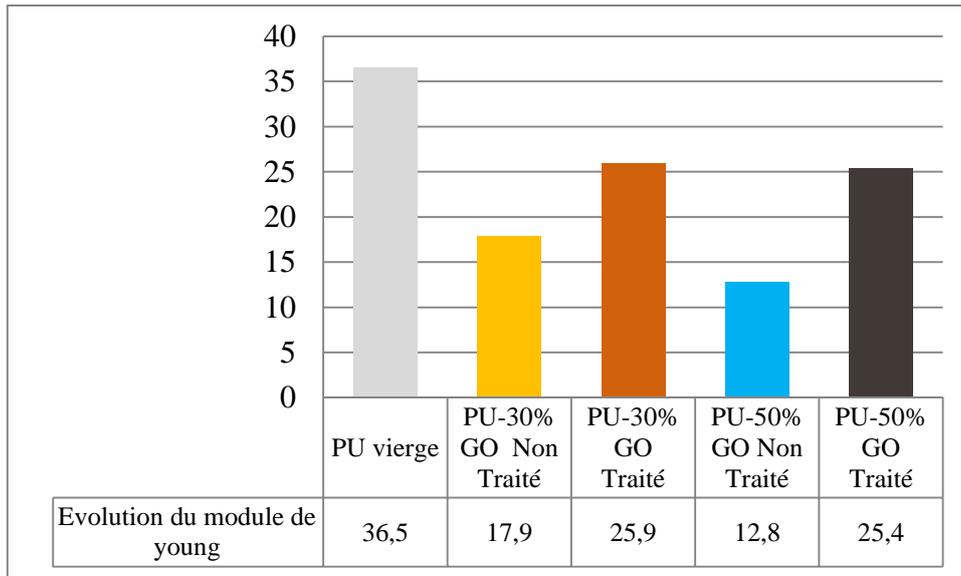


Fig IV.6. Evolution du module de Young en fonction de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.

Vu que les matériaux élaborés présentent une faible masse volumique, il semble très intéressant de les recommander comme matériau pour l'habitat.

Les résultats mentionnés ci-dessus étant en faveur d'un traitement du GO au NaOH, et connaissant le caractère inflammable du PU, des essais d'inflammabilité ont été réalisés sur les différents matériaux. Malgré une amélioration de la résistance au feu suite à l'incorporation du GO, les résultats ont montré que le matériau est toujours inflammable et qu'il est indispensable d'améliorer ce critère.

La bibliographie rapporte un bon nombre de retardateurs de flammes. Le meilleur compromis consiste à utiliser comme ajout un retardateur qui n'augmenterait pas trop la masse volumique ni le coût du matériau tout en maintenant les propriétés mécaniques obtenues pour les composites PU-GO. Pour ce faire, nous avons choisi le carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$ . Ce dernier est ajouté sous forme de poudre fine au GO lors de l'élaboration.

Les résultats ci-dessous incluent ceux des échantillons contenant le  $\text{CaO}_3$ .

### IV.3. Propriétés thermiques

#### IV.3.1 Coefficient de conductivité thermique

Les coefficients de conductivité thermique  $\lambda$  ( $\text{W/m}^\circ\text{C}$ ) et la résistance thermique  $R$  ( $\text{W/m}^\circ\text{C}$ ) des différents matériaux élaborés sont portés dans le tableau IV.1.

Eprouvettes	$\lambda$ (W/m°C)	$R = \frac{E}{\lambda}$ (m <sup>2</sup> .°C/W) E est l'épaisseur 10cm
PU Vierge	0.274	0.36
PU-30 % GO	0.144	0.69
PU-50% GO	0.167	0.59
PU-30% GO traité au NaOH	0.111	0.90
PU-50% GO traité au NaOH	0.151	0.66
PU-30% GO +10% CaCo3	0.191	0.52
PU-50% GO+10% CaCo3	0.235	0.42

Tableau IV.1. Coefficients de conductivité et résistance thermiques des différents matériaux

En référence à la norme française NFP 75-101 <sup>49</sup>, un produit destiné au secteur de l'habitat est défini comme isolant thermique si sa résistance thermique (**R**) est supérieure ou égale à 0,50 m<sup>2</sup>.°C/W.

A la lecture des résultats ci-dessus, nous constatons que le matériau le plus isolant est le PU-30%GO traitées au NaOH (résistance de 0,90 m<sup>2</sup>.°C/W).

### IV.3.2. Effet du taux de charge sur la résistance thermique des composites à 30 et 50%GO.

L'évolution de la résistance thermique des composites non traités en fonction du taux de particules GO est illustrée sur la figure IV.6. Nous constatons que l'incorporation de farine de GO non traitée avec un taux de 30% et 50% améliore la résistance thermique des composites ainsi obtenus comparativement à la matrice vierge PU. En effet, le PU vierge représente une résistance thermique inférieure à la valeur fixée par la norme française NFP 75-101 contrairement aux PU-GO (30 et 50%).

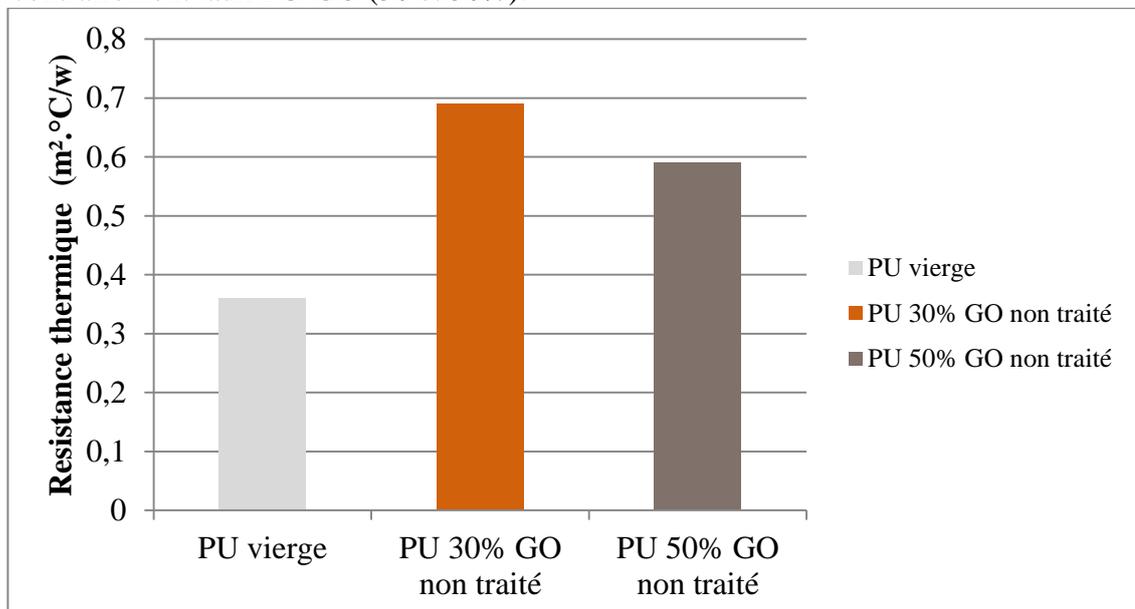


Fig. IV.7. Evolution de la résistance thermique des composites renforcés de GO non traité.

<sup>49</sup> NFP 75 101: 'Norme Française: Isolants Thermiques Destinés au Bâtiment', Octobre 1983.

### IV.3.3. Effet du traitement au NaOH sur la résistance thermique des composites à 30 et 50%GO

L'examen des résultats montre que le traitement des particules de GO au NaOH améliore la résistance thermique dans les deux cas de composites PU-GO, à savoir 30 et 50%. Comme cité plus haut, le meilleur résultat est obtenu pour le PU-30%GO traité au NaOH (Fig. IV.7). Cette caractéristique (isolation thermique) est toutefois diminuée suite à l'ajout du carbonate de calcium pour les deux cas (Fig. IV.8). Paul et al.<sup>50</sup> ont également amélioré les caractéristiques thermiques de fibres cellulosiques en les traitant au NaOH(10% massique).

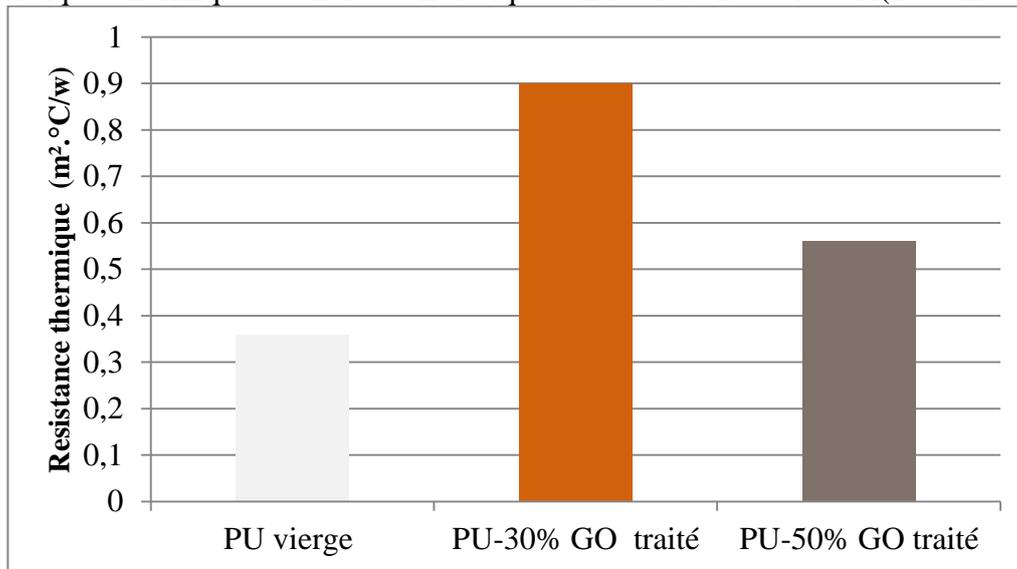


Fig IV.8.Evolution de la résistance thermique des composites en fonction du traitement au NaOH.

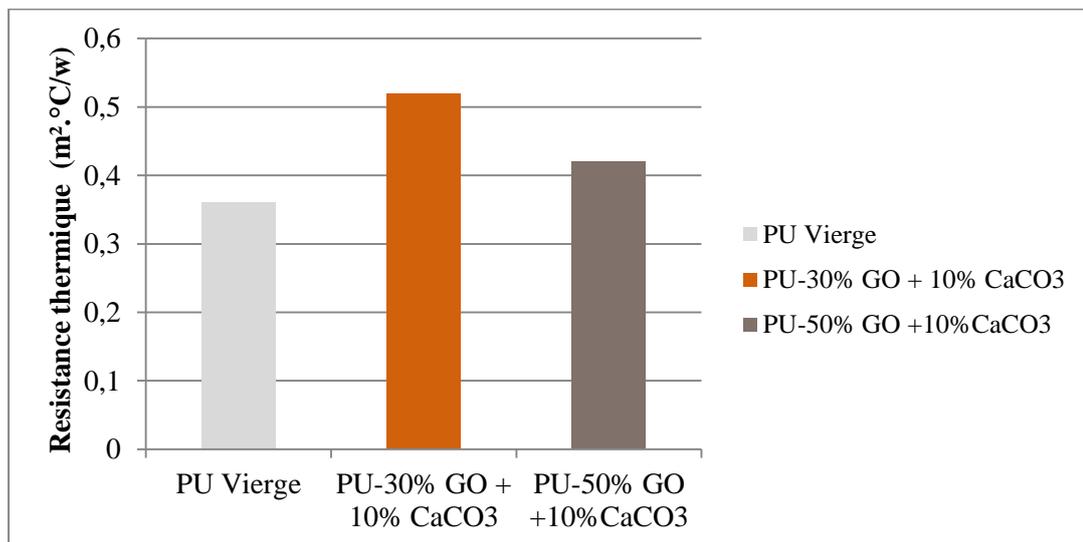


Fig IV.9.Evolution de la résistance thermique des composites en fonction de l'ajout de la charge inerte CaCO3.

#### IV.4.1. Caractérisation de la farine

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration
3200-3600	Vibration d'élongation des hydroxydes O-H
2920	Vibration d'élongation asymétrique des liaisons C-H du groupe CH <sub>2</sub>
2852	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH <sub>2</sub>
1739	Vibration des groupements carbonyles C=O
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxydes O-H de l'eau
1510	Vibration du cycle aromatique
1440-1460	Vibration de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique
1379	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-H dans le plan des polysaccharides
1235-1270	Vibration d'élongation des groupements C-O
1168	Vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.
1039	Vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose
600	Vibration d'élongation des hydroxydes O-H hors plan des polysaccharides.

**Tableau IV.2** : Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosique.

#### de grignon d'olive traitée et non traitée

La figure IV.9 montre les spectres IRTF superposés des particules de GO avant et après traitement au NaOH.

Selon C. Panayiotou et al <sup>50</sup> les fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres IRTF sont attribuées à la fibre cellulosique comme énumérées dans le tableau IV.2.

On voit bien que les pics apparus dans le spectre sont caractéristiques de la fibre cellulosique constituant les particules de grignon d'olive. Les pics intenses sont attribués aux vibrations d'élongation des hydroxydes O-H, des liaisons C-H (prépondérantes en nombre dans les monomères) et aux vibrations de déformations des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

<sup>50</sup> C. Panayiotou, V. Tserki, P. Matzinos, S. Kokkou. *Composites. Part A*, Vol 36, 965-974, 2005.

#### IV.4.2. Analyse spectrale des composites PU-GO (traité et non traité)

La figure IV.10 montre les spectres IRTF superposés du PU vierge et des composites Pu-30%GO traitées au NaOH et non traitées.

Nous constatons que les spectres de PU et de PU-30%GO traitées au NaOH présentent des pics d'absorption à des nombres d'onde très voisins. Des différences d'intensité sont toutefois constatées notamment pour les faibles nombres d'onde (moins de  $1750\text{ cm}^{-1}$ ). En comparant au spectre du GO, les pics enregistrés dans la plage 500-1800 peuvent être attribués aux liaisons chimiques dans le PU. Ce qui est également le cas des trois pics situés dans le domaine  $2750\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ .

Le spectre du PU-GO non traité montre cependant une différence de taille. Les pics attribués au PU sont atténués (de 500-1800 et de  $2750\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ ). Ce résultat laisse penser que l'ajout de GO non traité favorise les réactions PU-GO lors de l'élaboration. Ces réactions pourraient être la cause de l'apparition des sillons aux interfaces PU-GO mis en évidence par observations MEB (Fig. IV.1.a).

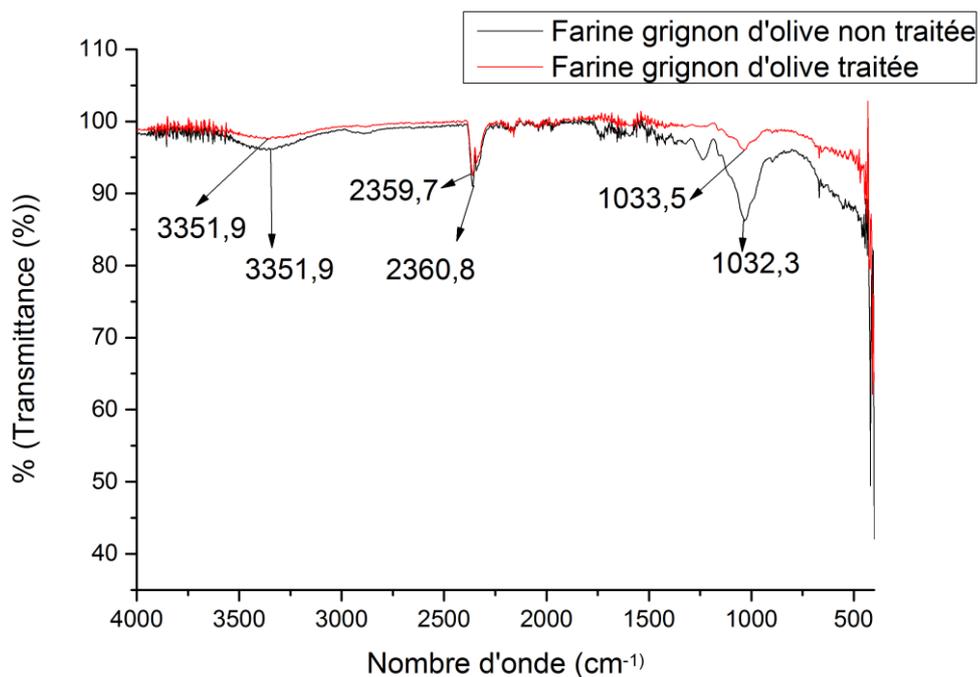


Fig IV.10. Spectres IRTF superposés de la farine GO traitée et non traitée

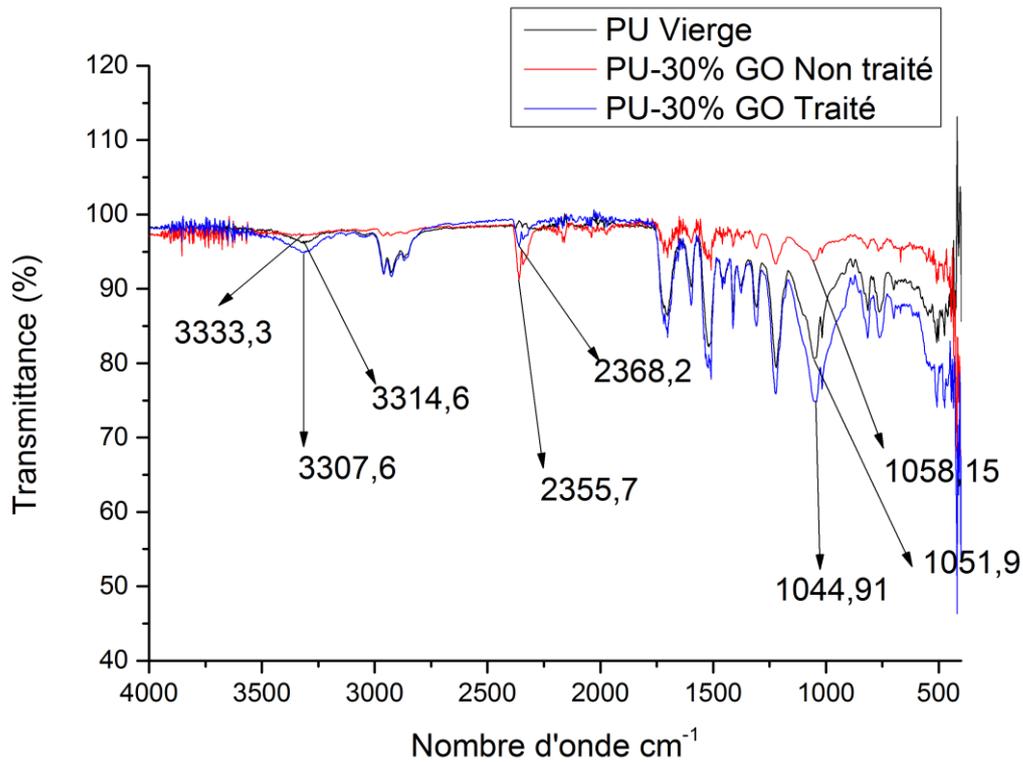


Fig IV.11. Spectres IRTF des échantillons PU vierge, PU-30% GO traité et PU-30% GO non traité.

D'un autre côté et comme le montre la figure IV. 11, l'ajout de 10% de  $\text{CaCO}_3$  au PU-30%GO traitées ne modifie pas trop la signature spectrale du matériau. En effet, il est aisé de constater que le  $\text{CaCO}_3$  reste quasiment inerte pendant que la polymérisation du PU et les réactions PU-GO ont lieu.

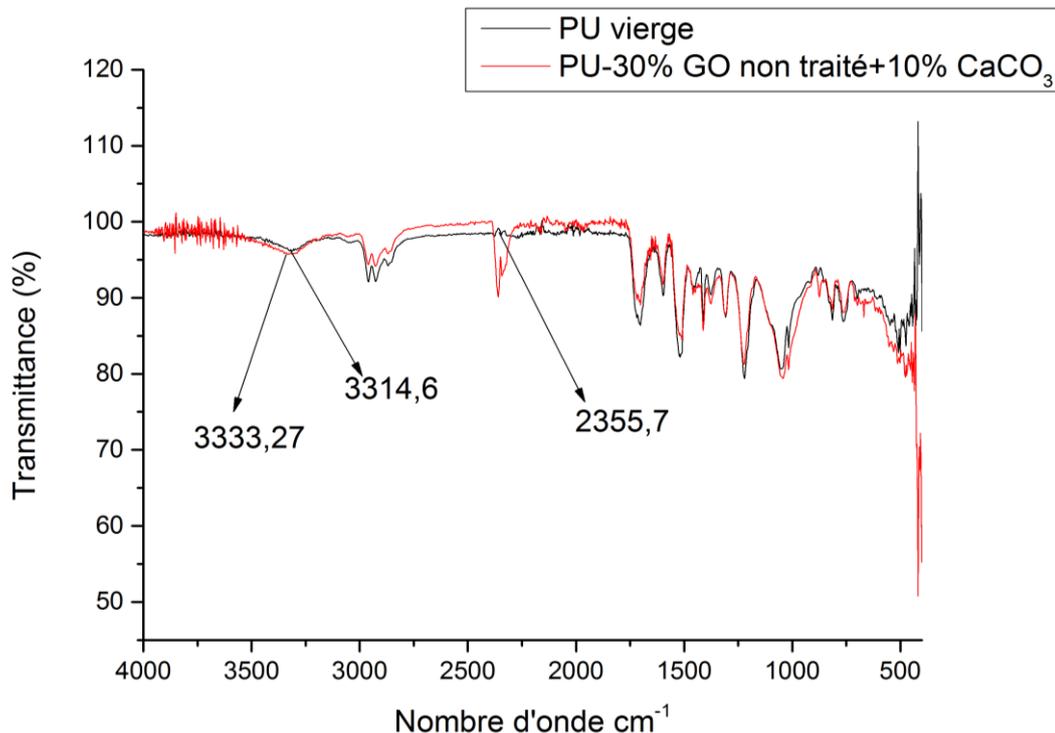


Fig IV.12. Spectres IRTF des échantillons PU vierge, PU-30%GO non traité +10%CaCO<sub>3</sub>.

#### IV.5. Test d'absorption d'eau

Le problème majeur de l'utilisation des fibres cellulosiques comme charge dans l'élaboration des matériaux composites destinés à l'habitat est lié à leur sensibilité vis-à-vis de l'humidité. Ce qui provoque un vieillissement et une perte des propriétés mécaniques. Dans notre cas, l'utilisation du Polyuréthane comme matrice –sensée atténuer ce phénomène-, le fait de valoriser le déchet végétal qu'est le grignon d'olive, la possibilité d'allègement des structures d'habitations compenseront à coup sûr cet inconvénient. Pour situer le comportement de notre matériau à l'absorption, des tests tels que décrits au chapitre III sont réalisés.

##### IV.5.1. Effet du taux de charge sur l'absorption d'eau des composites à 30 et 50%GO.

Comme attendu, le polyuréthane n'absorbe pas, ou très peu, l'eau. Ceci se traduit par une masse constante au fil du temps alors qu'il est immergé dans l'eau (Fig. IV. 12). Une tendance bien différente est observée dans le cas des composites PU-GO. Ceci est attribué au caractère hydrophile de la cellulose où différentes fonctions chimiques (notamment alcool) de la cellulose vont être responsables de l'absorption d'eau par les composites. Celle-ci s'accroît lorsque la teneur en grignon d'olive augmente. Ainsi, après 03 jours d'immersion dans l'eau, les composites à base de grignon d'olive ont absorbés 2.98% et 5.70 % d'eau pour respectivement 30% et 50% de charge. ces valeurs sont confirmées par S. Boufi et al <sup>51</sup> et Alain Dufresne et al <sup>52</sup>

<sup>51</sup> S. Boufi, M. Abdelmouleh, M.N. Belgacem, A. Dufresne. *Composites Science and Technology*, Vol 67, 1627–1639, 2007.

<sup>52</sup> Alain Dufresne, Daniel Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur. *Composites Science and Technology*, Vol 68, 193–201, 2008.

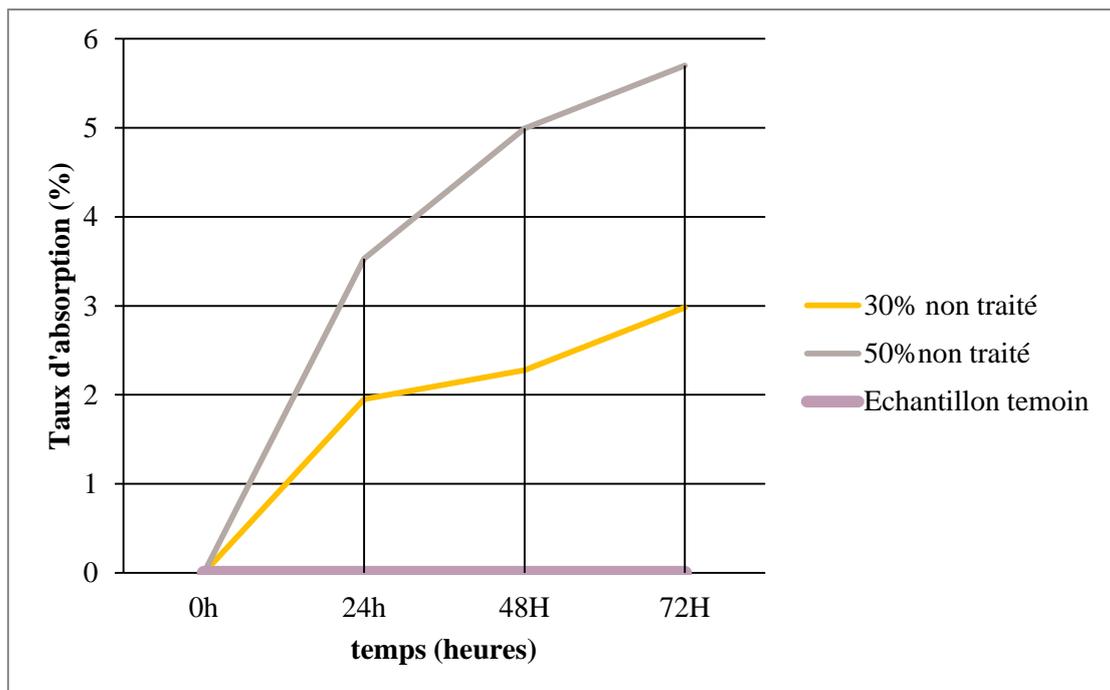


Fig V .13.Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU/GO non traité en fonction du temps.

#### IV.5.2. Effet du traitement chimique au NaOH sur l'absorption d'eau des composites à 30 et 50%GO

Les figures IV.13 et IV.14 montrent l'effet du traitement des particules de GO au NaOH sur le taux d'absorption d'eau pour les composites à 30 et à 50% de GO respectivement.

Nous constatons que le traitement des particules de GO favorise l'absorption d'eau par les particules. Par ailleurs, nous avons remarqué que l'utilisation de la soude à forte concentration conduit à une dégradation des fibres de cellulose. En effet, une quantité importante de soude et d'eau se retrouvent à l'intérieur de la structure cristalline de la cellulose, conduisant à un gonflement et à une dégradation marquée de cette dernière.

Certains travaux relatent que le traitement alcalin jouerait un rôle d'inhibiteur des liaisons hydrogène qui s'établissent au sein de la structure, augmentant ainsi la rugosité de la surface.

Par ailleurs, les composites PU-GO-CaCO<sub>3</sub>(CaCO<sub>3</sub> à raison de 10%) enregistrent une plus faible absorption d'eau. Notons que ces composites présentent un aspect plus compact, fort probablement suite à une minimisation des gonflements-apparitions de microporosités dans ces composites.

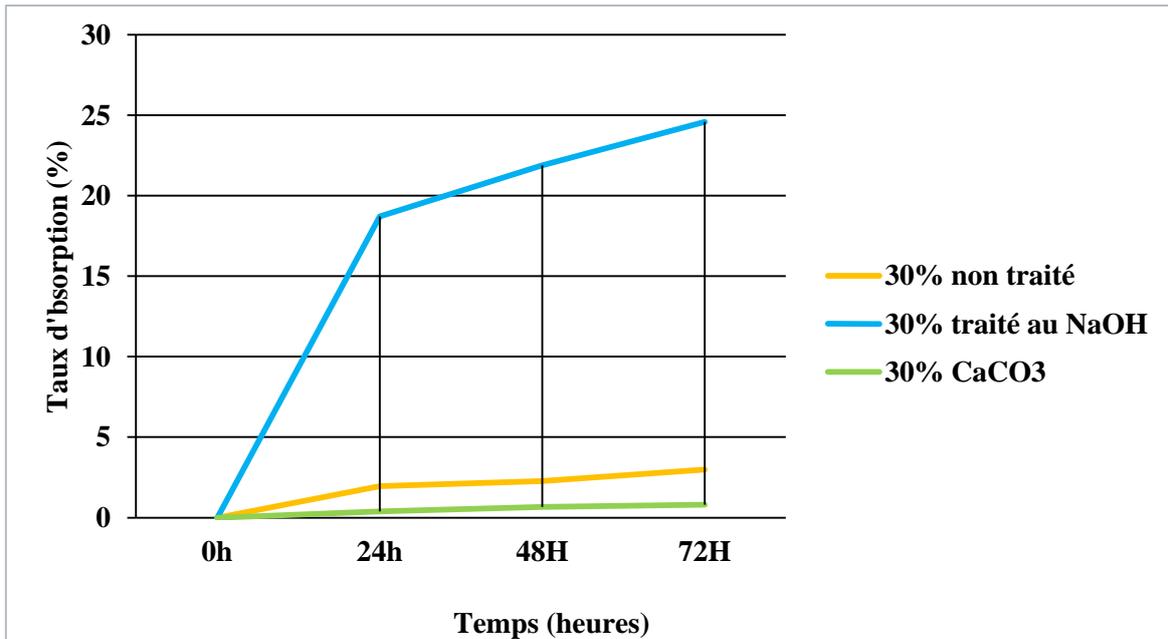


Fig IV. 14. Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU-30%GO traité en fonction du temps.

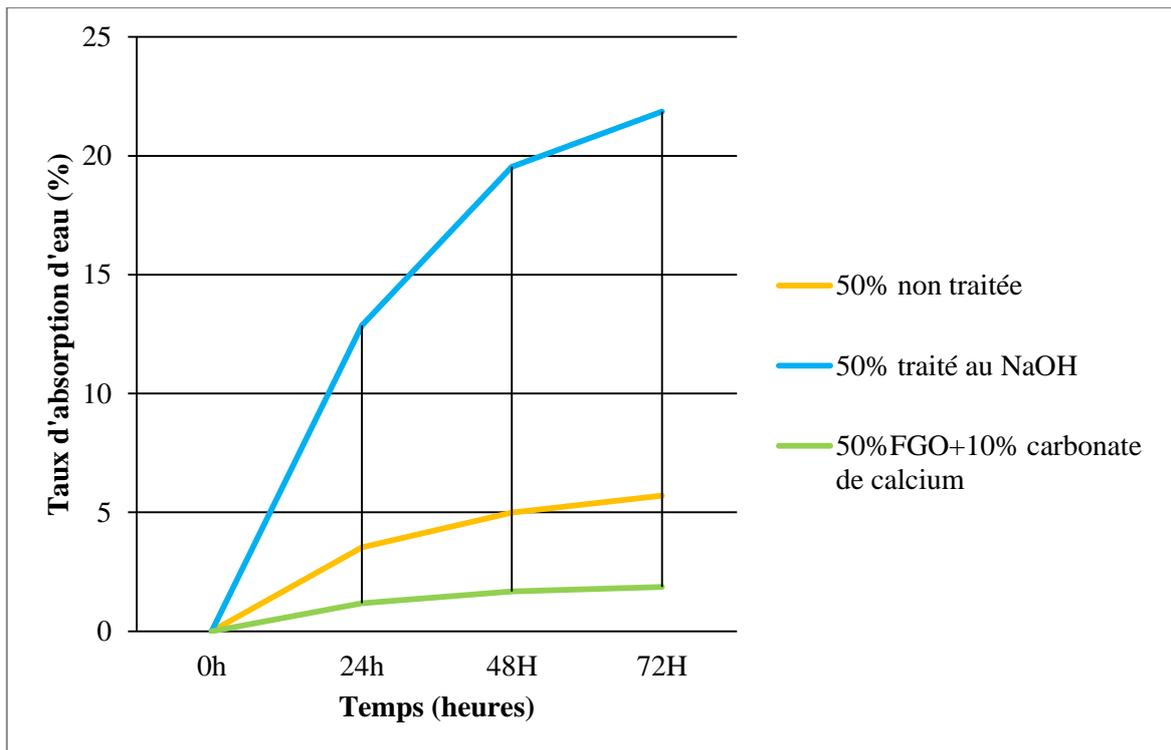


Fig IV.15. Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PU-50%GO traité en fonction du temps.

## IV.6. Test d'inflammabilité

### IV.6.1. Effet du taux de charge sur l'inflammabilité des composites à 30 et 50%GO.

Comme nous l'avons mentionné auparavant, nous avons ajouté le  $\text{CaCO}_3$  sous forme de poudre fine au GO lors de l'élaboration pour obtenir des composites moins inflammables.

Le temps d'inflammabilité pour les échantillons à 30 et 50% GO non traité est présenté sur la figure IV.15. Comparativement au PU, très inflammable, nous constatons que l'incorporation de la farine de grignon d'olive conduit à une augmentation du temps d'inflammabilité, donc à une amélioration de la résistance au feu.

### IV.6.2. Effet d'incorporation de la charge inerte carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) sur l'inflammabilité des composites à 30 et 50%GO.

La figure IV.16 montre l'évolution du temps d'inflammabilité des composites PU-30% et PU-50%GO contenant du  $\text{CaCO}_3$ .

Nous constatons que le temps d'inflammabilité a considérablement augmenté suite à l'ajout du  $\text{CaCO}_3$ . Ceci s'explique par le fait que ces charges de  $\text{CaCO}_3$  absorbent, tout en restant inertes, une partie de la chaleur produite par la combustion du PU et du GO permettant ainsi de diminuer la vitesse de combustion de la matrice polymère. Aussi ce caractère de retardateur de combustion du  $\text{CaCO}_3$  peut être dû à la formation d'une couche isolante à la fois vis-à-vis de la chaleur et des gaz combustibles résultant de la dégradation du composite <sup>53</sup>.

<sup>53</sup> M. C. VAGNER. *Retardateurs de flamme conventionnels et biosourcés pour les polymères. techniques d'ingénieur. (2018, Janvier).*

## IV. 7. Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude montrent clairement l'intérêt que présente l'élaboration de composites à base de polyuréthane (PU) et de particules de noyaux d'olives (GO pour grignons d'olives) pour l'habitat. En effet, nous avons constaté que :

- 1- L'ajout du GO au PU permet d'obtenir des matériaux très légers et suffisamment résistants. Leurs modules de Young et les limites à la rupture rapportées à la densité sont meilleures que celles du PU vierge.

- 2- Le traitement de particules de GO au NaOH permet l'obtention d'un matériau présentant un meilleur comportement de ce point de vue. Les caractérisations microstructurales ont montré l'amélioration des interfaces PU-GO suite à l'activation des chaînes moléculaires de la cellulose, l'établissement de liaisons chimiques entre les deux constituants et l'atténuation des sillons formés aux interfaces PU-GO dans le cas des particules non traitées.
- 3- La résistance thermique, autrement dit l'isolation thermique des matériaux synthétisés est très intéressante. Elle satisfait la norme et, mieux encore, peut être améliorée par l'optimisation des paramètres d'élaboration.
- 4- L'ajout de 10% de carbonate de calcium pour ses propriétés de retardateur de flamme améliore à la fois cette caractéristique (résistance à la propagation du feu) et l'absorption d'eau par le composite.

Ces caractéristiques étant d'une importance capitale pour les matériaux destinés à l'habitat, nous estimons que le matériau synthétisé mérite d'être étudié de manière beaucoup plus approfondie, avec des moyens plus sophistiqués, en vue de déterminer les paramètres optimaux de composition et d'élaboration permettant d'aboutir à un matériau plus respectueux de l'environnement et bien adapté aux exigences du développement durable.

## Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous nous sommes donné comme mission d'élaborer un matériau composite pour l'habitat ; un matériau qui répondrait aux exigences de résistance mécanique, d'isolation thermique et de durabilité tout en contribuant à la protection de l'environnement. Pour ce faire, nous avons utilisé le Polyuréthane (PU), un polymère pour constituer la matrice et la farine de grignons d'olives (GO), principalement les noyaux, pour constituer des renforts végétaux. Ce qui constitue une valorisation de ces déchets végétaux non exploités en Kabylie. Des caractérisations mécaniques et physico-chimiques nous ont permis de déterminer certaines caractéristiques des matériaux élaborés.

Les résultats obtenus au cours de ce travail montrent que les composites PU-30 à 50%GO présentent de faibles densités (très légers) et des propriétés mécaniques suffisantes. De plus, le traitement chimique de particules de GO au NaOH avant leur incorporation permet l'obtention de matériaux plus rigides. Les observations au MEB ont montré que les interfaces PU-GO sont meilleures par rapport au cas des composites PU-GO non traitées. Ce qui est expliqué par l'activation des chaînes moléculaires de la cellulose, la formation de liaisons chimiques entre les deux constituants conduisant à l'atténuation des sillons formés aux interfaces PU-GO dans le cas des particules non traitées.

Caractéristique essentielle de matériaux destinés à la construction d'habitations, l'isolation thermique des matériaux élaborés s'est avérée suffisante puisqu'elle répond à la norme et les situe dans la famille des matériaux isolants. De plus, il semble bien qu'elle peut être augmentée par l'optimisation des paramètres d'élaboration.

L'absorption d'eau, facteur gouvernant les processus de vieillissement, a été suivie pour les différents matériaux élaborés. Les particules de GO étant un matériau bois, elles sont responsables de l'absorption d'eau par le composite et l'optimisation de leur proportion dans le composite permettrait de contrôler ce phénomène et prédire le comportement du composite au cours de son cycle de vie. Autre caractéristique importante, le comportement au feu des matériaux élaborés est bien meilleur que celui de la matrice PU vierge. De plus, l'ajout de 10% de carbonate de calcium pour son caractère inhibiteur de la combustion (comme retardateur de flamme) améliore davantage à la fois cette caractéristique (résistance à la propagation du feu) et l'absorption d'eau par le composite. Pour atténuer l'effet de ces deux paramètres, il semble intéressant d'envisager le recours à des enduits et de charges inhibitrices, que soit pour l'inflammabilité ou pour l'absorption d'eau.

Au vu de ces résultats nous estimons que les matériaux élaborés peuvent être utilisés dans le secteur de l'habitat. Une étude plus approfondie avec des moyens plus sophistiqués à l'effet d'optimiser les paramètres de composition et d'élaboration –par la même améliorer le présent travail- apparaît comme principale perspec