

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

**UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1
FACULTE DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :57/D3C/2021

N° de série : 03/Phy/2021

THESE

**Présentée pour obtenir le diplôme de
DOCTORAT 3^{ème} CYCLE EN SCIENCES PHYSIQUES**
Spécialité : Energies Renouvelables

Thème

**Elaboration et Caractérisation Physico Chimique
des Matériaux Biosourcés**

Par :

BELLEL Nadjoua

Soutenue le : 17/ 06/ 2021

Devant le Jury :

Président : S. HAMAMDA

Professeur Univ. Frères Mentouri Constantine1

Rapporteur : T. BOUFENDI

Professeur Univ. Frères Mentouri Constantine1

Examineurs : B. BOUDINE

Professeur Univ. Frères Mentouri Constantine1

M. ZAABAT

Professeur Univ. L. B. M'Hidi Oum El Bouaghi

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

*Mes chers parents qui m'ont tant soutenue et
encouragée,*

Mon mari,

Mes sœurs et mon frère.

Remerciements

Je voudrais tout d'abord adresser toute ma gratitude à Monsieur **BOUFENDI Toufik** professeur au département de physique Université des Frères Mentouri Constantine 1 de m'avoir suivi et encadré tout le long de mes travaux de recherches dans le cadre de ma thèse de Doctorat. C'est un grand honneur de bénéficier de son expérience, ses précieux conseils, sa patience et sa réactivité dans toutes les circonstances.

Mes profonds remerciements aux membres de Jury qui ont bien voulu accepter d'expertiser ma thèse et d'apporter des critiques appropriées. Monsieur **HAMAMDA Smain** professeur au département de physique Université des Frères Mentouri Constantine 1 qui me fait l'honneur de présider le jury, Monsieur **BOUDINE Boubakeur** professeur au département de physique Université des Frères Mentouri Constantine 1 et à Monsieur **ZAABAT Mourad** professeur à l'Université Larbi Ben M'Hidi d'Oum El Bouaghi, qui ont accepté de consacrer de leur temps pour l'examen de cette thèse.

Je tiens à saisir cette occasion et adresser mes remerciements les plus sincères et ma profonde reconnaissance à tout le staff du département de physique de l'Université des Frères Mentouri Constantine 1 pour leur collaboration et leur aide tout au long de mon parcours universitaire.

Table des matières

Sommaire

Figures	1
Tableaux	2
Introduction Générale	3
Chapitre 1. Etude Bibliographique	
1. Introduction	9
2. Contexte environnemental	9
2.1 Changement climatique	9
2.2 L'impact du secteur du bâtiment sur l'environnement	10
3. L'isolation thermique d'un bâtiment	11
3.1 L'isolation thermique	11
3.2 Le confort thermique	12
3.3 Les matériaux isolants	12
4. Les matériaux biosourcés	12
5. Fibres naturelles	13
5.1 Origines des fibres naturelles	13
5.2 Les fibres végétales	14
5.2.1 Composition chimique	15
5.2.1.1 Cellulose	15
5.2.1.2 Hémicelluloses	15
5.2.1.3 Lignine	16
5.2.1.4 Pectines	16
5.2.1.5 Cires	17
5.2.2 Avantages et inconvénients des fibres végétales	17
6. Etat de l'art sur les matériaux biosourcés dans l'habitat	18
6.1 Bois de palmier dattier	18
6.2 Propriétés de bois de palmier dattier	19
6.2.1 Structure et morphologie	19
6.2.2 Composition chimique	20
6.2.3 Propriétés thermophysiques	21

6.2.4	Propriétés mécaniques	22
6.2.5	Propriétés hydrophiliques	24
7.	Composites à base de bois de palmier dattier	25
7.1	Composites à base de gypse	25
7.1.1	Préparation des composites	25
7.1.2	Propriétés mécaniques	25
7.1.3	Propriétés thermiques	27
7.2	Composites à base cimentaire	28
7.2.1	Préparation des composites	28
7.2.2	Propriétés mécaniques	29
7.2.3	Propriétés thermiques	30
7.3	Composites à base d'argile	31
7.3.1	Préparation des composites	31
7.3.2	Propriétés thermiques	32
8.	Conclusion	33
9.	Bibliographie	34

Chapitre 2. Matériaux et méthodes de caractérisation

1.	Introduction	
2.	Matériaux.	39
2.1	Ciment portland (CP) :	39
2.2	Fibres de palmier dattier (FPD) :	39
2.3	Eau de mélange :	41
3.	Méthodes de caractérisation :	43
3.1	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) :	43
3.2	Diffraction des rayons X (DRX) :	43
3.3	Spectroscopie Raman :	45
3.4	Microscopie électronique à balayage (MEB) :	49
3.5	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	51
3.6	Conductivité thermique :	54
4.	Conclusion	57

5. Bibliographie	60
------------------	----

60

Chapitre 3. Préparation Des Matériaux Biosourcés et Caractérisation

Des Fibres De Palmier Dattier

62

1. Introduction	62
2. Elaboration des matériaux biosourcés	62
2.1 Poudre	64
2.2 Pastille	66
2.3 Bloc	68
3. <u>Caractérisation Des Fibres De Palmier Dattier</u>	68
<u>3.1 Absorption du bois de palmier dattier</u>	70
3.2 L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres	71 72
3.3 Diffraction des rayons X (DRX) des fibres	74
3.4 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres	75
3.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des fibres	76
3.6 Analyse thermogravimétrique (ATG) des fibres	77
4. Conclusion	
5. Bibliographie	

Chapitre 4. Résultats Et Discussion De Caractérisation Des Matériaux Biosourcés

2. Introduction	79
2. Caractérisation par spectroscopie FTIR	79
3. Caractérisation par diffraction des rayons X	82
4. Caractérisation par Spectroscopie Raman :	85
5. Microscopie électronique à balayage (MEB)	86
6. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et Analyse thermogravimétrique (ATG)	89
6.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	89

Table des Matières

6.2	Analyse thermogravimétrique (ATG)	90
7.	Conductivité thermique	91
7.1	Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique	92
8.	Conclusion	94
9.	Bibliographie	96
	Conclusion Générale et Perspectives	98

Liste des Figures

Figures

Figure 1.1	Dépense énergétiques d'une maison mal isolée	11
Figure 1.2	Classification des différents types de fibres naturelles	14
Figure 1.3	Structure d'une paroi cellulaire végétale	14
Figure 1.4	Représentation schématique de la structure de la cellulose	15
Figure 1.5	Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois	16
Figure 1.6	Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine	17
Figure 1.7	Palmeraie	18
Figure 1.8	Images MEB d'une fibre de palmier dattier : a. vue longitudinale, b. vue transversale dans une matrice polymère	19
Figure 1.9	Images MEB d'une fibre de bois de palmier dattier : a. vue longitudinale, b. vue transversale, c. zoom de la vue transversale	19
Figure 1.10	a. Base pétiolaire ; b et c. échantillons avec différentes directions des fibres	22
Figure 1.11	Courbe typique contrainte-déformation des fibres de palmier dattier (10 mm de longueur)	23
Figure 1.12	Module de Young de fibre de palmier dattier en fonction du diamètre de la fibre	24
Figure 1.13	Résistance à la compression des composites gypse-fibres au 28ème jour	26
Figure 1.14	Résistance à la flexion des composites gypse-fibres au 28ème jour	26
Figure 1.15	Echantillons de composite gypse-fibres après des essais de flexion	27
Figure 1.16	Conductivité thermique des composites gypse-fibres	27
Figure 1.17	Masse volumique sèche des composites à base de gypse	28
Figure 1.18	Echantillons de composite fibres-matrice à base de ciment	29
Figure 1.19	Résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres	29
Figure 1.20	L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres	30
Figure 1.21	Conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique	31
Figure 1.22	Conductivité thermique	32
Figure 1.23	Masse Volumique	32
Figure 1.24	Chaleur Spécifique Massique	33
Figure 2.1	Processus de fabrication du Ciment Portland	40
Figure 2.2	Grappe de palmier dattier	41
Figure 2.3	Etuve utilisée pour le séchage	42
Figure 2.4	Fibres de grappe du palmier dattier après broyage mécanique	42
Figure 2.5	Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre à transformée de Fourier	44
Figure 2.6	Photographie de l'appareil FTIR	45
Figure 2.7	Démonstration de la loi de Bragg	47
Figure 2.8	Schéma de principe d'un diffractomètre par Rayon X	47
Figure 2.9	Photographies du diffractomètre utilisé pour réaliser les analyses DRX	49
Figure 2.10	Principe de la spectroscopie Raman	50
Figure 2.11	Schéma du principe de fonctionnement du spectromètre Raman	51
Figure 2.12	Le spectromètre Raman utilisé	51
Figure 2.13	Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDX	52
Figure 2.14	Photographie de l'appareil MEB utilisé équipé d'un détecteur EDX	54

Figure 2.15	Schéma du principe de fonctionnement du calorimètre	55
Figure 2.16	Schéma d'un analyseur Thermogravimétrique (ATG)	56
Figure 2.17	Le calorimètre utilisé dans cette étude	57
Figure 2.18	Schéma de la méthode flux-métrique	58
Figure 2.19	Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée	58
Figure 2.20	Schéma de la méthode Fil chaud	59
Figure 2.21	Appareil ISOMET 2114	59
Figure 3.1	Echantillons en poudre préparés	62
Figure 3.2	Photographie de la balance utilisée	63
Figure 3.3	La presse hydraulique utilisée	64
Figure 3.4	Le métalliseur utilisé	65
Figure 3.5	Les pastilles préparées	65
Figure 3.6	Moules cubiques de volume (10x10x10) cm ³	67
Figure 3.7	Echantillons après démoulage	67
Figure 3.8	Dispositif de saturation des fibres de bois de palmier dattier FDP	68
Figure 3.9	Absorption de l'eau en fonction du temps d'immersion des fibres	69
Figure 3.10	Spectre FTIR des FDP	71
Figure 3.11	Diffractogramme des FDP	72
Figure 3.12	Images MEB à plusieurs échelles de fibre de grappe de palmier dattier. Barre d'échelle égale à: (a) 500µm, (b) 200µm et (c) 20µm	73
Figure 3.13	Graphes DSC des FDP	74
Figure 3.14	La perte de masse des FDP en fonction de la température	75
Figure 4.1	Spectres FTIR des échantillons (a) CP, (b) MB1, (c) MB2, (d) MB3, (e) MB4, (f) MB5	81
Figure 4.2	Diffractogrammes RX des différents échantillons : (a) CP, (b) MB1, (c) MB2, (d) MB3, (e) MB4, (f) MB	84
Figure 4.3	Spectre Raman des échantillons CP et MB5	86
Figure 4.4	Image MEB de l'échantillon CP	87
Figure 4.5	Image MEB de l'échantillon MB1	87
Figure 4.6	Image MEB de l'échantillon MB3	88
Figure 4.7	Image MEB de l'échantillon MB5	88
Figure 4.8	Courbes DSC des différents échantillons	89
Figure 4.9	Courbes ATG des différents échantillons	90
Figure 4.10	Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres	91
Figure 4.11	Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique	93
Figure 4.12	Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique de composites renforcés de noix de coco et durian	93
Figure 4.13	Conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique, pour une teneur de 10%.	94

Liste des Tableaux

Tableaux

Tableau 1.1	Les avantages et les inconvénients des fibres végétales	17
Tableau 1.2	Composition chimique de certaines fibres naturelles	20
Tableau 1.3	Analyse minéralogique de la poudre de fibre de Dokar	21
Tableau 1.4	Propriétés mécaniques de quatre variétés de fibres de surface de palmier dattier	23
Tableau 1.5	Absorption d'eau de certaines fibres naturelles	24
Tableau 2.1	Composition chimique du ciment (% massique)	40
Tableau 2.2	Composition minéralogique du ciment	41
Tableau 3.1	Composition massique en gramme des différents échantillons de matériaux biosourcés	63
Tableau 3.2	Composition massique en gramme des différents échantillons	66
Tableau 3.3	Comparaison de l'absorption d'eau jusqu'à saturation de certaines fibres naturelles	70
Tableau 4.1	L'identification des pics DRX du Ciment portland	82

Introduction Générale

Introduction Générale

La surconsommation énergétique dans le secteur du bâtiment pour assurer un confort thermique acceptable au besoin des utilisateurs, engendre l'épuisement des ressources énergétiques provenant de sources non renouvelables et polluantes pour l'atmosphère (effet de serre et destruction de la couche d'ozone). De ce fait, la réduction de la consommation énergétique dans le secteur du bâtiment constitue un enjeu majeur dans notre époque. Dans le cadre du développement durable, les nouvelles réglementations en matière d'isolation thermique au niveau du secteur du bâtiment, encouragent l'intégration et l'utilisation de nouveaux matériaux qui constituent des moyens économiques en énergie, assurant le confort de l'habitat [1] et l'efficacité énergétique. L'utilisation de matériaux issus de la matière végétale [2] est un axe pertinent et promoteur dans le domaine de la recherche appliquée.

Le développement durable est l'un des principaux défis de ces dernières décennies. Il est basé sur la promotion de la conscience environnementale concernant la nécessité de limiter les impacts de l'activité humaine sur l'environnement [3]. En général, la construction durable a pour but d'apporter une réponse cohérente à trois questions fondamentales: confort, impact sur l'environnement et santé. Elle vise à limiter les impacts de la construction sur l'environnement tout en assurant à l'intérieur du bâtiment des conditions de vie saines et confortables [4].

En Algérie, la consommation d'énergie a connu une croissance accrue, principalement due à l'amélioration du niveau de vie des citoyens. L'efficacité énergétique s'impose comme une réponse appropriée à cette problématique. Le programme d'efficacité énergétique à l'horizon 2030 de « l'Agence Nationale pour la Promotion et la Rationalisation de l'Utilisation de l'Energie (APRUE) » s'intéresse à l'ensemble des secteurs de consommation qui ont un impact significatif sur la demande d'énergie : il s'agit du bâtiment, du transport et de l'industrie [5]. L'objectif de ce programme est de réduire la consommation énergétique de 9% à travers l'introduction des équipements et des technologies performantes. Ce programme présente plusieurs axes d'intervention sur l'ensemble des secteurs. Pour ce qui est du secteur du bâtiment, ce programme consiste en l'introduction et la diffusion des pratiques et des technologies innovantes autour de l'isolation thermique des constructions existantes et nouvelles [5].

La prise de conscience environnementale encourage l'utilisation des matériaux à fibres végétales (le chanvre, la paille, le lin, le bois, etc.) qui sont renouvelables, recyclables et durables. De plus, les matériaux végétaux permettent de réduire le coût de construction et peuvent limiter les émissions de gaz à effet de serre.

Parmi les nouveaux matériaux de remplacement offrant des performances environnementales et thermiques compétitives, la recherche s'intéresse à l'utilisation des matériaux de construction biosourcés composés de liants minéraux renforcés avec des fibres végétales (déchets végétaux) tel que le mortier à base de fibres de palmier dattier, le gypse à base de fibres de palmier dattier.

L'Algérie est l'un des pays, qui dispose d'extraordinaires ressources en fibres végétales (Alfa, Diss, Liège, Palmier Dattier,...). Mais, malheureusement, leur valorisation dans les domaines pratiques est encore peu exploitée [1,6, 7].

Les fibres de bois de palmier dattier sont parmi les fibres végétales qui sont considérées comme déchet en Algérie. En dépit de son important potentiel quantitatif (210 000 tonnes de pétioles, 73 000 tonnes de folioles et 52 000 tonnes de grappes chaque année) [1,8], le bois de palmier n'est pas utilisé dans les différents secteurs industriels. Il y'a donc une nécessité d'explorer le potentiel d'utilisation de cette ressource au profit de l'industrie nationale. Vue leurs propriétés thermiques, les fibres de palmier dattier (FPD) représentent un matériau de renforcement très efficace pour l'isolation thermique [1,8].

C'est pourquoi, le présent travail s'intéresse au développement de nouveaux matériaux biosourcés à base de ciment renforcés par des fibres naturelles de palmier dattier, afin de les utiliser dans l'isolation thermique des bâtiments. Les propriétés chimiques et thermiques de ces matériaux sont déterminées expérimentalement.

Aussi nous donnons un grand intérêt à l'influence de l'ajout des matières biosourcés. Dans la littérature les auteurs [1,3] ne se sont intéressés que sur l'influence de l'ajout des fibres dans une matrice cimentaire sur le comportement physique de cette matrice, c'est pour cela que dans le cadre de ce travail nous allons nous intéresser à l'influence de l'ajout de ses fibres sur le comportement physico-chimique de la matrice ciment.

Cette thèse comprend en outre une **introduction** qui décrit la problématique, la méthodologie et l'approche de ce travail en mettant en relief les résultats et les commentaires.

Le premier chapitre est consacré tout d'abord à un état de l'art sur le contexte environnemental d'où le changement climatique et l'impact du secteur du bâtiment sur l'environnement seront présentés. La notion de l'isolation thermique, du confort thermique, des matériaux isolants et des matériaux biosourcés seront également présentés dans ce chapitre.

Les parties suivantes constituent une recherche bibliographique sur les fibres naturelles et les propriétés principales du bois de palmier dattier. Une synthèse des travaux antérieurs concernant les matériaux composites à base de bois de palmier dattier sera présentée.

Le second chapitre s'intéresse aux matériaux utilisés pour élaborer les bio-composites à base de ciment et de bois de palmier dattier et à la présentation des techniques de caractérisation des propriétés physico-chimiques des bio-composites préparés.

Le troisième chapitre est dédié à la préparation des matériaux biosourcés utilisés dans le cadre de ce travail ainsi qu'à la présentation et à la discussion des résultats de la caractérisation physico-chimique des fibres de palmier dattier.

Le quatrième chapitre porte principalement sur la présentation, discussion et l'interprétation des résultats obtenus concernant les propriétés physico-chimiques des matériaux biosourcés préparés. Différentes analyses chimiques ont été réalisées à savoir les méthodes FTIR, rayons X, Raman et MEB dans une première partie.

Dans une deuxième partie, les analyses des propriétés physiques (thermiques) à travers la calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermogravimétrique nous ont permis de déduire que la température de mise en œuvre du ciment à base des fibres de palmier dattier ne doit pas excéder 50°C et que les résultats de la conductivité thermique montrent une importante capacité d'isolation thermique du matériau préparé MB5, le matériau peut être utilisé dans le revêtement mural et considéré comme matériau isolant à faible coût.

Une conclusion qui présente une synthèse des travaux effectués, des résultats obtenus et des interprétations faites à ces sujets.

Références bibliographiques:

- [1] N. Benmansour, *Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l'isolation thermique dans l'habitat*, Thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar de Batna, Algérie, 2015.
- [2] A. D. Tranle, *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment*, Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne- Ardenne, 2010.
- [3] B.Haba, *Etude in-situ des performances énergétiques et mécaniques des matériaux biosourcés et locaux*, Thèse de doctorat, Université El-Hadj Lakhdar de Batna, Algérie, 2017.
- [4] T. T. Nguyen, *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*, Thèse de Doctorat, Université de Bretagne-Sud, 2010.
- [5] B. Haba, B. Agoudjil, A. Boudenne, and K. Benzarti, *Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete*, *Construction and Building Materials*, vol. 154, pp. 963-971, 2017.
- [6] M. Abdessamed, *Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier*, Thèse de Magister, Université de Kasdi Merbah - Ouargla, 2006.
- [7] Y. Lamia, *Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)*, Thèse de Magister, Université de Ferhat Abbas-Sétif, 2011.
- [8] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, *Renewable materials to reduce building heatloss: Characterization of date palm wood*, *Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491-497, 2011.

Chapitre 1 :

Etude

Bibliographique

1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons commencer par faire un état de l'art sur le contexte environnemental d'où le changement climatique et l'impact du secteur du bâtiment sur l'environnement seront présentés. En deuxième lieu, nous définirons la notion de l'isolation thermique. Nous présenterons aussi le confort thermique, les matériaux isolants et matériaux biosourcés. La troisième partie sera constituée d'une recherche bibliographique sur les fibres naturelles et propriétés principales de bois de palmier dattier. La dernière partie de ce chapitre est dédiée à la synthèse des travaux antérieurs concernant les matériaux composites à base de bois de palmier dattier.

2. Contexte environnemental :

2.1 Changement climatique :

L'accumulation croissante du gaz à effet de serre dans l'atmosphère depuis des années cause des variations des caractéristiques climatiques (changement climatique). Les impacts de ce changement climatique se font déjà sentir partout dans le monde. Cependant, ces conséquences n'ont pas la même ampleur dans toutes les zones.

Le changement climatique représente une menace grave pour la planète et pour la société humaine (par exemple, l'accès à l'eau, la sécurité alimentaire, la santé). Causé par l'activité humaine, le réchauffement du climat est maintenant documenté par un travail scientifique solide et interdisciplinaire qui le rend incontestable [1,2] :

- La hausse de la température moyenne mondiale pourrait atteindre jusqu'à 4.8°C à la fin du siècle.
- Une élévation de niveau de la mer, jusqu'à un mètre (1m) en 2100.
- Augmentation des événements météorologiques extrêmes (avec des sécheresses et des précipitations plus fréquentes et plus intenses et une progression des zones désertiques).

Aujourd'hui, plusieurs pays dans le monde se rendent compte de la nécessité d'agir pour lutter contre le dérèglement climatique.

L'accord de Paris (2015) affirme la nécessité de la coopération la plus large possible de tous les pays pour accélérer la réduction des émissions mondiales de gaz à effet de serre et de limiter l'augmentation de la température mondiale moyenne à moins de 2°C. Dans ce contexte, plusieurs solutions ont été proposées afin de limiter les effets du réchauffement climatique en raison des émissions de gaz à effet de serre notamment le CO₂, parmi eux [1,2]: la réduction progressive de l'utilisation de l'énergie fossile ; la transition vers un modèle économique bas carbone ou décarboné.

La maîtrise des consommations d'énergie représente la meilleure solution pour le problème du changement climatique car elle permet de ralentir l'épuisement des ressources fossiles, alors qu'une part importante de la consommation d'énergie peut être assurée par les énergies renouvelables [3].

2.2 L'impact du secteur du bâtiment sur l'environnement :

Le secteur du bâtiment est le premier consommateur d'énergie dans le monde. Cette surconsommation énergétique affecte directement la planète en causant le changement climatique. Durant toutes les phases de sa vie (construction, utilisation, réhabilitation et destruction), un bâtiment affecte fortement l'environnement à travers l'utilisation de ressources naturelles (roches, bois, eau...) et d'énergie (processus de construction, transport, chauffage, éclairage...) [4]. Le secteur du bâtiment est également responsable du tiers des émissions de dioxyde de carbone [4] ; Ce qui en fait le deuxième plus grand émetteur de CO₂ après l'industrie [4]. Cette émission de CO₂ contribue au réchauffement climatique car c'est un des principaux gaz à effet de serre [4].

En Algérie, l'absence du confort thermique dans les bâtiments par manque d'isolation a conduit à l'installation des équipements de chauffage et de climatisation. La consommation du secteur du bâtiment a été estimée à plus de 40% de la consommation globale d'énergie selon l'APRUE. En outre, 60% à 80% de cette consommation est perdue, majoritairement à travers les toits, les murs, les structures en béton armé et les sols [2]. La meilleure isolation de l'enveloppe mènera à un habitat à basse consommation énergétique. Selon des experts, réaliser des bâtiments avec une bonne isolation thermique implique qu'un surcoût de 10-15% mais permettra d'économiser 40% de la consommation énergétique (efficacité thermique) [2].

Augmenter les performances énergétiques des bâtiments (enveloppe et équipements) doit donc permettre de réduire efficacement leur consommation d'énergie tout en assurant un bon niveau de confort et en limitant les émissions de CO₂. En outre, l'utilisation de matériaux biosourcés permettrait également de constituer un puits de carbone sous réserve d'une bonne gestion en fin de vie [4].

3. L'isolation thermique d'un bâtiment:

3.1 L'isolation thermique :

L'isolation est la clé du confort thermique. Selon l'ADEME (Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie), la chaleur s'échappe d'une maison mal isolée à 30% par les combles et la toiture (c'est donc la priorité en termes d'isolation), à 25% par les murs, à 10% ou 15% par les vitres et fenêtres et à 7% ou 10% par les sols [5]. Le projet d'isolation thermique prendra donc en compte les différents éléments du bâtiment [5].

Les déperditions énergétiques citées ci-dessus sont illustrées dans la Figure 1.1 :

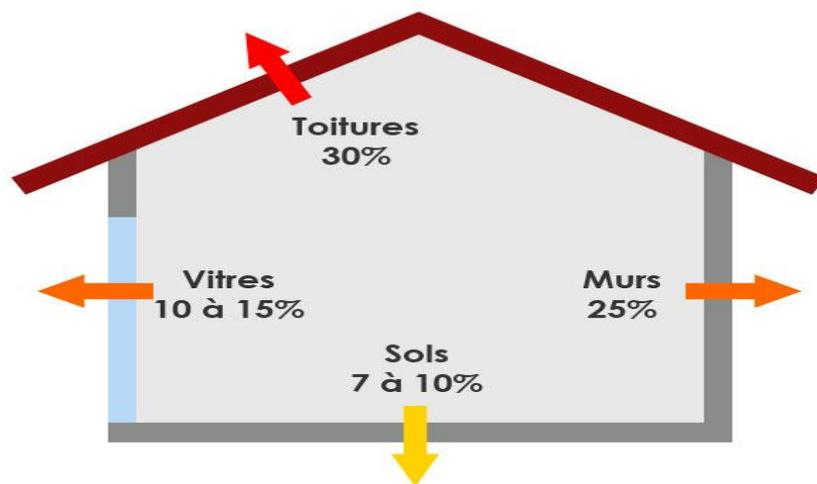


Figure 1.1 : Déperditions énergétiques d'une maison mal isolée [5].

Selon la littérature [3,6], l'isolation thermique est une technique ou un moyen matériel de limiter les transferts de chaleur par conduction, convection et rayonnement entre l'extérieur et l'intérieur d'un logement.

3.2 Le confort thermique :

Le confort thermique est défini comme un état de bien-être du corps vis-à-vis de l'environnement thermique. Il est subjectif, mais il dépend de paramètres précis sur lesquels l'isolation doit agir [5] :

Température des parois : La température des parois opaques ou transparentes intervient aussi dans le confort thermique. Le mode de chauffage et surtout une isolation continue peuvent apporter la solution en réduisant l'écart de température entre l'air et les parois [5].

Humidité de l'air : L'humidité relative de l'air influence aussi la sensation de confort thermique. Idéalement, elle doit se situer entre 30% et 70% en hiver. En été, il est préférable que l'air soit sec pour favoriser la transpiration du corps [5].

Courants d'air : Les courants d'air, très agréables en été, puisqu'ils favorisent la transpiration, sont très pénibles en hiver, car ils facilitent les échanges thermiques entre le corps et l'air [5].

3.3 Les matériaux isolants :

Un isolant est un matériau qui a la capacité de limiter les échanges énergétiques entre deux systèmes.

Les matériaux d'isolation peuvent être classés en trois groupes: les isolants minéraux (matériaux inorganiques), organiques (isolants synthétiques, végétales et animales) et les isolants combinés [7].

4. Les matériaux biosourcés :

Les matériaux biosourcés sont des matériaux dont la matière première est issue de biomasse animale ou végétale [1]. C'est des matériaux qui sont renouvelables, respectueux de l'environnement, à faible coût et à haute résistance thermique, ceux sont les caractéristiques les plus demandés dans le domaine des matériaux de construction [8].

Les bétons biosourcés sont composés d'un liant minéral et des fibres végétales. Ces matériaux biosourcés présentent plusieurs avantages par rapport aux autres types de matériaux, parmi

eux, faible impact sur l'environnement, matières premières renouvelables et matériaux économiquement concurrentiel [1].

Selon Liu et al [8], l'intérêt des matériaux biosourcés pour l'isolation a nettement augmenté à partir de 2003, mais après 2010, le nombre des travaux de recherche a fortement augmentée. Ces auteurs ont révélé que l'Algérie figure parmi les cinq (05) premiers pays dans la recherche sur les matériaux biosourcés pour l'application en isolation thermique. Les matériaux biosourcés favorables à la recherche en Europe et au Royaume-Unis sont le chanvre, le lin et la paille. En Algérie, les matériaux favorables à la recherche sont le bois, la paille et le palmier dattier [1].

5. Fibres naturelles :

5.1 Origines des fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont subdivisées en fonction de leurs origines [9] :

Les fibres végétales qui comprennent:

- Des fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok).
- Les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ortie).
- Les fibres extraites de feuilles (sisal), de troncs (palmier), d'enveloppes de fruits (noix de coco).

Les fibres animales qui proviennent des poils, telles que la toison animale, et des sécrétions telles que la soie.

Les fibres minérales telles que l'amiante évoquées pour mémoire.

La classification des différents types de fibres naturelles est présentée dans la Figure I.2.

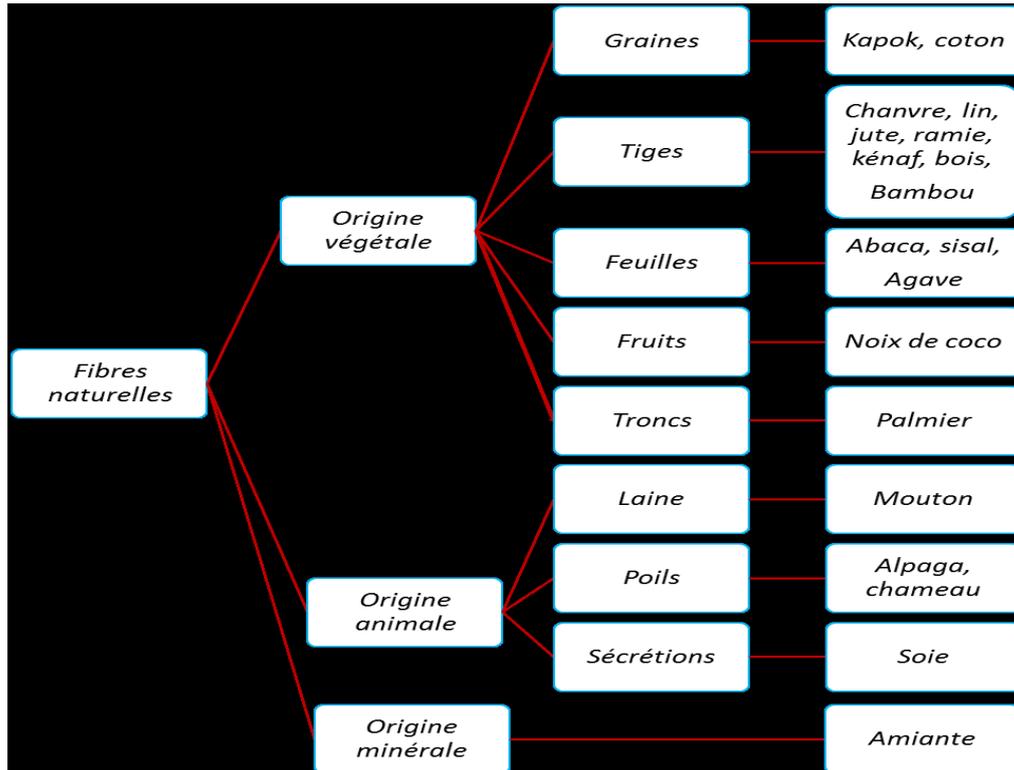


Figure 1.2 : Classification des différents types de fibres naturelles [9].

5.2 Les fibres végétales :

Les fibres végétales peuvent être considérées comme composites naturels constituées essentiellement de fibrilles de cellulose, maintenues ensemble par une matrice composée principalement de lignine et d'hémicellulose (Figure 1.3) [10]. Les conditions climatiques, l'âge et le processus de digestion influent non seulement sur la structure des fibres, mais aussi sur la composition chimique [11].

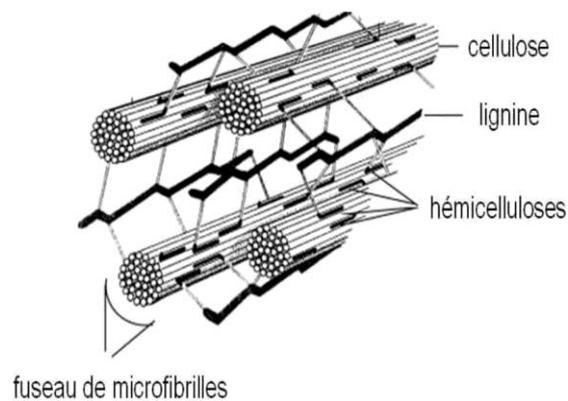


Figure 1.3 : Structure d'une paroi cellulaire végétale [12].

5.2.1 Composition chimique :

Les principales composantes des fibres végétales sont la cellulose (α -cellulose), l'hémicellulose, la lignine, la pectine, et les cires [10, 11, 13].

5.2.1.1 Cellulose :

La cellulose est le composant essentiel de toutes les plantes des fibres. En 1838, Payen [14] a suggéré que les parois cellulaires d'un grand nombre de plantes sont constituées de la même matière, à laquelle il donna le nom de cellulose. D'un point de vue chimique, La cellulose est un polymère naturel linéaire constitué par unités répétitives de glucoses ($C_6H_{11}O_5$) reliées entre elles par une liaison glycosidique du type β 1-4 comme indiqué sur la Figure 1.4 [10, 11, 13, 15]. Les nombreux groupements hydroxyles (OH) sont responsables du comportement physico-chimique de la cellulose [10,15]. La cellulose est totalement insoluble par contre c'est une molécule hygrophile qui absorbe de l'eau sans être soluble. La cellulose a une résistance aux attaques chimiques et enzymatique ainsi qu'une résistance mécanique élevée.

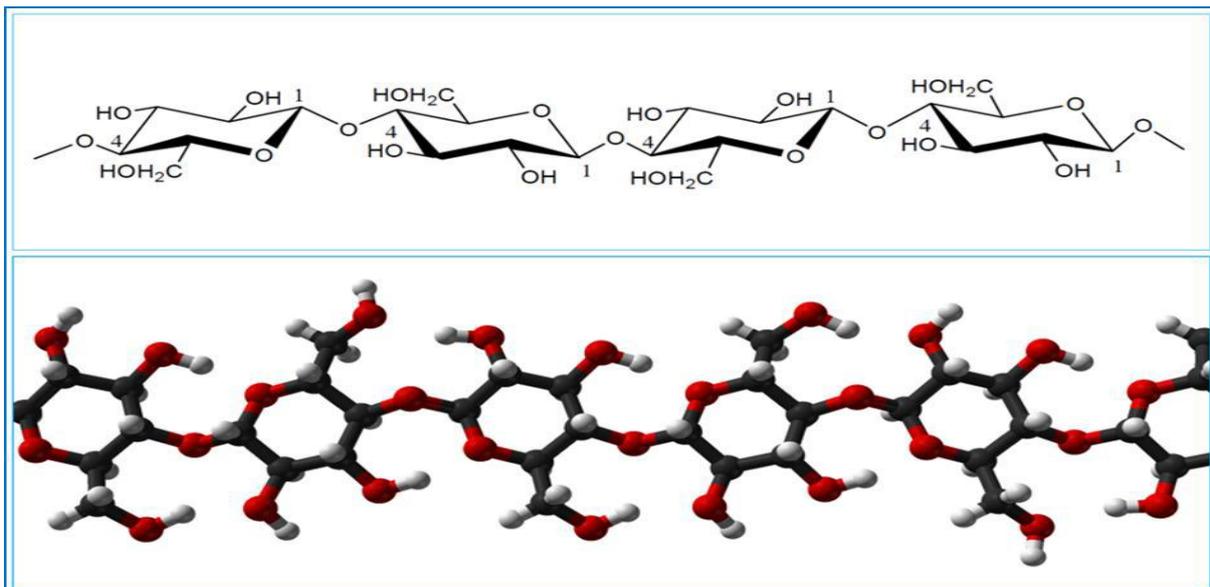


Figure 1.4 : Représentation schématique de la structure de la cellulose [16].

5.2.1.2 Hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides non cellulosiques présents dans les parois cellulaires des végétaux [15]. L'hémicellulose est composée de sucres neutres tel que : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques [10]. Elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline [10]. Les hémicelluloses sont des substances matricielles qui servent de liaison

entre les micro-fibrilles de cellulose. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité et de la dégradation thermique de la fibre [17].

5.2.1.3 Lignine :

La lignine est un polymère hydrocarboné complexe à constituants aliphatiques et aromatiques [10,13]. La lignine a une structure très hétérogène qui varie en fonction des différentes espèces végétales [18]. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type phénylpropane :

Les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Figure 1.5) [15].

La lignine est totalement amorphe et de nature hydrophobe [10].

C'est le composé qui donne la rigidité aux plantes [13]. La lignine est thermiquement stable ; mais elle est responsable de la dégradation de la fibre par les ultraviolets (UV) [17].

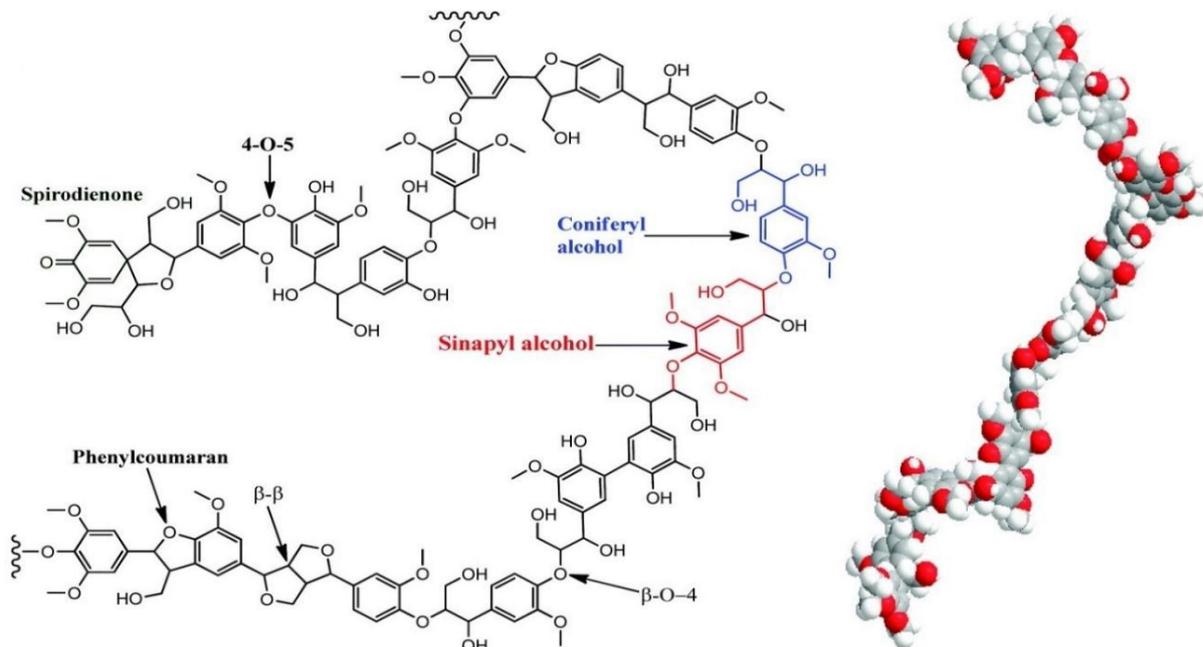


Figure 1.5 : Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois [19].

5.2.1.4 Pectines :

Les pectines sont des polymères de polysaccharides acides, composées d'une chaîne principale d'acide uronique lié en 1-4 (Figure 1.6) [20]. La pectine donne aux plantes leur flexibilité [13]. Elle est comme la lignine thermiquement stable ; mais elle est aussi responsable de la dégradation de la fibre par les UV [17]. Les molécules de pectine possèdent des fonctions carboxyles qui les dotent d'une capacité à échanger des ions [20].

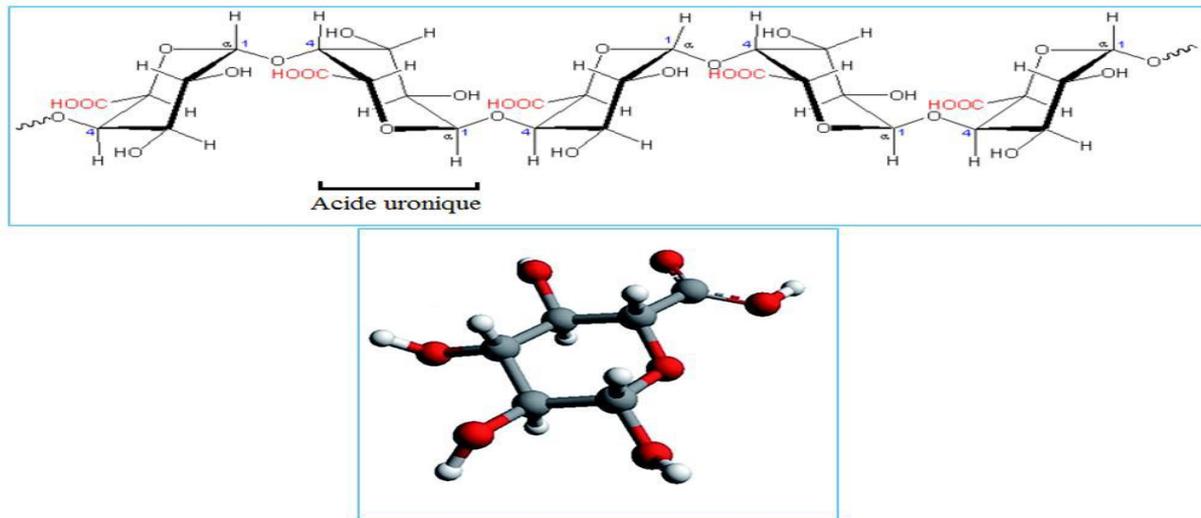


Figure 1.6 : Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine [10,20].

5.2.1.5 Cires :

Les cires constituent la dernière partie de fibres et ils sont constitués de différents types d'alcools [13]. Elles peuvent être extraites avec des solutions organiques [10].

5.2.2 Avantages et inconvénients des fibres végétales:

Le tableau 1.1 présente les principaux avantages et inconvénients de l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites.

Avantages	Inconvénients
Bonne isolation thermique et acoustique.	Faible tenue thermique (200 à 230°C max).
Faible coût.	Absorption d'eau.
Ressource renouvelable.	Renfort discontinue.
Neutre en émission de CO ₂ .	Faible stabilité dimensionnelle.
Biodégradabilité.	Biodégradabilité.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes.	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques.

Tableau 1.1 : Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

6. Etat de l'art sur les matériaux biosourcés dans l'habitat :

6.1 Bois de palmier dattier :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est l'un des palmiers les plus cultivés par l'homme. Il résiste bien à la chaleur, à la sécheresse et au froid. Il se trouve généralement sur la bande aride afro-asiatique qui s'étend de l'Afrique du Nord au Moyen-Orient, plus précisément dans les oasis du Sahara [21,22]. Selon les statistiques de 2015 du Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural, le palmier dattier occupe en Algérie une superficie évaluée à 167.000 hectares pour un nombre de palmiers estimé à plus de 18.6 millions d'unités [2]. Les régions phoenicicoles se situent généralement au sud de l'Atlas saharien et couvrent 16 wilayas. Les wilayas de Biskra et d'El Oued sont les premières régions phoenicicoles avec respectivement 27.4% et 22% de la superficie totale, et respectivement 23.1% et 22.4% du nombre total de palmiers dattiers [2]. Le palmier dattier (Figure 1.7) peut atteindre un âge de 200 ans. Chaque année dans des conditions de croissance normales une moyenne de 12 à 15 nouvelles feuilles (palmes) est formée par le palmier et par conséquent la même quantité peut s'attendre à couper dans le cadre du maintien de palmier [21,23]. Les opérations de nettoyage des palmiers dattiers consistent principalement à éliminer les organes végétatifs qui ne sont plus fonctionnels, en particulier les palmes sèches. Le nombre des palmes peut atteindre 50 à 200 chez un arbre adulte, avec une durée de vie de trois à sept ans, selon la variété et le mode de culture [2,24]. En effet, du point de vue économique et environnemental, l'utilisation de fibres de bois de palmier dattier est un projet prometteur [21,23]. La définition de ce matériau naturel, a été l'objet de plusieurs recherches.



Figure 1.7 : Palmeraie [2].

6.2 Propriétés de bois de palmier dattier :

6.2.1 Structure et morphologie :

L'analyse de la structure et de la morphologie des fibres entourant la tige de palmier dattier a révélé que la fibre est de forme cylindrique (Figure 1.8.a). L'image MEB montre que la surface des fibres n'est pas lisse avec des impuretés artificielles (sable et poussière) et de la lignine résiduelle. D'un autre côté, la coupe transversale (Figure 1.8.b) montre que la fibre de palmier dattier est une collection de fibres multicellulaires contenant chacune un vide central (lumen). Les fibres individuelles ont un diamètre de 2 à 5 μm [25].

Les images MEB de la fibre de pétiole (Deglet-Nour) a révélé des résultats similaires (Figure 1.9). Ces images montrent que la surface extérieure de la fibre est irrégulière avec beaucoup d'impuretés et de pores.

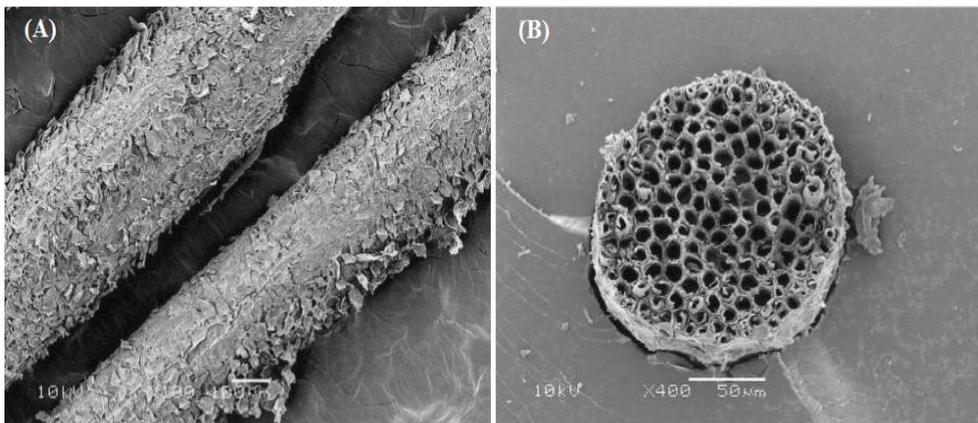
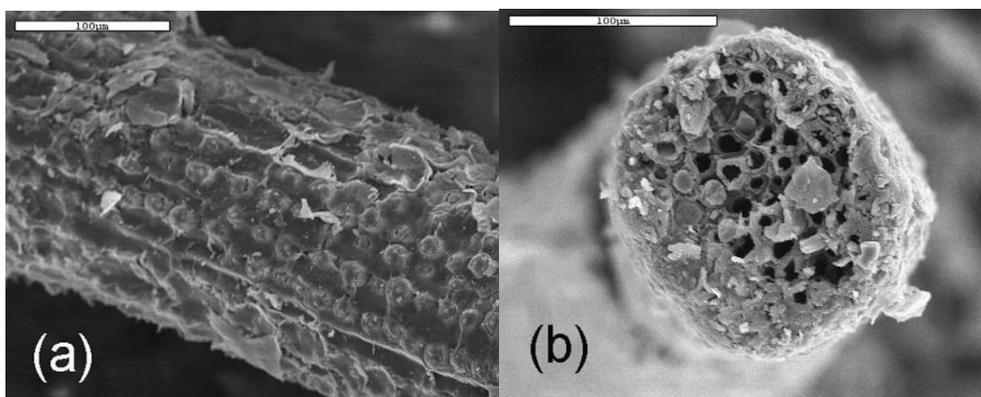


Figure 1.8 : Images MEB d'une fibre de palmier dattier : **a.** vue longitudinale, **b.** vue transversale dans une matrice polymère [25].



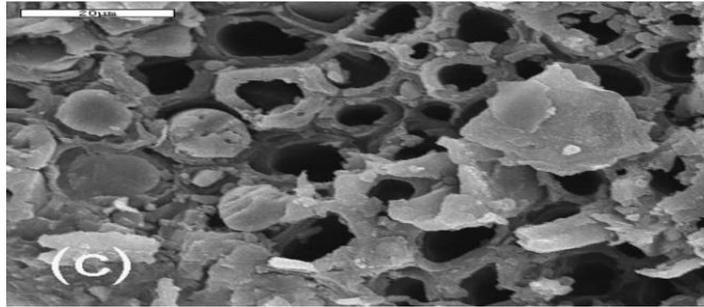


Figure 1.9 : Images MEB d’une fibre de bois de palmier dattier :
a. vue longitudinale, **b.** vue transversale, **c.** zoom de la vue transversale [23].

6.2.2 Composition chimique :

Le Tableau 1.2 présente la composition chimique des fibres de palmier dattier par rapport à d’autres fibres naturelles :

***Fibre naturelle entourant la tige de palmier dattier.**

Fibre	Cellulose % masse	Hémicelluloses % masse	Lignine % masse
Palmier dattier*	46	18	20
Chanvre	68	15	10
Sisal	65	12	9.9

Tableau 1.2 : Composition chimique de certaines fibres naturelles [25, 26].

A sec, tous les murs de cellules végétales sont principalement constitués de polymères à base de sucre (cellulose, hémicelluloses) qui sont combinés avec de la lignine [2, 26].

D’après le Tableau 1.2, les fibres de bois de palmier dattier présentent un taux en cellulose faible par rapport aux fibres de chanvre, qui ont la plus grande résistance à la traction. La cellulose est l’élément essentiel du point de vue résistance. Le taux d’hémicellulose est similaire à celui des fibres naturelles. Par contre, la teneur en lignine est supérieure à celle des fibres naturelles. La teneur en lignine des fibres peut influencer leurs structures, leurs propriétés et leurs morphologies [25].

L’analyse chimique des fibres de palmier dattier mentionnée dans le Tableau 1.2 pourrait être affectée par l’origine de la plante, les conditions météorologiques et la qualité du sol [25].

Le Tableau 1.3 présente l'analyse des matières minérales des fibres de palmier dattier de Dokar faite par Kriker Abdelouahed [22]. Selon son analyse, le pourcentage de chlore (Cl) est de 8630 ppm, le pourcentage de soufre (S) est de 2.13 et le reste de la composition est illustré sur le Tableau 1.3 [21].

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	PF
%	48.04	6.12	2.51	0.05	4.88	14.21	1.81	2.8	0.42	0.45	18.08

Tableau I.3 : Analyse minéralogique de la poudre de fibre de Dokar [22]

6.2.3 Propriétés thermophysiques

Les propriétés thermophysiques du bois de palmier dattier ont été étudiées par Agoudjil et al [23], en utilisant des échantillons sous forme de plaque carrée (Figure 1.10).

Les résultats trouvés par les auteurs ont révélé que [22] :

- L'effet de l'orientation des fibres est négligeable sur la conductivité thermique et faible sur la diffusivité thermique.
- La valeur moyenne de la conductivité thermique des différents palmiers dattiers est de $0.083 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ mesurée à la pression atmosphérique.
- La valeur de la conductivité thermique du bois de palmier dattier est proche de la gamme de nombreux matériaux isolants.
- La masse volumique de la grappe est inférieure à celle de banane et de sisal.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique (perte de masse en fonction de la température) sur les fibres entourant la tige de palmier dattier ont révélé que la température de dégradation des fibres est d'environ 250°C [22]. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus avec d'autres types de fibres naturelles telles que le sisal [25].

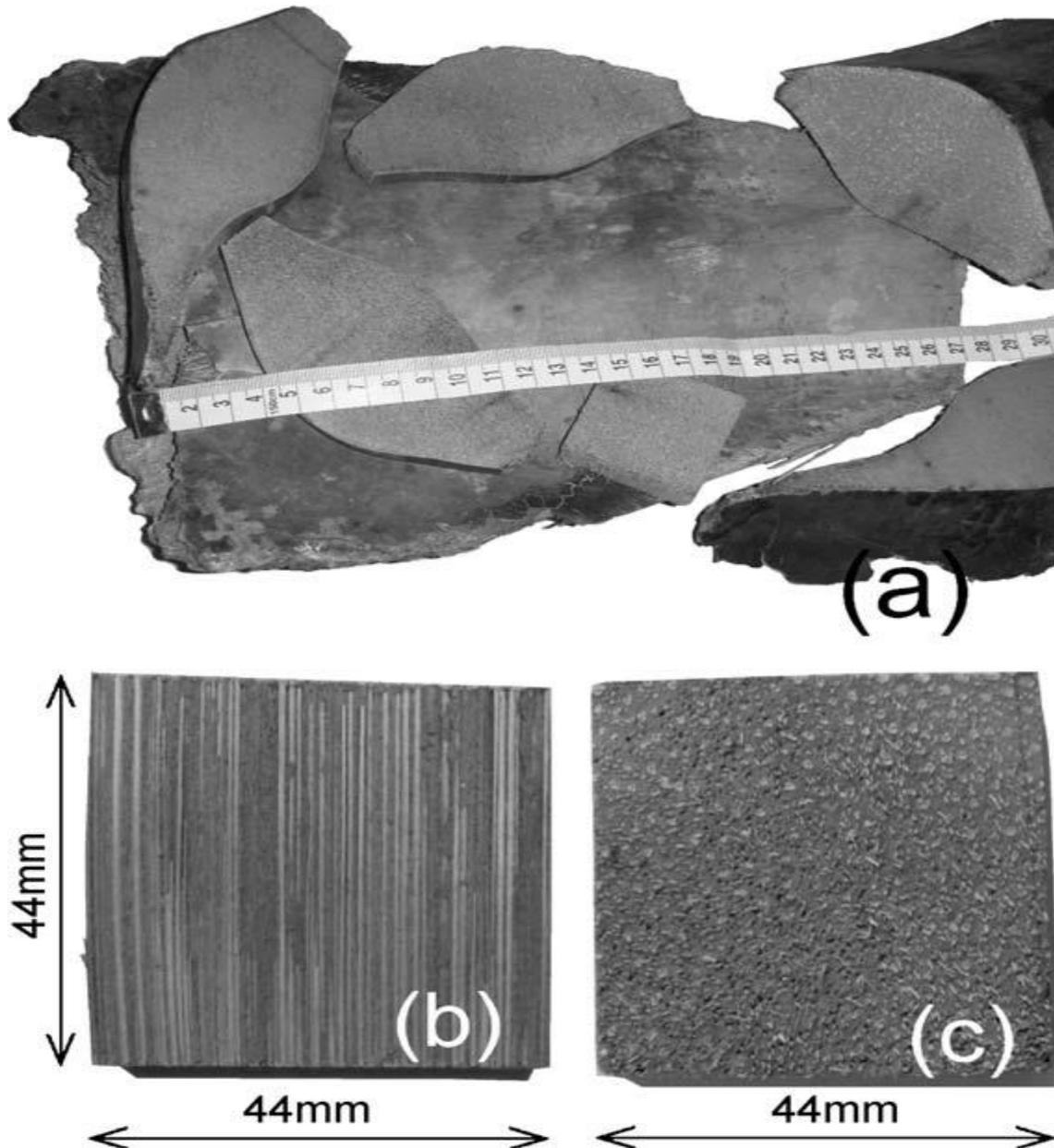


Figure 1.10 : a. Base pétiolaire ;

b et c. Echantillons avec différentes directions des fibres [23].

6.2.4 Propriétés mécaniques :

Kriker et al [27] ont étudié les propriétés mécaniques de quatre différents types de fibres de surface de palmier dattier. Les résultats sont présentés dans le Tableau 1.4. D'après ce tableau, on conclut que les fibres de Dokar, ont des résistances à la traction et l'allongement les plus élevées par rapport aux autres variétés. Les résultats montrent que l'humidité augmente la résistance et l'allongement à la rupture des fibres et réduit leur module d'élasticité.

Variété	Sec			humide		
	Résistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module d'élasticité (GPa)
Dokar	170 ± 40	16 ± 3	4.74 ± 2	175 ± 30	17.4 ± 2	3.78 ± 2
El ghers	88.75±20	11.1±2.5	3.5±1.2	90.10±18	12±3	3.10±1.5
DegletNour	72.34±18	8.7±2.2	3.15±1.5	74.34±1.5	9.5±2.5	2.3±2
DeglaBida	71.15±16	7.5±2.3	2.5±1	73.19±13	8.5±2.7	2.10±1

Tableau 1.4 Propriétés mécaniques de quatre variétés de fibres de surface de palmier dattier [27].

La courbe contrainte-déformation (Figure 1.11) est caractérisée par une région initiale linéaire suivie par une courbure indiquant l'augmentation de taux de déformation avec la contrainte. Ce comportement est similaire à celui d'autres types de fibres naturelles [25].

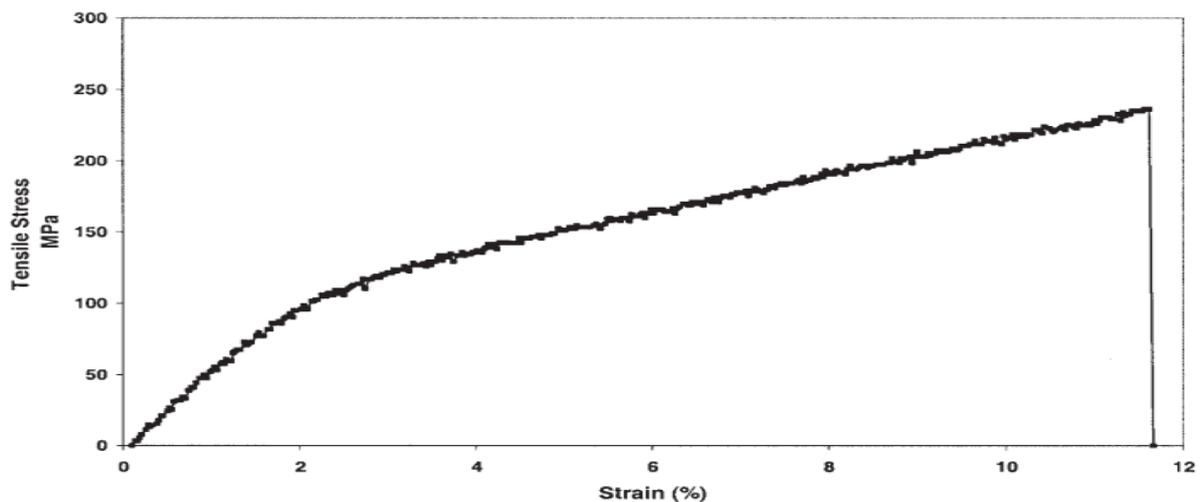


Figure 1.11 : Courbe typique contrainte-déformation des fibres de palmier dattier (10 mm de longueur) [25].

Ces faibles propriétés mécaniques des fibres de palmier dattier peuvent être attribuées à leurs grands diamètres qui se situaient entre 100 et 1000 µm (Figure 1.12) [25].

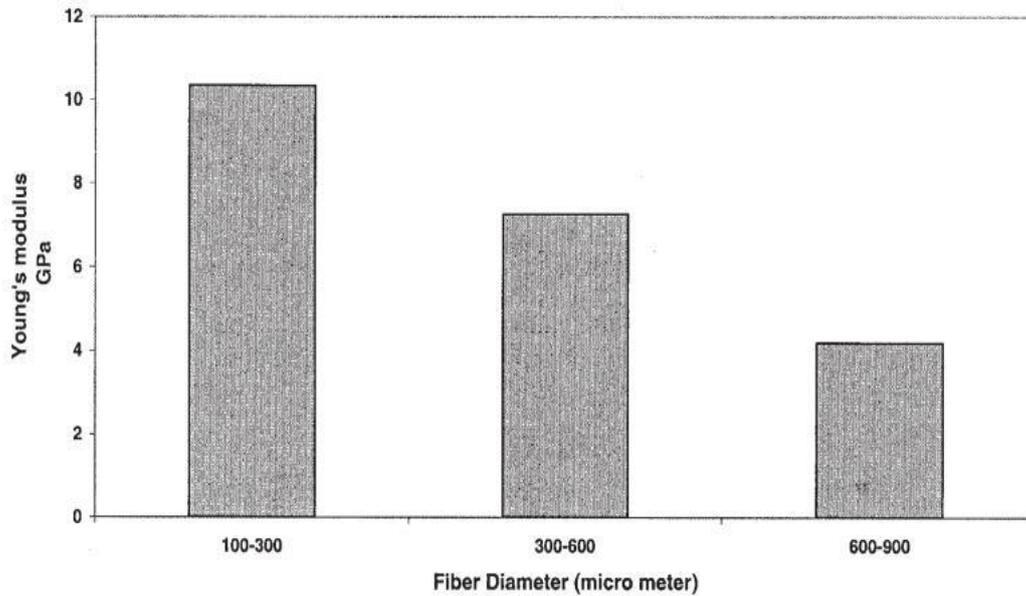


Figure 1.12 : Module de Young de fibre de palmier dattier en fonction du diamètre de la fibre [25].

6.2.5 Propriétés hydrophiliques :

Les résultats de la comparaison du caractère hydrophile des fibres de palmier dattier à d'autres fibres naturelles sont présentés dans le Tableau 1.5.

L'absorption d'eau des fibres naturelles est très élevée. Elles ont la capacité d'absorber une masse d'eau supérieure à leur propre masse [28]. La fibre naturelle a une teneur élevée en hydroxyle de la cellulose qui la rend susceptible d'absorber de l'eau :

Les molécules réagissent avec le groupe hydroxyle (-OH) des molécules de cellulose pour former des liaisons hydrogènes [2,29].

Fibre	Absorption à la saturation %
Palmier dattier	241
Chanvre	158
Sisal	190-250

Tableau 1.5 : Absorption d'eau de certaines fibres naturelles [28, 30].

L'absorption d'eau par les fibres de palmier dattier est plus élevée que celle des fibres de chanvre mais presque identique à celle du sisal. La variation de la capacité d'absorption d'eau des fibres naturelles peut être due à la taille des fibres.

7. Composites à base de bois de palmier dattier

7.1 Composites à base de gypse

Chikhi et al [31] ont développé des matériaux composites avec différentes concentrations massiques de fibres de bois de palmier dattier. L'objectif était l'utilisation des composants de faibles coûts économiques afin d'avoir un nouveau matériau composite avec des propriétés thermiques adaptées pour l'isolation thermique des bâtiments.

7.1.1 Préparation des composites :

Les composites gypse-fibres ont été préparés avec sept fractions massiques différentes entre 0, 1,2, 3, 5, 7, 8 et 10% de fibres de palmier dattier, selon la méthode suivante :

- Mélanger la poudre de gypse et l'eau avec un rapport eau/gypse égale à 0.6 dans un mélangeur automatique pendant 5 minutes à température ambiante et humidité d'air de 75%.
- Ajouter des fibres au mélange et les mélanger pendant 5 minutes.
- Verser rapidement les mélanges dans les moules.

7.1.2 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des composites sont significativement affectées par l'ajout des fibres de palmier dattier. D'après les résultats trouvés par les auteurs la résistance à la compression (Figure 1.13) et à la flexion (Figure 1.14) des composites gypse-fibres diminue avec l'augmentation de la concentration des fibres.

Les auteurs ont révélé aussi que pour des concentrations de fibres supérieures à 5% les valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des composites chargés avec des fibres fines sont plus élevées que celles des composites préparés avec des fibres grossières. La Figure 1.15 présente des échantillons après l'essai de flexion.

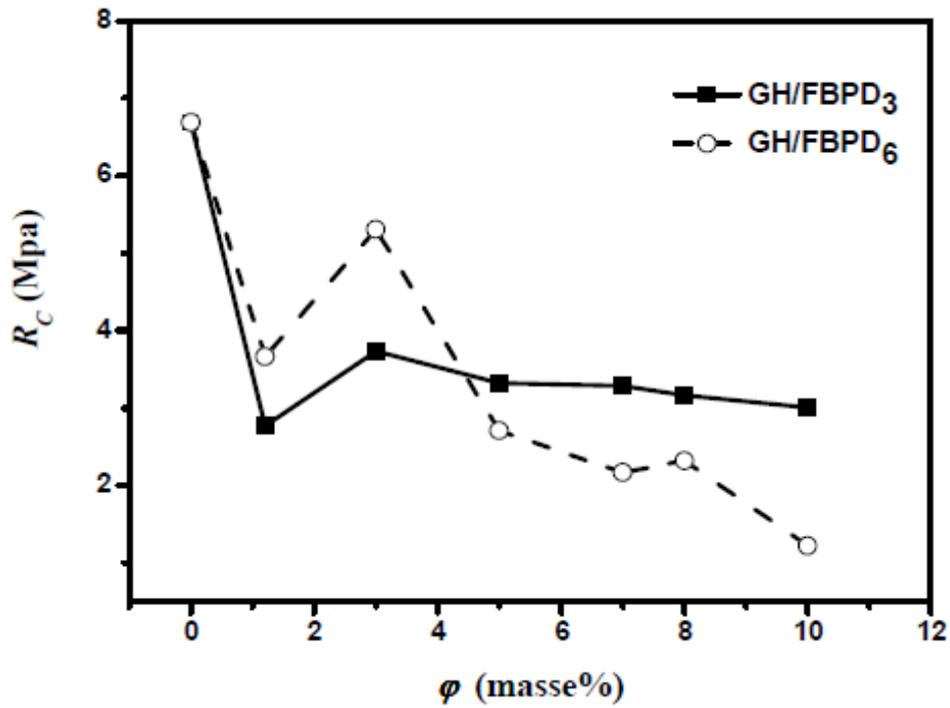


Figure 1.13 : Résistance à la compression des composites gypse-fibres au 28^{ème} jour [32].

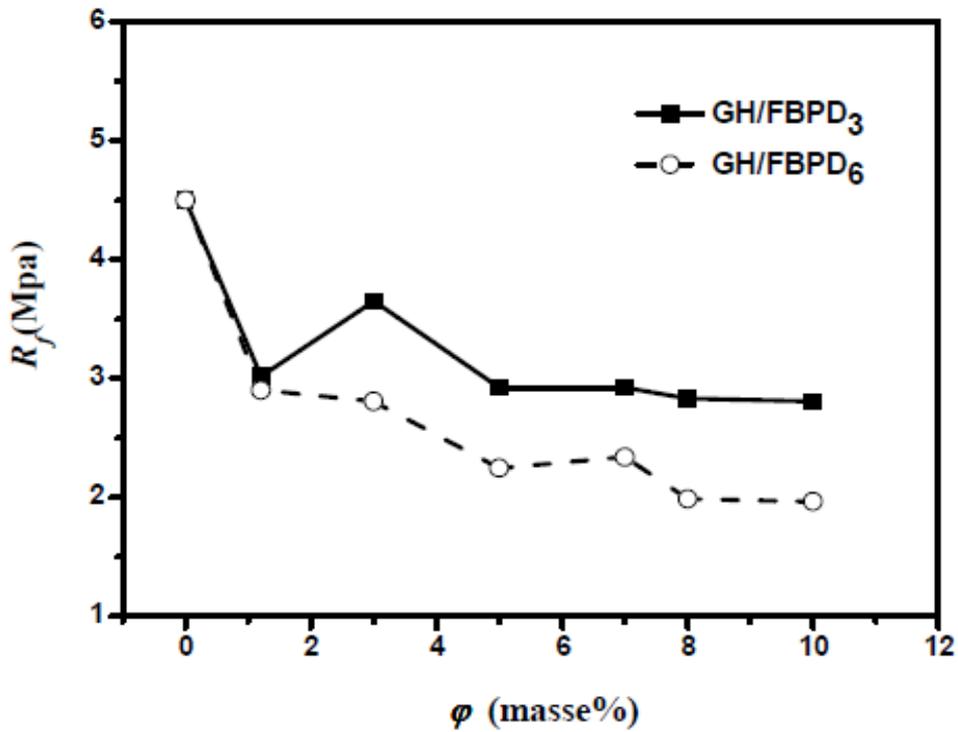


Figure 1.14 : Résistance à la flexion des composites gypse-fibres au 28^{ème} jour [32].



Figure 1.15 : Echantillons de composite gypse-fibres après des essais de flexion [32].

7.1.3 Propriétés thermiques :

La conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la charge des fibres de palmier dattier dans le gypse (Figure 1.16). La taille des fibres n'a pas d'influence sur la conductivité thermique.

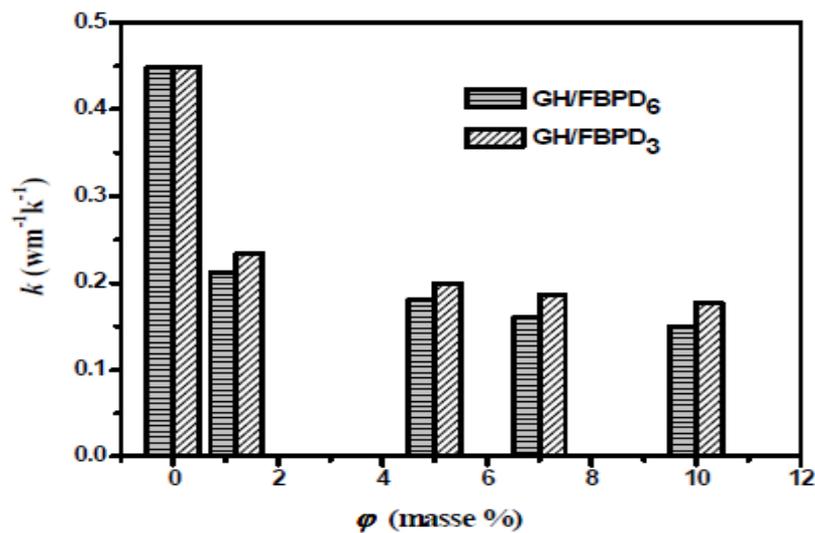


Figure 1.16 : Conductivité thermique des composites gypse-fibres [32].

Les auteurs ont démontré qu'après l'ajout de 10% de fibres de palmier dattier la conductivité thermique baisse de $0,45 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à $0,15 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ soit une diminution de 66%.

La masse volumique des composites diminue avec l'augmentation du pourcentage des fibres de palmier dattier (Figure I.17). L'ajout de 10% de fibres dans la matrice minérale entraîne une diminution de la masse volumique du gypse d'environ 25%.

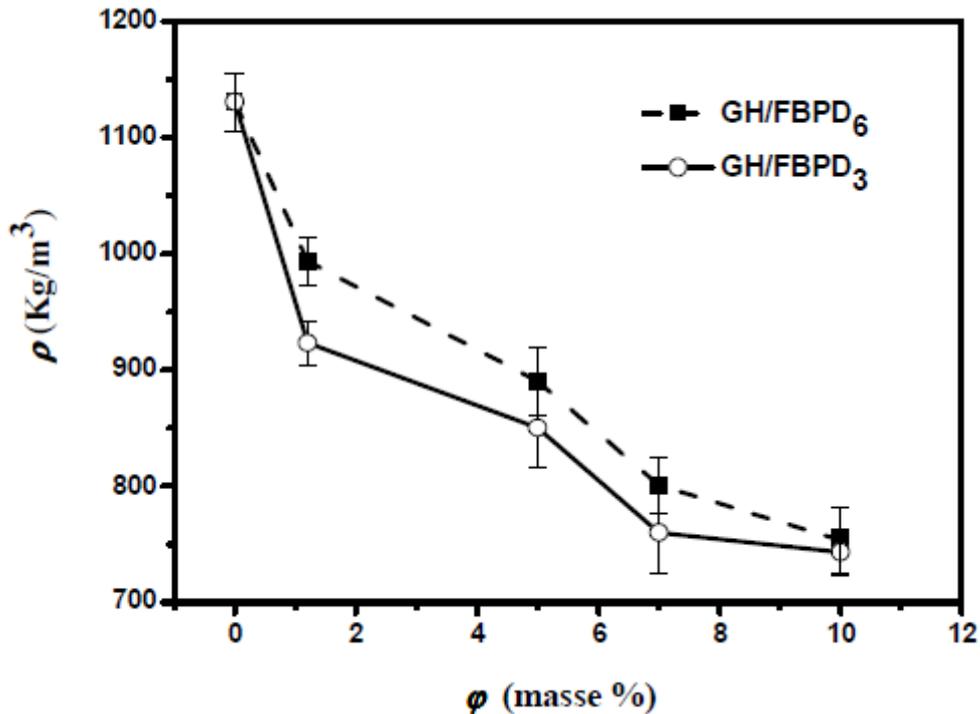


Figure I.17. Masse volumique sèche des composites à base de gypse [32].

7.2 Composites à base cimentaire :

Benmansour et al [30] ont développé un nouveau matériau, composé d'une matrice minérale (ciment) et des fibres de palmier dattier. L'objectif de leur étude était d'évaluer la possibilité de l'utilisation de ce composite comme matériau de construction pour l'isolation thermique.

7.2.1 Préparation des composites :

La préparation des composites est effectuée en mélangeant les fibres de palmier dattier, le ciment et le sable dans un mélangeur pendant 3 minutes. L'eau de gâchage est ensuite ajoutée progressivement jusqu'à l'obtention de homogénéité du mélange. Les mélanges sont rapidement versés dans les moules. La Figure 1.18 présente les échantillons après le démoulage.



Figure 1.18 : Echantillons de composite fibres-matrice à base de ciment [21].

7.2.2 Propriétés mécaniques :

La Figure 1.19 représente la variation de la résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres. Les résultats affirment que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de la concentration de fibres.

Les résistances mécaniques des composites chargés avec des fibres grossières sont supérieures à celles des composites chargés avec des fibres fines. La taille des fibres affecte la résistance mécanique des composites.

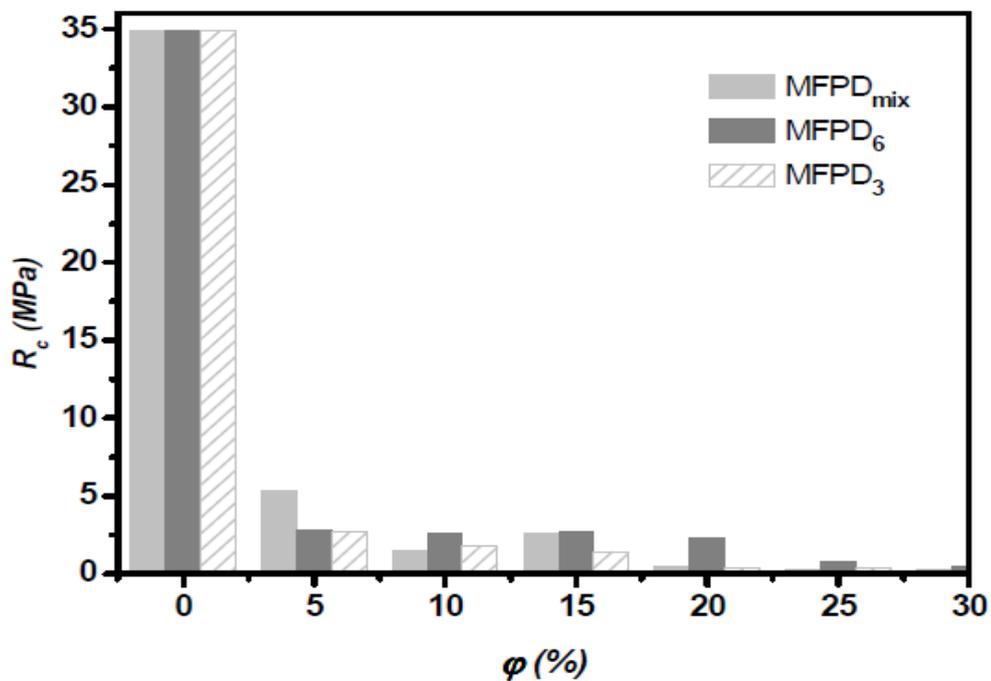


Figure 1.19: Résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres [21].

7.2.3 Propriétés thermiques :

Les résultats révèlent que la conductivité thermique diminue avec l'augmentation du pourcentage des fibres de palmier dattier dans les composites (Figure 1.20). Pour des concentrations de fibres inférieures à 15%, la conductivité thermique des composites chargés avec des fibres fines est inférieure à celle des composites chargés avec des fibres grossières. Dans les faibles pourcentages (inférieure à 15%), la taille des fibres a une influence sur la conductivité thermique.

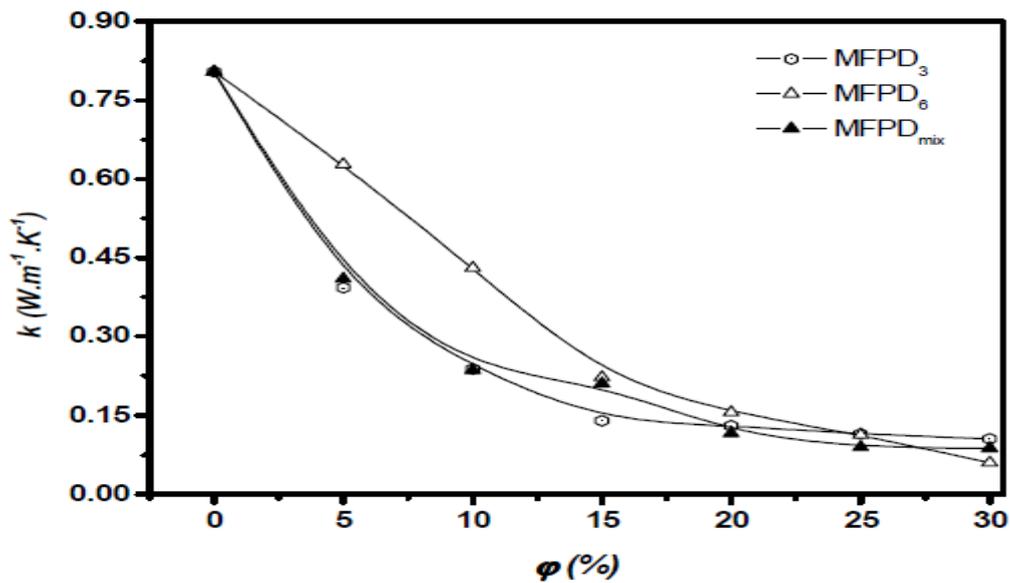


Figure 1.20 : L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres [21].

La conductivité thermique des composites augmente avec l'augmentation de la masse volumique (Figure 1.21).

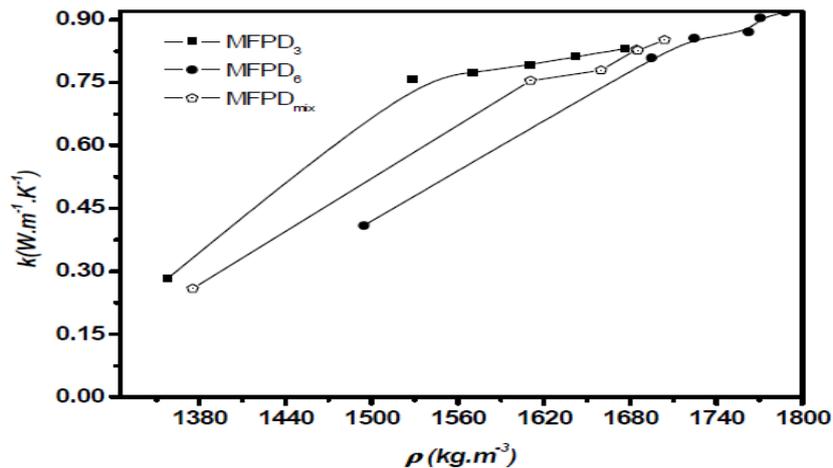


Figure 1.21 : Conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique [21].

7.3 Composites à base d'argile :

Chaib et al [33] ont étudié les propriétés thermiques des composites qu'ils ont développé en ajoutant des fibres de palmier dattier à l'argile afin d'évaluer la possibilité de les utiliser en tant que matériaux isolants.

7.3.1 Préparation des composites :

La préparation des briques se fait en suivant des étapes précises :

Après avoir pesé l'argile, le sable et les fibres, l'argile est imbibé jusqu'à la saturation durant 24h, l'eau de malaxage est ensuite ajoutée.

Les ingrédients sont mélangés manuellement puis versés directement dans les moules.

Le séchage se fait à l'air libre pendant 24 heures et la cuisson se fait dans un four traditionnel à $T=700^{\circ}\text{C}$ durant 8h.

Les compositions utilisées par les auteurs sont les suivantes :

- Composition C1 : 70% argile +30% sable +00% fibres
- Composition C2: 69% argile +30% sable +01% fibres
- Composition C3: 68% argile+30% sable +02% fibres
- Composition C4: 67% argile+30% sable +03% fibres
- Composition C5 : 80% argile +20% sable +00% fibres
- Composition C6 : 79% argile +20% sable +01% fibres
- Composition C7: 78% argile +20% sable +02% fibres
- Composition C8: 77% argile +20% sable +03% fibres

7.3.2 Propriétés thermiques :

La conductivité thermique diminue en fonction de l'augmentation du pourcentage des fibres et du sable dans le mélange (Figure 1.22).

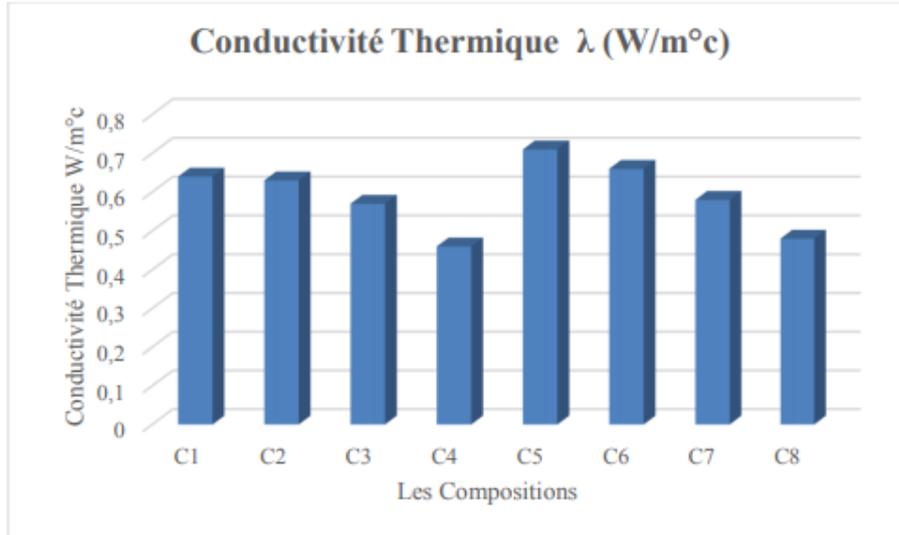


Figure 1.22 : Conductivité thermique [34].

La masse volumique diminue en fonction de l'augmentation du pourcentage des fibres et du sable dans le mélange (Figure 1.23).

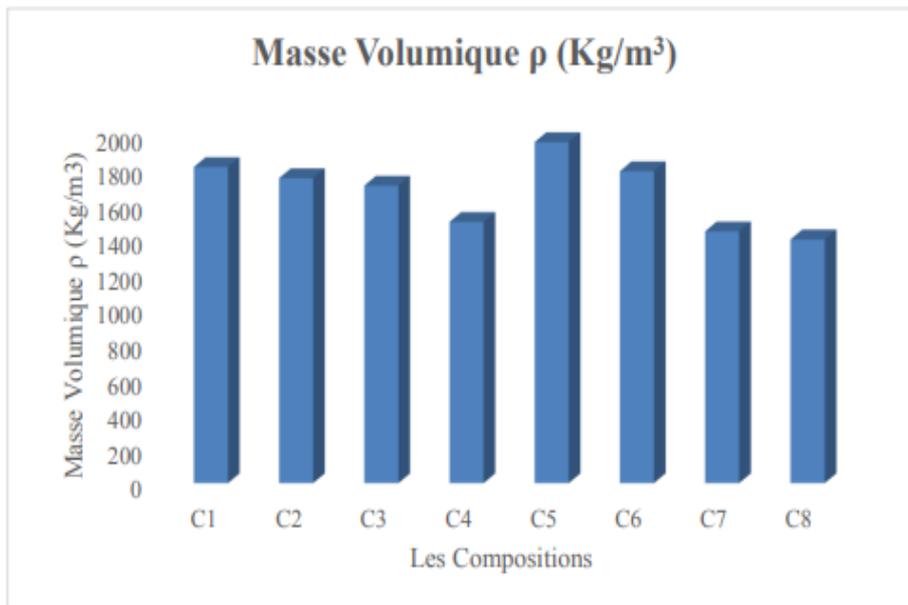


Figure 1.23 : Masse Volumique [34].

La chaleur spécifique diminue en fonction de l'augmentation du pourcentage des fibres et du sable dans le mélange (Figure 1.24).

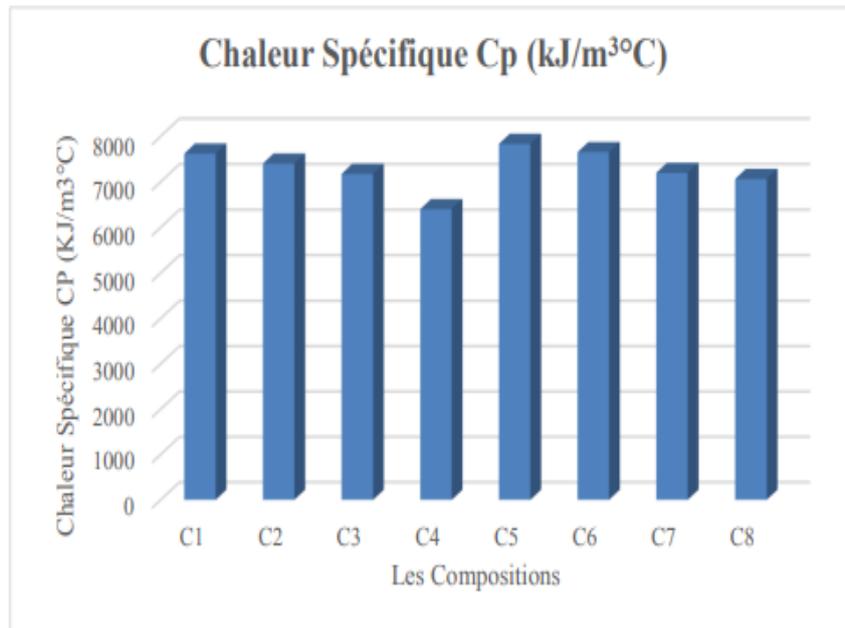


Figure 1.24 : Chaleur Spécifique Massique [34].

8. Conclusion :

Dans le développement durable de l'habitat le choix des matériaux de construction est fondamentale.

L'étude succincte bibliographique présentée dans ce chapitre montre que les constituants des composites utilisés dans ce travail représentent des propriétés adéquates pour leurs applications comme isolant thermique. Le revêtement mural par des ciments biosourcés à bois de palmier dattier est une solution économique et écologique.

De ce fait, le chapitre suivant est consacré aux matériaux utilisés dans ce travail et à la présentation des différentes méthodes de caractérisation physicochimique de composites à base de ciment et de bois de palmier dattier.

Références bibliographiques:

- [1] Réunion parlementaire à l'occasion de la conférence des Nations Unies sur les changements climatiques, Organisée conjointement par l'Union interparlementaire et le Parlement français, Document final, Paris, France, 2015.
- [2] B.Haba, *Etude in-situ des performances énergétiques et mécaniques des matériaux biosourcés et locaux*, Thèse de doctorat, Université El-Hadj Lakhdar de Batna, Algérie, 2017.
- [3] M.A. Boukli Hacène, N. E. C. Sari, and B. Benyoucef, *La construction écologique en Algérie: Question de choix ou de Moyens?*, *Revue des Energies Renouvelables*, vol. 14, pp. 627 - 635, 2011.
- [4] J. Chamoin *Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation*, Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rennes, France, 2013.
- [5] MM.fragos and Trouilleux, *Le guide de l'isolation: Fine Media*, Paris, 2012. contacte@finemedia.fr.
- [6] Dr. Mohammad, S. Al-Homoud, *Performance characteristics and practical applications of common building thermal insulation materials* *Building and Environment*, vol. 40, pp. 353-366, 2005.
- [7] A. M. Papadopoulos, *State of the art in thermal insulation materials and aims for future developments*, *Energy and Building*, vol. 37, pp. 77-86, 2005.
- [8] L. Liu, H. Li, A. Lazzaretto, G. Manente, C. Tong, Q. Liu, and N. Li, *The development history and prospects of biomass-based insulation materials for buildings*, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 69, pp. 912-932, 2017.
- [9] C.Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composite*. *Techniques de l'Ingénieur*, pp. 1-23,2013.
- [10] A.Achour, *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales*, Thèse de doctorat, Université AboubakrBelkaïd de Tlemcen, Algérie, 2017.

- [11] A.K. Bledzki, J Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres*, Progress in Polymer Science, Vol. 24, pp. 221-274, 1999.
- [12] Q.Bellouard, *Valorisation de biomasse en vecteur énergétique par voie thermo-chimique solaire*, Thèse de Doctorat, Université de Perpignan Via Domitia, France, 2017.
- [13] M.J. John, S.Thomas, *Biofibres and biocomposites*, Carbohydrate Polymers, Vol. 71, pp. 343-364, 2008.
- [14] A.Payen, *Mémoire sur la composition du tissu propre des plantes et du ligneux*. CR HebdSeancesAcadSci, vol 7, pp 1052-1056, 1838.
- [15] S.Thiebaud, *Valorisation chimique de composés ligno cellulosiques : obtention de nouveaux matériaux*, Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, France, 1995.
- [16] S.D.Sharma, G. Singh, *Enantio separation of Efavirenz by Ultra Performance Liquid Chromatography*, Advances in Analytical Chemistry, Vol. 3, pp. 29-33, 2013.
- [17] D.Sedan, C.Pagnoux, A. Smith, T.Chotard, *Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction*, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 28, pp. 183-192, 2008.
- [18] M.Ragoubi, *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne*, Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, p. 186, 2010.
- [19] W.Liu, H.Jiang,H.Yu, *Thermochemical conversion of lignin for functional materials: A review and future directions*, Green Chemistry, Vol. 17, pp. 4888- 4907,2015.
- [20] D.Sedan, *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite*, Thèse de Doctorat, université de limoges,2007.
- [21] N. Benmansour, *Développement et caractérisation de composites naturels locaux à l'isolation thermique dans l'habitat*, Thèse de doctorat, Université HadjLakhdar de Batna, Algérie, 2015.

- [22] K. Abdelouahed, *Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, 2005.
- [23] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, *Renewable materials to reduce building heatloss: Characterization of date palm wood*, Energy and Buildings, vol. 43, pp. 491–497, 2011.
- [24] G. Peyron, *Cultiver le palmier-dattier : Guide illustré de formation*. Montpellier, France: CIRAD, 2000.
- [25] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, *Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization*, Polymer Composites, vol. 26, pp. 486-497, 2005.
- [26] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010*, Progress in Polymer Science, vol. 37, pp. 1552-1596, 2012.
- [27] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M.M. Khenfer, and M. Chabannet, *Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate*, Cement and Concrete Composites, vol. 27, pp. 554-564, 2005.
- [28] C. Magniont, *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agro ressources*, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2010.
- [29] C.W. Nguong, S.N.B. Lee, and D. Sujana, *A Review on Natural Fibre, Reinforced Polymer Composites*, 2013.
- [30] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, *Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building*, Energy and Buildings, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [31] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, *Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation*, Energy and Buildings, vol. 66, pp. 267-273, 2013.

- [32] M. Chikhi, *Métrie et modélisation des transferts dans les composites naturels à faible coût pour l'isolation thermique dans les panneaux solaires*, Thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar de Batna, Algérie, 2013.
- [33] H. Chaib, A.Kriker, A.Mekhermeche, *Thermal study of earth bricks reinforced by date palm fibers*, Energy Procedia vol 74, pp.919 – 925, 2015.
- [34] H. Chaib, *Contribution à l'Etude des Propriétés Thermo-Mécaniques des Briques en Terre Confectionnée par des Fibres Végétales Locales. (Cas de la ville de Ouargla)*, Thèse de doctorat, Université Kasdi Merbah de Ouargla, Algérie, 2017.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

1. Introduction :

Ce chapitre se divise en deux parties :

La première partie s'intéresse aux différents matériaux utilisés pour élaborer les composites à base de ciment et de bois de palmier dattier.

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des méthodes de caractérisation des propriétés physico-chimiques des composites étudiés.

2. Matériaux :

2.1 Ciment portland (CP) :

Le ciment est un liant hydraulique qui se présente sous la forme d'une poudre très fine, composée d'oxydes minéraux dont les deux principaux sont la chaux (CaO) et la silice (SiO_2). Il réagit avec l'eau en donnant des hydrates stables qui lui donnent une résistance mécanique [1]. Les réactions d'hydratation du ciment conduisent à la formation d'une pâte qui durcit progressivement à l'air ou dans l'eau [2].

La fabrication du ciment portland est un procédé complexe (Figure 2.1) qui est généralement basé sur les processus suivants :

L'extraction des matières premières au niveau des carrières (dans la plupart des cas) puis le concassage de celles-ci par un concasseur pour réduire leurs tailles, par la suite les matières premières sont séchées et broyées très finement.

Le préchauffage du cru est nécessaire avant la cuisson à haute température (transformation chimique de cru en clinker), le clinker est refroidi dans un refroidisseur, l'ajout du gypse et des ajouts cimentaires (pouzzolane, calcaire, etc.) au clinker afin d'améliorer les performances du ciment et enfin un broyage final (poudre très fine).

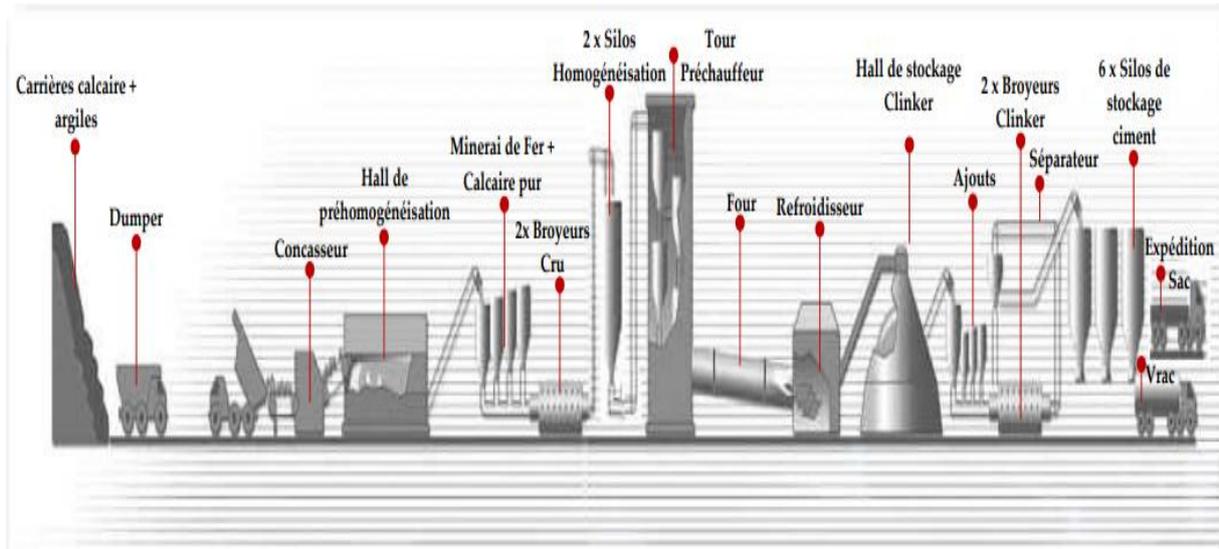


Figure 2.1 : Processus de fabrication du Ciment Portland.

Les travaux et expériences menés dans le cadre de cette thèse, le choix du ciment à étudier a porté sur le ciment (**CIMENT PORTLAND A LA POZZOLANE CEM 2/A-P 42,5 N**) fourni par la société des ciments de Hamma Bouziane-Constantine «SCHB» filiale du Groupe Industriel des Ciments d'Algérie « Groupe GICA». Sa surface spécifique Blaine (SSB) est de 3474 cm²/g. Le Tableau 2.1 présente la composition chimique du ciment.

Eléments	Pourcentage (%)
CaO	57,56
SiO ₂	24,84
Al ₂ O ₃	5,77
Fe ₂ O ₃	4,89
K ₂ O	0,9
Na ₂ O	0,61
MgO	2,02
SO ₃	1,58
Perte au feu (%)	1,83

Tableau 2.1 : Composition chimique du ciment (% massique).

La composition minéralogique du ciment est présentée dans le Tableau 2.2.

Nom	Phase minérale	Abréviation	Formule chimique	Pourcentage(%)
Tetracalciumaluminoferrite	Ferrite	C ₄ AF	(CaO) ₄ (Al ₂ O ₃)(Fe ₂ O ₃)	13,74
Tricalcium aluminate	Celite	C ₃ A	(CaO) ₃ (Al ₂ O ₃)	4,96
Dicalcium silicate	Belite	C ₂ S	Ca ₂ SiO ₄	7,8
Tricalcium silicate	Alite	C ₃ S	Ca ₃ SiO ₅	63,05

Tableau 2.2 : Composition minéralogique du ciment.

2.2 Fibres de palmier dattier (FPD) :

Le bois de palmier dattier utilisé dans ce travail est recueilli des oasis de Biskra (Algérie). La partie renouvelable du palmier utilisée est la grappe (Figure 2.2) de Deglet-Nour qui est disponible gratuitement.



Figure 2.2 : Grappe de palmier dattier.

D'après les études expérimentales effectuées par Agoudjil et al [4] sur le bois de palmier dattier, il a été constaté que la partie renouvelable du palmier dattier (la grappe) possède une conductivité thermique faible et comparable à celle des matériaux isolants. C'est pour cela, que notre travail est porté sur l'utilisation de cette partie renouvelable de palmier dattier pour l'élaboration des composites à base de ciment portland et de ces fibres.

Le bois de palmier dattier recueilli a été séché à 60°C dans l'étuve Memmert du laboratoire Physique Energétique UFMC. (Figure 2.3) pendant 24heures, puis soumis à un broyage mécanique à l'aide d'un broyeur jusqu'à l'obtention de fibres très fines (Figure 2.4).



Figure 2.3 : Etuve utilisée pour le séchage.



Figure 2.4 : Fibres de grappe du palmier dattier après broyage mécanique.

Ces déchets sont préparés afin d'être caractériser et utiliser comme des inclusions dans une matrice cimentaire.

2.3 Eau de mélange :

L'hydratation du ciment nécessite l'utilisation de l'eau. L'excès d'eau dans le composite a une influence sur la porosité du composite, tant dis que le manque d'eau affecte l'homogénéité du mélange et réduit la résistance du composite. La détermination de la quantité d'eau dans le mélange doit être précise afin de préparer un composite à haute performance.

Dans ce travail, l'eau utilisée est une eau potable de robinet, le rapport eau/ciment utilisé est de 0.68.

3. Méthodes de caractérisation :

3.1 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR, est une technique qui permet d'identifier les matériaux organiques, polymères et dans certains cas, inorganiques. La méthode d'analyse FTIR utilise la lumière infrarouge pour scanner les échantillons afin d'observer leurs propriétés chimiques.

L'analyse FTIR peut identifier les composés et le type général du matériau analysé lorsqu'il y a des inconnues. Cette technique est très fiable pour identifier la composition du polymère, elle est utilisée aussi pour évaluer la pureté de certains échantillons inorganiques.

L'échantillon est soumis à un rayonnement électromagnétique. Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présente dans le matériau. Lorsque la fréquence de champ coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction créée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante. La

fréquence à laquelle est absorbé le rayonnement dépend de la nature des liaisons, de la masse des atomes concernés et de l'environnement proche du groupement considéré [5].

Un spectromètre FTIR se compose d'une source, d'un interféromètre, d'un compartiment d'échantillonnage, d'un détecteur, d'un amplificateur, d'un convertisseur A/N (analogique-numérique) et d'un ordinateur.

Le schéma du principe de fonctionnement de l'appareil FTIR est présenté dans la Figure 2.5.

La source IR génère un rayonnement polychromatique qui passe l'échantillon à travers l'interféromètre et atteint le détecteur. Ensuite, le signal est amplifié et converti en signal numérique par l'amplificateur et le convertisseur analogique-numérique, respectivement. Finalement, un logiciel converti le signal collecté par le spectromètre en spectre d'absorption par un traitement mathématique (transformée de Fourier). Il apparaît sur l'écran de l'ordinateur.

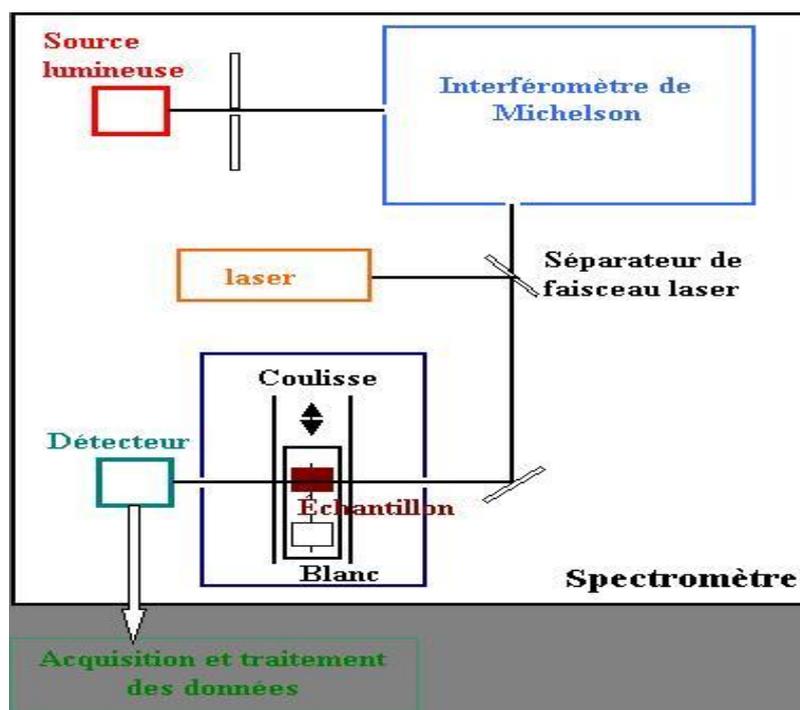


Figure 2.5 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre à transformée de Fourier.

La spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des échantillons a été réalisée avec le spectromètre JASCO FT/IR-6300 (Figure 2.6). Les spectres ont été collectés dans la gamme $4000 - 600 \text{ cm}^{-1}$ et les intensités des bandes sont exprimées en facteur de transmission

(% T). Les analyses ont été faites dans le laboratoire de cristallographie de l'université des frères Mentouri Constantine



Figure 2.6 : Photographie de l'appareil FTIR.

3.2 Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique analytique non destructive principalement utilisée pour l'identification la structure cristalline d'un matériau et peut fournir des informations sur les dimensions des cellules unitaires. C'est une méthode d'analyse physico-chimique basée sur la capacité des matériaux de diffracter le rayon X. Elle ne fonctionne que sur la matière cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, polymères semi-cristallins, produit organique cristallisé) et non sur la matière amorphe dont l'arrangement des atomes est irrégulier (liquide, polymère amorphes, verres) [6].

La base physique de diffraction des rayons X est la loi de Bragg. Cette loi permet de calculer la position des atomes dans un cristal en utilisant la façon dont ce réseau cristallin diffracte les rayons X. Bragg a expliqué ces résultats par la modélisation du cristal comme un ensemble de plans parallèles discrets, séparés par une distance constante d . Lorsque l'on bombarde un

crystal à l'aide de rayons X d'une longueur d'onde λ , les rayons incidents sont réfléchis comme par un miroir par chacun des atomes des différents plans parallèles, produisant un phénomène de diffraction. Ces rayons diffractés, interfèrent entre eux. Le pic de Bragg ne se produit que si lorsqu'un faisceau monochromatique de rayon X incident est diffracté par les plans atomiques, interfère de façon constructive conformément à la loi de Bragg [7,8, 9].

Une interférence constructive se produit, si la différence du chemin optique entre les rayons X qui sont diffractés à partir des plans successifs (plan d'atomes parallèles) est $2d\sin\theta$, est égal à un multiple entier de la longueur d'onde (λ) des rayons X (Figure 2.7) ; d'où la loi de Bragg [7,9] :

$$2d\sin\theta = n \lambda$$

Où :

d = distance inter-réticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallins,

θ = l'angle entre la direction incidente des rayons X et le plan diffracté,

n = ordre de réflexion (nombre entier),

λ = longueur d'onde des rayons X incidents.

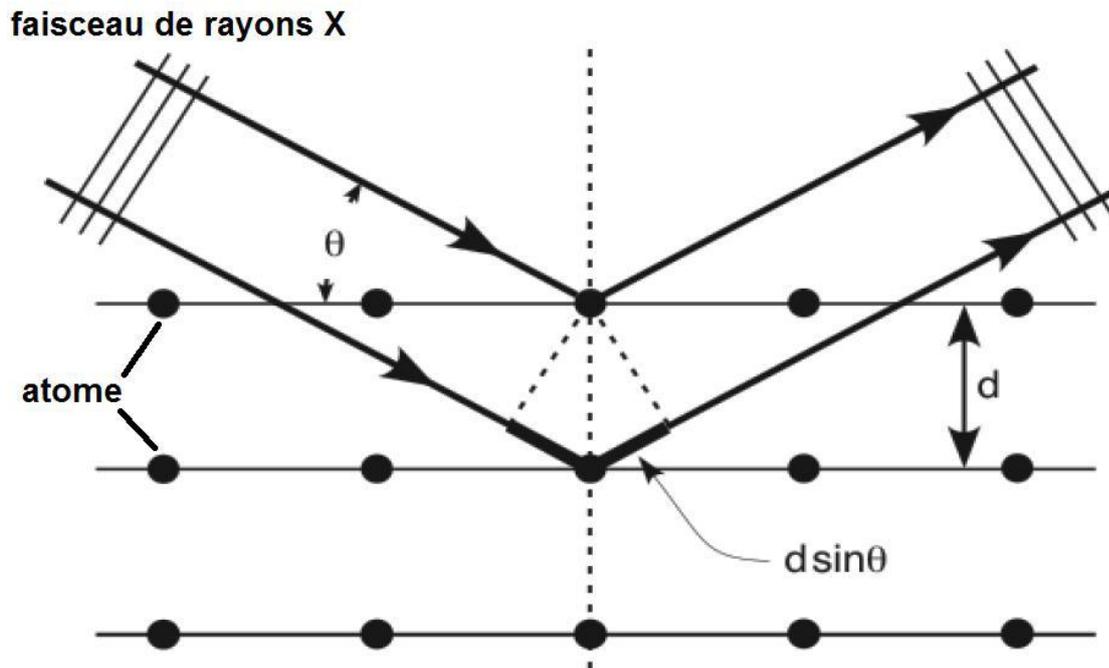


Figure 2.7 : Démonstration de la loi de Bragg.

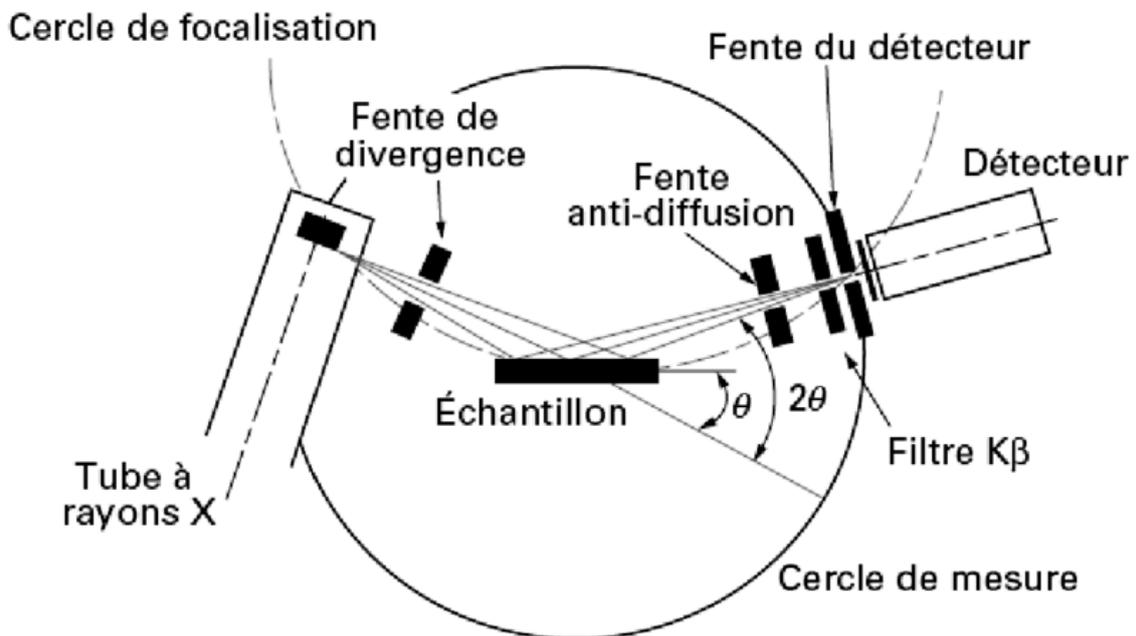


Figure 2.8 : Schéma de principe d'un diffractomètre par Rayon X [10].

Le principe de fonctionnement d'un diffractomètre est présenté dans la Figure 2.8.

L'échantillon plan effectue une rotation de vitesse angulaire θ , tandis que le détecteur tourne autour de l'échantillon avec une vitesse 2θ .

Les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon où ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal [11].

Dans la focalisation Bragg-Brentano, l'échantillon plan effectue une rotation avec un mouvement uniforme de vitesse angulaire θ , tandis que le détecteur avec sa fente réceptrice placée sur le point de focalisation tourne autour de l'échantillon avec une vitesse 2θ .

Dans cette étude, afin d'évaluer l'influence de l'ajout des fibres au ciment portland, les analyses par diffraction aux rayons X ont été effectuées. Les échantillons ont été examinés sous forme de poudre. Chaque échantillon a été placé sur le porte échantillon et nivelé pour obtenir une exposition totale et uniforme aux rayons X.

La diffraction des rayons X (DRX) des échantillons a été réalisée au sein du laboratoire de cristallographie de l'université des frères Mentouri Constantine avec le diffractomètre X'Pert PRO PANalytical (Figure 2.9) à température ambiante en utilisant un rayonnement $K\alpha_1$ du cuivre ayant une longueur d'onde λ ($K\alpha_1\text{Cu}$) égale à 1.5405 Å. L'intensité diffractée du rayonnement $\text{Cu}K\alpha$ a été enregistré entre 2θ compris entre 20° et 65° , avec un pas de mesure de $0,02^\circ$, en utilisant une tension de 45 kV et un courant de 40 mA.

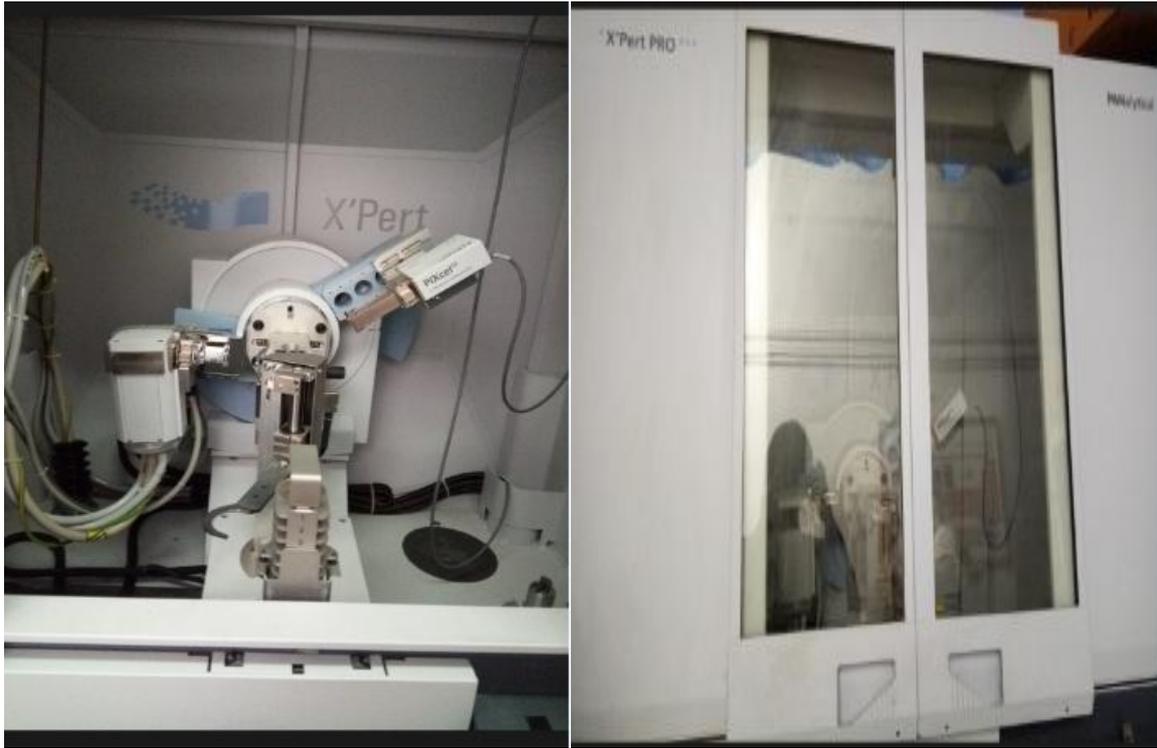


Figure 2.9 : Photographies du diffractomètre utilisé pour réaliser les analyses DRX.

3.3 Spectroscopie Raman :

La spectroscopie Raman est une technique d'analyse chimique non destructive qui est basé sur l'interaction de la lumière avec les liaisons chimiques à l'intérieur d'un matériau. Elle fournit des informations détaillées sur la structure chimique, la phase et la polymorphie, la cristallinité et les interactions moléculaires.

La spectroscopie Raman définit le spectre caractéristique des vibrations d'une molécule (empreinte moléculaire), afin d'identifier une substance. Cette dernière permet d'obtenir des informations complémentaires sur les modes de basses fréquences et sur les vibrations caractéristiques des réseaux cristallins et des structures moléculaires.

Le principe de la spectroscopie Raman est illustré dans la Figure 2.10.

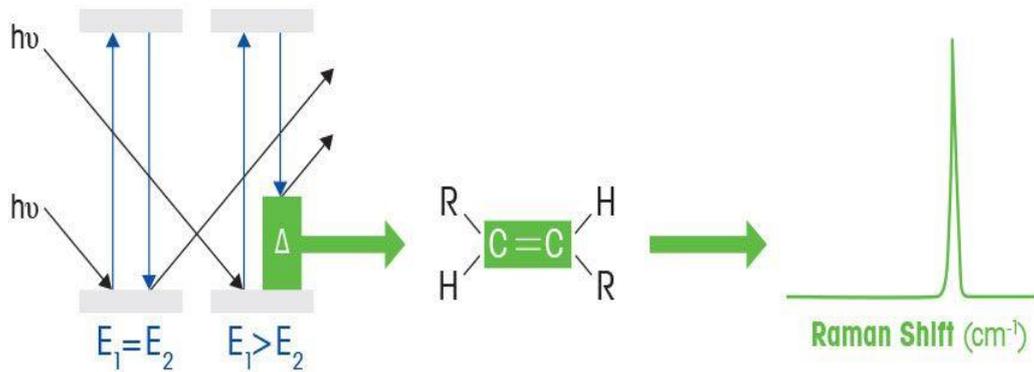


Figure 2.10 : Principe de la spectroscopie Raman.

En spectroscopie Raman, l'échantillon est illuminé avec un faisceau laser monochromatique qui interagit avec les molécules de l'échantillon et génère une lumière diffusée. La lumière diffusée ayant une fréquence différente de celle de la lumière incidente (diffusion inélastique) est utilisée pour construire un spectre Raman. Les spectres Raman surviennent en raison d'une collision inélastique entre le rayonnement monochromatique incident et les molécules d'échantillon. Lorsqu'un rayonnement monochromatique frappe un échantillon, il se diffuse dans toutes les directions après son interaction avec les molécules de l'échantillon. Une grande partie de ce rayonnement diffusé à une fréquence qui est égale à la fréquence du rayonnement incident et constitue la diffusion de Rayleigh. Seule une petite fraction du rayonnement diffusé à une fréquence différente de la fréquence du rayonnement incident et constitue une diffusion Raman. Lorsque la fréquence du rayonnement incident est supérieure à la fréquence du rayonnement diffusé, des raies de Stokes apparaissent dans le spectre Raman. Mais lorsque la fréquence du rayonnement incident est inférieure à la fréquence du rayonnement diffusé, des raies anti-Stokes apparaissent dans le spectre Raman. Le rayonnement diffusé est généralement mesuré à angle droit par rapport au rayonnement incident [12].

Le schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre Raman est présenté dans la Figure 2.11.

Le laser est focalisé sur la zone souhaitée de l'échantillon par un microscope optique. Le même microscope est utilisé pour la collection du signal Raman. Le filtre (notch) joue un rôle important : il s'agit d'un filtre coupe bande à la fréquence de la raie laser excitatrice utilisée ; il sert donc à éliminer la diffusion Rayleigh. Le signal, débarrassé de la diffusion élastique, est

ensuite dispersé par le réseau de diffraction, puis est mesuré par un détecteur CCD (charge coupled device), et finalement traité par l'ordinateur [13].

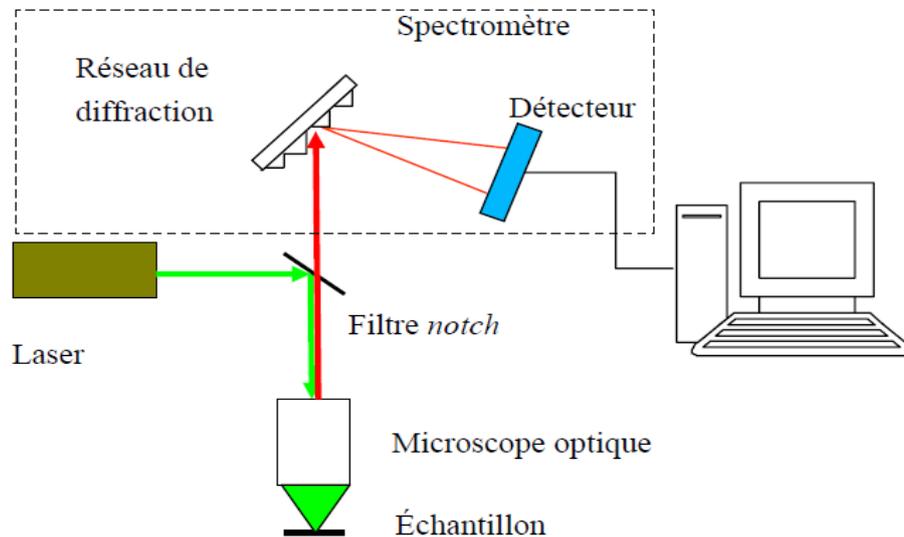


Figure 2.11 : Schéma du principe de fonctionnement du spectromètre Raman [13].

Le spectromètre Raman Horiba (Figure 2.12) a été utilisé pour caractériser la composition moléculaire et la structure des échantillons. L'analyse a été réalisée à l'université des frères Mentouri Constantine dans l'unité de recherche « Sciences des Matériaux et Application ».

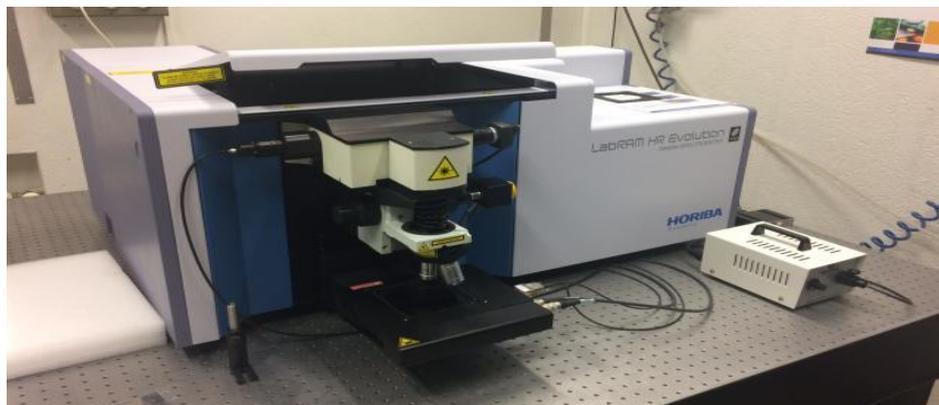


Figure 2.12 : Le spectromètre Raman utilisé.

3.4 Microscopie électronique à balayage (MEB) :

La Microscopie Electronique à Balayage MEB (Scanning Electron Microscopy SEM) est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces qui permet de fournir

plusieurs informations qualitatives de l'échantillon testé, y compris sa morphologie, sa composition et ses informations cristallographiques. En d'autres termes, elle fournit des informations sur la disposition des particules se trouvant sur la surface de l'échantillon, la texture, la forme, la taille et les caractéristiques de la surface. La disposition des atomes dans les particules monocristallines ainsi que le type d'éléments dont l'échantillon se compose et leurs rapports relatifs peuvent également être fournis.

La Figure 2.13 illustre le schéma du principe de fonctionnement d'un MEB équipé d'un détecteur EDX.

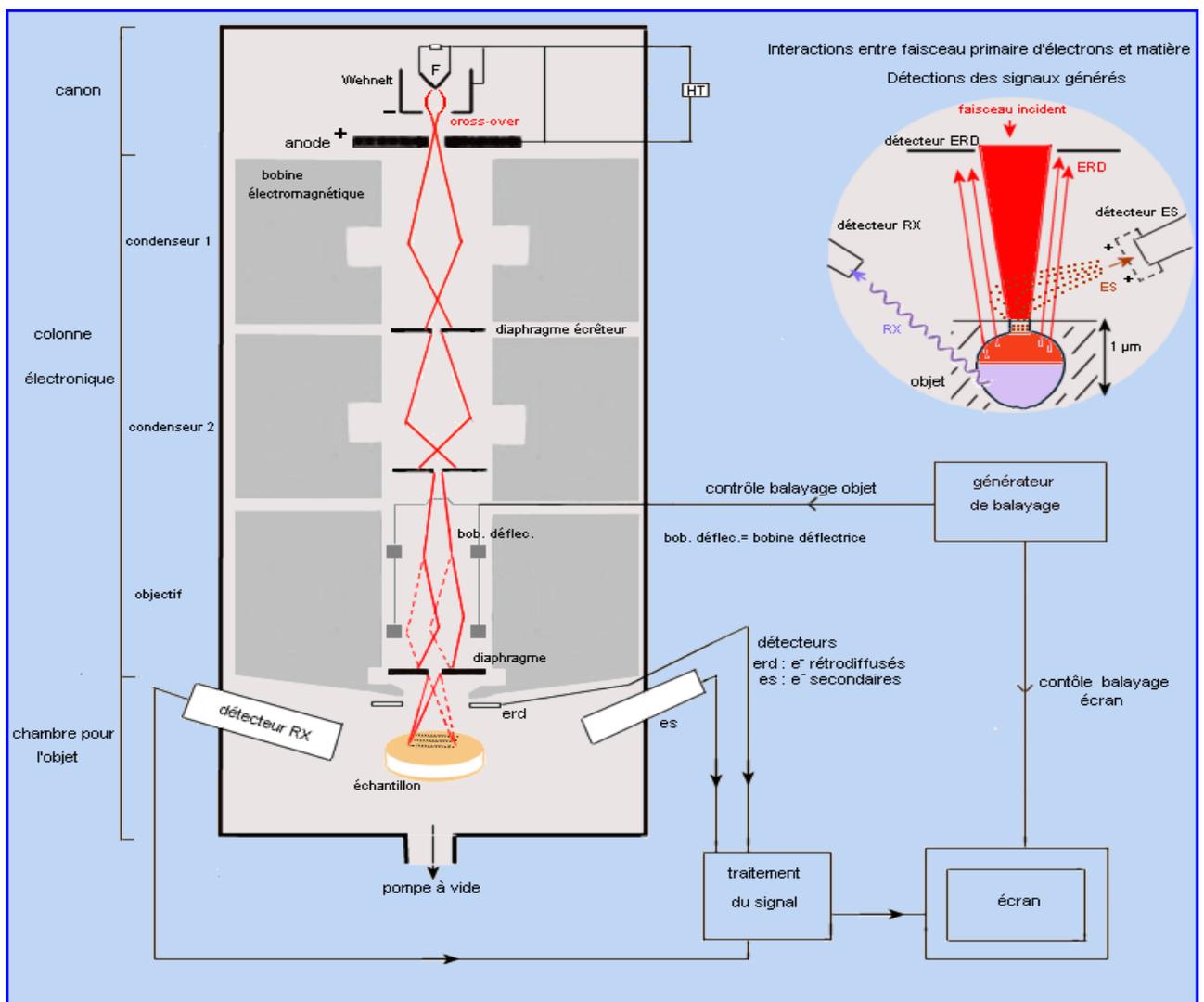


Figure 2.13: Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDX[14].

Un faisceau électronique (sonde) balaie la surface de l'objet. Plusieurs interactions entre la matière et les électrons incidents génèrent différents signaux dont certains (RX) sont utilisés pour la microanalyse chimique et d'autres pour construire des images.

Les électrons sont émis par un filament de tungstène en V par effet thermoélectronique dans le vide. Ils sont focalisés par le wehnelt, polarisé négativement et accélérés par une très forte tension établie entre le wehnelt et une anode. Le voltage d'accélération est réglable. Le passage au niveau du wehnelt détermine la formation d'une "image" apparente de la source qui correspond à la source fonctionnelle du faisceau d'électrons primaires. A la sortie de l'anode, le faisceau électronique pénètre dans la colonne où il subit plusieurs condensations successives, assurées par des bobines électromagnétiques que l'on peut assimiler à des lentilles convergentes. L'intervention successive des deux premières réduit de manière significative la taille de l'image du cross-over, la dernière (objectif) focalisant le faisceau sur l'échantillon en un spot ("image" définitive du cross-over) devenu très fin. Des diaphragmes limitent la dispersion du faisceau. La lentille finale contient également des bobines défléctrices qui assurent le balayage par le spot électronique de la surface de l'objet, en synchronisation avec celui de l'écran [14].

Microanalyse EDX

La rencontre entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l'objet génère des photons X, captés par un détecteur. Un élément émet des photons X caractérisés par leur énergie car chaque émission correspond à une transition électronique entre les niveaux de cœur de l'atome. Le traitement des signaux X permet de trier les photons par énergie, d'attribuer chaque photon détecté à un élément chimique (analyse qualitative) mais aussi de compter les photons en fonction de leur énergie (en eV). Il est donc possible de procéder à une analyse chimique quantitative localisée sur la surface d'un échantillon [14].

Le microscope utilisé dans cette étude (Figure 2.14) est un (Tescan VEGA3, tension d'accélération de 30 kV) appartenant à l'Institut des Sciences et des Techniques Appliquées de Ain M'Lila (Oum El Bouaghi).

Les échantillons analysés ont été préparés sous formes de pastille dont la surface a été recouverte d'une mince couche d'or (couche conductrice).



Figure 2.14 : Photographie de l'appareil MEB utilisé.

3.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

et Analyse thermogravimétrique (ATG) :

Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :

La calorimétrie différentielle à balayage, ou DSC, est une technique d'analyse qui examine l'évolution de chaleur d'un matériau (la capacité C_p) en fonction de la température. Un échantillon de la masse connue est chauffé ou refroidi et les changements de sa capacité calorifique sont suivies comme des changements de flux de chaleur. Cela permet de détecter les transitions telles que les changements de phase, durcissement, fusions et transitions vitreuses. En raison de cette flexibilité, car la plupart des matériaux présentent une sorte de transitions, la calorimétrie différentielle à balayage est utilisée dans de nombreuses industries, y compris :

Polymères, semi-conducteurs, électronique, produits pharmaceutiques, aliments et agriculture.

Le plus grand avantage du DSC est la facilité et la vitesse avec laquelle elle peut être utilisée pour voir les transitions dans les matériaux.

Le schéma du principe de fonctionnement du calorimètre est illustré dans la Figure 2.15.

Mettre l'échantillon dans le récipient témoin. Le récipient de référence doit rester vide. Les deux récipients sont ensuite chauffés à vitesse constante. Les thermocouples des récipients sont reliés à un ordinateur. L'écart de température (différence entre la température de l'échantillon et celle de référence) est calculé et convertit en flux de chaleur par l'ordinateur.

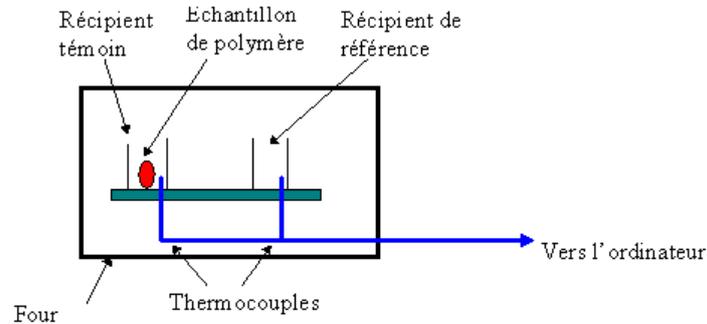


Figure 2.15 : Schéma du principe de fonctionnement du calorimètre.

Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode d'analyse thermique dans laquelle la masse d'un échantillon est mesurée dans le temps en fonction de la température. Elle peut être effectuée avec un analyseur thermogravimétrique ou un thermo-balance. Cette mesure fournit des informations sur les phénomènes physiques (absorption, désorption, transitions de phase); ainsi que les phénomènes chimiques, y compris les réactions solide-gaz et la décomposition thermique.

Un analyseur thermogravimétrique (Figure 2.16) se compose d'une balance de précision avec un plateau pour échantillon situé à l'intérieur d'un four à une température programmable. La température est augmentée avec une vitesse constante afin d'entraîner une réaction thermique. La réaction thermique se produit dans une variété d'atmosphères (l'air ambiant, sous vide, un gaz inerte, les gaz corrosifs, les gaz de cémentation...etc) et aussi d'une variété de pressions,(à haute pression, un vide poussé, la pression constante ou une pression contrôlée).

Mettre l'échantillon et la référence dans le four. Les masses de l'échantillon et de la référence sont mesurées séparément en sensibilité. La différence de masse est envoyée sous forme de signal TG.

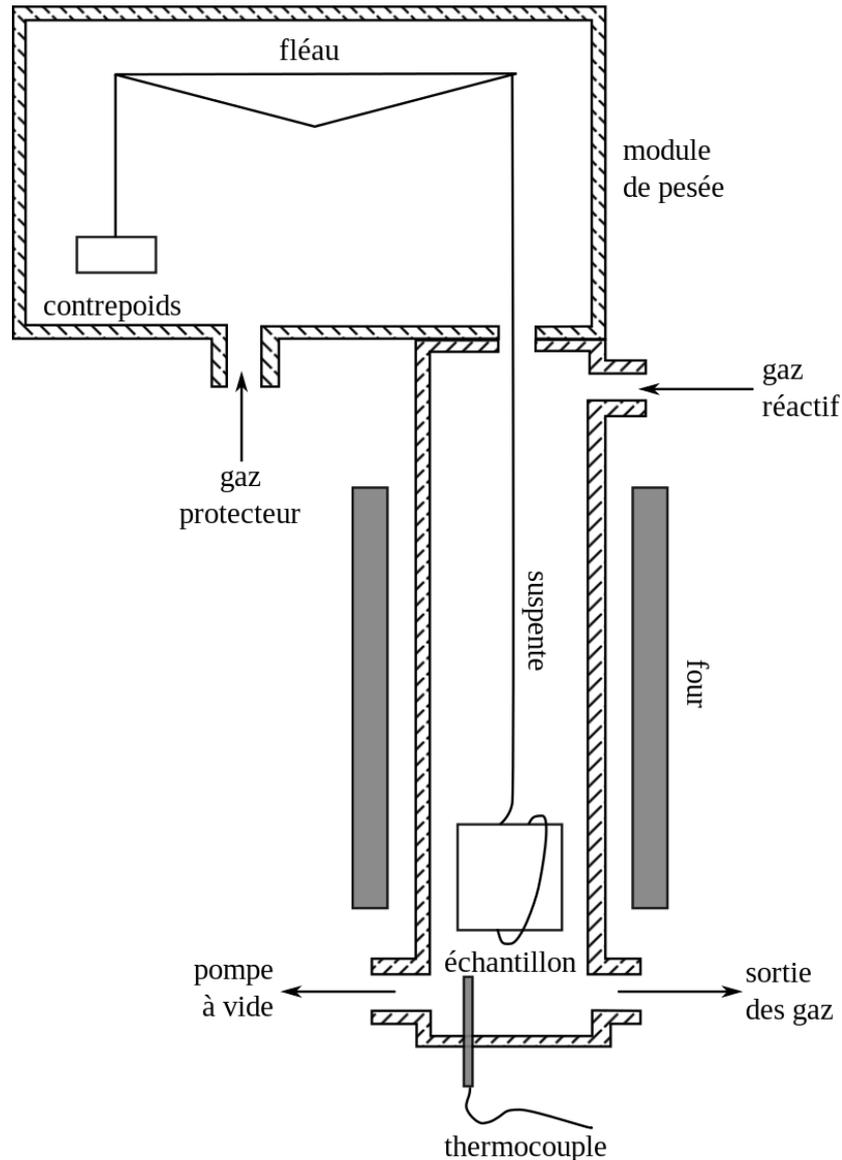


Figure 2.16 : Schéma d'un analyseur Thermogravimétrique (ATG).

Jupiter STA 449 F3 calorimeter by NETZSCH (NETZSCH, Selb, Germany) (Figure 2.17) a été utilisé dans le but d'étudier les propriétés thermiques des matériaux biosourcés préparés. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'analyse thermogravimétrique (TGA) ont été réalisées dans la plage de température (21- 320) ° C, à une vitesse de chauffage de 10 K / min d'où un creuset en Al_2O_3 a été utilisé. Les mesures ont été effectuées dans une atmosphère d'azote avec un débit de 20 ml / min. Ces analyses ont été faites au sein du laboratoire de Thermodynamique et traitements de surface des Matériaux de l'université Frères Mentouri Constantine 1.

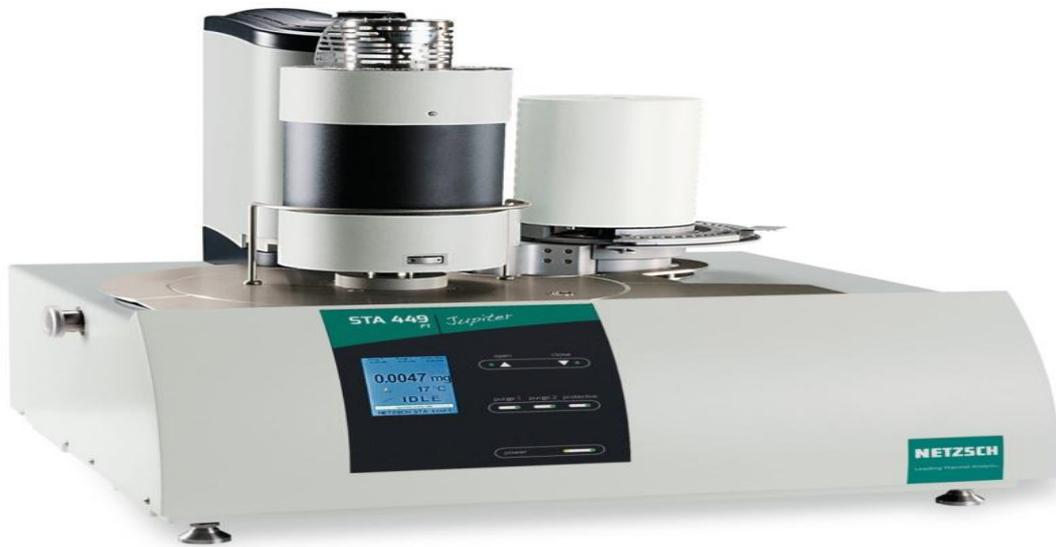


Figure 2.17 : Le calorimètre utilisé dans cette étude.

3.6 Conductivité thermique :

La conductivité thermique « k » est une caractéristique propre à chaque matériau. Elle désigne la quantité de chaleur qui se propage par conduction thermique (transfert thermique provoqué par une différence de température entre deux corps). La conductivité thermique est définie comme la capacité du matériau à transmettre la chaleur et elle est mesurée en $W/m \cdot K$, pour un gradient de température de 1 K par unité d'épaisseur de 1m. La conductivité thermique n'est pas toujours constante. Les principaux facteurs qui affectent la conductivité thermique d'un matériau sont sa densité, son humidité et la température ambiante. La conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la densité de l'humidité et de la température.

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la conductivité thermique, les principales méthodes de mesure sont :

La méthode flux-métrique : elle est utilisée dans le domaine du bâtiment pour mesurer des matériaux d'isolation ou de construction. Le principe de cette méthode (Figure 2.18) consiste à produire un gradient de température suivant l'épaisseur de l'échantillon à caractériser. En effet, l'échantillon à mesurer est insérer entre deux plaques (chaude et froide) au contact. Le

flux de chaleur qui traverse l'échantillon en régime permanent est généré par le gradient de température des deux plaques. Les transducteurs de flux quantifient le flux de chaleur de part et d'autre de l'échantillon. La loi de Fourier sur la conduction de la chaleur va permettre de remonter aux valeurs de la conductivité thermique (k) et de la résistance thermique de l'échantillon R .

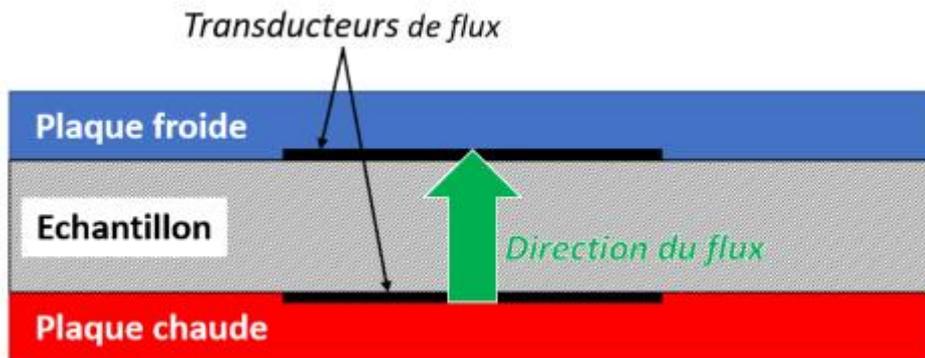


Figure 2.18 : Schéma de la méthode flux-métrique [15].

La plaque chaude gardée : est une méthode qui permet de mesurer la conductivité thermique des matériaux isolants, son schéma de principe est représenté sur la Figure 2.19. Les plaques extérieures (matériau très conducteur) sont maintenues à température constante par circulation d'un fluide issu d'un bain thermostaté. Une plaque chauffante délivre une puissance de chauffe uniforme et constante qui est transmise aux plaques extérieures à travers l'échantillon de mesure. La zone chauffée est entourée par un anneau de garde tel que la température de l'anneau soit égale à la température de la plaque chauffante. L'anneau de garde et la plaque chauffante sont séparés par une fine couche d'air. Les écarts de température sont mesurés par des thermocouples placés sur les deux faces des échantillons.

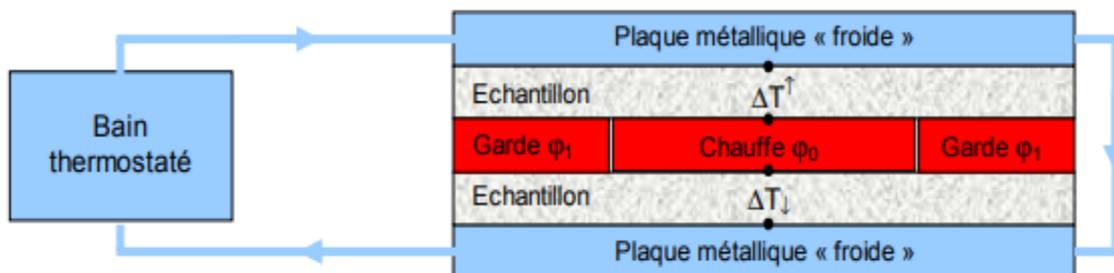


Figure 2.19 : Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée [16].

La méthode du fil chaud : est une méthode transitoire utilisée pour mesurer la conductivité thermique des isolants, elle est simple et rapide à mettre en œuvre. Le principe de cette méthode (Figure 2.20) consiste à insérer un élément chauffant qui se présente sous la forme d'un fil dans le matériau à caractériser. La chaleur s'écoule radialement du fil dans l'échantillon et les changements de température dans le fil sont enregistrés. L'analyse mathématique de cet échauffement permet de déterminer la conductivité thermique de l'échantillon.

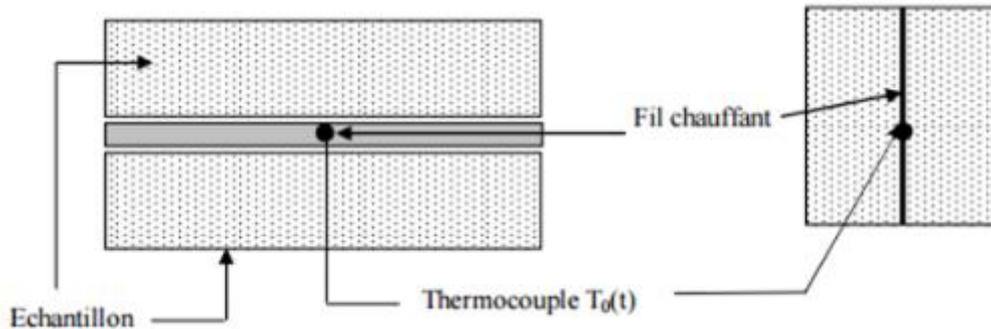


Figure 2.20 : Schéma de la méthode Fil chaud[15].

Les mesures Thermo-physiques des échantillons ont été effectuées à l'état sec en utilisant le dispositif ISOMET (méthode du fil chaud) présenté dans la Figure 2.21. Trois mesures successives ont été réalisées pour chaque échantillon afin d'éviter les erreurs de mesure.



Figure 2.21 : Appareil ISOMET 2114.

4. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents matériaux utilisés et les méthodes de caractérisation des composites à base de ciment et de fibres de palmier dattier, ainsi que les appareils de mesures utilisés.

Dans le chapitre suivant, les méthodes de préparation des composites seront présentés et les résultats expérimentaux de la caractérisation physico-chimique des fibres de palmier dattier obtenus au cours de ce travail seront présentés et discutés.

Références bibliographiques:

- [1] N. Benmansour, *Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l'isolation thermique dans l'habitat*, Thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar de Batna, Algérie, 2015.
- [2] T. Mahmoud, *Etude de matériaux minéraux renforcés par des fibres organiques en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts*, Thèse de Doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, pp. 177 ,2005.
- [3] Groupe Industriel des Ciments d'Algérie *Manuel de Management*, Juillet 2018,<http://www.schb.dz/wp-content/uploads/2019/10/MMQE-Diffusion-Non-Contr%C3%B4l%C3%A9-V01.pdf>
- [4] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, *Renewable materials to reduce building heatloss: Characterization of date palm wood*, Energy and Buildings, vol. 43, pp. 491–497, 2011.
- [5] Mathias borella, *La spectroscopie infrarouge*, 2019,<http://mathias.borella.fr/2-1-La-spectroscopie-infrarouge.html>
- [6] A.Hamidi, *Elaboration et Caractérisation d'oxydes mixtes de type weberite de formule chimique $A_2Sb_2O_7$ ($A=Ca;Sr$): application catalytique*, Thèse de Magister, Université des sciences et de la technologie d'oran mohamed boudiaf, p. 127, 2016.
- [7] L.Braun, *Canadian flax industry update*, Flax Industry Update Fall, p. 8, 2014.
- [8] N.Robotti, *The discovery of X-ray diffraction*, Rendiconti Lincei, Vol. 24, pp. 7-18, 2013.
- [9] A.Achour, *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales*, Thèse de doctorat, Université Aboubakr Belkaïd de Tlemcen, Algérie, 2017.

- [10] K.Tabalaiev *Etude de la structure et des propriétés de l'acier à béton après déformations à froid*, Thèse de doctorat, l'École Centrale de Lyon, France, 2010.
- [11] Isabelle Bihannic, *Diffraction des Rayons X sur poudres*, 2019, <https://liec.un4-lorraine.fr/content/fiche-diffraction-rayons-x>
- [12] GS.Bumbrah, RM.Sharma, *Raman spectroscopy – Basic principle, instrumentation and selected applications for the characterization of drugs of abuse*, Egyptian Journal of Forensic Sciences vol. 6, pp. 209–215, 2016.
- [13] Q.Nguyen, *Mise au point d'un spectromètre Raman fonctionnant à l'échelle nanométrique et son application à la caractérisation de nanostructures*, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique de Lille, France, 2008.
- [14] Jean-jacques, *Fonctionnement du MEB*, 2019, <http://jean-jacques.auclair.pagesperso-orange.fr/meb/meb.htm>
- [15] Thermo concept *MÉTHODES DE MESURE DE LA CONDUCTIVITÉ THERMIQUE*, MARS 2019, <https://www.thermoconcept-sarl.com/methodes-de-mesure-de-la-conductivite-thermique/>
- [16] Yves Jannot, *Théorie et pratique de la métrologie thermique*, Edition Nancy Université, 2011, <http://www.thermique55.com/principal/metrologiethermique.pdf>

Chapitre 3 :

Préparation Des

Matériaux Biosourcés

et Caractérisation

Des Fibres De

Palmier Dattier

I. Introduction

Dans ce chapitre, nous avons deux parties : la première s'intéresse à la préparation des matériaux biosourcés utilisés dans le cadre de ce travail ainsi que leurs concentrations massiques. La seconde est consacrée à la présentation et à l'analyse des résultats de la caractérisation physico chimique des fibres de palmier dattier obtenus à travers plusieurs expériences mentionnées dans la deuxième partie du chapitre précédent.

II. Elaboration des matériaux biosourcés

Afin d'effectuer les caractérisations faites dans ce travail trois types d'échantillon ont été préparés.

II.1 Poudre

La préparation de six échantillons (Figure 3.1) de même masse composés de ciment Portland notés (CP, MB1, MB2, MB3, MB4, MB5) correspondant respectivement à l'ajout de six fractions de masse (0, 1, 2, 3, 4 et 5 %) de fibres de palmier dattier, la pesée des composants s'est faite à l'aide d'une balance électronique (Figure 3.2). Chaque échantillon est mélangé et malaxé jusqu'à l'obtention de l'homogénéité. Les proportions des composants utilisées sont présentées dans le Tableau 3.1.

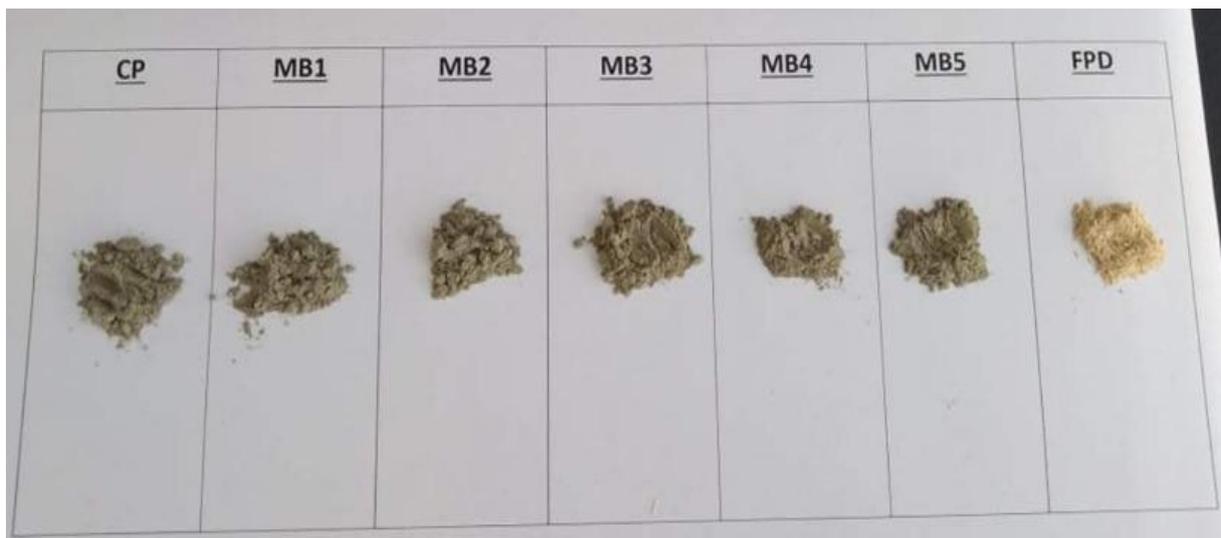


Figure 3.1 : Echantillons en poudre préparés.



Figure 3.2 : Photographie de la balance utilisée.

Pourcentage %	Ciment (g)	Fibre de palmier dattier (g)
0	20	0
1	19,8	0,2
2	19,6	0,4
3	19,4	0,6
4	19,2	0,8
5	19	1

Tableau 3.1.Composition massique en gramme des différents échantillons de matériaux biosourcés.

Ces échantillons sont utilisés dans les méthodes de caractérisation suivantes : la Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, la Cristallographie aux rayons X, la Spectroscopie Raman, la Calorimétrie différentielle à balayage et l'Analyse thermogravimétrique.

II.2 Pastille

Les pastilles préparées afin de réaliser la Microscopie électronique à balayage (MEB) correspondent aux pastilles des matériaux biosourcés (CP, MB1, MB3, MB5, FPD).

Une presse hydraulique (Figure 3.3) est utilisée pour former les pastilles. La poudre préparée précédemment est placée entre les deux faces polies des pastilles métalliques de la presse, l'ensemble est mis sous une pression de 15 tonnes. L'échantillon est ensuite extrait du moule sous la forme d'une pastille.



Figure 3.3 : La presse hydraulique utilisée.

Les pastilles préparées ne peuvent être observées directement par la Microscopie électronique à balayage car elles ont une faible conductivité électrique. Pour pallier à cette situation, on a recours à les recouvrir d'une mince couche conductrice (couche d'or).

La métallisation des pastilles s'effectue à l'aide du sputter coater s150b (Figure 3.4) à une vitesse de croissance de $17\text{\AA}/\text{s}$ pendant 15 secondes.



Figure 3.4 : Le métalliseur utilisé.

La Figure 3.5 illustre la photographie des pastilles préparées (CP, MB1, MB3, MB5, FPD).



Figure 3.5 : Les pastilles préparées.

II.3 Le bloc

Les échantillons de même masse composés de CIMENT PORTLAND à la POUZZOLANE CEM 2/A-P 42,5 N notés (BPC, BMB1, BMB3, BMB5) sont mélangés respectivement à quatre concentrations massiques (0, 1, 3 et 5%) de fibres de bois de palmier dattier FPD avec un ajout d'eau. Les proportions des composants utilisées dans les mélanges sont illustrées dans le Tableau 3.2. Le tableau 3.2 présente la quantité en gramme du mélange de quatre éprouvettes d'un volume cubique de $(10 \times 10 \times 10) \text{ cm}^3$.

Echantillon	Pourcentage de fibres (%)	Ciment Portland (g)	Fibres (g)	Eau (g)
BPC	0	1700	0	544
BMB1	1	1683	17	578
BMB3	3	1649	51	546
BMB5	5	1615	85	715

Tableau 3.2 : Composition massique en gramme des différents échantillons.

La préparation des échantillons est effectuée en mélangeant les fibres au ciment portland à l'état sec jusqu'à l'obtention de l'homogénéisation des mélanges. L'eau est ensuite ajoutée progressivement jusqu'à ce que le mélange devienne plus malléable. Les mélanges sont versés dans les moules cubiques (Figure 3.6).



Figure 3.6: Moules cubiques de volume $(10 \times 10 \times 10) \text{ cm}^3$.

Les échantillons sont extraits des moules après 72h (Figure 3.7). Le séchage après démoulage s'est fait pendant 28 jours en laboratoire dans une atmosphère ambiante.

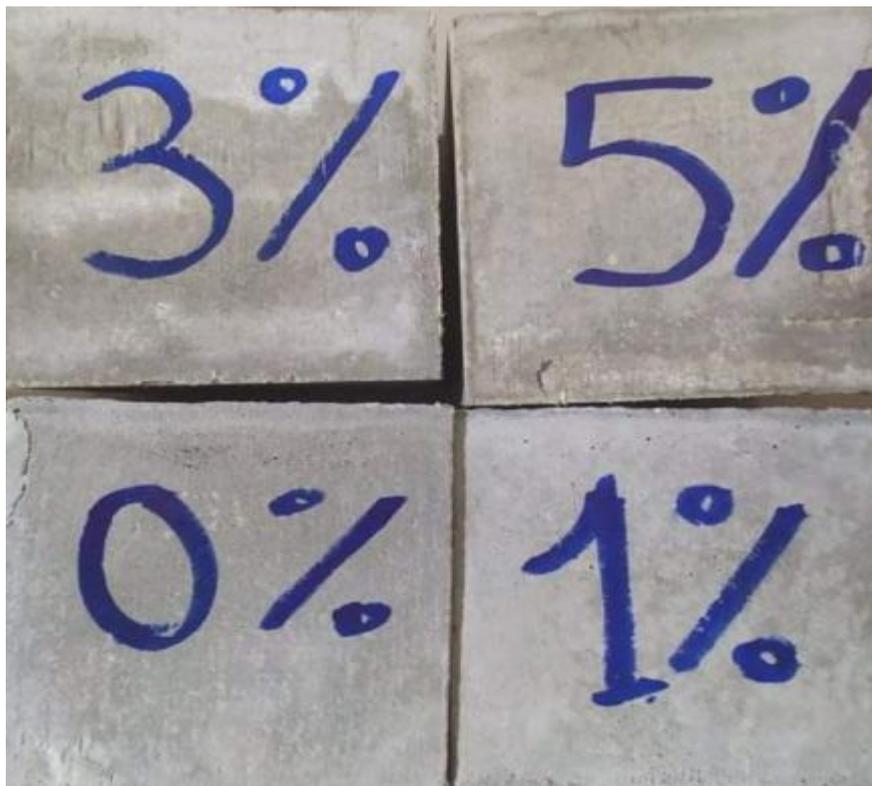


Figure 3.7: Echantillons après démoulage.

Les blocs d'échantillon sont réalisés afin de mesurer les propriétés thermiques des matériaux biosourcés étudiés.

III. Caractérisation des fibres de palmier dattier

III.1 Absorption du bois de palmier dattier

Dans cette partie nous allons déterminer la capacité d'absorption des fibres utilisées dans ce travail. Les mesures ont été réalisées sur des fibres entièrement sèches. Elles ont été séchées au préalable dans une étuve à une température de 60°C pendant 24 heures. Les mesures ont été effectuées sur une petite quantité de fibres d'environ 2g. À l'aide d'une balance numérique les pertes de masse ont été déterminées avec une précision de pesée de 0,001g.

L'échantillon FDP est mis dans une assiette perméable (pour éviter la perte des particules fines), ce dernier est posé sur un récipient rempli d'eau (Figure 3.8). Dans le procédé de saturation, les fibres sont immergées dans un bain d'eau à une température ambiante pendant 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 70, 90 et 110 minutes. Après chacune de ces périodes d'immersion, les fibres sont sorties de l'eau et pesées ($m(t)$). Le coefficient d'absorption d'eau des fibres est calculé selon l'équation 1.

$$\text{Taux d'absorption (\%)} = 100 \times (m(t) - m_s) / m_s \dots \dots \dots (1)$$

où :

$m(t)$: la masse de l'échantillon après l'immersion (en gramme), à l'instant t .

m_s : la masse sèche des fibres (en gramme), à l'instant t_0 .



Figure 3.8 : Dispositif de saturation des fibres de bois de palmier dattier FDP.

L'absorption de l'eau est l'une des caractéristiques les plus importantes des fibres végétales. Elles peuvent absorber des quantités d'eau non négligeable du fait de leur grande porosité. Les fibres ont un grand pouvoir absorbant. La figure 3.9 présente la cinétique d'absorption d'eau des fibres FPD. Elle montre l'évolution de l'absorption d'eau des fibres de palmier dattier (FPD) en fonction du temps d'immersion. Nous remarquons qu'après juste 5min d'immersion l'absorption de l'eau a atteint 204% et par la suite, la variation de l'absorption d'eau devient peu importante. La saturation a été atteinte après 70min avec un taux d'absorption de 234%. Les FPD absorbent une quantité importante d'eau en peu de temps. Ceci est dû à leur petite surface [1].

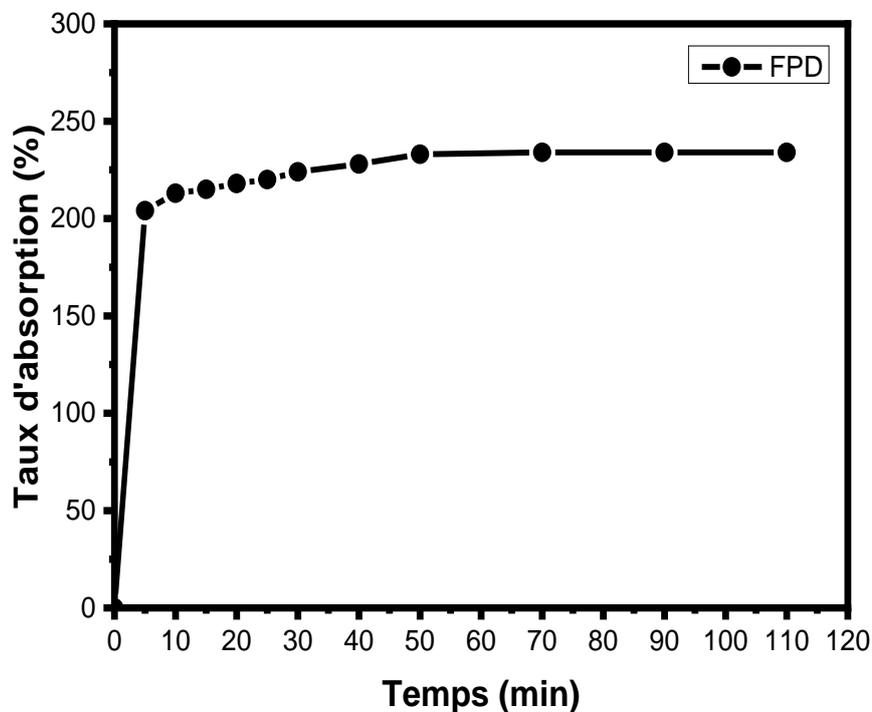


Figure 3.9 : Absorption de l'eau en fonction du temps d'immersion des fibres.

Les fibres de palmier dattier étudiées ont une énorme capacité d'absorption et elles ont le pouvoir d'absorber jusqu'à trois fois leur poids sec. Ce qui est dû à la structure poreuse de celle-ci. Par ailleurs, la vitesse de l'absorption d'eau dans les matériaux composites est liée à la durée de remplissage en eau des vides présents dans le FPD [2]. Le caractère hydrophile des FPD conduit à une absorption de l'eau élevée par les composites renforcés par ces fibres [2]. Le tableau 3.3 présente la comparaison de l'absorption d'eau jusqu'à la saturation des FPD

étudiées dans ce travail avec d'autres fibres naturelles telles que le sisal, la banane et le liège [3].

Fibres	Taux d'absorption(%)
Liège	85-105
Sisal	110-240
Banane	407
FPD	234

Tableau 3.3 : Comparaison de l'absorption d'eau jusqu'à saturation de certaines fibres naturelles.

L'absorption de l'eau des fibres de palmier dattier étudiées est plus importante que celle du liège et moins importante que celle des fibres de banane. Cependant, elle est presque identique à celle du sisal. H.N. Dhakal et al [4] ont trouvé que la teneur élevée de cellulose dans les FPD cause une augmentation de la concentration de l'eau.

III.2 L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a été réalisée dans le but d'identifier les composantes chimiques des fibres de palmier dattier. La Figure 3.10 présente les résultats de cette analyse. Le spectre enregistré indique une bande d'absorption située à 3322cm^{-1} attribuée à une vibration de valence du groupement hydroxyle O-H en cellulose [6]. On note des vibrations de valence du groupement C-H de la liaison CH et CH₂ (cellulose-hémicellulose) à 2845 et 2921cm^{-1} [6]. La bande carbonyle à 1731cm^{-1} correspond à la vibration de valence de la liaison C=O (groupes ester et acide carboxylique de l'hémicellulose) [7]. Les bandes d'absorption situées à 1453 et 1372cm^{-1} correspondent respectivement à la vibration de déformation de la liaison C-H en lignine [7] et à la vibration de déformation de la liaison C-H en cellulose et hémicellulose [8]. La vibration de valence de la liaison C-O dans la cellulose et l'hémicellulose est située à 1032cm^{-1} [8,9]. Les trois bandes d'absorption situées à 1509 , 1325 et 1241cm^{-1} correspondent respectivement aux composants de la lignine (C=C squelette aromatique) [7], à la vibration de déformation de la liaison O-H de la liaison CH₂ [9] et à la bande C-H de l'hémicellulose [10]. La vibration antisymétrique du pont C-O-C du β-glucose est située à 1157cm^{-1} [8, 9] et la liaison (C-O-C)

du β -glucose est située à 897cm^{-1} [8, 9]. La bande située à 1600 cm^{-1} correspond à la déformation des groupements OH de l'eau adsorbée [6, 8]. Les résultats de l'analyse FTIR montre que les FPD sont composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine.

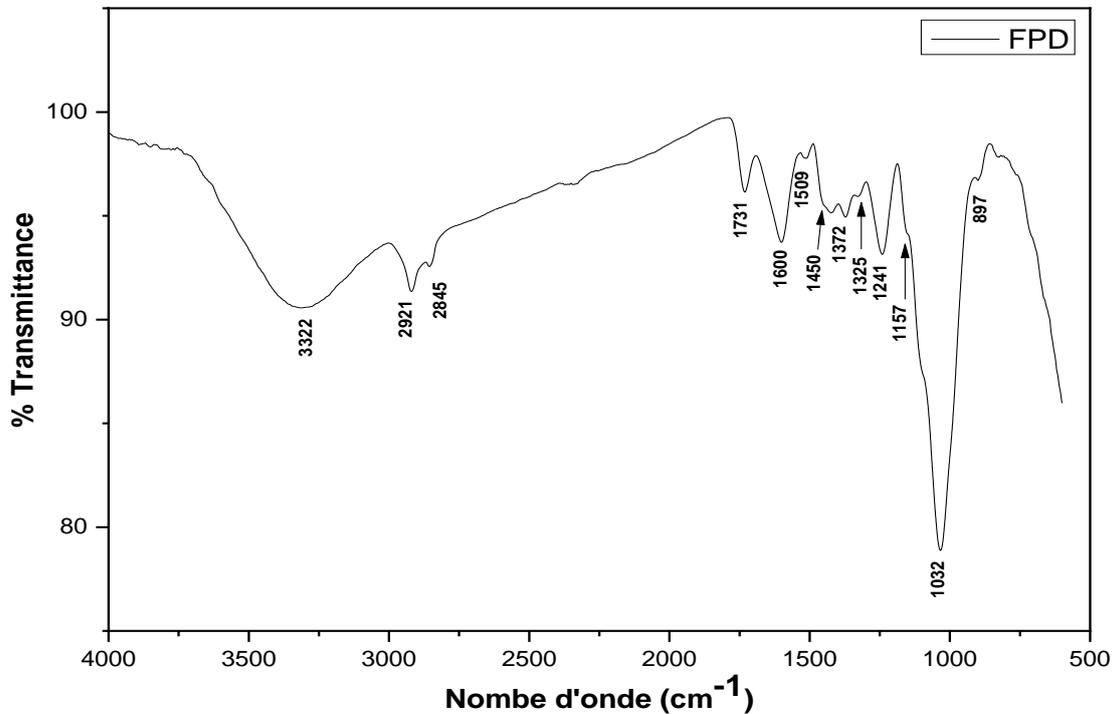


Figure 3.10 : Spectre FTIR des FDP.

III.3 Diffraction des rayons X (DRX) des fibres

La Figure 3.11 présente le diagramme DRX des FPD qui montre un pic principal à $2\theta = 21,5^\circ$ correspondant au plan cristallographique (002) de la cellulose I [11]. Les autres pics sont à environ $2\theta = 16,24^\circ$ et $34,42^\circ$ correspondent respectivement aux plans cristallographiques (10-1) et (040) de la cellulose native (cellulose I) [11]. Les résultats DRX nous révèle que l'hémicellulose et la lignine sont des composants amorphes.

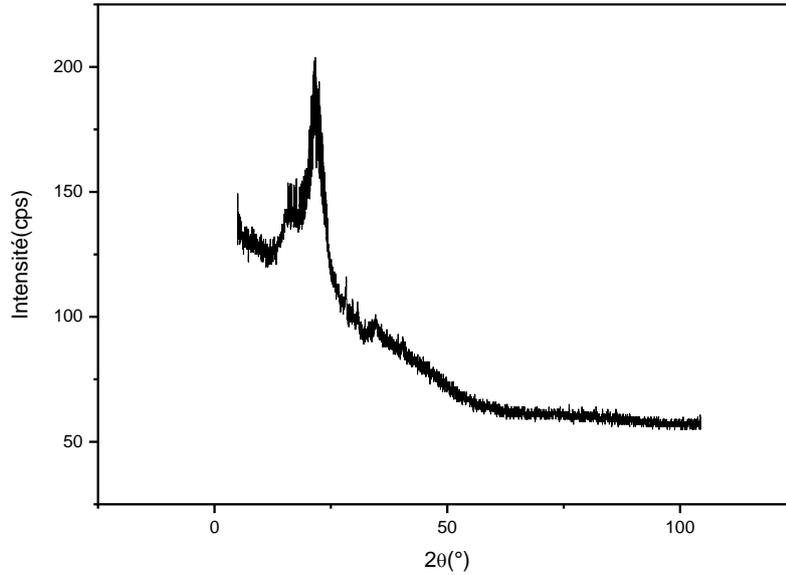
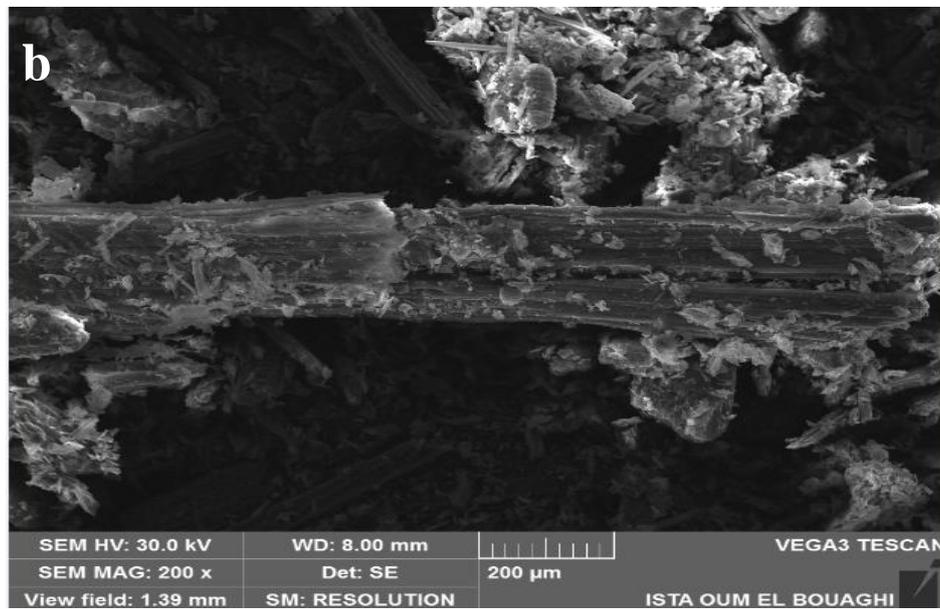
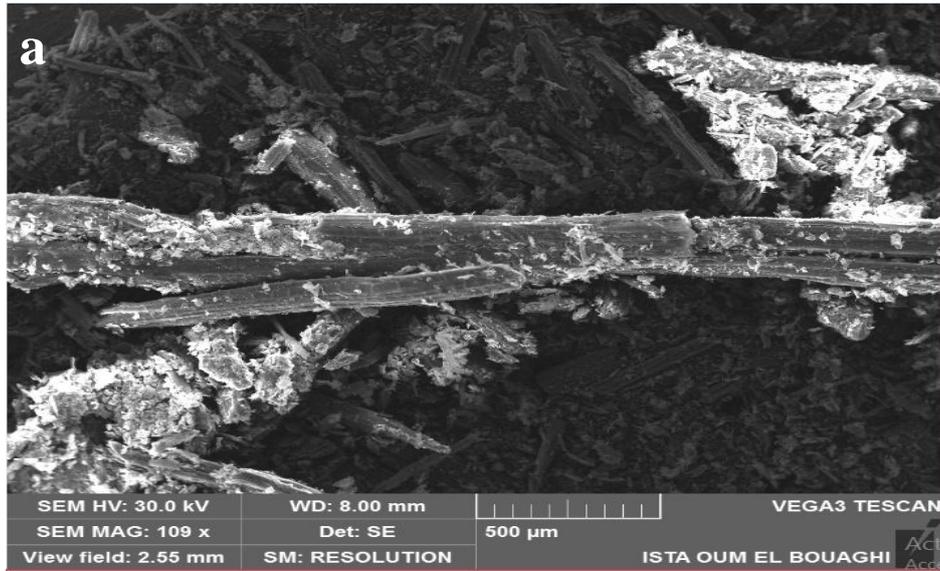


Figure 3.11 : Diffractogramme des FDP.

III.4 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres :

La Figure 3.12a-c présente des images MEB de fibre de grappe de palmier dattier. La micrographie MEB (Figure 3.12a-c) de la fibre brute montre que la surface contient des impuretés artificielles (sable et poussière) et certains composants attendus (qui devraient être de la lignine résiduelle). La Figure 3.12a montre que la fibre de palmier dattier est de forme cylindrique et irrégulière avec de nombreux filaments permettant une adhésion entre la fibre et la matrice polymère. Ces mêmes observations sont également rapportées dans la littérature, sur les fibres de pétiole [12] et les fibres de la maille entourant la tige du palmier dattier [13].



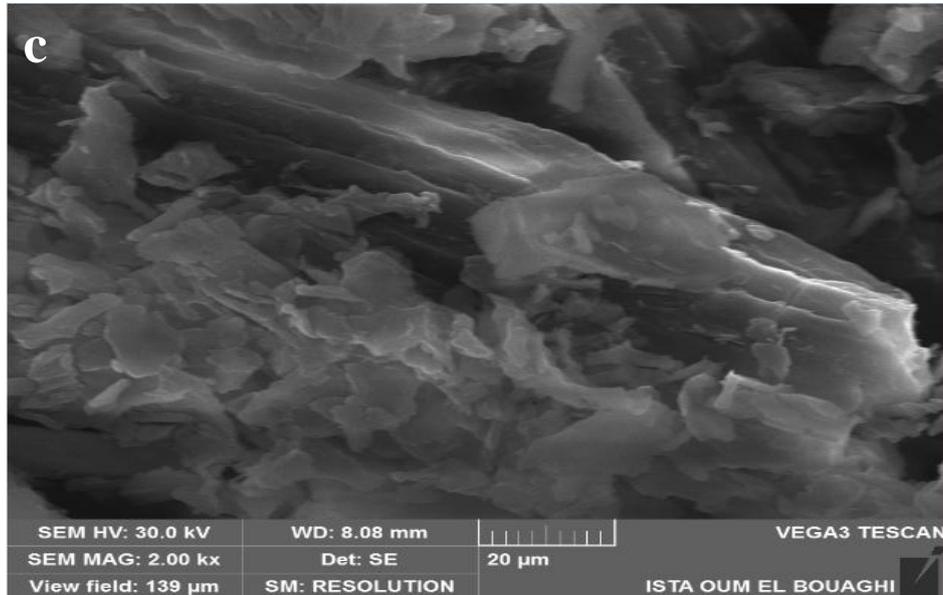


Figure 3.12 : Images MEB à plusieurs échelles de fibre de grappe de palmier dattier. Barre d'échelle égale à: (a) 500μm, (b) 200μm et (c) 20μm.

III.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des fibres

L'analyse DSC est une technique qui étudie le flux de la chaleur absorbé ou libéré par un matériau en fonction de la température croissante. La courbe DSC des fibres de palmier dattier est présentée dans la Figure 3.14 où on observe un large pic endothermique allant de 40°C à 120°C attribué à l'évaporation de l'humidité absorbée par la fibre, un second pic endothermique allant de 180°C à 250° qui est dû à la décomposition de hémicellulose [14,15]. Nous observons aussi, un pic exothermique allant de 290 à 320°C qui est dû à la dégradation de la cellulose cristalline [15]. La température de mise en œuvre des composites à base des fibres de palmier dattier ne doit donc pas excéder 180°C.

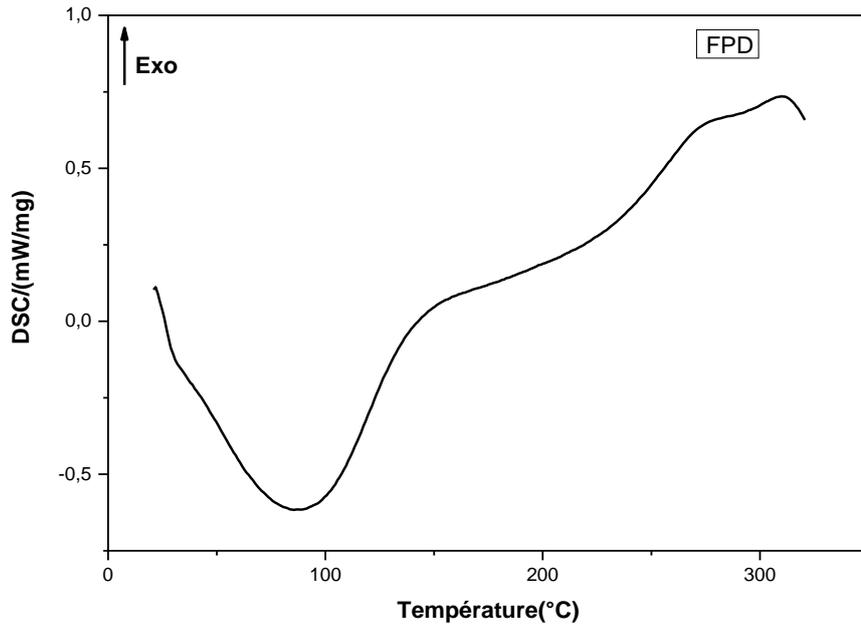


Figure 3.13 : Variation de la courbe DSC des FPD en fonction de la température.

III.6 Analyse thermogravimétrique (ATG) des fibres

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée dans le but d'étudier les modifications (perte de masse) introduites par les hautes températures sur les constituants chimiques des fibres étudiées. Les résultats de l'ATG sont présentés dans la Figure 3.15. La courbe ATG des FPD montre que celles-ci se dégradent en deux étapes. La première étape de 40 à 120°C qui est due à l'évaporation de l'humidité, la seconde de 180 à 320°C est liée à la dégradation de l'hémicellulose [16]. Les résultats de l'analyse ATG confirment que les fibres de palmier dattier commencent à se décomposer à environ 180 °C.

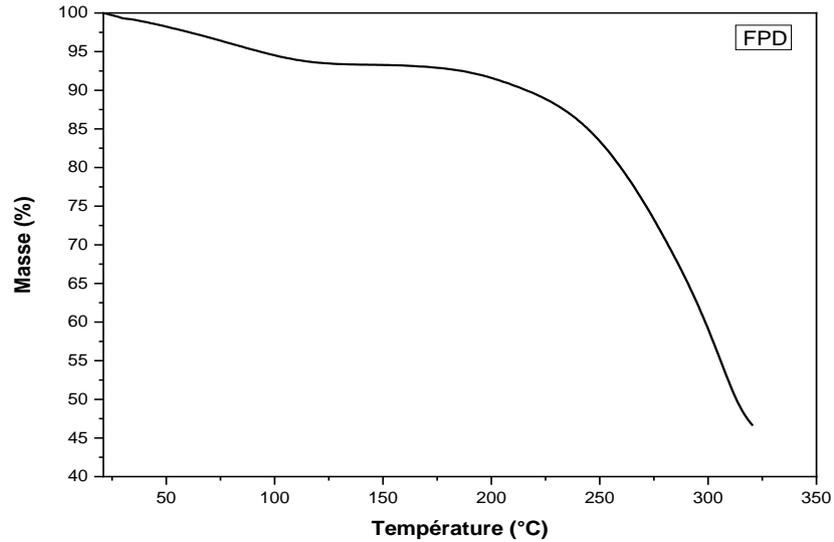


Figure 3.14 : La perte de masse des FDP en fonction de la température.

IV. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes méthodes utilisées dans la préparation des matériaux biosourcés à base de ciment et de fibres de palmier dattier. Nous avons aussi caractérisé les fibres de palmier dattier utilisée dans ce travail (grappe). En effet, l'élaboration de biosourcés nécessite une connaissance préalable des différentes propriétés et de la composition de fibres.

- La teneur élevée de cellulose dans les FDP donne une capacité d'absorption très importante, le taux d'absorption des fibres est de 234%.
- L'analyse chimique par la méthode FTIR a montré que la fibre de palmier dattier est composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine.
- L'analyse de la microstructure des fibres par diffraction des rayons X nous a montré que l'hémicellulose et la lignine sont des composants amorphes.
- L'analyse de la structure et de la morphologie montre que la fibre est de forme cylindrique et irrégulière contenant des impuretés artificielles.
- La calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermogravimétrique nous ont révélés que la température de mise en œuvre des composites à base des fibres de palmier dattier ne doit pas excéder 180°C.

Les résultats expérimentaux des matériaux biosourcés obtenus au cours de ce travail seront présentés et discutés dans le chapitre suivant.

Références bibliographiques:

- [1] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, *Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation*, Energy and buildings, vol. 66, pp. 267-273, 2013.
- [2] N. Benmansour, *Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l'isolation thermique dans l'habitat*, Thèse de doctorat, Université HadjLakhdar de Batna, Algérie, 2015.
- [3] S. J. F. Pacheco-Torgal, *Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review*, Construction and Building Materials, vol. 25, pp. 575-581, 2011.
- [4] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, and M.O.W. Richardson, *Effect of water absorption on Thermo-mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites*, Composites Science and Technology, vol. 67, pp. 1674–1683, 2007.
- [5] T.S. S.R. SENTHILKUMAR, *Green tea (Camellia sinensis) mediated synthesis of zinc oxide (ZnO) nanoparticles and studies on their antimicrobial activities*, International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences. Vol.6, pp.461–465,2014.
- [6] Paiva M.C., Ammar I., Campos A. R., Cheikh R.B., Cunha A.M. *Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization*, Composites Science and Technology, vol. 67, pp. 1132–1138,2007.
- [7] V.A. Alvarez, A. Vazquez, *Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites*, Composites Part A, vol. 37, pp. 1672–1680, 2006.
- [8] M.C.Silva, O.R. Lopes, J.L. Colodette, A.O. Porto, J.Rieumont, D. Chaussy, M.N Belgacem, G.G Silva, *Characterization of three non-product materials from a bleached eucalyptus kraft pulp mill, in view of valorizing them as a source of cellulose fibres*, Industrial Crops and Products, vol. 27, pp. 288–295, 2008.
- [9] C.M. Popescua, P.T. Larsson, N. Olaru, C. Vasile, *Spectroscopic study of acetylated kraft pulp fibers*, Carbohydrate Polymers, vol. 88, pp. 530– 536, 2012.
- [10] K.O. Reddy, C.U. Maheswari, M. Shukla, A.V. Rajulu *Chemical composition and structural characterization of Napier grass fibers*, Materials Letters, vol. 67, pp. 35–38, 2012.

- [11] A. Achour, *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales*, Thèse de doctorat, université AboubakrBelkaid Tlemcen, Algérie, 2017.
- [12] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, *Renewable materials to reduce building heatloss: Characterization of date palm wood*, *Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491–497, 2011.
- [13] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, *Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization*, *Polymer Composites*, vol. 26, pp. 486–497, 2005.
- [14] H. Yang, R. Yan, H. Chen, D.H. Lee, C. Zheng, *Characteristics of hemicelluloses, cellulose and lignin pyrolysis*, *Fuel*. Vol 86, pp.1781-1788, 2007.
- [15] M. R. Ishak, S. M. Sapuan, Z. Leman, M. Z. A. Rahman & U. M. K. Anwar, *Characterization of sugar palm (Arenga pinnata) fibres*, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol.109, pp.981-989, 2012.
- [16] A. Dehghani, S. Madadi Ardekani, M.A. Al-Maadeed, A. Hassan, M.U. Wahit, *Mechanical and thermal properties of date palm leaf fiber reinforced recycled poly (ethylene terephthalate) composites*, *Materials and Design*. Vol.52, pp.841–848, 2013. DOI:10.1016/j.matdes.2013.06.022.

Chapitre 4

Résultats et

discussion sur la

caractérisation des

matériaux biosourcés

I. Introduction

L'objectif de ce chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats obtenus à travers plusieurs méthodes mentionnées dans le deuxième chapitre concernant les propriétés physico-chimiques des matériaux biosourcés préparés.

II. Caractérisation par spectroscopie FTIR

Afin d'examiner l'existence et le type d'interaction inter-faciale dans matériaux biosourcés, des expériences FTIR ont été réalisées et comparées à celles du ciment portland pur. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 4.1

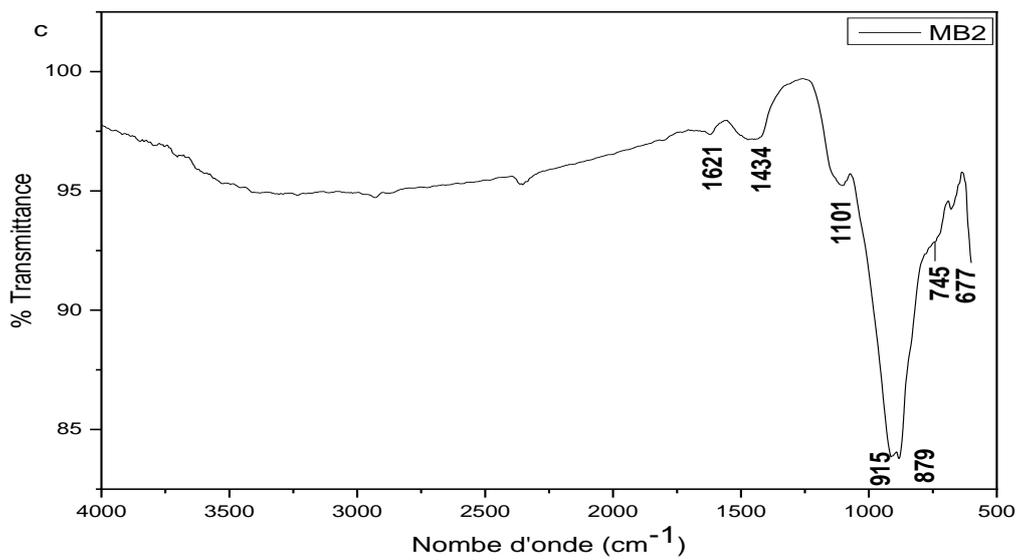
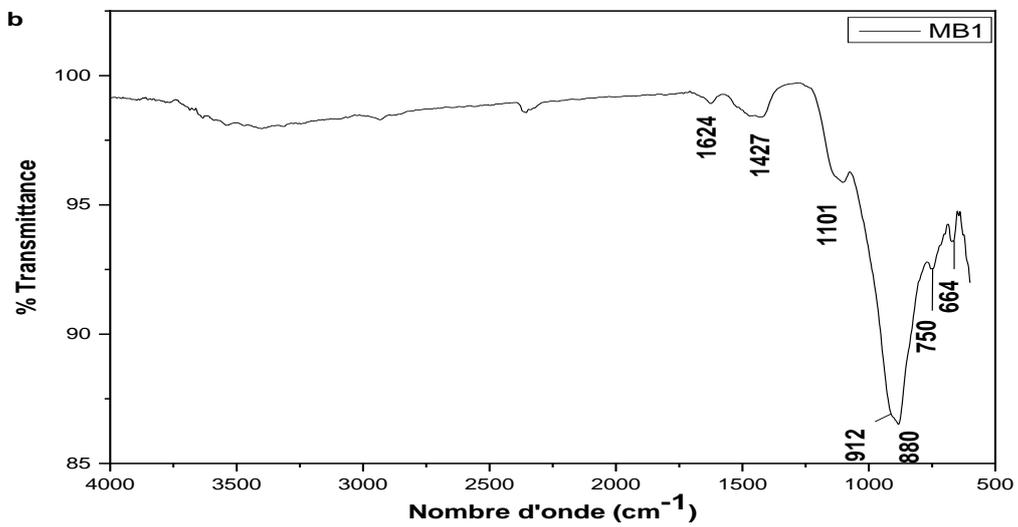
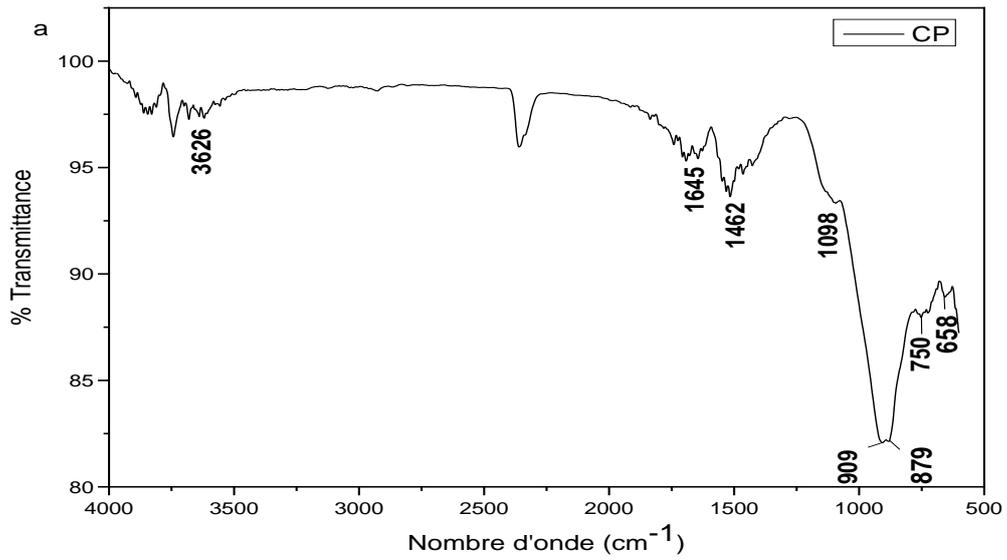
L'interprétation du spectre FTIR du ciment portland (CP), permet d'obtenir les informations suivantes :

Les données spectrales de l'échantillon révèlent une bande d'absorption vers 909 cm^{-1} (ν Si-O), qui correspond aux modes de vibrations de valence de la liaison Si-O des phases siliceuses C_2S et C_3S [1]. Les pics d'absorption du CO_3^{2-} sont observés à 879 cm^{-1} et à 1462 cm^{-1} , [2]. Ces bandes d'absorption sont révélatrices de la présence de carbonate de calcium (CaCO_3), qui est certainement due à une légère carbonatation du clinker [1].

Nous pouvons lire sur ce spectre deux bandes à 1098 cm^{-1} et à 658 cm^{-1} qui correspondent aux élongations de la liaison S-O des sulfates (SO_4^{2-}), caractéristiques de la présence du gypse (CaSO_4) [1]. Le pic qui apparaît à 3626 cm^{-1} correspond à l'étirement O-H [3]. En effet, deux bandes caractéristiques de l'eau apparaissent à 1645 cm^{-1} et à 750 cm^{-1} [4].

La comparaison des spectres FTIR des échantillons : MB1, MB2, MB3, MB4, MB5 montre que les pics des différents échantillons sont presque identiques à l'exception de la bande O – H des échantillons par rapport à celle du CP, qui est devenue plus prononcée et plus large. Ceci est dû au fait que les groupes d'hydroxyle «libre» sont maintenant impliqués dans une liaison hydrogène [3].

Comme prévu, les spectres FTIR du CP et des matériaux biosourcés ont montré qu'il n'y a aucun signe d'interaction inter-faciale entre la matrice et la fibre. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par J. P. Mofokeng et al [3] sur les fibres de Sisal. L'ajout des fibres de palmier dattier n'a aucune influence sur la composition chimique du ciment portland.



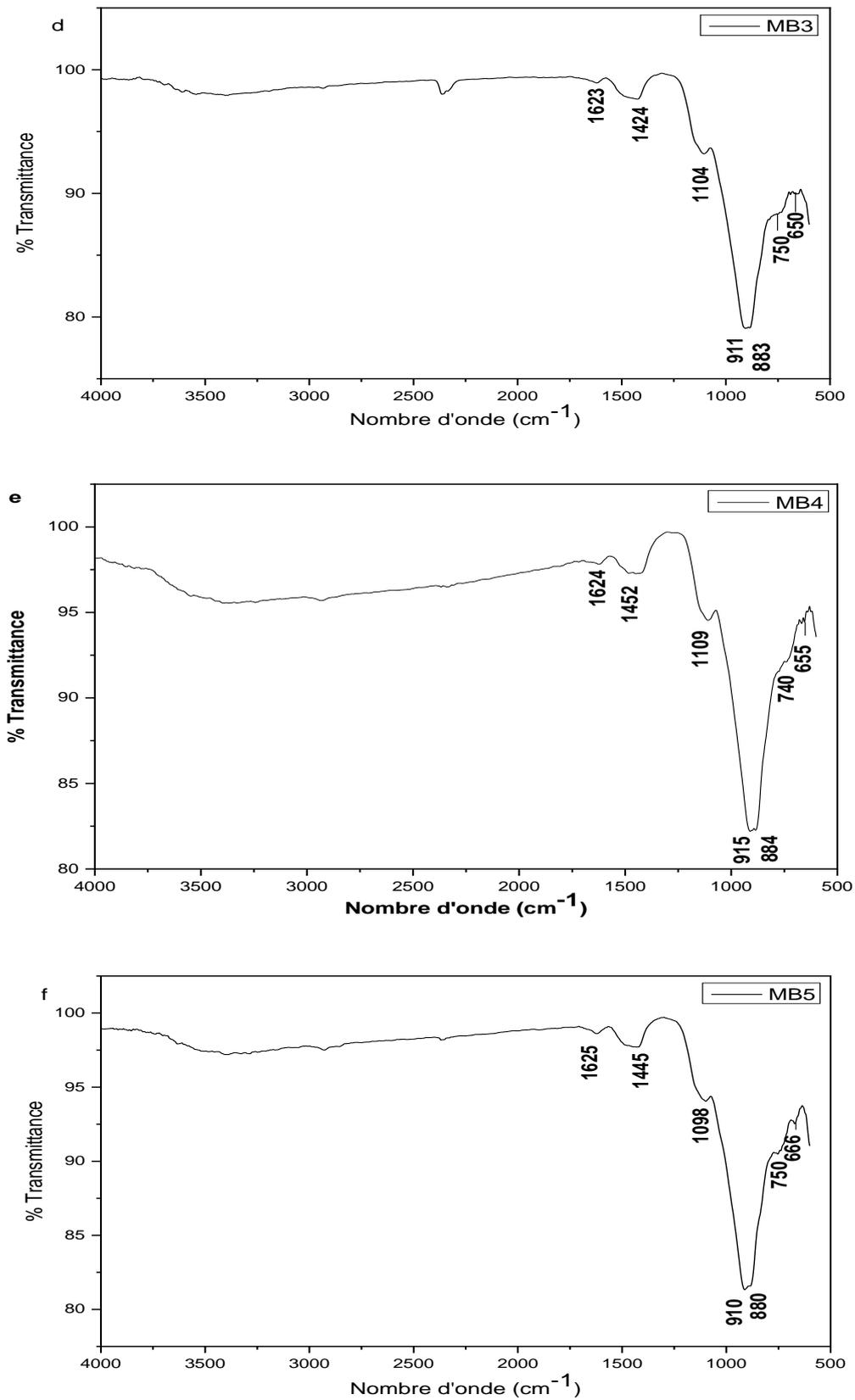


Figure 4.1 : Spectres FTIR des échantillons (a) CP, (b) MB1, (c) MB2, (d) MB3, (e) MB4, (f) MB5.

III. Caractérisation par diffraction des rayons X

L'analyse des phases cristallines des échantillons a été faite par la diffraction des rayons X (DRX). Les diagrammes DRX sont présentés dans la Figure 4.2.

Les analyses DRX montrent que l'échantillon CP (Figure 4.2.a) est composé principalement de quatre différentes phases minérales: Alite C_3S , Belite C_2S , Celite C_3A et Ferrite C_4AF . Les pics DRX du Ciment Portland identifiés sont définis dans le Tableau 4.1.

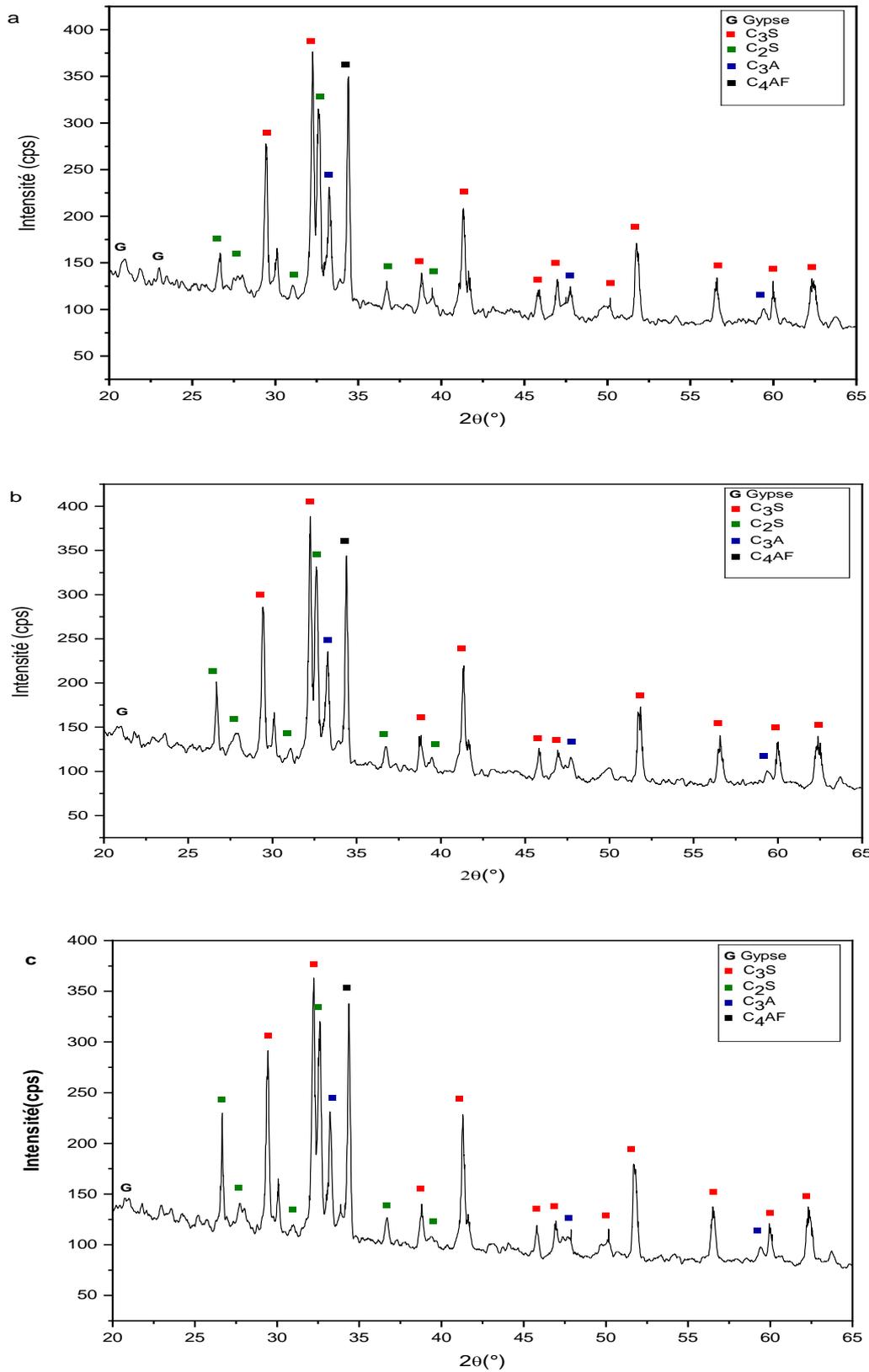
Pour les matériaux biosourcés MB1 (Figure 4.2.b), MB2 (Figure 4.2.c), MB3 (Figure 4.2.d), MB4 (Figure 4.2.e), MB5 (Figure 4.2.f) les analyses DRX montrent que le ciment portland garde ses quatre phases minérales après l'ajout de FPD ce qui explique que l'ajout de celle-ci n'influe pas sur la forme cristalline du ciment. L'identification des pics DRX qui sont illustrés sur la Figure 4.2 a été faite à partir de la littérature [5].

N°	2 θ exp	composé
1	20.86	Gypse
2	23.00	Gypse
3	26.69	C_2S
4	27.78	C_2S
5	29.42	C_3S
6	31.13	C_2S
7	32.25	C_3S
8	32.64	C_2S
9	33.25	C_3A
10	34.40	C_4AF
11	36.71	C_2S
12	38.80	C_3S
13	39.47	C_2S
14	41.29	C_3S
15	45.91	C_3S
16	46.98	C_3S
17	47.78	C_3A
18	50.15	C_3S
19	51.74	C_3S
20	56.57	C_3S
21	59.40	C_3A
22	59.94	C_3S
23	62.37	C_3S

Tableau 4.1 : Identification des pics DRX du Ciment portland.

Le diagramme DRX de l'échantillon MB5 montre un pic additionnel à ceux du CP à $2\theta = 22^\circ$, il correspondant au plan cristallographique (002) de la cellulose I [6].

Le pic de la cellulose n'apparaît pas dans les échantillons MB1, MB2, MB3 et MB4 à cause du faible pourcentage de la fibre. D'après les résultats de l'analyse DRX faite sur la fibre dans le chapitre précédent, les autres composants de la fibre n'apparaissent pas dans le diagramme DRX des échantillons car ce sont des composants amorphes.



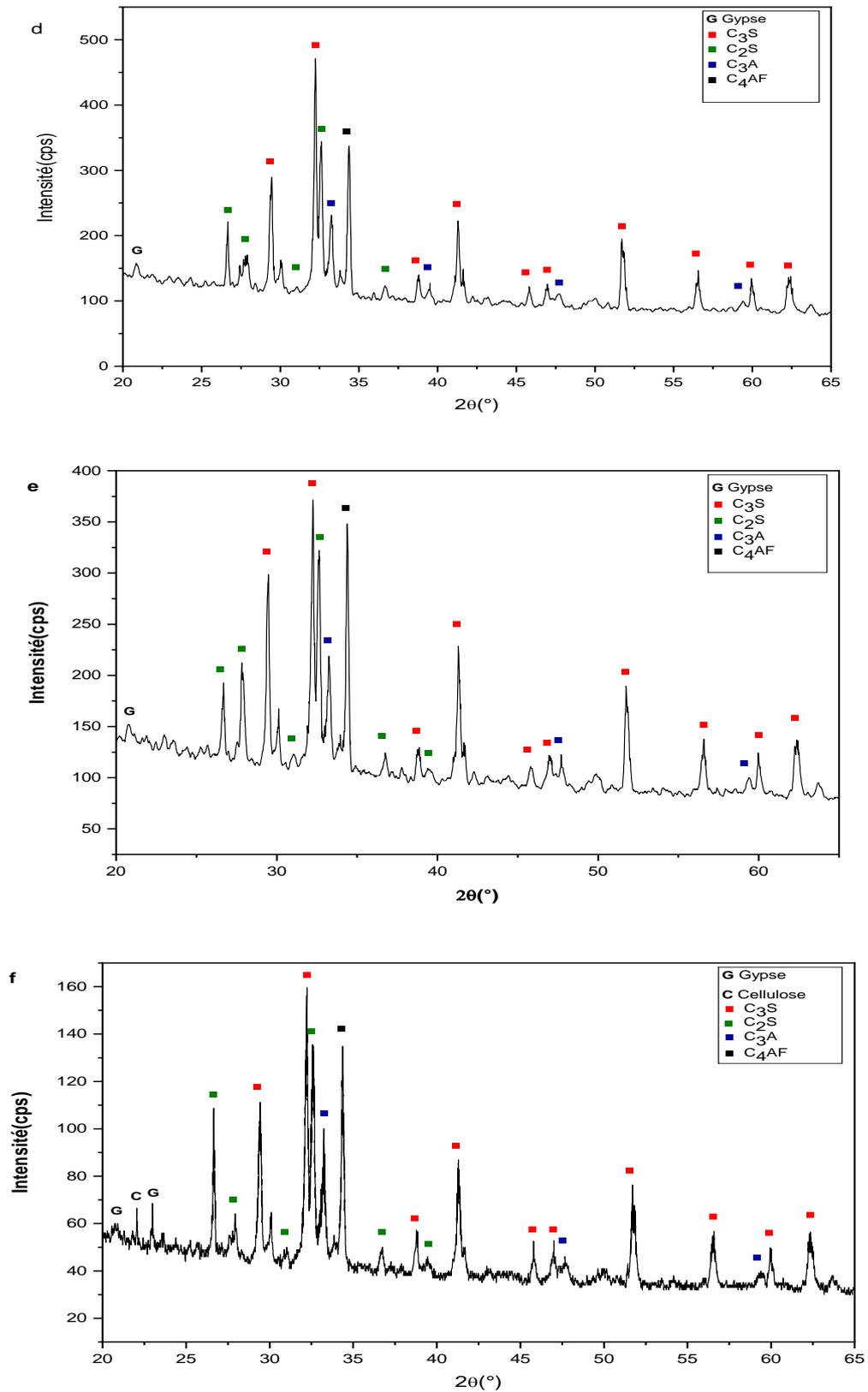


Figure 4.2 Diffractogrammes RX des différents échantillons :

(a) CP, (b) MB1, (c) MB2, (d) MB3, (e) MB4, (f) MB5.

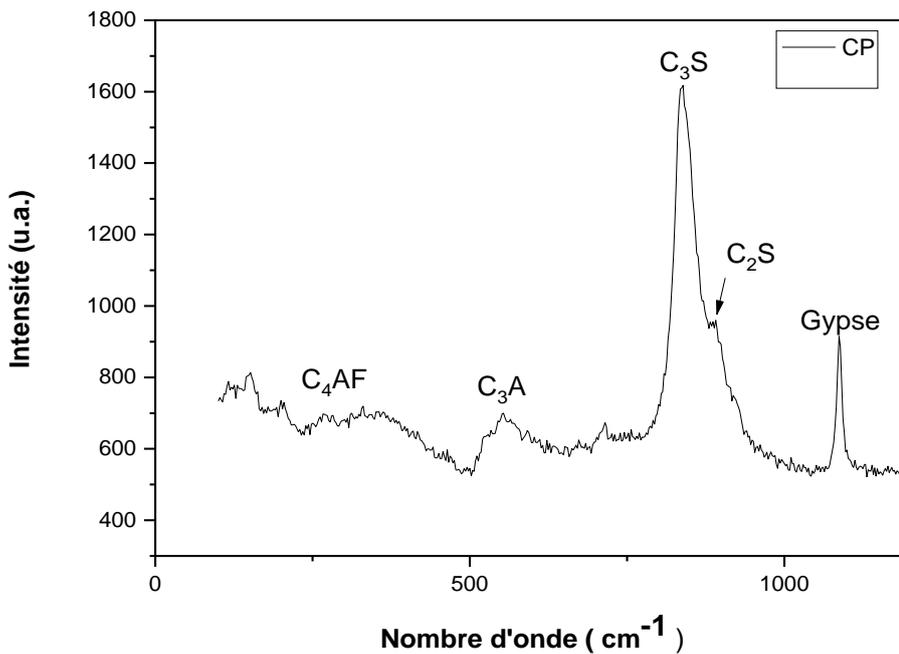
IV. Caractérisation par Spectroscopie Raman

L'analyse Raman ne s'est faite que sur les échantillons CP et MB5 afin de confirmer qu'il n'y a pas d'influence de l'ajout des fibres sur la composition chimique du Ciment Portland.

Les résultats Raman des deux échantillons (CP et MB5) sont présentés sur la Figure 4.3. Les phases minérales des échantillons ont été identifiées par la littérature [7,8].

On peut voir sur la Figure 4.3 que les pics dans les deux échantillons de décalage Raman 836, 885 et 1088 cm^{-1} correspondent respectivement au C_3S , C_2S et au gypse. Les pics C_3A et C_4AF peuvent être facilement identifiés dans les deux échantillons avec un décalage Raman respectif de 551 cm^{-1} et 268 cm^{-1} .

Le ciment Portland conserve ses propriétés chimiques après l'ajout des FPD, ce qui confirme que l'ajout de celles-ci n'a **aucune influence chimique sur la matrice**.



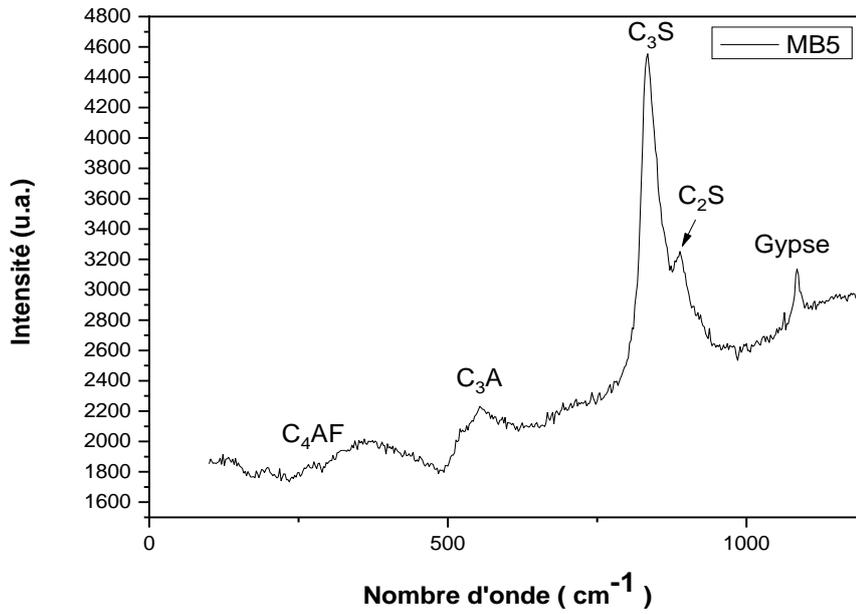


Figure 4.3 Spectre Raman des échantillons CP et MB5.

V. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons (CP, MB1, MB3 et MB5) a permis l'observation des pores des échantillons et l'impact de l'inclusion des fibres de palmier dattier sur la porosité de la matrice (Ciment Portland). Les Figures 4.4, 4.5, 4.6 et 4.7 montrent respectivement les images prises par le microscope électronique à balayage (MEB) des échantillons CP, MB1, MB3 et MB5.

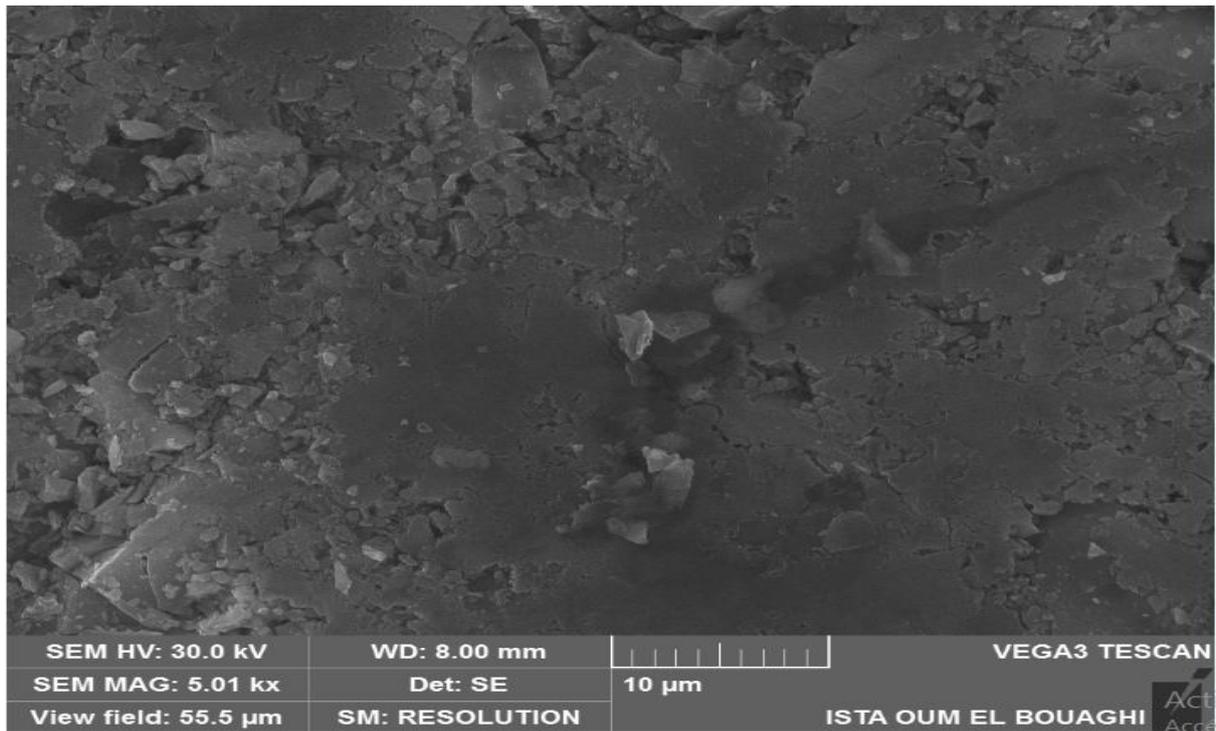


Figure 4.4 : Image MEB de l'échantillon CP.

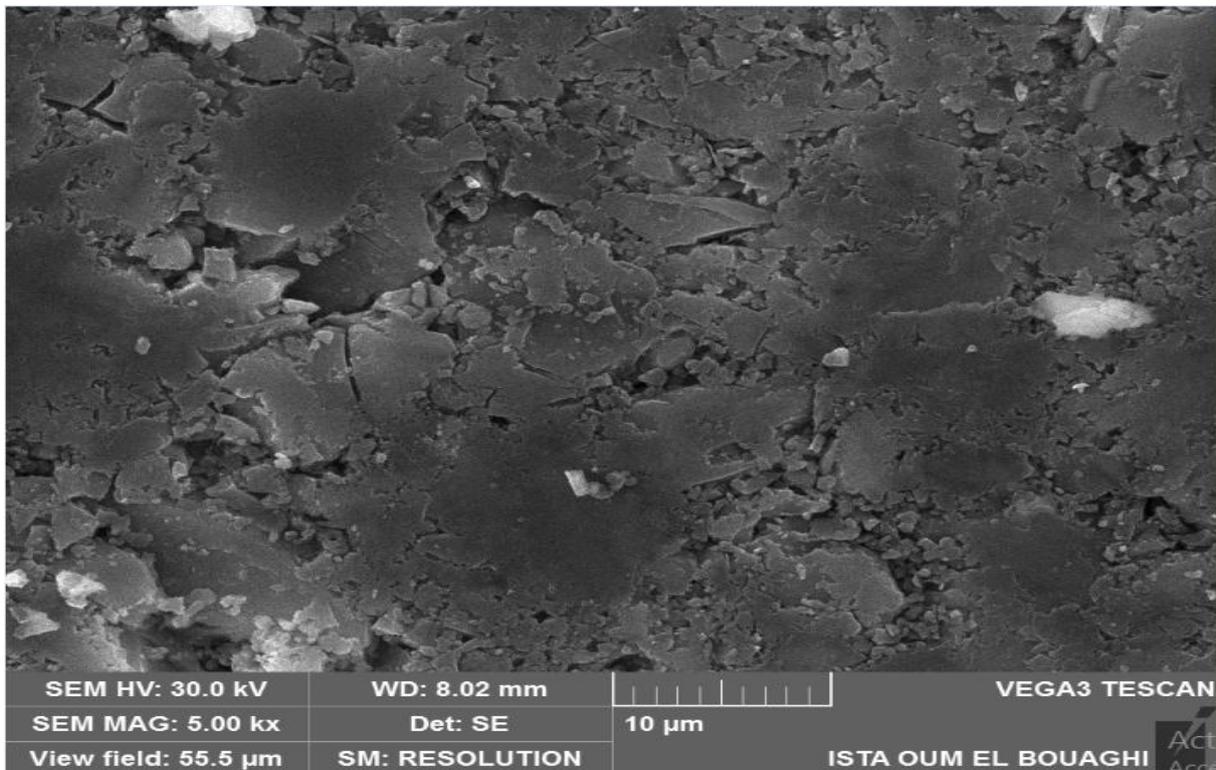


Figure 4.5 : Image MEB de l'échantillon MB1.

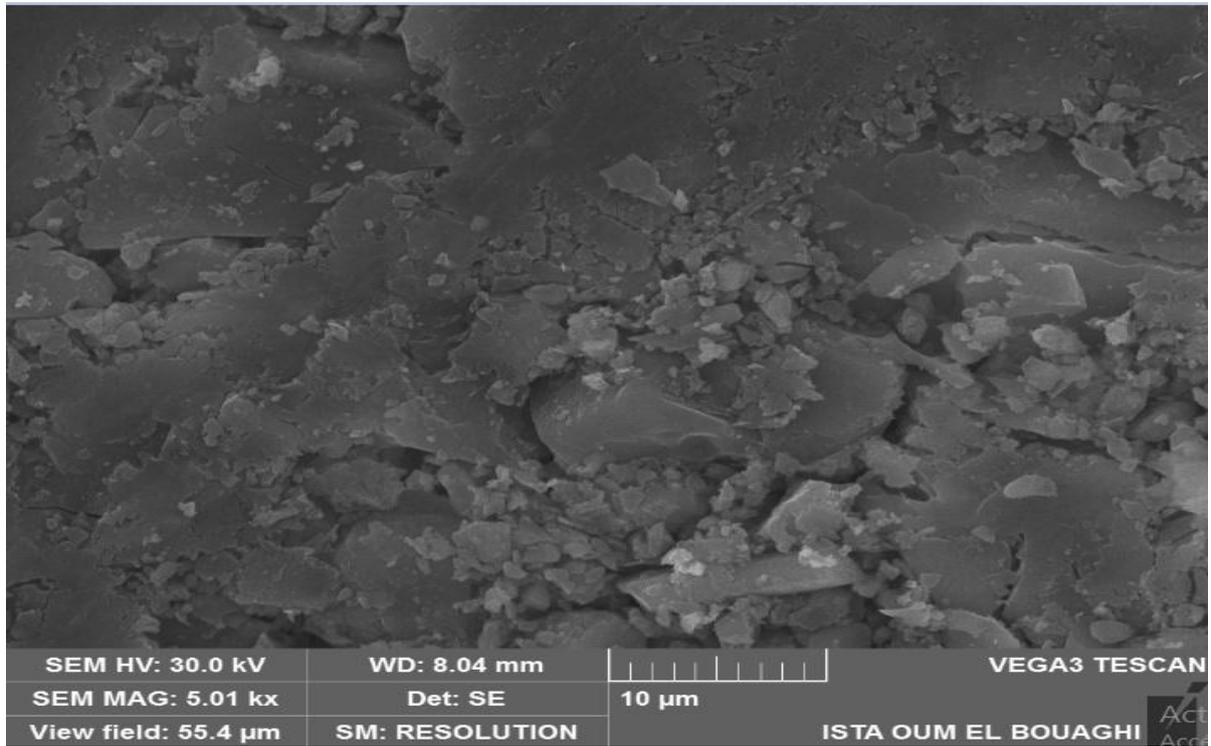


Figure 4.6 : Image MEB de l'échantillon MB3.

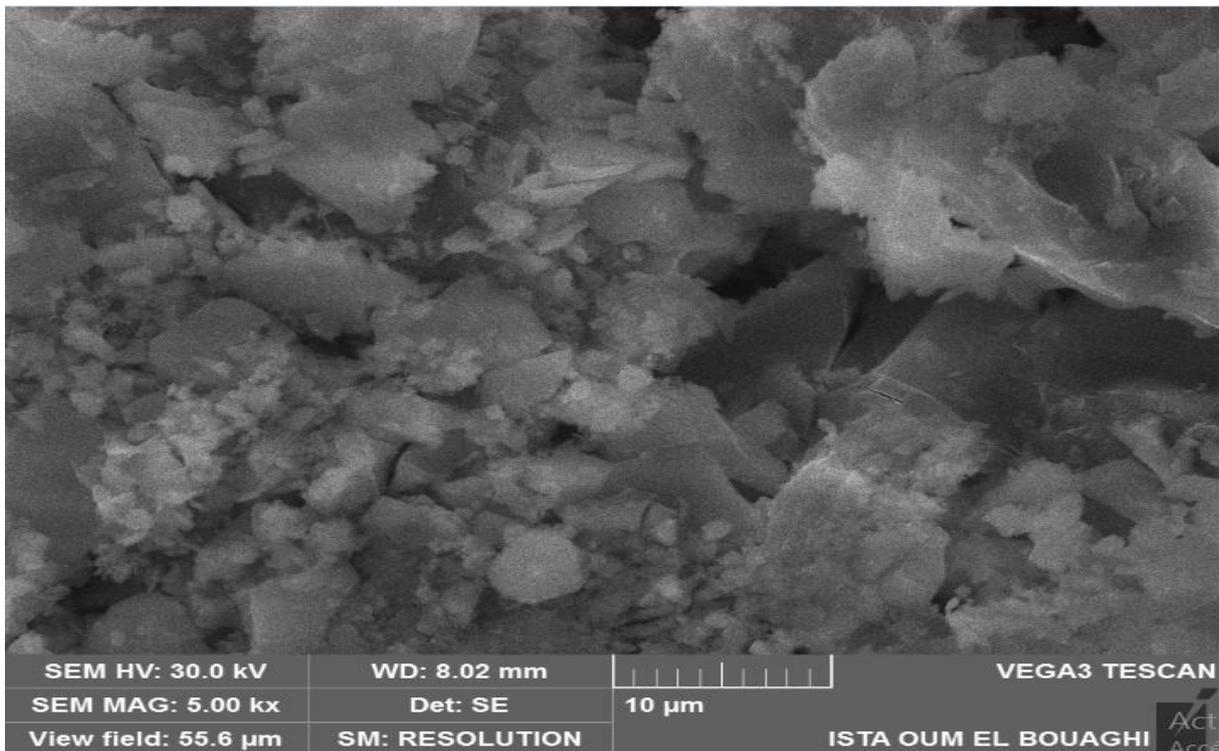


Figure 4.7 : Image MEB de l'échantillon MB5.

La comparaison des quatre figures montre l'augmentation des pores avec l'augmentation du pourcentage de fibre de palmier dans le Ciment Portland. L'analyse MEB nous montre que le

renforcement du Ciment Portland avec 5% de fibres de palmier dattier (FPD) augmente la porosité de la matrice.

L'augmentation de la porosité implique une diminution de la conductivité thermique d'après le résultat trouvé par Rahmouni [9].

On peut en déduire qu'une diminution de la conductivité thermique avec l'augmentation du pourcentage des fibres dans la matrice, cela affirme la capacité isolante des nouveaux matériaux préparés.

VI. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et Analyse thermogravimétrique (ATG)

VI.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :

La Figure 4.8 représente les courbes de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des différents échantillons. L'analyse DSC de l'échantillon CP montre qu'il y a un pic endothermique situé entre 100 et 150°C qui est dû à l'évaporation de l'eau libre.

Pour les échantillons MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 on observe le même phénomène que dans le cas de l'échantillon précédent vu le faible pourcentage des FPD.

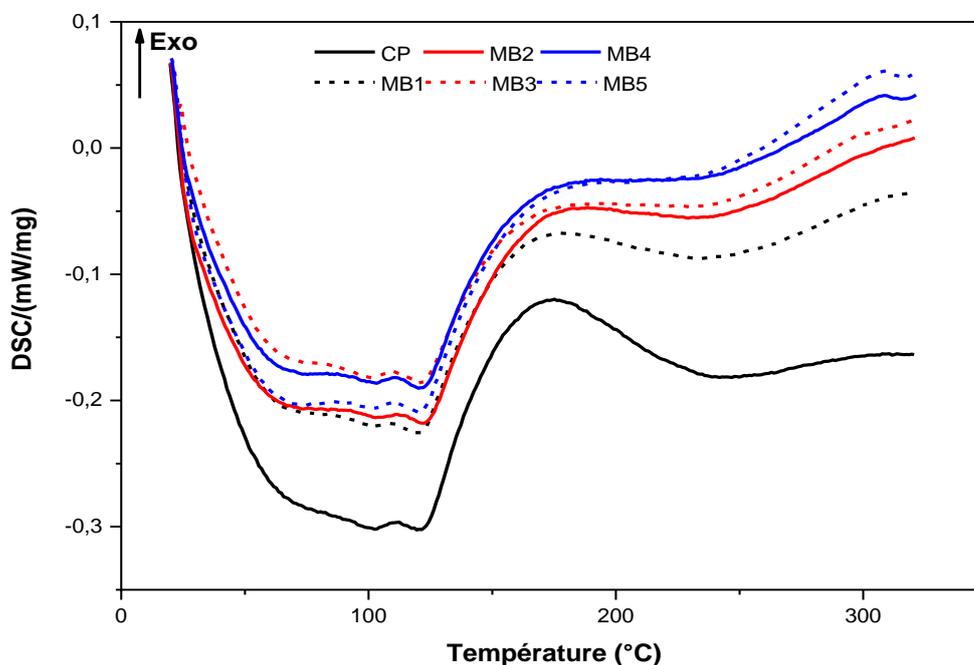


Figure 4.8 : Courbes DSC des différents échantillons.

VI.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

La perte de masse des différents échantillons en fonction de la température a été étudiée à partir de l'analyse thermogravimétrique (ATG), les mesures sont présentées dans la Figure 4.9.

Les courbes ATG de la Figure 4.9 montrent une perte de masse des échantillons CP, MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 avec l'augmentation de la température qui correspond à l'évaporation de l'eau libre.

En comparant les différentes courbes, une différence de perte de masse significative est observée dans les échantillons : MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 de 180 à 320°C qui est dû à la dégradation de l'hémicellulose de la fibre ajoutée [10] (résultat trouvé dans le chapitre précédent). De 23 à 50°C on observe une différence de 0,5% de perte de masse dans les échantillons MB1, MB2 et MB3 par contre cette différence est nulle pour l'échantillon MB4 et elle est presque nulle pour le MB5. Ce qu'on peut conclure de cette analyse c'est que pour un revêtement mural il est conseillé d'utiliser le MB4 ou le MB5.

La température de mise en œuvre du Ciment Portland à base des fibres de palmier dattier doit donc être inférieure à 50°C.

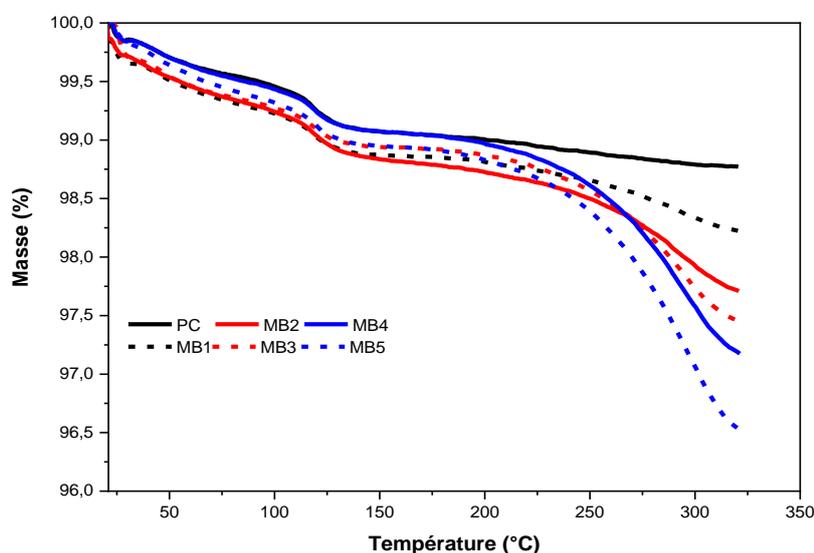


Figure 4.9 : Courbes ATG des différents échantillons.

VII. Conductivité thermique

La conductivité thermique k ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) est une grandeur physique importante caractérisant la capacité d'un matériau à transmettre la chaleur. Plus le coefficient « k » est faible, moins le matériau conduit la chaleur, plus son pouvoir isolant est grand.

Dans ce paragraphe nous allons définir et comparer la conductivité thermique des matériaux biosourcés étudiés dans ce travail. La Figure 4.10 représente l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres des matériaux préparés. On observe dans la Figure 4.10 que l'addition de FPD dans la matrice cimentaire, réduit la conductivité thermique du Ciment portland malgré les faibles pourcentages massiques ajoutés. Cette réduction est due à la faible conductivité thermique des fibres de palmier par rapport à celle de la matrice. Pour la concentration massique de 1% la conductivité thermique a déjà diminué mais la diminution n'est pas vraiment significative par contre, la valeur de la conductivité thermique a baissé de plus que la moitié après l'ajout d'une concentration massique de 3%.

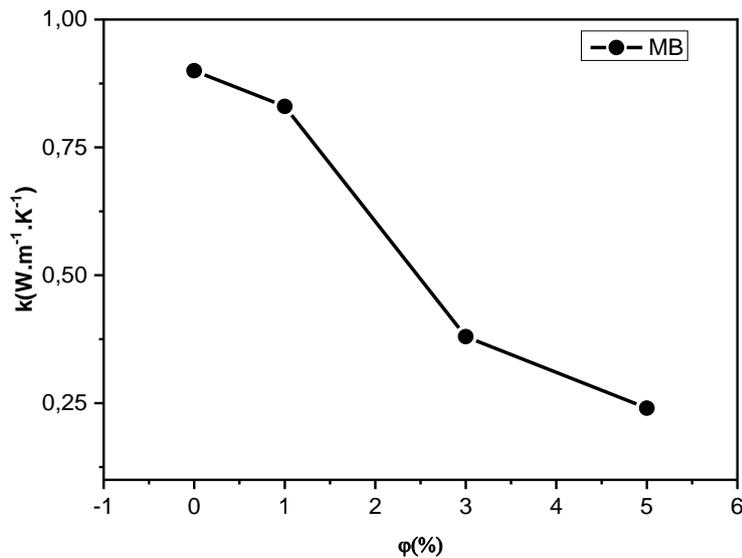


Figure 4.10 Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres.

Les résultats obtenus montrent que l'effet de la concentration de fibres sur les propriétés thermiques est significatif. D'après la Figure 4.10, la diminution de la conductivité thermique est de 73,4% pour la teneur en fibres de 5%. Cette diminution est liée directement au caractère isolant des fibres de palmier dattier. Un comportement similaire a été rapporté par Benmansour et al [11] qui ont étudié l'impact de l'ajout des fibres de palmier dattier sur le

mortier. D'après leurs résultats pour un pourcentage massique de fibre de 5% la réduction de la conductivité thermique est d'environ 52,5%.

À partir des résultats obtenus dans ce travail, nous avons constaté que l'ajout des fibres de palmier dattier pourrait considérablement améliorer l'isolation thermique des composites. Ce résultat est confirmé par plusieurs auteurs [11,12, 13]. Ashoura et al [12] ont étudié l'effet de l'incorporation de la paille sur les propriétés thermiques des briques de terre non cuite. Ils ont montré que l'ajout de 3% de paille de blé a fait baisser la conductivité thermique des briques de 54,4%. Le même comportement a été rapporté par F. Barreca et al [13] qui ont étudié l'impact de l'ajout de la pierre d'olive sur les propriétés thermiques du mortier de ciment et de chaux.

D'après ces résultats et les résultats trouvés précédemment par la microscopie électronique à balayage (MEB), l'augmentation de la porosité dans un composite induit une diminution de sa conductivité thermique. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par Rahmouni [9]. On peut conclure que l'ajout de fibres naturelles améliore les caractéristiques d'isolation des composites.

VII.1 Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique

La relation entre la conductivité thermique et la masse volumique des matériaux biosourcés est présentée dans la Figure 4.11. On remarque dans cette figure que la conductivité thermique des matériaux biosourcés augmente avec l'augmentation de leur masse volumique. Cela montre qu'il y'a une relation directe entre la masse volumique et la conductivité thermique. L'augmentation des vides (porosité élevé) dans un matériau conduit à diminuer sa masse volumique, ce qui donne une résistance thermique plus élevée et donc une conductivité thermique plus faible.

Pour les matériaux avec une matrice minérale et des fibres végétales la dépendance entre la conductivité et la masse volumique est toujours vérifiée selon Al Rim et al. [14] et Benmansour [15], qui ont utilisé comme matrice : l'argile, et le mortier, respectivement (Figure 4.12, 13).

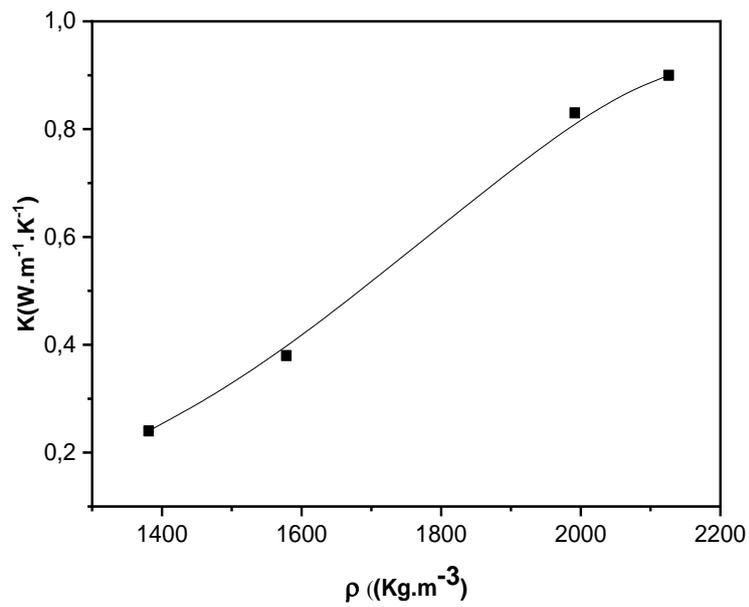


Figure 4.11 : Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique.

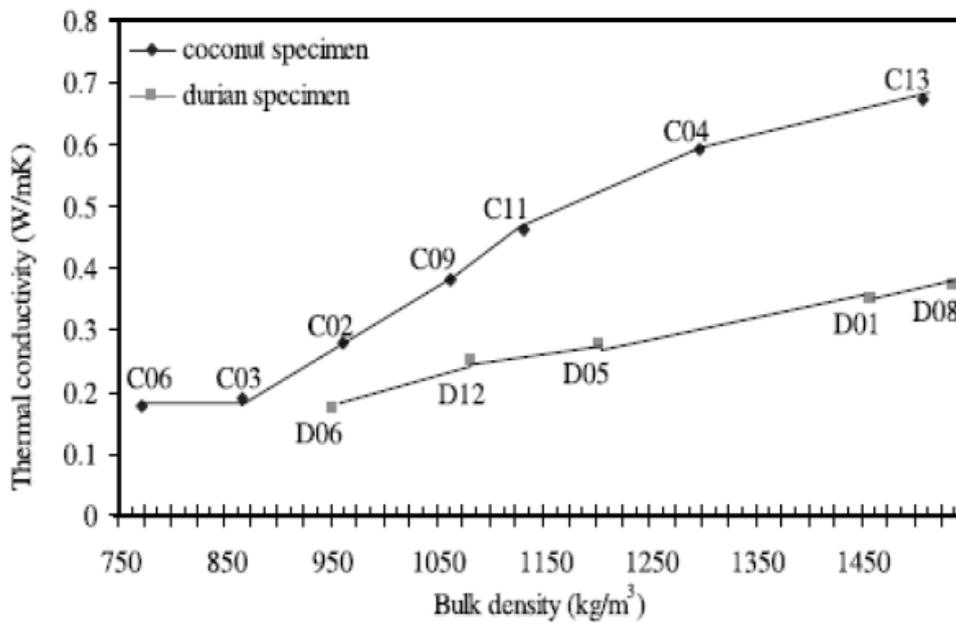


Figure 4.12 : Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique de composites renforcés de noix de coco et durian [16].

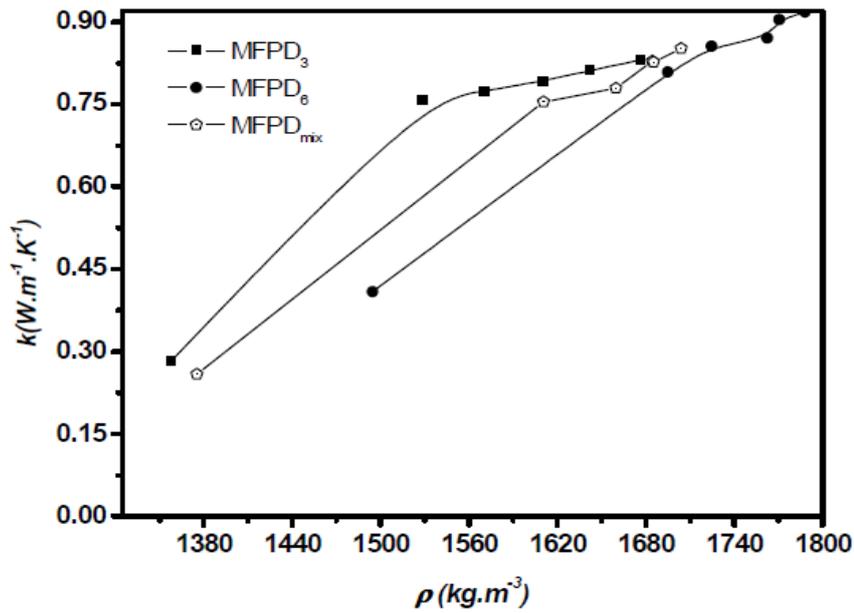


Figure 4.13 : Conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique, pour une teneur de 10% [17].

VIII. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté et discuté les propriétés physico-chimiques de différents composites à base de Ciment Portland et de fibres de palmier dattier. L'influence de la concentration des fibres sur ses propriétés a été discutée. Dans une première partie, les analyses des propriétés chimiques ont donné :

- L'analyse chimique par la méthode FTIR des matériaux biosourcés a montré qu'il n'y a aucun signe d'interaction inter-faciale entre la matrice et la fibre, ce qui explique que l'ajout des fibres n'a aucune influence sur la composition chimique du ciment.
- L'analyse de la microstructure des composites à base de Ciment Portland et de fibres par diffraction des rayons X nous a montré que l'ajout des fibres n'influe pas sur la forme cristalline du ciment.
- La spectroscopie Raman a confirmé que le Ciment Portland conserve ses propriétés chimiques après l'ajout des FPD.

- La microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons a confirmé que la porosité augmente avec l'augmentation du pourcentage des fibres dans une matrice cimentaire.

Dans une deuxième partie, les analyses des propriétés physiques (thermiques) ont donné :

- La calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermogravimétrique nous ont révélés que la température de mise en œuvre du ciment à base des fibres de palmier dattier ne doit pas excéder 50°C.
- Les résultats de la conductivité thermique montrent une importante capacité d'isolation thermique du matériau préparé MB5, le matériau peut être utilisé dans le revêtement mural et considéré comme matériau isolant à faible coût.
- La masse volumique augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres dans les matériaux, ce qui révèle une relation directe entre la masse volumique et la conductivité thermique.

Références bibliographiques:

- [1] A.S. Benosman, H. Taibi, M. Mouli, M. Belbachir, *Valorisation de la spectrométrie infrarouge (FTIR) pour l'analyse qualitative de composés des ciments, argiles, et des mélanges ciment/argile*, Communication Science & Technologie. Vol.3, pp.37–47, 2004.
- [2] A. Shafiu Kamba, M. Ismail, T.A. Tengku Ibrahim, Z.A.B. Zakaria, *Synthesis and characterisation of calcium carbonate aragonite nano crystals from cockle shell powder (Anadaragranosa)*, Journal of Nanomaterials. Vol.2013,2013.
DOI:10.1155/2013/398357.
- [3] J.P. Mofokeng, A. S. Luyt, T. Tàbi, J. Kovács, *Comparison of injection moulded, natural fibre-reinforced composites with PP and PLA as matrices*, Journal of Thermoplastic Composite Materials. vol25(8), pp. 927–948, 2011.
- [4] J.T. Kloprogge, R.D. Schuiling, Z. Ding, L. Hickey, D. Wharton, R.L. Frost, *Vibrational spectroscopic study of syngenite formed during the treatment of liquid manure with sulphuric acid*, Vibrational Spectroscopy, Vol.28, pp. 209–221, 2002.
DOI: 10.1016/S0924-2031(01)00139-4
- [5] R.J. Serne, J.H. Westsik Jr., Data Package for Secondary Waste Form Down-Selection Cast Stone, Pacific Northwest National Lab.(PNNL), Richland, WA (United States). pp.1–230, 2011.
- [6] A. Abderraouf, *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales*, Thèse de doctorat, université Aboubakr Belkaid Tlemcen, Algérie, 2017.
- [7] Bashir Hasan zadeh, Fengjuan Liu and Zhihui Sun, *Monitoring hydration of UHPC and conventional paste by quantitative analysis on Raman patterns*, Construction and Building Materials. Vol 114, pp. 208-214, 2016. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2016.03.178
- [8] N.Garg, *Raman spectroscopy for characterizing and determining the pozzolanic reactivity of flyashes*, Thèse de master science, Iowa State University Ames, Iowa, 2012.
- [9] A.Rahmouni, *Contribution à l'étude du comportement mécanique et acoustique des milieux hétérogènes et poreux : Application aux pierres calcarénites*, Thèse de doctorat, Université Mohammed V - Rabat, Maroc, 2016.
- [10] A. Deghani, S. MadadiArdekani, M.A. Al-Maadeed, A. Hassan, M.U. Wahit, *Mechanical and thermal properties of date palm leaf fiber reinforced recycled poly*

- (ethylene terephthalate) composites*, *Materials and Design*. Vol.52, pp.841–848, 2013.
DOI:10.1016/j.matdes.2013.06.022.
- [11] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, A. Boudenne, *Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building*, *Energy and Buildings*. Vol.81, pp. 98–104, 2014.
DOI:10.1016/j.enbuild.2014.05.032.
- [12] T. Ashoura, A. Korjenicb, S.Korjenicc, W.Wu, *Thermal conductivity of unfired earth bricks reinforced by agricultural wastes with cement and gypsum*, *Energy and Buildings*, vol. 104, pp.139–146, 2015.
- [13] F. Barreca and C. R. Fichera, *Use of olive stone as an additive in cement lime mortar to improve thermal insulation*, *Energy and Buildings*, vol. 62, pp. 507-513, 2013.
- [14] K. Al Rim , A. Ledhem , O. Douzane, R.M. Dheilily, and M. Queneudec, *Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites*, *Cement & Concrete Composites*, vol. 21, pp. 269-276, 1999.
- [15] N. Benmansour, *Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l'isolation thermique dans l'habitat*, Thèse de doctorat, Université HadjLakhdar de Batna, Algérie, 2015.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Cette étude constitue une contribution à la recherche de nouveaux matériaux biocomposites innovants à base de ciment et de ressources naturelles végétales. Elle vise à l'exploitation des fibres naturelles extraites de la grappe du palmier dattier en combinaison avec une matrice minérale (Ciment Portland) afin d'élaborer des matériaux ayant un impact significatif sur l'efficacité énergétique dédiés à la construction dans le secteur du bâtiment.

La ressource végétale utilisée dans notre travail est considérée comme déchets, et la valorisation de cette matière renouvelable est gratuite en Algérie.

Les techniques de caractérisation utilisées dans la présente étude nous ont permis de visualiser les propriétés physico-chimiques et morphologiques des fibres.

La teneur élevée de cellulose dans les FPD donne une capacité d'absorption très importante. L'analyse chimique par la méthode FTIR a révélé que la fibre de palmier dattier est composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. La diffraction des rayons X a mis en évidence que l'hémicellulose et la lignine sont des composants amorphes. L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) a montré que les fibres sont de forme cylindrique et irrégulière. La température de mise en œuvre des composites à base des fibres de palmier dattier ne doit pas excéder 180°C.

L'autre partie du travail consiste à caractériser les matériaux biosourcés préparés avec l'ajout de cinq pourcentages massiques (1, 2, 3, 4 et 5%) de fibre de palmier dattier au Ciment Portland et les comparer avec la matrice pure.

L'analyse chimique par la méthode FTIR des matériaux biosourcés a révélé qu'il n'y a aucun signe d'interaction inter-faciale entre la matrice et la fibre. L'ajout des fibres n'a aucun impact sur la forme cristalline du ciment et le Ciment Portland conserve ses propriétés chimiques après l'ajout des FPD c'est ce qui a été démontré respectivement par les techniques de diffraction des rayons X et la spectroscopie Raman. L'analyse morphologique des échantillons par microscopie électronique à balayage (MEB) a affirmé que l'ajout des fibres dans une matrice cimentaire augmente la porosité.

La température de mise en œuvre du ciment à base des fibres de palmier dattier ne doit pas excéder 50°C. La conductivité thermique baisse en fonction de l'augmentation de la teneur en

fibres, elle a baissé de 73,4% pour la teneur en fibres de 5%. L'augmentation des fibres dans le matériau fait augmenter la masse volumique ce qui révèle une relation directe entre la masse volumique et la conductivité thermique.

Les résultats thermiques montrent une importante capacité d'isolation thermique du matériau préparé MB5. En effet, le composite satisfait aux exigences chimiques et thermiques des matériaux de construction pour une concentration de fibres de 5%, et pourrait être utilisé comme nouveau matériau biosourcé.

D'après l'interprétation des résultats trouvés dans ce travail, le matériau est conforme pour être utilisé dans le revêtement mural et considéré comme matériau isolant à faible coût.

L'objectif d'utiliser les matériaux biosourcés dans le secteur du bâtiment comme revêtement mural a été atteint dans le cadre de cette étude.

Les perspectives de cette étude sont nombreuses et pourront faire l'objet d'études complémentaires :

- Etendre l'étude du Ciment Portland à base de fibre de palmier dattier aux mortiers et bétons à base de cette fibre.
- Les mesures expérimentales des propriétés mécaniques sur le mortier et le béton à base de fibre sont recommandées.
- L'étude du comportement hygrothermique d'écume de palmier dattier.
- Le traitement chimique des fibres afin de diminuer la mauvaise compatibilité entre la fibre (organique) et la matrice (inorganique).
- Etudier la durabilité à long terme des fibres végétales dans une matrice cimentaire.
- Développement d'un modèle numérique pour évaluer le comportement thermique du béton de palmier dattier à grande échelle (mur ou bâtiment), et la validation des prédictions numériques par des résultats expérimentaux.

Résumés

L'Intitulé :

Elaboration et Caractérisation Physico Chimique des Matériaux Biosourcés

Résumé :

Cette thèse est consacrée d'une part à l'analyse des propriétés physico-chimiques et morphologiques des fibres de palmier dattier et d'autre part à la caractérisation physico-chimique des matériaux biosourcés composés de Ciment Portland et de fibres (FPD) à travers les analyses : FTIR, DRX, Raman et MEB. L'objectif principal est l'utilisation de ces matériaux comme matériaux thermiquement isolants dans le revêtement mural.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent que la teneur élevée de cellulose dans les FPD leur donne une capacité d'absorption très importante. La composition chimique de la matrice n'a pas été affectée par l'incorporation de la fibre de palmier dattier, il a été noté aussi que le renforcement du ciment avec la fibre induit une augmentation de la porosité.

Les essais thermogravimétriques (ATG) couplés avec la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont réalisés dans le but d'étudier la perte de masse et la dégradation en fonction de l'élévation de température des composites cimentaires fibrés. Les mesures de conductivité thermique par la méthode du fil chaud ont aussi été réalisées afin d'évaluer l'effet de la teneur en fibre sur les propriétés thermiques des matériaux. Les résultats montrent que l'ajout des fibres de palmier dattier diminue la conductivité thermique des matériaux composites.

Ainsi le ciment à base de fibre de palmier dattier est un bon candidat pour les applications d'isolation thermique dans l'habitat.

Mots clés : Propriétés physico-chimiques, Matériaux biosourcés, Ciment Portland, Fibre de palmier-dattier, Conductivité thermique.

العنوان:

التفصيل والتوصيف الفيزيائي والكيميائي للمواد الحيوية

ملخص

الاطروحة مخصصة من جهة لتحليل الخصائص الفيزيائية والكيميائية والمورفولوجية لألياف نخيل التمر، ومن ناحية أخرى للتوصيف الفيزيائي الكيميائي للمواد الحيوية المكونة من أسمنت بورتلاند والألياف من خلال تحليلات : SEM, Raman, XRD, IRTF.

الهدف الرئيسي هو استخدام هذه المواد كمواد عازلة حراريا في غطاء الجدار.

تظهر النتائج التجريبية التي تم الحصول عليها أن المحتوى العالي من السليلوز في الألياف يمنحه قدرة امتصاص عالية جداً. لم يتأثر التركيب الكيميائي للمصفوفة بتضمين ألياف نخيل لتمر، ولوحظ أيضاً أنقوية الأسمنتب الألياف يؤدي إلى زيادة المسامية.

يتم إجراء التحليل الوزني الحراري (TGA) إلى جانب قياس مسعر المسح التبايني (DSC) بهدف دراسة فقدان الكتلة والتدهور تبعاً لارتفاع درجة حرارة مركبات الأسمنت الليفي. كما أجريت قياسات الناقلية الحرارية لتقييم تأثير محتوى الألياف على الخصائص الحرارية للمواد. أظهرت النتائج أن إضافة ألياف نخيل التمر تقلل من الناقلية الحرارية للمركبات.

وبالتالي، يعتبر أسمنت ألياف النخيل مرشحاً جيداً لتطبيقات العزل الحراري في المنزل.

الكلمات المفتاحية: الخواص الفيزيائية - الكيميائية، المواد الحيوية، الاسمنت البورتلاندي، ألياف النخيل، الناقلية الحرارية.

Title:

Elaboration and Physico-Chemical Characterization of Biobased Materials

Abstract:

This thesis is devoted, on the one hand, to the analysis of the physico-chemical and morphological properties of date palm fibers and, on the other hand, to the physico-chemical characterization of biosourced materials composed of Portland cement and fibers (DPF) through IRTF, XRD, Raman, SEM analyses. The main objective is the use of these materials as thermal insulating materials in wall cladding.

The experimental results obtained show that the high content of cellulose in DPF gives them a very high absorption capacity. The chemical composition of the matrix was not affected by the incorporation of date palm fiber, it was also noted that the reinforcement of the cement with the fiber induces an increase in porosity.

Thermogravimetric tests (TGA) coupled with Differential Scanning Calorimetry (DSC) are carried out to study mass loss and degradation as a function of temperature rise of fibrous cement composites. Thermal conductivity measurement using the hot-wire method have also been carried out to evaluate the effect of fiber content on the thermal properties of the materials. The results show that the addition of date palm fibers decreases the thermal conductivity of composite materials.

Thus, date palm fiber cement is a good candidate for thermal insulation applications in housing.

Keywords : Physico-chemical properties, Biosourced materials, Portland cement, Date palm fiber, Thermal conductivity.