

Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants: valorisation des déchets de bois de palmier

Mohamed Tlijani

▶ To cite this version:

Mohamed Tlijani. Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants : valorisation des déchets de bois de palmier. Génie des procédés. Université Paris-Est, 2016. Français. NNT : 2016PESC1157 . tel-01618318

HAL Id: tel-01618318 https://theses.hal.science/tel-01618318

Submitted on 17 Oct 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



UNIVERSITE PARIS EST - Créteil

Centre d'Etude et de Recherche en Thermique Environnement et Systèmes

THÈSE

Présentée et soutenue publiquement le 6 décembre 2016 pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Université Paris Est

Spécialité : Energétique

Par

Mohamed Tlijani

Contribution à la caractérisation thermo physique de matériaux bio isolants :

Valorisation des déchets de bois de palmier

Composition du jury :

Président du jury :	Rached BEN YOUNES	Professeur des universités (Faculté des Sciences- Université de Gafsa -Tunisie)
Rapporteurs :	Said ABBOUDI	Professeur des universités (Université de Technologie de Belfort Montbéliard)
	Bruno MARTIN	Professeur des universités (Institut supérieur de l'Automobile et des Transports-Université de Bourgogne)
Examinateurs :	Atef MAZIOUD	Maître de conférences (Université Paris Est Créteil)
<i>Directeur de thèse : :</i>	Jean-Felix DURASTANTI	Professeur des universités (Université Paris Est Créteil)

1

Sommaire

Introduction générale	8
-----------------------	---

Chapitre I : Bibliographie

1. Introduction	12
2. Le Bois : ses propriétés et ses traitements	13
2.1. Généralités sur le bois naturel	13
2.1.1. Structure	13
2.1.2. Composition chimique	15
2.1.3. Propriétés d'usage	17
2.2. Les traitements chimiques du bois massif	22
2.2.1 Traitements chimiques de préservation	
2.2.2 Traitements chimiques de stabilisation	
3. Le bois de palmier dattier	24
3.1. Généralités	
3.2. Caractéristiques morphologiques et botaniques	
3.2.1 Le stipe ou tronc	
3.2.2 Palme ou feuille	
3.3. Fibres de bois palmier dattier	
3.4. Sous-produits de palmier	
3.4.1. Répartition géographique de phoeniculture et sous-produits	
4. La chaux de construction	29
4.1. Les chaux aériennes (CL ou DL)	
4.2. Les chaux naturelles (NHL)	
4.3. Hydratation et prise de la chaux	
5. Les matériaux composites	30
5.1. Matériaux composites à bases de fibres naturelles	
5.2. Matrice minérale et fibres	
6. Caractérisation thermique des matériaux isolants	36
6.1. Introduction	

6.2. F	Propriétés thermiques	. 36
6.2.1	La conductivité thermique	. 36
6.2.2	La capacité calorifique	. 36
6.2.3	La diffusivité thermique	. 37
6.2.4	L'effusivité thermique	. 37
6.2.5	Techniques de mesure des propriétés thermiques	. 37
6.2.5	Propriétés thermiques de quelques matériaux	. 38
6.3. A	Approche générale en métrologie thermique	. 39
6.3.1	Classification des méthodes de caractérisation thermique	. 40
6.4. I	Les méthodes de mesures en régime permanent	. 41
6.4.1	Méthode des boîtes	.41
6.5. Les	méthodes en régime périodique	. 43
7. Modèles	s de prédiction de la conductivité thermique	44
7.1. Intro	oduction à la conductivité thermique des composites	. 44
7.2. Moo	dèles d'homogénéisation	. 44
7.2.1	Modèle série et parallèle	. 45
7.2.2	Modèle mixte	. 46
7.3. Moo	dèle par homogénéisation auto cohérente (HAC)	. 46
7.3.1.	Principe de la modélisation	. 47
7.3.2.	HAC avec des inclusions simples	. 47
7.3.3.	HAC avec inclusions bi composite	. 49
7.4. Aut	res modèles	. 52
10. Conclu	ision	54

Chapitre II : Caractérisation thermophysique du bois de palmier dattier

2 Máthada da magura da la conductivitá at da la diffusivitá thermique
2. Methode de mésure de la conductivité et de la diffusivité methique
2.1. Dispositif expérimental
2.1.1. Porte échantillon
2.1.2. Source d'excitation
2.1.3. Chaine de mesure
2.1.4. Enceinte et dispositif à vide
d'air

2.2. Modélisation thermique du dispositif	
2.2.1. Quadripôles thermiques	60
2.2.2. Ecriture de la fonction de transfert	60
2.3. Mesure et traitement du signal	61
2.3.1. Principe de la mesure	61
2.4. Identification des paramètres	
3. Elaboration et contrôle des échantillons	63
3.1. Introduction	63
3.2. Préparation des échantillons bruts	63
3.3. Préparation des échantillons d'essais	64
3.4. Etude des paramètres thermo physiques du bois de palmier	
3.4.1. Masse volumique des échantillons	
3.4.2. Conductivité et diffusivité thermique des échantillons	
3.4.3. Discussion des résultats	75
4. Conclusion	79

Chapitre III : Etude de la stabilisation du pétiole de palmier par procédé chimique

1. Introduction	82
2. Traitement alcalin des fibres de pétiole de palmier	
3. Caractérisation thermogravimétrique	
3.1. Principe de mesure	
3.2. Résultats et interprétations	
4. Caractérisation morphologique	
4.1. Processus d'élaboration des échantillons	89
4.2. Observation au microscope à balayage électronique (MEB)	90
4.2.1 Principe de fonctionnement	
4.2.2. Analyse des images MEB des fibres DPF	91
5. Caractérisation mécanique des fibres DPF	
5.1. Appareils et méthodes de mesure	
5.2. Processus d'élaboration des éprouvettes	
5.3. Résultats et discussion	107
6. CONCLUSION	112

Chapitre IV : Etude du comportement chaux-bois de pétiole

1. Caractérisation expérimentale des constituants	115
1.1. Caractérisation de la chaux	115
1.1.1. Composition	115
1.1.3. Prise de la chaux	116
1.1.4. Propriétés thermiques	117
1.2. Les fibres de pétiole de palmier	117
1.2.1. Processus d'obtention des fibres	117
1.2.2. Caractéristiques physiques des fibres de bois de pétiole	118
1.3. Le béton de pétiole de palmier	120
1.3.1. Elaboration du composite	120
1.3.2. Dosage et formulations testées	121
1.3.3. Réalisation des éprouvettes	124
1.3.4. Composition volumique du béton de pétiole	125
2. Comportement thermique du béton de pétiole de palmier dattier	126
2.1. Modèle de prédiction de Voigt et Reuss pour le Béton de pétiole de palmier	127
2.2. Application de la HAC bi composite au bois de pétiole de palmier en vrac sec .	128
2.3. Application de HAC tri composite au béton de pétiole de Palmier sec	130
2.4. Mesures expérimentales de la conductivité thermique du BEP	132
2.4.1. Description du dispositif expérimental	132
2.4.2. Chaîne de mesure	134
2.4.3. Résolution de l'équation de chaleur dans le cas d'une plaque	134
2.4.4. Principe de la mesure	135
2.4.5. Coefficient de déperdition thermique des boites	136
2.4.6. Les perturbations dues à la convection	137
2.4.7. Echantillons testés	137
2.5. Analyse des résultats	138
2.5.1. Influence de la formulation	138
2.5.2. Influence de la masse volumique	140
2.5.3. Influence de la concentration volumique de charge	141
2.5.4. Influence de la porosité du composite BEP	145
2.5.5. Comparaison entre les mesures expérimentales et l'approche théorique p	ar HAC
	146

3. Cor	clusion	148
--------	---------	-----

Chapitre V : Modélisation par volumes finis dans le béton de bois de pétiole

1. Introduction	151
2. Formulation mathématique	
2.1. Formulation du problème de transfert de chaleur	
2.1.1. Bilan d'énergie	
2.1.2. Les modes de transfert de chaleur	
2.1.3. Transfert de chaleur dans le composite	
2.2. Etude du béton de bois de pétiole	
2.2.1. Problématique	
2.2.2. Modélisation adoptée	
3. Modélisation par volumes finis	159
3.1. Introduction	
3.2. Discrétisation	
3.3. Linéarisation des équations discrétisées	
3.4. Relaxation	
4. Résultats et discussion	
4.1. Contours de température du composite BEP	
4.2. Contours de densité de flux du composite BEP	
4.3. Identification de la conductivité thermique numérique	
4.4. Validation du modèle	
4.4.1. Les modèles de prédiction de la conductivité thermique	
4.4.2. Comparaison des résultats	
5. Conclusion	

Conclusion générale

Conclusions et perspectives	174
Références bibliographiques	178

Introduction

Introduction

La durabilité des constructions est devenue un enjeu majeur de notre époque. Jusqu'à une époque récente, il ne s'agissait que de juxtaposer différents matériaux, chacun obéissant à un cahier des charges particulier. Aujourd'hui, les coûts et l'encombrement deviennent des préoccupations essentielles tout comme les contraintes liées à l'environnement et à l'analyse du cycle de vie. La tendance actuelle dans la construction individuelle est donc de favoriser des produits composites capables de remplir plusieurs usages. Le professionnel de la construction ne cherche plus seulement la performance mécanique mais il tente également d'améliorer les qualités thermiques des matériaux. Ce changement de point de vue explique le développement récent de bétons allégés, capables de jouer un rôle en tant qu'isolants, tout en maintenant des niveaux de performances suffisants.

L'intérêt porté aux bétons allégés relève également d'une prise de conscience environnementale. D'une part, les matériaux allégés constituent de bons isolants thermiques grâce au volume d'air qu'ils contiennent et permettent donc de réaliser des économies d'énergie importantes; d'autre part, l'utilisation de granulats végétaux comme le bois contribue à une démarche de développement durable en utilisant une matière première renouvelable, contrairement aux granulats des carrières dont les ressources s'appauvrissent et en permettant une réduction conséquente des émissions de gaz carbonique dans l'atmosphère.

Cependant, l'origine biologique de végétaux impose l'application de traitements chimiques ou thermiques pour les préserver et les stabiliser. Ces traitements ont pour effet de réduire son hygroscopicité, améliorer sa stabilité dimensionnelle, augmenter sa résistance aux agents de dégradation et modifier ses propriétés physico-mécaniques

Ce mémoire constitue une première étape dans la connaissance des propriétés thermo physiques et mécaniques du bois de palmier dattier, afin d'explorer ses potentialités qui restent encore très mal connues. L'objectif est donc de démontrer la

8

possibilité d'utiliser le bois de palmier pour des applications d'allègement de structure, d'isolation ou en tant que renfort dans une matrice donnée et ainsi de proposer une avancée dans le développement des matériaux de construction.

Le document est composé de cinq chapitres.

Le **premier chapitre** débute par une synthèse bibliographique détaillée relative au bois, ses traitements et plus particulièrement le bois de palmier dattier. Nous présentons d'abord les structures du bois déclinées en approches macroscopique, microscopique et moléculaire. Puis, nous décrivons sa composition chimique, ses propriétés d'usage et l'impact des différents types de traitements sur sa composition physicochimique. On aborde également de manière plus succincte les propriétés de la chaux, élément constitutif du béton de bois de palmier dattier faisant l'objet de ce travail, avec, en particulier, l'effet de son hydratation sur la prise.

Cette première partie passe également en revue les différents matériaux composites à base de fibres végétales et leurs procédés de fabrication. Enfin, le chapitre se conclut par une présentation des différents modèles de calculs de la conductivité thermique en milieu poreux ainsi que leurs techniques de mesure.

Le **deuxième chapitre** débute par une présentation de la méthode de calcul retenue pour la conductivité thermique accompagnée de la description du dispositif de mesure développé au CERTES : Le transfert de chaleur est modélisé par la méthode des quadripôles et la comparaison des fonctions de transfert théoriques et expérimentales permet l'identification simultanée des paramètres thermo physiques de l'échantillon traité. On peut alors accéder à la caractérisation thermo physique, sous vide et à pression atmosphérique, des différents échantillons de bois de palmier dattier sélectionnés en fonction de l'essence du bois et le sens des fibres.

Le **troisième chapitre** s'intéresse à la stabilité dimensionnelle du bois traité par l'hydroxyde de sodium. Il met en relation les transformations chimiques du matériau avec la stabilisation obtenue par le traitement chimique. Ce chapitre aborde les propriétés mécaniques du bois traité. Il tente de mettre en lumière les modifications du comportement mécanique en relation avec les transformations physiques de la structure du bois traité chimiquement. Le **quatrième chapitre** traite de l'élaboration, de la caractérisation et le comportement du béton de bois de palmier mis au point. Un modèle reposant sur la théorie d'homogénéisation auto cohérente permet d'approcher la conductivité thermique ; celui-ci est validé expérimentalement et permet d'exprimer la conductivité thermique du béton de bois de palmier dattier en fonction de sa composition et de son état hydrique.

Enfin, un **cinquième chapitre** présente une simulation numérique du transfert de chaleur dans le béton de bois de pétiole, à partir d'un code industriel. Cette dernière démarche permet de conforter les hypothèses adoptées lors de la phase de modélisation.

Chapitre I :

Etude bibliographique

Chapitre I : Etude bibliographique

1. Introduction

L'objectif de ce travail est la mise au point d'un matériau composite nouveau : le béton de bois de palmier. En effet, cette étude est basée sur une approche globale des propriétés du béton de pétiole de palmier dattier, accompagnée d'une analyse approfondie des caractéristiques thermiques de ce béton, suivie d'une modélisation numérique du composite permettant d'approcher plus finement les transferts de chaleur et également de valider les résultats expérimentaux obtenus. En effet, nous verrons que le béton de pétiole de palmier dattier a un comportement spécifique obtenu à partir des propriétés de chaque constituant (Chaux et pétiole) ainsi qu'à la microstructure résultante du mélange de ces derniers.

Le béton de pétiole proposé dans notre travail est constitué de granulats d'origine végétale et d'une matrice de liant à base de chaux. Le granulat de pétiole de palmier dattier présente une forte porosité qui le rend léger et très compressible. Son comportement diffère donc de celui des granulats minéraux classiques, rigides.

Le mélange de ces deux constituants, l'un compressible et l'autre pas, conduit donc à un matériau assez éloigné des matériaux de construction classiques, et ce à plusieurs titres.

Tout d'abord, les propriétés du béton de pétiole devraient avoir des durées de vie supérieures de celles des matériaux usuels. Par ailleurs, le comportement mécanique va être modifié par la présence de granulats déformables dans une matrice de liant rigide. Enfin, la microstructure du béton de pétiole varie en fonction de la formulation et entraîne des comportements et des propriétés variables. Ce dernier point constitue le principal intérêt de ce matériau.

L'objectif annoncé nous conduit donc à contextualiser le sujet traité et donc de mener une étude bibliographique :

En premier lieu, nous proposons une étude préliminaire sur le bois naturel en général : sa structure, sa composition chimique, ses propriétés d'usage : hygroscopiques, physiques et mécaniques. Seront abordés les différents types de traitement chimique du bois et leurs impacts sur les caractéristiques physico-chimiques du matériau dans le but de prolonger son utilisation et améliorer sa durabilité face aux agents biologiques (préservation). On abordera ensuite les résultats de la littérature de caractérisation morphologique et botanique du bois du palmier dattier, des sous-produits et leurs applications. Enfin, les caractéristiques propres de la chaux constituant la matrice de liant du béton de pétiole seront exposées et leurs particularités explicitées.

Une seconde étape consistera à rappeler l'état des lieux dans le domaine des matériaux composites à fibres.

On terminera notre approche bibliographique par la description des méthodes et des résultats obtenus dans la littérature en ce qui concerne les différentes méthodes mises au point pour la caractérisation thermophysique des matériaux isolants. On s'attachera plus particulièrement à présenter les modèles existants développés pour approcher la conductivité thermique des milieux poreux, une grandeur physique qu'il est essentiel de maîtriser dans le cas de la mise au point de béton.

2. Le Bois : ses propriétés et ses traitements

2.1. Généralités sur le bois naturel

2.1.1. Structure

On distingue principalement deux grandes catégories de bois, correspondant à deux groupes végétaux: les résineux et les feuillus. La structure elle-même peut être décrite à trois niveaux d'échelle : macroscopique, microscopique et moléculaire.

• Structure macroscopique

On définit trois directions principales du bois, selon l'axe du tronc et les cernes. Les cellules ou trachéides sont orientées pour la plupart verticalement, selon l'axe longitudinal.

Les deux autres axes se définissent par rapport aux cernes; Il s'agit des directions tangentielle et radiale. Une coupe transversale permet de distinguer les éléments suivants (Fig.I.1) :

- L'écorce externe, ou rhytidome, constituée de cellules mortes.
- L'écorce interne, ou liber, qui conduit la sève.
- Le cambium, organe de croissance qui forme le liber vers l'extérieur et les cellules du bois vers l'intérieur.
- L'aubier, partie vivante du bois.
- Le cœur, ou duramen, constitué de cellules mortes.



Fig.I.1 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre [Boustinguorry, 2002]

Les diverses parties du bois se distinguent par leur aspect, leur porosité et la composition chimique des substances qu'elles renferment.

• Structure microscopique

La microstructure du bois est aisément observable par microscopie électronique à balayage (Fig.I.2). Elle est constituée de longues cellules, ou trachéides, orientées verticalement, dans le sens du tronc. Le cliché 2a correspond à un bois de feuillu (peuplier, hêtre, chêne, châtaignier...), pour lequel on distingue nettement trois classes de cellules **[Boustinguorry, 2002]**:

- Des cellules de grand diamètre: notées « V » sur le cliché, il s'agit de vaisseaux, dont le rôle est de véhiculer la sève.
- Des cellules de petit diamètre: il s'agit de cellules de structure.

- Des cellules perpendiculaires à ces dernières (orientées selon le rayon du tronc) : notées « R » sur le cliché, il s'agit des parenchymes, qui contiennent les nutriments nécessaires à la vie de l'arbre. Ces cellules communiquent par l'intermédiaire de ponctuations (Fig.I.2b).

Un bois de résineux (pin maritime, pin sylvestre, épicéa, sapin...) montre une organisation plus grossière; en particulier, on ne note pas de différenciation de taille entre les cellules de structure et les vaisseaux d'irrigation.



(a)

(b)

Fig.I.2 : Microstructure du bois : (a) structure cellulaire, (b) ponctuations

[Boustinguorry, 2002]

• Structure moléculaire

La formation de la paroi primaire est la première étape de la croissance cellulaire. Cette paroi est constituée de micro fibrilles de cellulose, polymère du glucose. Le tout est ensuite enveloppé d'une couche d'hémicelluloses, famille de polymères de divers sucres.

Au début de la croissance secondaire apparaît la lignine, qui remplit d'abord les espaces intercellulaires et constitue 90% de la lamelle mitoyenne. Ce processus, appelé lignification, augmente considérablement la résistance du bois par les liaisons chimiques formées d'une part, et la création d'un liant entre les micros fibrilles d'autre part.

2.1.2. Composition chimique

Nous venons de voir que le bois est un matériau très hétérogène; sa composition chimique est donc complexe. On peut classer les matériaux de structure en trois catégories: la cellulose, les hémicelluloses et les lignines, organisées dans une structure composite (Tab.I.1).

Feuillus	Résineux	Composition chimique
45%	42%	Cellulose
30%	27%	Hémicelluloses
20%	28%	Lignines

Tab.I.1 : Compositions massiques moyennes du bois [Trouy et al, 01]

S'y ajoutent en parts infimes différents constituants très variés selon les espèces : tanins, pectines, gommes, résines, ...

• La cellulose

C'est un polymère régulier du glucose, de formule $(C_6H_{10}O_5)n$. Des liaisons hydrogène intra et intermoléculaires, dues aux nombreux groupements hydroxyles de la chaîne, favorisent l'arrangement de celle-ci en domaines cristallins, avec des zones amorphes à intervalle d'environ 30 *nm*.

• Les hémicelluloses

Ce sont des polysaccharides (pentosanes, xylanes, ...) à chaînes plus courtes que celles de la cellulose. Elles sont hydrophiles et susceptibles de gonfler au contact de l'eau, ce qui les rend responsables de l'instabilité dimensionnelle du bois.

• Les lignines

Ce sont des polymères tridimensionnels complexes, essentiellement phénoliques, et dont la structure est différente selon la famille de bois et les éléments morphologiques (fibres, rayons, vaisseaux). Les lignines sont totalement amorphes, et présentent dans la lamelle mitoyenne sous forme d'un réseau *3D* aléatoire ainsi que dans la paroi secondaire sous forme d'un réseau *2D* organisé.

Les trois monomères sont des alcools phénylpropénoïques: p-coumarylique, coniférilique et sinapylique. Il s'agit de tannins, de pectines, de sucres et d'autres composés, incluant bien sûr la résine dans le cas d'un bois de résineux.

Précisons qu'une extraction à l'eau à température ambiante permet de mettre en solution principalement des hémicelluloses, des pectines, des sucres libres et des tannins hydrolysables. Ces composés sont donc les plus susceptibles d'être mis en solution dans une eau de gâchage.

Fibre	cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	graisses (%)	Référence
						[Bledzki et al, 1999]
Coton	85-90	5,7	0.5-1.6	5,7	0,6	[Maya e tal,08]
						[Mwaikambo, 06]
Noix de						[Mwaikambo,06]
6060	32-46	0.15-0.3	40-45	4	-	[Maya et al,08]
1010						
Jute	64,4-84	12-20	12-13	0,2	0,5	[Mwaikambo, 06]
						[Bledzki et al, 1999]
						[Maya et al, 08]
			2-			[Mwaikambo,06]
Lin	64.1-81	16.7-20.6	2-	0.9-1.8	1.5	[Bledzki et al, 1999]
			5			[Maya et al, 08]
Chanvre	68-92	15-22	10	0.9	0.8	[Mwaikambo,06]
						[Maya et al,08]
						[Mwaikambo, 06]
Ramie	68.6-76.2	13.1-16	0.6-0.7	1.9-2	0.3	[Bledzki et al, 1999]
						[Maya et al, 08]
Sisal	65.8	12	9.9	0.8-2	2	[Mwaikambo, 06]

Le tableau I.3 montre les compositions chimiques des différents types des matériaux naturels.

						[Bledzki et al, 1999] [Maya et al, 08]
Palmier	32-35.8	24.4-28.1	26.7-28.7	-	7	[Moha et al, 06] [Chehma et al, 01]

Tab.I.2 : Composition chimique des fibres végétales

2.1.3. Propriétés d'usage

• Propriétés hygroscopiques

L'instabilité dimensionnelle vis-à-vis de l'humidité est la principale propriété du bois, et elle rend son utilisation délicate. Lorsqu'il est vivant, l'arbre contient de l'eau qui circule à travers ses cellules. Le matériau bois contient donc un certain taux d'humidité, fonction des conditions climatiques. L'eau joue un rôle de plastifiant pour les chaînes polymères constituant les parois cellulaires; c'est pour cette raison que le taux d'humidité et les phénomènes de diffusion conditionnent toutes les caractéristiques du bois. Si on excepte l'eau de constitution, représentée par les atomes d'hydrogène et d'oxygène composant les molécules des polymères de structure, l'eau est présente sous deux formes :

- L'eau libre : elle remplit les cellules et les vaisseaux; elle est retenue par des forces capillaires et n'intervient pas dans les variations dimensionnelles.

- L'eau liée : elle est fixée sur les polymères de structure par physisorption ou chimisorption, de préférence sur les hémicelluloses. Les forces mises en jeu sont électrostatiques ou du type des liaisons hydrogène avec des groupements hydroxyle.

C'est cette fraction d'eau qui occasionne les variations dimensionnelles du matériau. La quantité d'eau (eau liée et eau libre) contenue dans le bois est caractérisée par paramètre appelé « taux d'humidité du bois » et est définie comme le rapport :

$$H(\%) = \frac{(M_h - M_0)}{M_0} \times 100 \tag{I.1}$$

Ou ; *M_h* : masse de 1'échantillon humide

*M*_o : masse de 1'échantillon anhydre

Au cours du séchage du bois, c'est d'abord l'eau libre qui s'évapore. Le « point de saturation » du bois est atteint lorsque l'humidité est de *H*=30% environ. Le séchage continuant, c'est l'eau d'imprégnation qui commence à s'évaporer. Le bois « sec à 1'air » a une humidité de 13 à 17% suivant les saisons. On peut obtenir un état plus sec par séchage artificiel; en particulier, on atteint l'état anhydre après passage durant plusieurs heures dans une étuve à la Température de 100 à 105°C.

On conçoit donc qu'il existe un seuil de taux d'humidité pour lequel les sites d'adsorption sont saturés, et au-delà duquel l'eau supplémentaire se trouvera sous

forme libre, donc sans gonflement ultérieur. Il s'agit du point de saturation des fibres (PSF).

Le taux d'humidité au *PSF* est très variable suivant les essences, et se situe entre 25 et 35% d'humidité pour la plupart. On convient généralement de donner une valeur de 30% qui correspond globalement au comportement de la majorité des essences.

On caractérise les variations dimensionnelles du bois par sa rétractabilité B :

$$B(\%) = \frac{(V_H - V_0)}{V_0} \times 100 \tag{I.2}$$

Où V_H est le volume de l'échantillon au taux d'humidité H et V_0 le volume de l'échantillon anhydre (103°C en étuve pendant 48 h).



Humidité du bois (%)

Fig.I.3: Rétractabilité du bois en fonction du taux d'humidité

Les courbes de rétractabilité peuvent être schématisées comme sur la Figure I.3, avec une augmentation approximativement linéaire pour les taux d'humidité inférieurs au *PSF*, puis un plateau au-delà, mettant en évidence la saturation des sites d'adsorption de l'eau.

• Propriétés physiques du bois

Le Bois est un matériau anisotrope : ses propriétés varient selon la direction considérée (parallèle au fil du bois, perpendiculaire,...).

La figure I.4 montre les trois directions principales sur une section transversale d'arbre de bois.



Fig.I.4: Les directions principales du bois [Thibaut et al, 01]

On peut caractériser les bois par un certain nombre de propriétés :

La masse volumique

Tous les bois n'ont pas la même masse volumique ; certains sont légers (peuplier, épicéa,) et d'autres très lourds (chêne, ébène). La masse volumique varie non seulement d'une essence à l'autre, mais aussi au sein d'une même espèce. Ainsi, un mélèze lourd peut peser jusqu'à trois fois plus qu'un mélèze léger. La résistance du bois augmente généralement avec sa masse volumique; il faut donc toujours tenir compte de la densité des pièces et plus la porosité est importante, plus le bois sera léger, et moins il sera résistant, dur et stable. Il est alors nécessaire de prendre des précautions pour définir la masse volumique. Définissons la masse volumique apparente:

$$\rho_x = \frac{M_X}{V_X} \tag{I.3}$$

Où M_X et V_X sont la masse et le volume pour une humidité x.

La dilatation thermique

Le coefficient de dilatation caractérise l'augmentation relative de longueur d'un élément après un échauffement de 1°C. Dans le cas du bois, les déformations contraires à la dilatation sont particulièrement prononcées.

Dans les conditions normales de température, le bois accuse un retrait sous l'action de la chaleur ; cependant la dilatation thermique reste dans tous les cas plus faible que le rétrécissement du à la perte d'humidité, comprise entre 3% et 6% dans la direction longitudinale du bois **[Trouy et al, 01]**.

La conductivité thermique

Les valeurs de la conductivité thermique du bois et de ses dérivés sont largement inférieures à celles de la plupart des matériaux de construction utilisés dans les structures. Elles sont environ 10 fois plus faibles que celles du béton et 250 fois plus faibles que celle de 1'acier.

La conductivité thermique du bois dépend directement de sa densité, du taux d'humidité et de la direction considérée, soit parallèlement aux fibres (direction L), soit perpendiculairement à celles-ci (directions R et T).

Conductivité thermique λ en W/(m. o C)				
	1,5			
50				
175				
H =12%	H = 35%			
0,3	0,34			
0,2	0,16			
0,2	0,25			
0,13	0,12			
0,045	-			
	Condu H =12% 0,3 0,2 0,2 0,13 0,045			

Le tableau I.4 donne les valeurs moyennes de la conductivité thermique du bois et d'autres matériaux de constructions.

Tab.I.3: Conductivité thermique et coefficient de dilatation thermique de quelques essences de bois et matériaux de constructions [Trouy et al, 01].

• Propriétés mécaniques du bois

Toutes les propriétés du bois dépendent dans une certaine mesure de la quantité d'eau qu'il contient. Le bois vert peut contenir jusqu'à 50% d'eau. Par séchage a 1'air (entre 2 et 10 ans) ou par étuvage (quelques jours), cette quantité descend aux environs de 14%. Le bois subit alors un retrait, son module et sa résistance augmentent.

Pour limiter le gonflement du à l'humidité, il faut sécher le bois jusqu'au degré d'humidité qui assurera l'équilibre avec l'atmosphère dans laquelle il sera utilisé.

Les caractéristiques mécaniques des diverses espèces du bois sont données dans le tableau I.4. ci- dessous :

Tuna da bais	Masse	Module d'Young (Gpa)		Résistance(Mpa)		Ténacité,	
Type de bois	volumique			// aux fibres		MPa/m	
Bois	M g / m ³	// aux fibres	⊥ _{aux} fibres	traction	compression	// aux fibres	⊥ _{aux} fibres
Balsa	0.1-03	4	0.2	23	-	0.05	-
Acajou	0.53	13.5	0.8	90	46	0.25	1.2
Sapin Douglas	0.55	16.4	1,1	70	42	0,34	6.3
Pin d'Ecosse	0.55	16.3	0.8	89	47	0.35	6.2
Bouleau	0.62	16.3	0.9	-	-	0.56	6.1
Frêne	0.67	15.8	1./	116	53	0.61	-
Chêne	0.69	16.6	1.0	97	52	0.51	9.0
Hêtre	0.75	16.7	1.5	-	-	0.95	4.0

Tab.I.4: Propriétés mécaniques des bois [Trouy et al, 01].

- Elasticité

Le bois est constitué de fibres orientées dans le sens longitudinal du tronc. Il en résulte que le bois est un matériau anisotrope.

En mécanique du bois, on considère que c'est un matériau à symétrie orthotrope (trois plans de symétrie). Suffisamment loin du centre du tronc, les plans radiaux (LR), tangentiel (LT) et la coupe longitudinale (RT) peuvent être considérés comme des plans de symétrie (Fig. I.5).



Fig.I.5 : Repère orthotrope. On a trois plans de symétrie : en vert la coupe longitudinale (RT), en rouge le plan tangentiel (LT), et en bleu le plan radial (LR).

- Comportement non- élastique

Quand le bois est chargé au-delà de la région élastique, cela conduit à des changements irréversibles dans le matériau. Les limites de proportionnalité à la compression et à la traction sont différentes.

Au-dessus de la limite d'élasticité le bois ne se comporte plus linéairement, son comportement est influencé par différents facteurs (la densité, l'humidité, la température et la durée de chargement).

- La dureté

La dureté caractérise la résistance opposée par le bois à la pénétration d'une pointe ; elle varie selon les essences, mais on considère en général que plus les couches annuelles de croissances de l'arbre (cernes) sont étroites, plus le bois est dur.

- Résineux : on distingue les durs comme le pin laricio, pin maritime et pin noir d'Autriche; les mi-durs comme le pin sylvestre, mélèze et douglas ; et les tendres comme l'épicia et sapin.
- Feuillus : on distingue les très durs comme le charme, bois exotique ; le mi-dur comme le châtaignier, le hêtre, le chêne et ou le tendre comme le peuplier.

2.2. Les traitements chimiques du bois massif

Pour une utilisation prolongée et un fonctionnement optimal, le bois requiert des traitements destinés à limiter son gonflement (stabilisation) et à améliorer sa durabilité face aux agents biologiques (préservation). On assiste actuellement à un intérêt croissant pour les nouvelles méthodes de traitement du bois, comme l'attestent les récents congrès à ce sujet **[Van Acker et al, 2003]** et **[Militz et al, 2005].**

Nous nous intéressons dans ce paragraphe uniquement aux différents types de traitements chimiques du bois massif.

2.2.1 Traitements chimiques de préservation

Il existe trois grandes classes de produits de préservation : les huiles, les produits chimiques solubles dans l'eau et les produits chimiques solubles dans des solvants organiques volatils. Les produits de préservation les plus employés sont la créosote, le pentachlorophénol, et le CCA (chrome, cuivre, arsenic).

Ces deux derniers produits sont employés notamment pour le traitement de poteaux de bois en utilisation extérieure. Pour les utilisations dans le cadre privé, ces produits sont actuellement interdits.

2.2.2 Traitements chimiques de stabilisation

Il existe un grand nombre de traitements chimiques destinés à la stabilisation du bois. On peut citer les produits et les traitements suivants :

 <u>L'hydroxy méthylation</u>: c'est un traitement au formaldéhyde il permet d'induire un pontage chimique entre les chaînes de cellulose. Le but est d'obtenir une réticulation du matériau. Ce traitement consiste à introduire du formol dans la paroi cellulaire. Cette molécule de petite taille peut s'insérer entre les composants et joindre deux sites hydroxyle voisins selon la réaction suivante:

$$2 \operatorname{Bois-OH} + \operatorname{HCOH} + \operatorname{Bois-O-CH}_2 - \operatorname{O-Bois}$$
(I.4)

On a à la fois diminution des sites hydroxyle disponibles pour l'adsorption de molécules d'eau et pontage moléculaire. Ceci explique l'efficacité du traitement pour limiter l'accès des molécules d'eau aux sites de fixation malgré une augmentation de poids très faible. L'inconvénient de ce traitement est la toxicité élevée du formaldéhyde, qui rend le travail de stabilisation du bois dangereux.

 <u>L'acétylation</u>: permet d'améliorer la stabilité dimensionnelle du bois par réaction chimique avec les groupes hydroxyle des constituants du bois. Les sites hydroxyle libres sont remplacés par des groupements acétyle. Ces groupements sont plus gros que les groupements hydroxyle, d'où une augmentation de masse importante : jusqu'à 18% pour les feuillus et 25% pour les résineux. L'efficacité de l'acétylation est importante puisqu'elle peut atteindre des stabilisations allant jusqu'à 70% [Kollman, 1984] et [Gril, 1988] :

$$Bois-OH + CH_3-CO-O-CO-CH_3 + Bois-O-CO-CH_3 + CH_3-CO-OH$$
(I.5)

Obataya et al. **[Obataya et al, 2002a]** notent que l'efficacité de l'acétylation reste limitée à haute humidité relative, car il est difficile de remplacer tous les sites d'adsorption actifs avec des groupements acétyle. Ces auteurs suggèrent l'utilisation d'un mélange d'anhydride acétique et de penta acétate de glucose dans le rapport de masse de 80/20 pour améliorer le traitement et la stabilité dimensionnelle à humidité relative élevée.

- 3. <u>La furfurylation</u>: consiste à utiliser l'alcool furfurylique. A partir de sousproduits de l'agriculture contenant beaucoup de pentosanes, il est possible de produire du furfural. Le furfural peut à son tour être transformé en alcool furfùrylique. Ces molécules sont suffisamment petites et polaires pour pénétrer dans la paroi cellulaire où elles peuvent être polymérisées par élévation de température. Le composite bois - polymère obtenu présente une stabilité dimensionnelle élevée et une bonne résistance aux acides et aux bases. [**Baysal et al, 2004**], ont associé la furfurylation et le traitement au bore pour obtenir à la fois une meilleure stabilité et une meilleure préservation.
- 4. <u>L'imprégnation de solutions salines</u> : Le retrait est diminué par deux mécanismes différents. Premièrement, il y a une diminution de la pression partielle en eau dans les cellules, liée à la présence de sels qui modifient l'équilibre de vapeur

d'eau. Deuxièmement, il y a stabilisation de la paroi cellulaire. Le même principe de traitement a été envisagé avec des sucres. Mais il a été abandonné car il favorisait la prolifération d'organismes qui se nourrissent de sucres.

5. <u>L'imprégnation de polyéthylène glycol</u> (PEG) : peut s'appliquer au bois vert. Le PEG est susceptible de remplacer toute l'eau et de maintenir la paroi cellulaire à l'état "gonflé". Des imprégnations de résines ou de cires peuvent également être employées. Les résines hydrophobes vont simplement remplir les porosités du bois.

[Ohmae et al, 2002] suggèrent de classer les différents traitements de stabilisation en trois catégories, en fonction de leur action sur la structure de la cellule :

- Par modification chimique et/ou imprégnation de la paroi cellulaire (acétylation, formalisation, traitements thermiques)
- Par imprégnation de la paroi et revêtement de la surface des lumens (imprégnation au PEG)
- Ou par remplissage des lumens avec paroi cellulaire non modifiée (composites bois-plastiques)

Ces auteurs montrent que suivant la catégorie de traitements, le gonflement total du bois et l'anisotropie du gonflement sont différents.

3. Le bois de palmier dattier

3.1. Généralités

Le palmier dattier dénommé par Linné depuis 1734 (Phoenix dactylifera), plante angiosperme, monocotylédone, classée dans le groupe des Spadiciflores est l'un des arbres fruitiers le plus anciennement cultivé dans le monde [Kriker et al, 2005] ; [Bessas et al, 2008], il est rustique, s'adapte aux régions les plus arides du monde et constitue la principale source de vie de la population saharienne [Chehma et al, 2000]. Cette espèce se trouve principalement dans la région afro-asiatique [Kriker et al, 2005], et est une composante essentielle de l'écosystème oasien; grâce à son adaptation aux conditions climatiques, la haute valeur nutritive de ses fruits et les multiples utilisations de ses produits [Bousdira, 2006]. Le Phoenix est une plante dioïque, dont on trouve donc à la fois des palmiers mâles et femelles [Kriker et al, 2005] ; [Bousdira, 2006].

Beaucoup d'auteurs considèrent le palmier dattier comme source de matières premières pour des applications industrielles [Kriker et al, 2005] ; [Rhouma et al, 2008] ; [Abdel-Azim et al, 1997] ; [Kristova et al, 2005] ; [Khiari et al, 2010]. On distingue dans la littérature cinq parties du bois de palmier, il s'agit de folioles, du rachis, du bois de tronc, de pétioles et de la grappe [Kriker et al, 2005] ; [Agoudgil et al, 2011].

Dans cette partie, on présente une revue bibliographique sur le palmier

dattier. Le premier paragraphe est consacré à une étude morphologique du palmier, les sous-produits, les fibres et les variétés de palmier. Dans le deuxième paragraphe, on parle des travaux réalisés dans la littérature, sur le palmier dattier.

3.2. Caractéristiques morphologiques et botaniques

Le palmier dattier appartient à la classe des monocotylédones (une feuille embryonnaire dans la graine). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce). Le bois de palmier présente une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres **[Trouy-Triboulot et al, 2001].**

En effet, Le palmier est une herbe géante de 20 à 30m de hauteur, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles, les feuilles sont pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles **[Bessas et al, 08]**



Fig.I.6 : Différentes parties d'un palmier dattier [Kriker et al, 2005]

Le palmier dattier est une espèce monocotylédone arborescente, selon la littérature **[Bessas et al, 2008]**. On distingue plusieurs parties du palmier dattier.

3.2.1 Le stipe ou tronc

C'est un tronc non ramifié, monopodique, il a un port élancé de couleur brune, lignifié, recouvert des bases des pétioles des anciennes palmes desséchées. La hauteur du stipe peut dépasser vingt mètres (figure I.6). Ce stipe est doté d'un seul bourgeon terminal assurant sa croissance en longueur. Ce bourgeon terminal initie des palmes (frondes), des bourgeons végétatifs et des inflorescences, il est généralement cylindrique. L'enveloppe extérieure, l'écorce, n'est qu'une expansion de la base des pétioles des feuilles **[Flourens, 2002]**.

Les fibres des pétioles ne forment pas un tissu comme dans le bois ordinaire. Ce tissu présente des couches assez semblables à des toiles d'araignées (elles sont placées sans ordre, les unes à côté des autres). Le tronc n'est composée que des fibres pétiolaires superposées de l'intérieur à l'extérieur **[H.L; 1809]**. Ceci explique que le bois est plus dur à l'extérieur qu'à l'intérieur **[Keramat et al, 2008]**.

3.2.2 Palme ou feuille

La palme ou « Djérid » (figure I.7) est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole. Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses, et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide **[Peyron, 2000]**.

Chaque année, le palmier dattier produit un certain nombre de palmes à partir du bourgeon et perd un nombre similaire de palmes par dessèchement **[Peyron, 2000]**, **[Munier, 2005]**.



Fig.I.7 : Schéma d'une palme de palmier dattier [Bessas et al, 2008].

3.3. Fibres de bois palmier dattier

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant quatre types de fibres **[Abdelouahed, 2005]:**

- Fibres de bois de tronc.
- Fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- Fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- Fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- Fibres de liffe (entre le Kornef et le tronc : bourre fibreuse appelée liffe).

La figure I.8 présente une micrographie de la fibre de palmier dattier par MEB



Fig.I.8 : Micrographie d'une fibre de palmier dattier [*Amina et al*, 2009]

A l'échelle microscopique, la fibre de palmier dattier se compose d'une couche externe appelée mur primaire, ce mur encercle une autre couche, qui est le mur secondaire. Le mur secondaire est constitué de trois couches, ces dernières relient le mur secondaire au lumen. Chaque mur se compose de micros fibrilles cristallines à base de cellulose réunies entre elles par la lignine et l'hémicellulose qui sont amorphes.

L'angle entre l'axe de fibre et les micros fibrilles s'appelle l'angle micro fibrillaire ou l'angle spiral, qui conditionne la rigidité de la fibre. Si les micros fibrilles sont orientées en spirale à l'axe de fibre, ce dernier est plus malléable. En revanche, si les micros fibrilles sont parallèles à l'axe de la fibre, les fibres sont rigide, inflexible, et ont une résistance à la traction élevée **[Trouy-Triboulot et al, 2001]**.

3.4. Sous-produits de palmier

En plus de sa production de dattes pour l'alimentation humaine, le palmier dattier offre une large gamme de sous-produits exploités par la production saharienne, à savoir **[Chehma et al, 2001]** :

- Le vinaigre, l'alcool et les levures, par fermentation microbiologique des dattes communes;
- Farine de dattes utilisées dans la panification;
- Jus de dattes, par extraction, utilisé comme sucrerie;
- Tronc d'arbre, utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle, bois de chauffage et charpentes de bâtiments;
- Palmes sèches, utilisées comme clôtures, brises vent, dans la confection de couffins, de chapeau; etc., elles peuvent même être utilisées dans l'industrie du papier;
- Les régimes de dattes, comme balais traditionnels, et comme combustibles;
- Le liffe pour la confection des semelles de sandales;
- Le lacmi, boisson très recherchée par la population locale, représentant la sève qui s'écoule du stipe.

3.4.1. Répartition géographique de phoeniculture et sous-produits

• Dans le monde

Selon la littérature **[Agoudgil et al, 2011] ; [Abdelouahed, 2005] ; [Rougeulle, 1982]** et **[Chehma et al, 2000]**, l'effectif total mondial des palmiers dattiers est estimé à plus de 150 Millions d'arbres répartis sur une surface estimée à environ 900 000 hectares dont 579 000 hectares (72%) dans le monde arabo-musulman.

Cet effectif est réparti dans trente pays différents et environ 100 millions se trouvent dans les pays arabes. Les palmes sèches et fraîches sont coupées chaque année. Une estimation annuelle des palmes découpées est évaluée à 1,5 Millions de tonnes.

L'Iran occupe la première place quant au nombre de palmiers suivi de l'Iraq puis viennent les Emirats arabes unies et enfin l'Arabie saoudite. A l'échelle mondiale, la Tunisie occupe le 12^e rang et se situe au 4^e rang pour les pays du Maghreb.

• En Tunisie

En Tunisie, les palmeraies couvrent aujourd'hui une superficie totale d'environ 33 000 ha localisés en particulier dans les gouvernorats de Tozeur, Kébili, Gafsa et Gabès du sud Tunisien dont environ 45% de palmerais traditionnelles. Les oasis tunisiennes comptent environ 4.3 Millions de palmier dattier (pieds).

Plus de *300* cultivars y sont recensés **[Mzali et al, 2002]** dont la variété Deglet nour qui montre sa prévalence parmi les autres. Elle est constituée de 2,64 millions de pieds (environ *60%* de l'effectif total). Les autres variétés sont Alig avec 7% de l'effectif total et les *33%* qui restent sont des variétés dites communes comme : Kenta, Bisr, Arechti, Bouhattem etc **[Rhouma, 2005].**

Le tonnage de la partie consommable des palmes sèches est environ de 65 000 tonnes de palmes sèches / an. La répartition régionale de cet effectif est détaillée dans le tableau suivant (Tab.I.5)

Région	Superficie (ha)	%	Effectif (pieds)	%
-				
Kébili	15960	48,57	2092000	48,54
Tozeur	8100	24,65	1 584 000	36,75
Gabès	6940	21,12	445 000	10,32
Gafsa	1860	5,66	189 000	4,39
Total	32860	100	4310000	100

Tab.I.5 : Répartition géographique de la phoeniculture en Tunisie [Rhouma, 2005]

4. La chaux de construction

La chaux et le plâtre sont deux matériaux ancestraux dans le domaine de la construction. Du XII^e au XIX^e siècle la chaux a connu son heure de gloire dans le bâtiment. Le terme « chaux » désigne un produit issu de la calcination du calcaire On la trouve sous forme de chaux éteinte pouvant être aérienne ou hydraulique.

Ces deux types de chaux éteintes se différencient notamment par la composition de la matière première utilisée, ainsi que par des mécanismes de durcissement. Elles sont règlementées par la norme NF EN 459-1.

4.1. Les chaux aériennes (CL ou DL)

Produites à base de calcaire pur (> 90 %), elles sèchent très lentement au contact de l'air et doivent donc être utilisées en milieux secs.

4.2. Les chaux naturelles (NHL)

Produites par calcination de calcaire plus ou moins argileux ou siliceux, les NHL ont la propriété de faire prise et de durcir en présence d'eau et au contact de l'air. Selon la composition du calcaire utilisé pour leur fabrication, elles peuvent avoir des propriétés aériennes plus ou moins importantes.

La Chaux Hydraulique Naturelle développe des résistances mécaniques à 28 jours déterminées par 3 classes *NHL 2, NHL 3,5* et *NHL 5* (figure I.9). Cette montée en résistance progressive lui permet d'améliorer la pérennité des ouvrages et d'être appliquée en couche épaisse.



Fig.I.9 : Les 3 classes de résistance des Chaux Hydrauliques Naturelles selon la norme des chaux de construction NF EN 459-1

4.3. Hydratation et prise de la chaux

La chaux hydraulique naturelle est un liant hydraulique en poudre, partiellement hydraté, qui est issu de la cuisson d'un calcaire siliceux contenant entre 15 et 20% d'argile appelé marne (Figure I.10).

Aux températures de cuisson (approx. *1200°C*), le calcium se combine avec ces éléments pour former des silicates, des aluminates et des ferro-aluminates de calcium.

Au contact de l'eau, lors de l'extinction de la chaux vive, et surtout pendant la mise en œuvre des mortiers, ces molécules forment des hydrates insolubles.

C'est après la mise en œuvre que la chaux et les hydrates vont entrer en réaction avec de l'air humide pour produire du carbonate de calcium et de la silice d'origine. C'est la partie aérienne de la prise. Le rapport entre différents composants associés à l'argile et la part en chaux définit l'indice d'hydraulicité.



Fig.I.10 : Cycle de la chaux hydraulique naturelle

5. Les matériaux composites

Les matériaux composites sont définis comme la constitution de l'assemblage de deux matériaux de nature différente, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément (Berthelot, 1992). D'une manière générale on distingue deux phases : une phase continue appelée la matrice et une phase discontinue appelée le renfort ou matériau renforçant. Le matériau qui nous concerne est constitué de fibres qui se présentent sous forme discontinue, ce sont les fibres dites courtes. Le liant est le constituant qui enrobe les fibres. Ces dernières agissent en général comme un renfort dont l'orientation détermine l'anisotropie du matériau. Cet aspect constitue une des caractéristiques fondamentales des matériaux composites. On utilise depuis longtemps les fibres synthétiques comme renforts de polymères pour améliorer les propriétés mécaniques de ces derniers. Elles ont rencontré un large succès car elles sont peu coûteuses, faciles à mettre en œuvre et possèdent des propriétés mécaniques. Depuis quelques années, elles s'avèrent dangereuses pour l'être humain et son environnement. Les contraintes environnementales et les nouvelles règlementations conduisent à mettre au point de nouveaux matériaux à partir de

ressources renouvelables.

Dans ce contexte, les composites renforcés avec des fibres naturelles connaissent un regain important d'autant qu'ils ne manquent pas d'atouts :

- Un coût généralement peu élevé.
- Une densité relativement faible.
- Une biodégradabilité remarquable.
- Une disponibilité importante et renouvelable.
- Une mise en œuvre aisée.
- Une possibilité de recyclage.
- Un bon comportement énergétique.

On peut tout de suite remarquer l'importance de ces atouts dans le secteur qui va nous préoccuper dans ce travail à savoir le Bâtiment. Les fibres naturelles commencent à s'imposer dans le domaine des éco-matériaux de constructions où elles sont utilisées comme isolants. Ainsi, la laine de chanvre remplace la laine de verre et la chènevotte est utilisée pour ses propriétés isolantes, acoustiques et hygrométriques. On peut mélanger des particules de chanvre broyé à un liant à base de chaux pour confectionner des mortiers et des bétons dont la porosité permet d'obtenir de bonnes propriétés thermiques. Outre l'isolation en toiture, le béton de chanvre est utilisé pour la réalisation de dalles isolantes ou le montage de murs. Si l'on analyse la problématique sous l'angle des gaz à effet de serre, les fibres végétales stockent le carbone pendant la durée de vie du bâtiment soit une centaine d'années. Les isolants naturels ont donc des qualités environnementales remarquables et demandent peu d'énergie grise pour leur fabrication et leur recyclabilité. Ce sont là des pistes importantes qui confortent les choix que nous avons faits.

Mais elles ont d'autres caractéristiques plus complexes à prendre en compte. Les fibres naturelles sont à base de lignocellulose et constituées de groupes hydroxyles ce qui leur confère un caractère hydrophile ; elles ne sont, par exemple, pas compatibles avec les thermoplastiques de nature hydrophobe et résistent mal à l'humidité. Les fonctions hydroxyles engendrent des liaisons hydrogènes entre les chaînes de cellulose ce qui entraîne des agrégats et donc une mauvaise dispersion des fibres et un matériau hétérogène. C'est un obstacle majeur qu'on ne devrait pas rencontrer dans notre cas puisque notre bio-matériau est élaboré à base de chaux.

L'autre difficulté rencontrée avec les fibres naturelles est la dispersion des fibres au moment de la mise en œuvre du matériau composite, ce qui réduit les apports de ces dernières.

Enfin, le problème de l'interaction entre les fibres et le liant ; c'est pourquoi, il est indispensable de maîtriser les réactions chimiques au de l'interface fibres-liant. Heureusement, il est possible de recourir à des traitements adaptés qui permettent d'améliorer l'adhésion des fibres à la matrice et de limiter l'absorption d'humidité. On décrira plus loin les différents traitements rencontrés dans la littérature. Les différents matériaux composites sont définis à partir d'une matrice et de renforts dont les caractéristiques peuvent être très différentes. Ainsi les géométries des renforts peuvent être adaptées aux propriétés requises et prendre différents aspects : des particules, des fibres de longueur variable ou bien encore de plaquettes. Bien entendu, il est aisé de comprendre que ce renforcement induit un niveau d'hétérogénéité important. Plusieurs paramètres tels que la disposition des fibres ou leur forme induisent une anisotropie conséquente. Il est indispensable de bien connaître les propriétés des fibres pour établir un lien entre la structure de ces fibres et les propriétés dans le matériau composite. Par ailleurs, l'origine et le mode d'extraction des fibres induisent des variations des propriétés structurales qui viennent modifier leurs propriétés mécaniques et thermiques. Dès lors on comprend que le choix du procédé de fabrication sera déterminant car il conditionne l'orientation des fibres et leur comportement au niveau microscopique.

Finalement, la mise au point d'un composite à base de fibres naturelles repose sur les étapes suivantes :

- Le choix de la fibre, influencé par les propriétés (mécaniques, thermiques, sensibilité à l'eau,...)
- La processabilité et le coût qui dépendent de la nature et du traitement subi.
- Le choix de la matrice
- La formulation du mélange
- Le procédé d'élaboration
- Le procédé de mise en forme.

On distingue les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories.Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés en composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices. En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à fibres continues ou discontinues et les matériaux composites à particules de différentes formes. [Ehrenstein, 2000].

5.1. Matériaux composites à bases de fibres naturelles

Les fibres naturelles ont une longue histoire. Les fibres naturelles sont d'origine animale (laine, soie) ou végétale (coton, lin, jute, coco, bois ...). Depuis longtemps, on associe les fibres végétales à des matériaux de construction. L'homme les utilise depuis des milliers d'années ; très tôt, on a mélangé de la paille avec de l'argile pour élever des parois. En Chine, il y a 2000 ans, les premiers papiers étaient à base de chanvre et de mûrier. Mais depuis peu, les industriels portent un intérêt à ces fibres comme moyen de remplacement des fibres de carbone ou de verre. Il existe une grande variété de fibres agricoles.

Les fibres naturelles contiennent essentiellement de la cellulose, de l'hémicellulose et la lignine. Les proportions d'holocellulose (Cellulose + hémicellulose) et lignine varient selon les fibres. En simplifiant, une fibre est un matériau composite multi-couches dont la lignine serait la matrice. Leur composition dépend des conditions de croissance, de l'âge des végétaux, des conditions climatiques et d'autres facteurs.

D'une manière générale, l'utilisation de fibres naturelles comme renforts de matériaux composites se justifie pour valoriser une ressource locale dans des pays industrialisés ou peu industrialisés. Les composites à fibres naturelles ouvrent de nouveaux débouchés aux produits agricoles et développent des matériaux et des technologies prenant en compte l'impact sur l'environnement.

Les fibres naturelles sont produites et se recyclent naturellement sur terre depuis des millions d'années (matériaux biodégradables et renouvelables par culture).

Le choix des fibres provenant d'un milieu naturel et présentant des performances mécaniques intéressantes est guidé par leur origine, leur fonction et leur disponibilité : une fibre naturelle est considérée comme disponible si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser une production industrielle.

Bien que les matériaux composites soient souvent présentés comme originaux et innovants, le milieu naturel en offre déjà un large panel, que ce soit dans le monde végétal ou dans le monde animal. Une multitude de matériaux naturels, les uns rigides mais légers, comme les coquilles de noix, et les autres souples mais résistants, comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leur structure composite.

Un matériau est dit biodégradable s'il est totalement décomposé par des microorganismes (des bactéries par exemple). Les fibres naturelles sont biodégradables et doivent le rester à la suite des traitements qu'elles subissent pour une application de renfort d'un matériau composite (la vitesse de dégradation peut être modifiée). Le résultat de cette décomposition est la formation d'eau, de dioxyde de carbone et/ou de méthane et éventuellement de sous-produits non toxiques pour l'environnement. Ces fibres sont considérées comme neutres vis-à-vis des émissions de *CO*₂ dans l'atmosphère puisque leur combustion ou leur biodégradation ne produit qu'une quantité de dioxyde de carbone égale à celle que la plante a absorbé pendant sa croissance.

Les objets en composites à fibres naturelles sont donc plus faciles à recycler et, si leur matrice est biodégradable (bio polymères), ils sont compostables après broyage. Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont actuellement en cours de développement pour remplacer les matériaux traditionnels; leurs applications sont encore limitées mais devraient s'élargir dans le futur, notamment dans le domaine de la construction.

Le tableau I.6 présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites.

La biodégradabilité des fibres peut être considérée comme un avantage ou un inconvénient. Pour le recyclage, c'est un avantage.

Par ailleurs, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée, tout matériau étant voué à devenir déchet. L'utilisation de ce type de matériau impose, par une conception réfléchie, de placer la structure en matériaux composites en dehors des conditions de biodégradabilité. Cette démarche est appliquée depuis longtemps pour des ouvrages en bois.

Avantages				
- Faible coût	- Propriétés mécaniques spécifiques importantes			
- Non abrasif pour les outillages.	(résistance et rigidité). - Biodégradabilité. - Neutre pour l'émission de CO ₂ - Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres			
- Demande peu d'énergie pour être produite - Pas de résidus après incinération				
- Bon isolant thermique et acoustique				
	- Ressource renouvelable.			
Inconvénients				
- Faible stabilité dimensionnelle	- Absorption d'eau.			
- Faible tenue thermique (200 à 230°C max).	- Biodégradabilité			
-Fibres anisotropes	-Variation de qualité en fonction du lieu de			
-Fibres anisotropes Pour des applications	Croissance, des conditions météorologiques			
maustrienes, necessite de gestion à un Stock	- Renfort discontinu			

Tab.I.6 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux
composites

5.2. Matrice minérale et fibres

Dans le domaine de l'habitat, le torchis est considéré comme le premier matériau composite de l'histoire. Il est composé d'une matrice plastique (terre) et de renforts (fibres végétales). C'était le matériau de construction des habitations dès le néolithique. Les Celtes l'ont utilisé pour construire les murs de leurs maisons. Le torchis est une technique de construction du type ossature-remplissage. Traditionnellement, l'ossature porteuse principale est constituée de solives en bois, complétée par un clayonnage à base de bois, qui sont de petits morceaux de bois de châtaignier appelés fuseaux, joncs, roseaux ou bambous.

Ces fuseaux sont enroulés d'un mélange de terre à l'état plastique auquel sont souvent ajoutées des fibres végétales ou animales. Seule l'ossature joue un rôle structurel. Le mélange en torchis ne détient pas de fonction porteuse. En Europe, le torchis a été remplacé par la technique de la terre-paille qui n'utilise pas de clayonnage. En Amérique latine, de nombreuses constructions humbles sont encore construites avec du torchis sur un clayonnage de bambou (« bahareque » en Colombie).

Malheureusement, sous les tropiques, un insecte qui propage la terrible maladie de Chagas (trypanosomiase américaine) se développe dans les murs de torchis et condamne toute promotion de cette technique dans les zones de basse altitude où cet insecte peut prospérer.

Enfin, les fibres végétales telles le chanvre sont utilisées dans le bâtiment et la construction : la fibre pour l'isolation et la chènevotte (partie boisée du chanvre) en mélange avec des chaux ou des liants spécifiques pour confectionner des mortiers, des bétons de chanvre, ou des briques de chanvre. Les bétons de chanvre permettent de réguler l'hydrothermie et de garantir un confort d'isolation thermique.

Une précision doit être apportée sur la désignation « béton de chanvre » qui correspond en fait à des mélanges de type chaux-chènevotte. Ils sont faciles à utiliser et apportent une correction acoustique. La chènevotte peut être exploitée dans tous les domaines de la construction : chapes de ragréage, murs, doublages, cloisons, isolation de toiture et enduits.

La majorité des travaux portent sur l'association du bois avec un ciment ou même un béton, sans doute à cause de leurs nombreuses applications structurales dans la construction.

Le but recherché dans la plupart des cas est d'apporter un renfort mécanique en introduisant des « fibres », terme emprunté à la science des composites. Il s'agit également de remplacer les fibres d'amiante, dont les effets dangereux pour l'organisme ont été montrés.

L'intérêt est de plus d'utiliser des matériaux cellulosiques de rebut (chutes, copeaux, papier,...) afin d'apporter un moyen de les valoriser.

Depuis l'antiquité, les fibres naturelles ont été utilisées comme renfort dans diverses applications (habitation, poteries...). Cependant, c'est seulement ces vingt dernières années qu'elles suscitent un engouement dans le secteur des composites à base cimentaire, que ce soit dans le domaine du bâtiment ou en science des matériaux
[Canovas, 1992]

6. Caractérisation thermique des matériaux isolants

6.1. Introduction

Les objectifs visés dans ce travail ciblent le domaine des éco-matériaux de constructions où le caractère isolant des fibres naturelles est essentiel. Il est donc indispensable de connaître parfaitement leur comportement thermique. La conduction thermique dans un milieu hétérogène est un sujet difficile ; en effet la définition classique de la conductivité pour un matériau isotrope et homogène ne convient plus dés lors que l'on se trouve dans le cas d'un matériau polyphasique comme celui qui fait l'objet de cette étude. Les moyens de caractérisation thermique sont nombreux. C'est pourquoi, compte tenu des fonctionnalités imposées à notre matériau, nous nous limiterons à une présentation de méthodes applicables à la caractérisation d'échantillons épais dans une plage de températures ambiantes.

Ce paragraphe se propose dans un premier temps de faire quelques rappels sur les propriétés thermiques des matériaux. Dans un second temps il s'agira de décrire les différents procédés, techniques et modèles rencontrés dans la littérature pour caractériser ces grandeurs thermophysiques.

6.2. Propriétés thermiques

D'un point de vue strictement thermique, quatre propriétés intrinsèques caractérisent un matériau : la conductivité thermique, la capacité calorifique, la diffusivité thermique et l'effusivité thermique.

Parmi ces dernières, deux seulement sont indépendantes. En conséquence, la connaissance de deux d'entre elles suffit à la déduction des deux autres.

6.2.1 La conductivité thermique

La conductivité thermique traduit la puissance thermique surfacique transmise par unité de longueur du matériau soumis à une différence de température d'un Kelvin et s'exprime en $W. m^{-1} K^{-1}$. Pour un matériau homogène et isotrope, si $\vec{\Phi}$ est la densité de flux thermique et *T* la température, la conductivité thermique est définie à partir de la loi de fourrier par :

$$\vec{\Phi} = -\lambda \vec{grad} T \tag{I.6}$$

6.2.2 La capacité calorifique

La capacité calorifique massique à pression constante C_p s'exprime en *J.* Kg^{-1} . K^{-1} et peut être assimilée à la quantité d'énergie à apporter à un kilogramme de matière pour élever sa température d'un Kelvin. Cette propriété reflète donc l'aptitude du matériau à emmagasiner de l'énergie et à restituer la chaleur. En métrologie thermique, la capacité calorifique apparaît souvent sous la forme d'une capacité volumique qui s'exprime donc par le produit ρc en $J.m^{-3}$. K^{-1} en faisant intervenir la masse volumique ρ du matériau.

6.2.3 La diffusivité thermique

La diffusivité thermique notée *a* exprimée en m^2 . s^{-1} est la grandeur qui régit le comportement thermique d'un matériau en régime transitoire Elle caractérise l'aptitude du matériau à transmettre la chaleur plus ou moins rapidement. Cette grandeur est reliée à la conductivité thermique et à la capacité calorifique volumique par la relation :

$$a = \frac{\lambda}{\rho c} \tag{I.7}$$

6.2.4 L'effusivité thermique

L'effusivité thermique $E en J. K^{-1}. m^2. s^{-(1/2)}$ traduit la capacité d'un matériau à échanger de la chaleur avec son environnement. Plus précisément, cette propriété rend compte de la sensibilité de la température de surface d'un matériau à une variation du flux de chaleur reçu par cette surface. Ainsi, un matériau très conducteur et très capacitif aura une température de surface peu sensible à des variations de flux et sera donc très effusif. Cette propriété est reliée à la conductivité thermique et à la capacité calorifique volumique par la relation :

$$E = \sqrt{\lambda \rho c} \tag{I.8}$$

6.2.5 Techniques de mesure des propriétés thermiques

Il existe dans la littérature des travaux qui recensent plusieurs méthodes permettant la mesure des propriétés thermo physiques des matériaux **[Akahane et al,1987],[Preethy,2000]**. Ces techniques de mesure dites conventionnelles permettent la connaissance d'un seul paramètre à la fois. La conductivité thermique est déterminée à partir de la mesure d'une différence de température et du flux thermique en régime stationnaire **[Sun, 2001],[Cull,1974]**. En revanche, la diffusivité thermique est obtenue en régime transitoire par la mesure d'une seule température rapidement variable au cours du temps. Cette méthode de mesure est nommée généralement « méthode flash » **[TangKwor,1998], [Parker et al, 1961], [Hladik, 1969],[Degiovani, 1977].**

La connaissance de la masse volumique, de la conductivité et de la diffusivité thermique de l'échantillon permet de retrouver sa capacité thermique. Toutefois, peu de techniques permettent la mesure simultanée de la conductivité et de la diffusivité thermique **[TangKwor,1998],[Hladik, 1969]**.. L'utilisation du laser comme source d'excitation a permis l'apparition de nouvelles techniques de mesures appelées méthodes photo-thermiques. Leur principe consiste à soumettre un échantillon à une excitation en régime périodique. La mesure de la température en plusieurs points permet d'obtenir le déphasage entre l'endroit mesuré et la source ou entre des mesures réalisées en des points différents.

En 1979, Gustafsson et al présentent une méthode de mesure transitoire permettant la caractérisation simultanée de la conductivité et de la diffusivité thermique **[Gustaffon et al, 1979]**. Cette méthode de mesure nommée THS (Transient Hot Strip) est utilisée pour tous les matériaux qui ne conduisent pas l'électricité **[Gustaffon et al, 1979],[Gustaffon et al, 1987]**. D'autres améliorations sur la technique et la méthode de mesure seront apportées par Gustafsson et al et donnent naissance à la méthode de mesure TPS (Transient Plane Source) qui peut être appelée aussi méthode du disque chaud (Hot Disk) **[TangKwor, 1998], [Parker et al, 1961]**. La propagation de la chaleur est détectée par un microphone dans le cas de la méthode photo-acoustique **[Hladik, 1969]**.

6.2.5 Propriétés thermiques de quelques matériaux

Sur la Figure I.12 on présente les caractéristiques de quelques matériaux **[Edwards, 1969]** : le diagramme indique leur conductivité, capacité volumique, diffusivité et effusivité thermiques.



Fig. I.11 : Propriétés thermiques de quelques matériaux.

La zone où se concentrent les gaz est bien spécifique dans la partie inférieure gauche du graphique. Elle regroupe les composés légers (à quelques exceptions) dont l'air. La plupart des matériaux solides se situent dans la partie supérieure avec un $\rho_c > 10^6 J. m^{-3} . K^{-1}$. Par ailleurs, dans la partie droite représentant les matériaux les plus conducteurs se trouvent les métaux comme l'aluminium. Dans une z o n e intermédiaire, pour des valeurs de conductivités comprises entre 1 et 10 $W. m^{-1}. K^{-1}$, se trouvent les céramiques ou encore des dérivés de la silice par exemple. Au-dessous de $1W. m^{-1}. K^{-1}$ se trouvent des matériaux qui peuvent être qualifiés d'isolants comme les matériaux du bâtiment, béton, bois, ou les plastiques homogènes. Pour des conductivités inférieures à $0,1 \ W. \ m^{-1}$. K^{-1} , les matériaux commencent à devenir faiblement capacitifs ; on rencontre là essentiellement des mousses de polymères, des mousses de silice et des matériaux à base de fibres de bois.

6.3. Approche générale en métrologie thermique

Pour caractériser thermiquement un matériau, on mesure la réponse de ce dernier à une perturbation thermique exercée qui peut être un flux de chaleur ou bien une ou plusieurs contraintes températures. Il suffit alors de relever les valeurs expérimentales (températures ou flux) et de les introduire dans une formulation plus ou moins complexe (modèles analytiques) qui permettent d'accéder aux grandeurs thermophysiques elles-mêmes. Certains auteurs proposent une classification de ces méthodes **[Degiovanni, 1994]**, **[Klarsfeld et al, 2002]**.

En réalité, les mesures dépendent d'un grand nombre de paramètres difficiles à appréhender :

- Coefficients d'échange par convection.
- Coefficients d'échange par rayonnement.
- Caractéristiques thermiques de l'instrumentation (résistances de contact,...)
- La nature du dispositif d'excitation thermique.(
- La précision des capteurs de flux ou de température.

De plus, ils peuvent prendre des valeurs différentes d'une mesure à l'autre et n'ont pas de caractère systématique ou invariable. Pour éviter ces écueils, on procède de plusieurs façons : Classiquement, on peut formuler des hypothèses (milieu semi-infini, du transfert unidirectionnel, adiabaticité,...). Puis, à partir de courbes en températures ou en flux, on exploite une zone pertinente (dérivée, points d'équilibre,...) et on obtient directement la valeur de la grandeur thermophysique. On voit bien les limites de cette démarche qui ne rend pas bien compte de la réalité physique de l'expérimentation. C'est pourquoi, depuis quelques années, on a développé des techniques inverses qui permettent d'exploiter un grand nombre de valeurs expérimentales et d'accéder à plusieurs paramètres, difficiles à identifier, dont dépendent fortement des modèles devenus de plus en plus complexes mais de plus en plus fidèles à la réalité physique.

Ces modèles peuvent être analytiques ou numériques et faire l'objet de comparaisons entre eux. Les domaines d'utilisation de chacun d'entre eux est précisé en fonction des conditions expérimentales et du type d'échantillons traités voire dépendre d'autres critères. Les modèles simples sont très utiles : ils sont adaptés à certaines configurations, permettent de valider certaines hypothèses ou servir de pré-estimateur pour fixer un jeu de paramètres initial proche de la solution avant d'enclencher le processus itératif d'inversion du modèle complet. Le

processus d'inversion est basé sur le principe de la minimisation des écarts quadratiques entre les grandeurs mesurées et les grandeurs calculées. Cette étape peut aussi bien s'opérer via des méthodes déterministes basées sur le principe du gradient, celui de Newton ou encore la méthode du simplexe que via des méthodes stochastiques comme les algorithmes génétiques ou les méthodes bayésiennes .Enfin, un certain nombre d'indicateurs tels que l'allure de la courbe des résidus (différence entre mesures et modélisation optimale), les écart-types d'estimation ou les erreurs de mesures par comparaison avec d'autres méthodes ou matériaux de référence renseignent sur la fiabilité des valeurs estimées et permettent d'analyser a postériori la pertinence du modèle et des conditions expérimentales considérés.

6.3.1 Classification des méthodes de caractérisation thermique

• Le régime

Il caractérise la phase temporelle pendant laquelle la réponse du système est exploitée, il peut être de différentes formes.

- Transitoire : méthodes de type flash ou tri-couche.
- Quasi-établi : méthodes du fil chaud ou le plan chaud.
- Permanent : méthode de la plaque chaude gardée ou de la mini-plaque chaude.
- Périodique établi : méthodes de type 3w qui consiste à observer la réponse fréquentielle d'un matériau soumis à un flux thermique. On note les variations de température en fonction de la fréquence d'excitation ce qui permet d'accéder à la conductivité mais aussi de mesurer la capacité thermique isobare.

• La forme de la perturbation

La perturbation appliquée au matériau peut prendre plusieurs formes :

- L'échelon (plan chaud, fil chaud)
- Le Dirac (flash)
- Les perturbations périodiques (3_{ω})

- Les perturbations de forme quelconques limitées dans le temps (tricouche)

• La géométrie

L'analyse physique du transfert de chaleur et le type de perturbation déterminent la géométrie adoptée :

- La géométrie plane (mur) : permet de simplifier le problème en le ramenant à un cas de transfert unidirectionnel. L'hypothèse du mur semi-infini est souvent exploitée pour simplifier les conditions aux limites.

- La géométrie cylindrique : suggère un transfert longitudinal et radial ; elle permet par exemple de prendre en compte les pertes latérales.
- La géométrie sphérique : les transferts thermiques suivent toutes les directions de l'espace.

• Le type de mesure

Un autre critère possible de classification est le type de mesure. Il est question, d'une part, de savoir quelles sont les grandeurs mesurées :

- Une température,
- Un flux,
- Une température et un flux,
- Deux ou plusieurs températures,

Et d'autre part comment les températures sont mesurées (mesure moyenne ou localisée) et à quel endroit :

- Sur la perturbation,
- Hors perturbation,
- Sur et hors perturbation.

Enfin, il est à noter que certaines mesures sont absolues alors que d'autres sont relatives et nécessitent un étalonnage.

6.4. Les méthodes de mesures en régime permanent

Ce mode de fonctionnement est bien adapté à la mesure des conductivités thermiques des milieux isolants **[Coment, 2001]**. Le milieu en supposé en équilibre thermique, et on le soumet à un flux stationnaire en fonction du temps. La température est mesurée en certains points de l'échantillon et les grandeurs thermiques associées sont obtenues à partir de la loi de Fourier et des conditions aux limites appliquées. C'est ce type de régime qui est appliqué dans la méthode de la plaque chaude gardée **[Deponte, 1997]**, la méthode de la barre **[Laubitz, 1984]**, la méthode des boites **[Ezbakhe, 1986]**, et la méthode du flux radial **[Tama, 1990]**.

La présence de résistances de contact, les pertes thermiques axiales et radiales, les perturbations dues à l'intrusion des thermocouples rendent difficiles la mise en œuvre de ces méthodes.

6.4.1 Méthode des boîtes

Attardons nous sur une des méthodes de mesure de la conductivité thermique, que nous utiliserons plus tard, à savoir la méthode dite des boîtes. Elle a été mise au point par le laboratoire d'études thermiques et solaires de l'Université Claude Bernard Lyon I en France **[Ezbakhe, 1986].** Le schéma de principe de cette méthode est présenté sur la Figure I.16.



Fig.I.12 : Coupe du dispositif des boîtes

Une grande enceinte notée A, très bien isolée, est maintenue à une température très faible grâce à un refroidissement à l'aide d'un cryostat. Deux boîtes identiques mais indépendantes, sont isolées de l'intérieur. Une résistance chauffante crée un gradient de température au niveau de l'échantillon. Les capteurs de température sont des thermosondes à résistances. La première boîte permet de mesurer, en régime permanent, la conductivité thermique tandis que la seconde donne accès, en régime transitoire, à la diffusivité thermique.

On fait le bilan thermique en écrivant que le flux émis par la résistance chauffante (effet Joule) est égal au flux traversant l'échantillon auquel s'ajoute le flux dû aux pertes thermiques à travers la paroi de la boîte.

On obtient l'expression de la conductivité thermique sous la forme:

$$\lambda = \frac{e}{S * \Delta ITI} \left(D * \Delta T + \frac{U^2}{R} \right)$$
(I.9)

e : épaisseur de l'échantillon.

- S : Surface utile de l'échantillon
- U : Tension appliquée aux bornes de la résistance chauffante R
- ΔT : Ecart de températures entre l'intérieur et l'extérieur de la boîte.

ΔITI : Ecart de températures entre les 2 faces chaude et froide de l'échantillon.

6.5. Les méthodes en régime périodique

[Boudenne et al, 2004] ont mis au point une méthode originale de mesure de conductivité pour les matériaux isolants dont on rappelle ici le principe général et que l'on utilisera par la suite. Un échantillon dont on veut déterminer la conductivité est placé entre deux épaisseurs d'un matériau très conducteur (Figure I.13). Sur l'un des deux blocs, qualifié de « face avant », on plaque un élément chauffant dont la variation de tension est de forme sinusoïdale composé d'un ou plusieurs harmoniques. L'autre bloc, la « face arrière », est soumis à l'influence du milieu ambiant.



Fig. I.13 : Schéma de principe d'une méthode en régime périodique.

Les températures $T_1(t)$ et $T_2(t)$ des blocs sont enregistrées au cours du temps. Une mesure consiste donc à relever le signal d'excitation en température en face avant $T_1(t)$ et le signal de la réponse en face arrière $T_2(t)$ en fonction de la pulsation. De ces deux mesures sont déduits le gain et la phase associés à cette pulsation. Ainsi, en balayant sur une large gamme de pulsations, la fonction de transfert expérimentale H_{exp} du système est mesurée. On peut alors caractériser le matériau par une fonction de transfert théorique obtenue à partir de la fonction de transfert expérimentale. La fonction de transfert dépend de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique du matériau. Finalement, une minimisation des écarts quadratiques entre la partie réelle de la fonction de transfert théorique $R_e(H)$ et celle de la fonction de transfert xpérimentale $R_e(H_{exp})$ puis entre les parties imaginaires Im(H) et $Im(H_{exp})$ de ces fonctions permet d'estimer les propriétés thermiques inconnues de l'échantillon.

Cette méthode simple à mettre en œuvre s'adapte aux matériaux isolants, et offre de bons résultats pour des faibles épaisseurs d'échantillons (< 1mm). De plus, elle repose uniquement sur la mesure de température et n'est pas influencée par des hypothèses sur la forme spatiale du flux. Dans le cas de matériaux très peu denses, la méthode présente également l'avantage de ne pas exiger de mesure de température à la surface de l'échantillon. L'obtention du régime périodique établi peut être longue ainsi que le balayage en fréquence. Par ailleurs, les pertes latérales ne sont pas prises en compte par la méthode telle qu'elle est décrite.

7. Modèles de prédiction de la conductivité thermique

7.1. Introduction à la conductivité thermique des composites

La littérature fait état de nombreux travaux sur la conductivité des matériaux composites **[Willey, 1989]**; **[Mottram et al, 1991]**; **[Bigg, 1989]**. Dans ce cas, il ne s'agit plus d'un matériau homogène et isotrope compte tenu de la présence de plusieurs phases .La caractérisation de la conductivité thermique devient complexe. Une des pistes est de considérer que le matériau possède des propriétés globalement homogènes. La conductivité du matériau composite peut être alors être approchée par une valeur moyenne à partir des conductivités des phases qui le composent. On parle alors de conductivité thermique effective ou équivalente. **[Mottram et al , 1991]**; **[Bigg, 1989]**; **[Torquato, 1997]** ont montré que cela était possible lorsque la taille des inclusions est inférieure à vingt fois celle de l'échantillon testé, soit pour des inclusions de petite taille.

7.2. Modèles d'homogénéisation

L'idée ici est d'estimer les propriétés de mélange des matériaux composites à partir du concept d'homogénéisation, c'est-à-dire de prévoir le comportement d'un milieu multiphasé à partir du comportement connu de chacune des phases. Cette démarche est obtenue à partir d'une analogie mécanique. Ainsi, on s'affranchit des problèmes d'hétérogénéités en faisant l'hypothèse de continuité. On idéalise la constitution réelle du matériau en le considérant continu. On suppose chaque phase homogène et isotrope. Dans le cas de matériaux composites à fibres, on peut considérer que la distance moyenne entre fibres est la dimension qui caractérise. Il existe donc une dimension (volume élémentaire représentatif) pour laquelle la mesure de la propriété dans l'échantillon ne dépend plus de sa position dans le matériau ; les propriétés du matériau peuvent être approchées correctement par moyenne. Deux modèles simples, l'un série et l'autre parallèle, encadrent la conductivité thermique du milieu. Ce sont les bornes de Voigt (1889) alors que le modèle de *Reuss* (1929) représente la borne inférieure.

Soit θ_i la concentration volumique de la phase i, occupant un volume *V*; dans un matériau de volume total *V* :

$$\theta_i = \frac{v_i}{v} \tag{I.10}$$

Soit un matériau poreux composé d'une phase solide et d'une phase fluide. La phase solide de conductivité λ_s et de taux volumique θ_s correspond à la matrice solide sans air (particules, liant). La phase fluide contient la totalité de l'air du matériau. Elle a une conductivité λ_f et un taux volumique θ_f . On a par définition $\theta_f = 1 - \theta_s$

7.2.1 Modèle série et parallèle

En 1912, O.Wiener **[Mottram et al, 1991] ; [Bruggeman, 1935]** propose une approche d'homogénéisation qui permet d'accéder à la conductivité thermique effective à partir d'une analogie électrique. On suppose que les deux phases sont organisées parallèlement.

On peut alors borner la conductivité thermique effective entre les deux valeurs λ_{inf} et λ_{sup} , avec : $\lambda_{inf} \ll \lambda_{eq} \ll \lambda_{sup}$

Le modèle série (λ_{inf}) correspond au cas de figure I.14 où le flux de chaleur traverse les deux phases de manière parallèle à la normale *n* à leur surface de contact. On obtient :

$$\frac{\lambda_{inf}}{\lambda_1} = \frac{1/\lambda_1}{\Phi_1/\lambda_1 + \Phi_2/\lambda_2} \tag{1.11}$$

Dans le cas où la conductivité du fluide tend ver 0, la conductivité totale tend aussi vers 0. La couche de fluide isole le matériau global et empêche la propagation de chaleur.

Le modèle parallèle (λ_{sup}) correspond au cas de la figure I.14 où le flux de chaleur traverse les deux faces de manière perpendiculaire à la normale *n* à leur surface de contact.

$$\frac{\lambda_{sup}}{\lambda_1} = \Phi_1 + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \Phi_2 \tag{1.12}$$

Lorsque la conductivité du fluide devient négligeable devant celle du solide, la phase solide impose la conductivité totale. Il en est de même lorsque la phase fluide a une conductivité très faible comme c'est le cas pour l'air. Dans ce type de configuration, on néglige le rôle de l'air sur la conductivité.



Fig.I.14. : Analogie éléctrique [Mottram et al , 1991].

7.2.2 Modèle mixte

D'autres auteurs comme **[Jackson et al, 1983]**, **[Laurent, 1991]** et **[Loukou, 1994]** se sont intéressés à des modèles mixtes qui couplent modèles séries et parallèles. Ces modèles reposent sur l'hypothèse que la microstructure du matériau ne varie pas lorsque la masse volumique est modifiée (pas de réarrangement du squelette sous l'effet du compactage) et que la répartition de l'air dans le matériau est uniforme. Un calage expérimental détermine la proportion de chaque modèle (série et parallèle) dans le modèle mixte. Cette modélisation dépend donc fortement de la qualité des mesures expérimentales.

Dans notre cas, on considère que le béton de pétiole est constitué d'une phase solide (pâte du chaux + granulat de bois de pétiole) et d'une phase fluide (air). Donc, on introduit la notion de la conductivité thermique de la phase fluide (air) $\lambda_{f'}$ et la conductivité thermique de la matrice solide λ_s . Nous pouvons donc calculé la conductivité thermique apparente à l'aide du modèle mixte utilisé dans cette approche, représentés par les relations (I.13), (I.14) et (I.15).

$$\lambda_{s\acute{e}rie} = \frac{1}{\frac{\theta_s}{\lambda_s} + \frac{1 - \theta_s}{\lambda_f}}$$
(I.13)

$$\lambda_{parallèle} = \theta_s \lambda_s + (1 - \theta_s) \lambda_f \tag{I.14}$$

$$\lambda_{apparente} = \frac{\lambda_{s\acute{e}rie} \times \lambda_{parallèle}}{\theta \times \lambda_{s\acute{e}rie} + (1-\theta) \times \lambda_{parallèle}}$$
(I.15)

Avec θ , qui représente la fraction volumique de la partie disposée en parallèle, avec :

$$\theta = \frac{\lambda_{parallèle} \times (\lambda_m - \lambda_{série})}{\lambda_m \times (\lambda_{parallèle} - \lambda_{série})}$$
(I.16)

7.3. Modèle par homogénéisation auto cohérente (HAC)

Une technique nommée *HAC* a donc été utilisée dans notre travail pour une modélisation théorique. Son principe est d'assimiler un matériau hétérogène, comme celui de béton de pétiole de palmier *BP*, à un matériau homogène équivalent dont on doit déterminer les caractéristiques. On réalise ainsi un passage de l'échelle microscopique (les constituants) à l'échelle macroscopique (le matériau), en exprimant la conductivité thermique globale du matériau comme une fonction des caractéristiques de chaque constituant (conductivité, concentration volumique).

Dans le cadre de cette étude, le motif générique est constitué d'inclusions sphériques simples ou composites **[HASHIN, 1968]**, qui permettent de simplifier les calculs par des effets de symétrie. La modélisation peut se faire en une seule homogénéisation ou faire appel à une double homogénéisation **[BOUTIN, 1996]**.Ces deux approches sont détaillées ci-après.

7.3.1. Principe de la modélisation

En régime permanent, dans un solide homogène, isotrope dans lequel la conductivité thermique varie peu avec la température et dans lequel il n'y a pas de production interne de chaleur, on peut écrire l'équation de la chaleur simplement sous la forme :

$$\Delta T = 0 \tag{I.17}$$

Où T est la température en un point du matériau (K).

Bien entendu, le béton de pétiole de palmier est un matériau composite pour lequel l'équation de la chaleur est exacte au niveau microscopique pour un volume élémentaire du constituant.

Le passage de cette échelle microscopique à une échelle macroscopique se fait par des techniques d'homogénéisation qui permettent de définir une conductivité macroscopique λ_{eq} , également nommée conductivité équivalente du matériau. On notera λ cette conductivité thermique globale soit celle du béton de pétiole de palmier considéré par la suite.

7.3.2. HAC avec des inclusions simples

Dans le cas d'un milieu constitué d'inclusions simples (Figure I.15), le problème se traite en deux étapes. Tout d'abord, le champ des températures dans le milieu constitué d'une inclusion sphérique de rayon R_1 et du milieu homogène soumis à un gradient *G* unitaire à l'infini est déterminé.

Le champ de températures solution de l'équation : (I.17) est de la forme :

$$T_i = \left(A_i r + \frac{B_i}{r^2}\right) \cos\theta \qquad (i=1, eq)$$
(I.18)

Les conditions aux limites imposent que:

- En r = 0 T₁ est finie donc $B_1 = 0$
- En r = ∞ (grad T)_{eq} tend vers G donc A_{eq} = 1
- En r = R₁ T est continue donc $\frac{B_{eq}}{R_1^2} + R_1 = A_1 R_1$
- En r = R₁ Le flux Φ_i est continu donc $\lambda_{eq} \left(1 2 \frac{B_{eq}}{R_1^3} \right) = \lambda_1 A_1$



Fig.I.15 : Inclusion sphérique simple soumis à un gradient G unitaire

On se ramène donc à un système de deux équations à deux inconnues A_1 et, B_1 dont la solution est :

$$A_1 = \frac{3\lambda_{eq}}{\lambda_1 + 2\lambda_{eq}} \tag{I.19}$$

$$\frac{B_1}{R_1^3} = \frac{\lambda_{eq} - \lambda_1}{\lambda_1 + 2\lambda_{eq}} \tag{I.20}$$

Supposons ensuite que le milieu est constitué de deux types d'inclusions simples 1 et 2 de concentrations volumiques θ_1 et θ_2 telles que $\theta_{1+} \theta_2 = 1$.

La conservation du flux dans l'ensemble du matériau s'écrit :

$$\lambda_{eq}(gradT)_{eq} = \lambda_1 \theta_1(gradT)_1 + \lambda_2 \theta_2(gradT)_2$$
(I.21)

La dernière équation est obtenue en considérant que les deux inclusions sont soumises au même gradient de température à l'infini :

$$(gradT)_{eg} = \theta_1(gradT)_1 + \theta_2(gradT)_2 \tag{I.22}$$

On en déduit finalement :

$$\lambda_{eq}(\theta_1(gradT)_1 + \lambda_1\theta_2(gradT)_2) = \theta_1\lambda_1(gradT)_1 + \theta_2\lambda_2(gradT)_2$$
(I.23)

Soit:

$$\lambda_{eq}(\theta_1 A_1 + \theta_2 A_2) = \theta_1 \lambda_1 A_1 + \theta_2 \lambda_2 A_2$$

D'où :

$$\theta_1 \frac{\lambda_1 - \lambda_{eq}}{\lambda_1 + 2\lambda_{eq}} + (1 - \theta_1) \frac{\lambda_2 - \lambda_{eq}}{\lambda_2 + 2\lambda_{eq}} = 0$$
(I.24)

On pose les paramètres suivants :

$$X = \frac{\lambda_{eq}}{\lambda_2}$$
 et $\beta = \frac{\lambda_1}{\lambda_2}$ (I.25)

Et on obtient l'équation du second ordre en λ :

$$2X^{2} + X[3\theta_{1} - 2 + \beta(1 - 3\theta_{1})] - \beta = 0$$
(I.26)

La résolution de ce système permet d'obtenir les valeurs de *X* et d'en déduire λ_{eq} . Dans le cas ou λ_1 est très faible devant λ_2 (air par exemple), (I.32) se simplifie avec $\beta = 0$:

$$2X^2 + X[3\theta_1 - 2] = 0 \tag{I.27}$$

Soit :

$$\lambda_{eq} = \left(1 - \frac{3}{2}\theta_1\right) \lambda_2 \tag{I.28}$$

On obtient une dépendance linéaire entre la conductivité du milieu équivalent et la conductivité du milieu 2. On retrouve la valeur limite de 2/3 pour la concentration θ qui définit le domaine de connexité de la phase 1.

7.3.3. HAC avec inclusions bi composite

Dans ce cas, la connexité de la phase externe est imposée (milieu 2 dans Fig. I.16). On considère donc un constituant 1 modélisé par une sphère de rayon R_1 , de conductivité λ_1 et de masse volumique ρ_1 entouré d'un constituant 2 de caractéristiques R_2 et ρ_2 .

Cette inclusion bi composite est entourée d'une matrice de matériau homogène équivalent de caractéristiques λ_{eq} et ρ_{eq} .

On définit un paramètre θ qui permet de caractériser la concentration volumique de la phase interne 1 :

$$\theta = \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^3 \tag{I.29}$$

Tout comme dans le cas des inclusions simples, le milieu est soumis à un gradient de température uniforme unitaire G à l'infini. Le champ de température solution est de la forme (I.24).

L'équation de la chaleur est résolue pour cette inclusion composite en respectant les conditions aux limites c'est-à-dire la continuité des flux et des températures aux deux interfaces.



Fig.I.16 : Équivalence entre milieu bi composite à inclusions sphériques et milieu homogène

Les conditions aux limites imposent que:

En r = 0 T₁ est finie donc
En r = 0 (grad T)_{eq} tend vers G donc
En r = R₁ T est continue donc
En r = R₁ I e flux Φ_i est continu donc
En r = R₂ T est continue donc
En r = R₂ le flux est continu donc
B₁ = 0
A_{eq} = 1
B₁ = A₁R₁
B₁ = A₁R₁
B₁ = A₁R₁
B₁ = A₁R₁
C_R = R₁ le flux Φ_i est continu donc
A₂ (A₂ - 2 B₂/R₁) = λ₁A1
A₁ = A₁R₁
A₁ = A₁R₁
A₂ (A₂ - 2 B₂/R₁) = λ₁A1
A₂ (A₂ - 2 B₂/R₁) = λ_{eq}(1 - 2 B_{eq}/R₁)

Dans la méthode auto cohérente *HAC*, la conductivité λ_{eq} doit être telle que sous le même gradient de température à l'infini *G*, il y ait identité entre les énergies thermiques contenues dans le milieu homogène équivalent sans inclusion et dans le milieu avec l'inclusion composite. Ceci équivaut à dire que la moyenne du gradient de température dans la sphère composite est égale au gradient *G d'où* $B_{eq} = 0$. On obtient ainsi la conductivité λ_{eq} du milieu homogénéisé bi composite [HASHIN, 1968] :

$$\lambda_{eq} = \lambda_2 \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1}{\lambda_1/\lambda_2 - 1}} \right]$$
(I.30)

La même méthode peut être appliquée au cas d'une inclusion sphérique tricomposite avec les milieux *1, 2, 3* (Fig.I.17).



Fig.I.17 : Inclusions sphérique tricomposite

On pose les concentrations volumiques suivantes :

$$\theta = \left(\frac{R_2}{R_3}\right)^3 \tag{I.31}$$

$$\delta = 1 - \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^3 \tag{I.32}$$

On obtient alors un système de six équations à cinq inconnues et la conductivité équivalente vaut **[BOUTIN, 1996]** :

$$\lambda_{eq} = \lambda_3 \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1+\frac{(\lambda_1/\lambda_2 - 1)\delta}{3}}{\frac{\lambda_1}{\lambda_3} - 1 - \frac{\delta(\lambda_1/\lambda_2 - 1)(2\lambda_2/\lambda_3 + 1)}{3}}} \right]$$
(I.33)

Quelques remarques peuvent être faites quant aux comportements limites induits par ces deux formules. Concernant les inclusions bi composite, quand θ tend vers 0, λ_{eq} tend vers λ_2 .

En revanche, pour θ tendant vers ∞ on retrouve $\lambda_{eq} \approx \lambda_1$. De plus, un fort contraste entre les deux milieux simplifie (I.36) en :

$$\lambda_2 \gg \lambda_1 \qquad \lambda_{eq} = \lambda_2 \left(1 - \frac{3\theta}{2+\theta} \right)$$
(I.34)

$$\lambda_1 \gg \lambda_2 \qquad \lambda_{eq} = \lambda_2 \left(1 + \frac{3\theta}{1-\theta} \right)$$
(I.35)

Dans le cas d'un milieu tricomposite, on se ramène au milieu bi composite lorsque δ tend vers 0 (les phases 1 et 2 se confondent) : Dans ce cas, on retrouve : θ = $(R_1/R_3)^3$

Cette méthode peut être étendue à des inclusions à n phases. Le problème se ramène à un système de n équations avec (n-1) inconnues pour lequel on déduit une relation entre les différents paramètres.

7.4. Autres modèles

Bruggeman [Bruggeman, 1935] prend en compte la forme des dopants et considère des charges isolées.(λ_{eq}) est donnée par :

$$1 - \Phi_2 = \frac{(\lambda_2/\lambda_1) - (\lambda_{eq}/\lambda_1)}{(\lambda_1/\lambda_2) - 1} \left(\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_1}\right)^{1/d}$$
(I.36)

Où *d* étant un paramètre relatif à la géométrie. Ce modèle est acceptable pour $\Phi_2 < 0,33$, qui correspond au seuil de percolation.

Gurland en 1965 montre dans ses travaux qu'à partir de $\Phi_2 = 0,35$, il y a formation d'un réseau aléatoire de sphères dispersées **[Godovsky, 1966]**.

Hashin et Shtrikman en 1965 développent un modèle avec plusieurs types d'inclusions **[Hashin, 1962]**. La distribution des tailles prise par Hashin et Shtrikman n'est pas aléatoire mais elle a des caractéristiques particulières et la conductivité thermique des dopants est supérieure à celle de la matrice ($\lambda_2 > \lambda_1$). Les dopants sont des sphères de conductivité λ_2 et de rayon r_2 entourés par une coquille de conductivité λ_1 et de rayon r_1 . L'ensemble est rempli pour $\Phi_2 = r_2^3/r_1^2$. λ_{eq} est donnée par :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_1} = \frac{1 + (d-1)\Phi_2\beta}{1 - \Phi_2\beta} \tag{I.37}$$

Avec
$$\beta = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_2 + (d-1)\lambda_1}$$
 (I.38)

A partir d'une analogie mécanique, Hatta et Taya **[Hatta, 1985]** ont développé un modèle de prédiction de λ_{eq} pour des fibres courtes de différentes orientations. Le modèle tient compte de la forme et les interactions entre les inclusions de différentes orientations (figure. I.26). Dans le cas général, on obtient pour λ_{eq} (inclusion de fibres courtes ou sous forme d'ellipsoïde).

$$\lambda_{eq} = \lambda_1 \left(1 - \frac{\Phi_2(\lambda_1 - \lambda_2)[(\lambda_2 - \lambda_1)(2S_{33} + S_{11}) + 3\lambda_1]}{3(\lambda_2 - \lambda_1)^2(1 - \Phi_2)S_{11}S_{33} + \lambda_1(\lambda_2 - \lambda_1)R + 3(\lambda_1)^2} \right)$$
(I.39)

Où *S*_{ij} est un facteur spécifique à la géométrie des inclusions et *R* est donné par :

$$R = 3(S_{11} + S_{33}) - \Phi_1(2S_{11} + S_{33})$$

(I.40)

Dans le cas de sphères alors $S_{11} = S_{22} = S_{33} = 1/3$ et il vient :

$$\lambda_{eq} = \lambda_1 \left(1 + \frac{\Phi_2}{\frac{(1-\Phi_2)}{3} + \frac{\lambda_1}{\lambda_2 - \lambda_1}} \right) \tag{I.41}$$

Le modèle de Cheng-Vachen **[Cheng, 1969]** impose une distribution parabolique de la phase discontinue dont les caractéristiques sont fonction de la fraction volumique de la phase discontinue. La conductivité thermique équivalente est alors donnée par :

$$\frac{1}{\lambda_{eq}} = \frac{1-G}{\lambda_1} + \frac{1}{\{H(\lambda_2 - \lambda_1)[\lambda_1 + G(\lambda_2 - \lambda_1)]\}^{1/2}}$$

$$\times \log \frac{[\lambda_1 + G(\lambda_2 - \lambda_1)]^{1/2} + G/2[H(\lambda_2 - \lambda_1)]^{1/2}}{[\lambda_1 + G(\lambda_2 - \lambda_1)]^{1/2} - G/2[H(\lambda_2 - \lambda_1)]^{1/2}}$$
(I.42)

Avec

$$G = \left(\frac{3\Phi_2}{2}\right)^{1/2}, \quad H = \left(\frac{2}{3\Phi_2}\right)^{1/2}$$
 (I.43)

[**Torquato**, **1983**].développe un modèle qui prend en compte la géométrie des inclusions et introduit un paramètre de statistique de perturbation autour de chaque ; il donne pour la conductivité équivalente :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_j} = \frac{1 + [(d-1)\Phi_i - (\gamma_i/\xi_i)]\beta_{ij} + (1-d)[\Phi_j\xi_i - \Phi_i(\gamma_i/\xi_i)]\beta_{ij}^2}{1 - [\Phi_i - (\gamma_i/\xi_i)]\beta_{ij} + [(1-d)\Phi_j\xi_i - \Phi_i(\gamma_i/\xi_i)]\beta_{ij}^2}$$
(I.44)

Où i et j sont les indices relatifs aux deux phases du composite (avec i \neq j) et γ_i , $\xi_{i i}$ sont des paramètres macro-structuraux.

$$\beta_{ij} = \frac{\lambda_i - \lambda_j}{\lambda_i + (d-1)\lambda_j} \tag{I.45}$$

Dans le cas de dispersions d'inclusions sphériques l'équation I.45 devient :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_1} = \frac{1 + \Phi_2 \beta_{12} - \Phi_1 \xi_1 \beta_{12}^2}{1 - \Phi_2 \beta_{12} - \Phi_1 \xi_1 \beta_{12}^2} \tag{I.46}$$

Nielsen et Lewis **[Nielson et al, 1970]** proposent en 1970 un modèle semiempirique qui tient compte de la forme, de la distribution et de plusieurs types d'inclusions. Un paramètre qui est celui de l'effet maximal de la fraction volumique Φ_{max} des dopants.

Ce paramètre est relatif à l'existence d'un nombre important de particules de la phase dispersée au sein de la matrice. Il se trouve être le seuil *critique* pour lequel les particules qui sont en contact forment une pâte continue dans la mixture pour la propagation du flux thermique. Le modèle semi empirique de Nielsen s'écrit :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_1} = \frac{1 + (A-1)U\Phi_2}{(1 - \Psi U\Phi_2)} \tag{I.47}$$

Avec :

$$U = \frac{\frac{\lambda_2}{\lambda_1} - 1}{\frac{\lambda_2}{\lambda_1} - A - 1}$$
(I.48)

Et

$$\Psi = \left(1 + \frac{1 - \phi_{max}}{\phi_{max}^2}\right) \Phi_2 \tag{I.49}$$

 ϕ_{max} représente la fraction volumique de l'empilement maximum de sphères. Le coefficient A dépend de la géométrie et de l'orientation des particules **[Mottram et al** , **1991]**; **[Godovsky, 1995]**.

[Agari, 1987] a élaboré un modèle adapté à tous types d'inclusions pour des systèmes à phases multiples. Il allie un mode de conduction parallèle à un mode de conduction en série

 λ_{eq} est la conductivité thermique effective du composite, λ_1 celle de la matrice polymère alors que λ_2 et λ_3 sont les conductivités des particule 2 et 3 et Φ_3 , ... Φ_n , sont les fractions volumiques des phases 2, 3, ...n. On obtient une formule de la forme avec l'hypothèse que la conduction dans le composite est essentiellement dûe aux inclusions :

$$\lambda_{eq}^{\ \ n} = \Phi_1(\mathcal{C}_1\lambda_1)^n + \Phi_2(\lambda_2)^{\mathcal{C}_2n} + \Phi_3(\lambda_3)^{\mathcal{C}_3n} + \cdots$$
(I.50)

Où C₁ représente l'effet de l'influence des particules sur la cristallinité de la matrice polymère et C₂, C₃, ... sont des paramètres inférieurs à 1 qui apparaissent lors de la formation de chaînes de particules.

 Φ_1 est la fraction volumique de la matrice, Φ_2 et Φ_3 , sont les fractions volumiques des particules.

10. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons dressé en premier lieu un bilan de connaissances générales sur les caractéristiques du bois naturel, sa structure, sa composition chimique et ses propriétés d'usage. Nous avons mis en lumière et en particulier les spécificités des constituants du béton de bois de pétiole (Chaux et bois de pétiole de palmier dattier) et les précautions à prendre lors de sa mise en œuvre. En effet, La compressibilité des particules de bois de pétiole et leur fort pouvoir absorbant sont deux caractéristiques particulières, dont il faudra tenir compte lors de l'étude des propriétés thermo physiques du matériau.

Il est à noter aussi, que l'idée de renforcer les matériaux à matrice cimentaire au comportement de type fragile par des fibres végétales n'est pas nouvelle. En effet, en plus, de la possibilité de jouer un rôle de renfort, ces fibres, économiques par rapport aux fibres métalliques ou synthétiques, permettent souvent d'aboutir à un gain de masse. Mais, l'utilisation de tels matériaux présente un certain nombre de problèmes : retard de prise de la chaux du au passage en solution des extractibles du bois, sensibilité des fibres végétales à l'hygrométrie, etc.

Il s'avère donc très intéressant de connaitre les différents traitements de stabilisation et de préservation des fibres envisageables dans le but d'améliorer leur

durabilité au sein de la matrice à base de chaux, leur compatibilité avec celle-ci et rendre par conséquent, le bois hydrophobe, d'où des propriétés de stabilité dimensionnelle attendues.

Dans un premier lieu, nous avons proposé l'alcalinisation à l'hydroxyde de sodium, qui a été choisis dans le cadre de cette étude comme procédé de traitement du bois de pétiole de palmier dattier avant son intégration au sein de la matrice à base de chaux.

En second lieu, nous avons présenté diverses méthodes de mesures des propriétés thermiques des matériaux isolants. De nombreuses méthodes de mesures de la conductivité thermique des milieux poreux ont été développées, faisant appel à des développements d'outils expérimentaux et de modélisations plus ou moins complexes.

Nous avons proposé en troisième lieu, une liste exhaustive des modèles, de la littérature qui peuvent donner de bons résultats pour le calcul de la conductivité thermique apparente des composites. Les modèles décrits dans la littérature sont des outils de prédictions développés afin d'appréhender les mécanismes de transfert thermique dans les composites. Ces modèles; devraient permettre la prise en compte des petits échelles (forme de particules, zones de contact) et des grandes échelles (conditions aux limites, porosité). La problématique est multiple: d'une part, il faut développer des modèles faisant intervenir la microstructure du milieu (taille, forme des particules), la porosité et le taux de charge dans la matrice liant et enfin prendre en considération la dispersion aléatoire des particules dans le composite.

Chapitre II:

Caractérisation thermophysique du bois de palmier dattier

Caractérisation thermo physique du bois Chapitre II: de palmier dattier

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous procédons à la caractérisation thermo physique des fibres de bois de palmier dattier à l'aide d'une méthode de mesure permettant la mesure simultanée de la conductivité thermique (λ) et de la diffusivité thermique (a) des échantillons à température ambiante.

Dans la première partie, une présentation du dispositif de mesure ainsi que le mode de traitement des données sont présentées. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation thermo physique de différentes essences de bois de palmier dattier.

2. Méthode de mesure de la conductivité et de la diffusivité thermique

2.1. Dispositif expérimental

Le montage réalisé est un dispositif conçu au centre d'étude et de recherche en thermique environnement et systèmes (*CERTES*). Le principe de la méthode adoptée consiste à moduler la température de l'échantillon et à mesurer les variations de température sur chacune de ses faces. Les mesures sont effectuées sous vide (pression < 10^{-4} mbar) pour réduire les pertes par convection sur les faces latérales.

Le dispositif comporte plusieurs parties:

- un porte échantillon
- une source d'excitation
- une enceinte à vide reliée à un groupe de pompage
- un système de contrôle et d'acquisition

2.1.1. Porte échantillon

Un échantillon parallélépipédique est inséré entre deux plaques métalliques (Figure II.1). Une graisse thermo-conductrice est appliquée sur les surfaces de contact afin de réduire au maximum les résistances de contact. Une graisse silicone chargée avec un oxyde métallique, de conductivité thermique proche de *1* W.m⁻¹.K⁻¹ a été choisie. La plaque d'entrée est soumise à une excitation thermique périodique.

La température est mesurée à l'aide de thermocouples de type *K* (*Chrome-Alumelle*) insérés dans les deux plaques métalliques à une profondeur de 2 cm. Une contreplaque en duralumin supporte le bloc de mesure qui comporte la plaque

métallique de sortie, l'échantillon, la plaque métallique de sortie et le Peltier. De la graisse thermique est disposée entre la contreplaque et le bloc de mesure.

La dissipation du flux de chaleur est assurée via un serpentin parcouru par un fluide caloporteur se trouvant sur la face arrière de la platine en laiton.



Fig. II.1 : Dispositif expérimental de mesure de paramètres thermo physiques

2.1.2. Source d'excitation

La source d'excitation est un bloc Peltier (*Marlow Industries, modèle DT12-6*). Il assure la modulation en température de l'échantillon qui est pris en sandwich entre les deux plaques métalliques d'entrée et de sortie.

La tension d'alimentation imposée pour le Peltier est une somme de 5 sinusoïdes de fréquences multiples de la fréquence fondamentale f_0 . La tension appliquée peut alors être écrite sous la forme :

$$V(t) = V_{moy} + \sum_{n=1}^{5} V_n . \sin(2\pi 2^{n-1} f_0 t)$$
(II.1)

Où V_{moy} représente la tension d'excitation moyenne, V_n les amplitudes des différentes composantes fréquentielles et t le temps.

2.1.3. Chaine de mesure

Le bloc Peltier est alimenté en tension par un amplificateur de puissance de gain 2 commandé par une tension analogique. L'amplificateur est alimenté par une alimentation stabilisée qui permet de fournir un courant maximal de 2,5A. Ce dispositif permet d'imposer les modulations en température du Peltier.

Les signaux fournis par les thermocouples au sein des deux plaques (entrée, sortie) sont amplifiés, filtrés (filtre passe-bas à 4 Hz) et linéarisés à l'aide de modules de conditionnement (*AnalogDevices*, 5B37-K-02).

Le signal en sortie du conditionneur est donné à partir de l'équation suivante :

Avec :

$$V_{sort} = (V_{T_Sortie_} - V_{z\acute{e}ro}). G_a$$
(II.2)

V_{sort} :	tension de sortie (V) du module.
V_{T_sortie} :	tension de sortie (mV) du thermocouple à la température mesurée par
	le module.
$V_{z\acute{e}ro}$:	tension de sortie (mV) du thermocouple à la température de soudure
	froide.
Ga:	gain de sortie (V/mV) du module 5B37.

Le jeu d'amplitudes appliqué aux cinq fréquences est choisi de manière à ce qu'il n'engendre pas de variations de températures trop importantes au sein de l'échantillon. Cette procédure permet de considérer que les propriétés thermiques sont constantes pendant toute la durée de l'expérience.

2.1.4. Enceinte et dispositif à vide

Les échantillons étudiés, ainsi que le porte échantillon sont contenus dans une enceinte de forme cylindrique en verre de 6 mm d'épaisseur représentée sur la figure II.4. Le cylindre est posé sur une plaque en acier inoxydable qui est munie de deux ouvertures de 20 mm de diamètre chacune. La première est reliée au groupe de pompage et la seconde permet de remettre l'enceinte à la pression atmosphérique. Une plaque en acier inoxydable est disposée sur la partie supérieure de l'enceinte et joue le rôle de couvercle.

L'étanchéité du dispositif est assurée par deux joints en caoutchouc qui garantissent un bon contact entre les deux plaques et l'enceinte en verre. Des passages électriques étanches au vide, permettant la mesure des tensions fournies par les thermocouples et l'alimentation du Peltier, sont disposés sur les deux plaques. Afin d'assurer la sécurité de l'enceinte, nous disposons d'un cylindre en plastique transparent qui entoure celui en verre.



2.2. Modélisation thermique du dispositif

L'échantillon de forme parallélépipédique (44×44×3 mm³) est inséré entre les deux plaques métalliques (Figure II.1). L'ensemble est placé dans l'enceinte sous vide secondaire. La plaque d'entrée est soumise à une excitation thermique périodique grâce à un bloc Peltier. La propagation de chaleur est supposée unidirectionnelle et les échanges avec les côtés sont négligeables. La plaque arrière est en contact avec le vide dans l'enceinte. La température est mesurée sur les deux plaques (avant et arrière) à l'aide de thermocouples.

Il est possible d'obtenir l'expression de la fonction de transfert théorique à partir de la méthode des quadripôles. Nous avons opté pour cette dernière méthode pour avoir l'expression analytique de la fonction de transfert théorique.

2.2.1. Quadripôles thermiques

L'étude des transferts conductifs unidirectionnels dans les systèmes stationnaires et instationnaires par la théorie des quadripôles est devenue classique **[Degiovanni, 1998],[Maillet, 2000], [Wang, 2002]**. Cette approche permet de relier dans le domaine fréquentiel les vecteurs d'état thermique du système par des relations matricielles.

Le système étudié est constitué de plusieurs couches de propriétés thermo physiques différentes. L'équation de la conservation d'énergie peut alors s'écrire dans chacune des couches par la relation suivante :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \tag{II.3}$$

Où :

T représente la température, *x* la direction de propagation de la chaleur, t le temps et a la diffusivité thermique du milieu.

Dans le cas d'un régime périodique établi, il est possible de remplacer la transformation de Laplace par une décomposition en série de Fourier.

Lorsque la source périodique est mise en fonctionnement, le champ de température subit une évolution comportant deux régimes (Figure II.6).

Le premier est transitoire; il dépend fortement de l'état thermique initial, alors que le second est périodique établi. Nous nous intéressons à ce dernier régime.

2.2.2. Ecriture de la fonction de transfert

La fonction de transfert théorique \widetilde{H} est définie comme étant le rapport (en complexe) de la température de sortie $\widetilde{T}(x_s)$ sur la température d'entrée $\widetilde{T}(x_e)$:

$$\widetilde{H} = \frac{\widetilde{T}(x_s)}{\widetilde{T}(x_e)} = \frac{\frac{1}{h}cosh(x)\frac{cu}{2} + \frac{\frac{sinh(x)cu}{2}}{Y_{cu}}}{L_{5a} cosh(x)_{Lai} + L_{5b}\frac{sinh(x)_{Lai}}{Y_{Lai}}}$$
(II.4)

Où:

$$Y_i = k_i \alpha_i$$
 et $\alpha_i^2 = \frac{j\omega}{a_i}$ (II.5)

Où: a_i est la diffusivité thermique pour chacune des couches (cuivre, graisse thermique, laiton et échantillon).

Avec :

$$\begin{aligned} L_{5a} &= \cosh(x)_{P} L_{3a} + \frac{\sinh(x)_{P}}{Y_{P}} L_{3b} + Rc Y_{P} \sinh(x)_{P} L_{3a} + Rc \cosh(x)_{P} L_{3b} \\ L_{5b} &= Y_{P} \sinh(x)_{P} L_{3a} + \cosh(x)_{P} L_{3b} \\ L_{3a} &= \left(\frac{1}{h}\right) \cosh(x)_{cu} + \frac{\sinh(x)_{cu}}{Y_{cu}} + Rc \left(\frac{1}{h}\right) Y_{cu} \sinh(x)_{cu} + Rc \cosh(x)_{cu} \\ L_{3b} &= \left(\frac{1}{h}\right) Y_{cu} \sinh(x)_{cu} + \cosh(x)_{cu} \end{aligned}$$
(II.6)

2.3. Mesure et traitement du signal

2.3.1. Principe de la mesure

Pour identifier les paramètres thermo physiques, la mesure de la fonction de transfert expérimentale liant la température de sortie à celle de l'entrée est primordiale. L'excitation du dispositif par une seule fréquence à la fois engendrerait un temps de mesure important et au cours duquel des dérives pourraient apparaître. L'excitation du système avec plusieurs fréquences à la fois optimise le temps de mesures.

Le choix du nombre de fréquences, de leurs gammes et de leurs amplitudes s'avère très important. Le signal généré dans notre cas comporte 5 fréquences, ce qui nous permet d'avoir cinq fois plus d'informations en une seule expérience.

L'étude de sensibilité **[TangKwor, 2000]** montre que le module de la fonction de transfert est très sensible à la conductivité thermique de l'échantillon aux faibles fréquences. D'autre part, la phase est très sensible à la diffusivité thermique aux "hautes fréquences". Pour retrouver les valeurs de la conductivité et de la diffusivité thermique, il faut donc exploiter une large gamme de fréquences.

Les données sont échantillonnées à une fréquence de 1 kHz. Une moyenne de 50 mesures est effectuée à chaque seconde et par la suite sauvegardée. Le nombre de périodes de la sinusoïde à la fréquence d'excitation f_0 est variable en fonction de la valeur de f_0 .

Aux très basses fréquences $f_0 \approx (10^{-4} \text{ Hz}, 10^{-3} \text{ Hz})$ on utilise 5 périodes de manière à avoir une durée de l'expérience de quelques heures. Aux plus hautes fréquences ($f_0 \ge 10^{-3} \text{ Hz}$), le nombre de périodes est augmenté (entre 20 et 80) de manière à augmenter le rapport signal sur bruit.

En effet, les amplitudes de température obtenues sur les faces d'entrée et de sortie sont plus faibles à haute fréquence, donc les résultats sont plus sensibles au bruit de mesure. D'autre part, la durée de l'expérience est toujours maintenue égale à quelques heures.

Finalement, on peut déterminer facilement la fonction de transfert expérimentale \tilde{H} qui est donnée par la relation (II.7).

$$\widetilde{H} = \frac{FF(T_{Sortie}) \cdot FFT(T_{entrée})^*}{FFT(T_{entrée})^2}$$
(II.7)

Après calcul, on relève pour chaque fréquence imposée l'amplitude de la fonction de transfert, donnée par le module du nombre complexe \tilde{H} , et le déphasage entre la sortie et l'entrée donnée par l'argument de \tilde{H} .

2.4. Identification des paramètres

La méthode d'obtention des données expérimentales, ainsi que le modèle thermique utilisé ont été présentés. Cette partie sera consacrée à la présentation de la technique d'identification, ainsi qu'à la méthode retenue dans notre cas d'étude.

L'identification des systèmes a pour objectif de déterminer les paramètres caractéristiques d'un modèle externe ou interne à partir d'un ensemble de mesures (entrée, sortie) du processus. Il s'agit de déduire d'une expérience, les valeurs numériques des paramètres qui modélisent le processus.

Trois éléments sont généralement indispensables pour la résolution d'un problème d'identification **[Borne, 1992]**:

- Les données expérimentales: données mesurées sur l'entrée et la sortie
- Le modèle : soit un modèle issu des lois fondamentales de la physique (modèle de connaissances), soit un modèle dit de comportement (qui n'a pas de sens physique)
- Les algorithmes d'identification : permettant d'identifier l'ensemble des paramètres du modèle en utilisant les données expérimentales

L'identification est une procédure itérative qui se déroule en général en trois étapes :

- *Estimation structurelle*: Cette étape est liée au choix d'un modèle, elle consiste à déterminer les paramètres de structure.
- *Estimation paramétrique*: Détermination des valeurs numériques des coefficients de la structure choisie grâce à la minimisation d'un critère d'identification.

• *Validation du modèle*: La vérification de la compatibilité du modèle mathématique avec l'expérience.

On choisit la méthode d'identification de *Levenberg-Marquardt* qui résoud un problème de minimisation sous contrainte linéaire. Cette méthode est particulièrement astucieuse car elle s'adapte d'elle-même à la forme du critère de minimisation **[Marquardt ,1963]**.

On identifie la diffusivité et la conductivité thermique à partir de la minimisation des deux fonctions de transfert, mesurée et théorique (obtenue par la méthode des quadripôles).

Le critère de minimisation S est donné par :

$$S = \sum_{i=1}^{5} \left[\left(\widetilde{H}_{r\acute{e}el}(f_i) - H_{r\acute{e}el}(f_i) \right)^2 + \left(\widetilde{H}_{imag}(f_i) - H_{imag}(f_i) \right)^2 \right]$$
(II.8)

Où : $\tilde{H}_{r\acute{e}el}(f_i)$ est la partie réelle de la fonction de transfert mesurée $\operatorname{et}(H_{r\acute{e}el}(f_i))$ la partie réelle de la fonction de transfert calculée. Les quantités $\tilde{H}_{imag}(f_i)$ et $(H_{imag}(f_i))$ représentent respectivement la partie imaginaire des fonctions de transfert mesurée et calculée.

3. Elaboration et contrôle des échantillons

3.1. Introduction

Le bois de palmier choisi est celui de trois principales essences mères provenant des palmiers de l'oasis de la région d'*Elguetare*du Gouvernorat de Gafsa situé au sud-ouest de La Tunisie et nommées respectivement *Deglat, Ftimi et Rtoub*.

Les échantillons objets des essais ont été extraits à partir du tronc (*stipe*) des palmiers de type *Deglat*et *Rtoub* et du pétiole de palme *Deglat* (*Ecaille ou Kornaf*).

En effet, le choix de trois essences différentes nous permet d'évaluer la conductivité et la diffusivité du bois de palmier dattier en fonction de l'essence, du lieu d'extraction du bois (du tronc ou du de palme), du sens des fibres et procéder par la suite à une comparaison globale des propriétés thermo physiques correspondantes.

3.2. Préparation des échantillons bruts

Les trois échantillons mère choisis à partir du bois du tronc du palmier dattier sont présentés dans le tableau II.1. Chacun d'eux est désigné par : le type de bois à partir duquel il est extrait, son numéro d'affectation, sa dimension et de sa masse.

Type de bois de palmier	Référence de l'échantillon mère	Numéro d'affectation de l'échantillon	Dimensions (cm)	Masse (g)
Degla	D	1	9x9x18, 5	2111
Degla	D	5	8,5x8,5x18,5	1752
Ftimi	F	2	9x9x21	1309
Ftimi	F	6	10x10x21	1374
Rtoub	R	3	8,5x8,5x18,5	665
Rtoub	R	4	9x9x16	470

Tab.II.1 : Echantillons mère choisis pour la réalisation des échantillons d'essai

La figure II. 3 représente à titre d'exemple un des échantillons mère du bois de type Ftimi dont le numéro d'affectation est le 6 à partir duquel on a extrait les échantillons d'essai utilisés ultérieurement pour la caractérisation des paramètres thermo physiques.



Fig.II. 3 : Echantillon mère numéro 6 Extrait du tronc du bois d'essence Ftimi référencé F6

3.3. Préparation des échantillons d'essais

Les échantillons d'essais réalisés pour l'étude des propriétés thermo physiques sont des plaques carrées de dimensions $45 \text{ }mm \times 45 \text{ }mm$ avec une épaisseur de 3, 4,5 et 5,5 mm correspondant respectivement aux quatre types de bois *D*, *F*, *R* et E séchés naturellement avant les mesures.

Pour D et F, deux configurations d'échantillons provenant du tronc ont été étudiés et les mesures ont été obtenues dans:

- 1. Une direction parallèle au plan de l'échantillon (longitudinale) (respectivement: DL et FL).
- 2. Une direction perpendiculaire au plan de la plaque de l'échantillon (radiale) (respectivement: DR et FR).

En effet, la méthode d'affectation des références aux différents échantillons est définie successivement de la manière suivante et récapitulée dans le tableau II.2 :

- 1. L'essence du bois de palmier à partir de laquelle l'échantillon est extrait.
- 2. La position de l'échantillon mère en cas du bois prélevé du tronc de palmier (le numéro 2 désigne une position intermédiaire entre l'axe du tronc et sa circonférence). Pour celui du bois prélevé du pétiole ou écaille de palme, la référence de l'échantillon ne présente pas l'indice de l'échantillon mère exemple : ER1.
- Le sens des fibres : Longitudinale : le flux de chaleur appliqué à l'échantillon est parallèle (//) aux fibres.

Radiale : le flux de chaleur appliqué à l'échantillon est perpendiculaire aux fibres (⊥) aux fibres.

		Nomenclature échantillon					
			Sens de	es fibres			-
Type de bois	Référence de l'échantillon	Position de l'échantillon Mère	Longitudinal (// aux fibres)	Radiale (⊥aux fibres)	N° échantillon mère	N° échantillon d'essai	Epaisseur échantillon (mm)
Degla (=)	D2L59	2	L		5	9	3
Degla (⊥)	D2R51	2		R	5	1	3
Ftimi (=)	F2L63	2	L		6	3	4.5
Ftimi (⊥)	F2R66	2		R	6	6	4.5
Rtoub(⊥)	R2R41	2		R	4	1	5.5

4. Le numéro de l'échantillon d'essai.

Pour R et E, seulement la deuxième configuration a été étudié (respectivement: RR et ER).

Ecaille ou				
pétiole de	ER1	R	1	3
palme (⊥)				

Tab.II.2 : Désignation des échantillons d'essais

La figure II. 4 représente ainsi, l'échantillon numéro 3 du bois de type *Ftimi* provenant de la partie intermédiaire du tronc numéro 2, extraite de l'échantillon mère numéro 6 et à flux longitudinal (le flux de chaleur appliqué sur l'échantillon est // aux fibres).



Fig.II.4 : Echantillon d'essai de type Ftimi référencé F2L63

3.4. Etude des paramètres thermo physiques du bois de palmier

3.4.1. Masse volumique des échantillons

La connaissance avérée de la masse volumique des différents échantillons avant et après séchage est *importante* pour cette étude. Elle permet de d'évaluer la masse volumique pour les différentes essences de bois dattier et d'effectuer par la suite une comparaison entre eux.

A cet effet, nous avons adopté la méthode usuelle permettant la mesure de la masse volumique des composites de différentes tailles (équation II.9) :

$$\rho = \frac{m}{v} \tag{II.9}$$

Donc, en connaissant les dimensions de chaque échantillon de forme parallélépipédique, il est simple de calculer son volume *V*, puis la masse volumique ρ peut être calculée après la détermination de la masse de l'échantillon (avec une balance *AT261* de *Metter Toledo*) dans l'air.

Les résultats obtenus de la masse volumique $_{\rho}$ (*Kg*/*m*³) des échantillons mères et d'essais avant et après séchage sont présentés dans les tableaux II.3.1, Tableau II.3.2 et Tableau II.3.3.

	Position de			
T 1.	l'échantillon	N°	Références	
1 ype de palmier	Mère dans le tronc	échantillon mère	de l'échantillon	ρ (kg m-3)
	du palmier			
Degla	1	1	D11	1408
	2	5	D25	1311
Ftimi	1	2	F12	770
-	2	6	F26	654
Rtoub	1	4	R14	498
-	2	3	R23	363

Tab.II.3.1 : Masse volumique des échantillons mère avant séchage

Tune nalmier	Référence	ρ
Type puinter	Reference	(kg m ⁻³)
Degla (=)	D2L59	885
Degla (⊥)	D2R51	885
Ftimi (=)	F2L63	515
Ftimi (⊥)	F2R66	515

Degla (⊥)

Ftimi (=)

Ftimi (⊥)

Rtoub(⊥)

Ecaille palmier

(⊥)

Rtoub(⊥)	R2F	241	347
Tab.II.3.2 : Masse	volumique des	échantillons d'essai	is avant séchag e
Type palmier	Référence	Epaisseur (mm)	$\rho(kg m^{-3})$
Degla (=)	D2L59	3	760

3

4.5

4.5

5.5

3

760

355

355

332

173

Tab.II.3.3 : Masse des échantillons d'essais après séchage

3.4.2. Conductivité et diffusivité thermique des échantillons

D2R51

F2L63

F2R66

R2R41

ER1

Dans cette partie nous allons adopter la méthode périodique détaillée au paragraphe II.1 pour la caractérisation simultanée de la conductivité et la diffusivité thermique sous vide et à pression atmosphérique d'une série d'échantillons provenant de quatre essences différentes de bois de palmier dattier. L'objectif des mesures sous vide est de vérifier l'effet de l'humidité et celle du coefficient de convection thermique sur la conductivité du bois de palmier.

Choix des fréquences

Les fréquences utilisées dans notre cas d'identification balayent une gamme allant de 0.2×10^{-3} Hz à 10×10^{-3} Hz. Les mesures sont réalisées dans les mêmes conditions expérimentales pour trois fréquences fondamentales ($f_0 = 0,2 mHz$, $f_0 = 2,5 mHz$ et $f_0 =$ 10mHz). La démarche consiste à utiliser plusieurs fréquences afin d'obtenir une valeur de la phase de la fonction de transfert expérimentale voisine de $-\pi$ rad. Ceci nous permet d'avoir davantage d'informations sur le module et la phase de la fonction de transfert expérimentale pour les faibles et les "hautes" fréquences.

Les valeurs des amplitudes tensions appliqués au Peltier sont présentées dans le tableau II.4 en fonction de la fréquence.

Nombres de séries de	Fréquence	Amplitude des
mesures	Hz × 10-3	Tension (V)
	0,2	0,03
	0,4	0,06
1 ^{ère} série de mesure	0,8	0,10
	1.6	0,22
	3,2	0,5
	2,5	0,3
2 ^{eme} serie de mesure	5	0,75
3 ^{ème} série de mesure	10	0,95

Tab.II.4 : Amplitudes des tensions appliquées au Peltier pour les trois séries de mesure

• Traitement des données brutes

Variation de la température d'entrée et de sortie

Une fois les mesures terminées aux trois fréquences fondamentales ($f_0 = 0.2$ mHz, $f_0 = 2.5 mHz$ et $f_0 = 10 mHz$), nous procédons à une correction de la dérive du signal brut enregistré. Nous représentons à titre d'exemple les courbes de la variation de la température d'entrée et sortie pour une des fréquences soit $f_0 = 0.2 mHz$ de la plaque avant et arrière de l'échantillon DL sous vide (Figures II. 5 et II.6). Par ailleurs, on note que les variations de la température de l'échantillon autour de la température ambiante sont de $8^{\circ}C$.

Dans ces conditions nous pouvons considérer que les propriétés thermo physiques de l'échantillon ne varient pas pendant l'expérience.

On note aussi que les températures mesurées à la sortie présentent un amortissement par rapport à celles fixées à l'entrée.



Fig. II. 5 : Variation de la température d'entrée de l'échantillon de référence DL (f0=0,2mHz-5périodes-5fréquences)



Fig. II. 6 : Variation de la température de sortie de l'échantillon de référence DL (*f*0=0,2*m*Hz-5*périodes*-5*fréquences*)

Spectre d'amplitude en entrée et en sortie

Les courbes de variation de l'amplitude de température pour l'échantillon de référence DL à la fréquence fondamentale $f_0 = 0,2 \text{ mHz}$ sont représentées à la figure II.7. On note que le spectre d'amplitude obtenu par transformée de Fourier donne des pics correspondant aux fréquences de modulation imposées. Nous remarquons que pour une fréquence fondamentale donnée, la valeur de l'amplitude de la température de la sortie subit un amortissement par rapport à celle mesurée à l'entrée.



Fig. II.7 : Amplitude des températures en entrée et en sortie de l'échantillon de référence DL *(f0=0,2mHz-5périodes-5fréquences)*

Identification de la conductivité et de la diffusivité thermique

Dans cette partie, nous présentons la procédure d'identification de la conductivité et de la diffusivité des différents échantillons du bois de palmier dans le cas où les mesures sont sous vide et à pression atmosphérique. L'identification est faite en même temps sur les deux parties réelle et imaginaire des deux fonctions de transfert complexe. Cette procédure nous permet d'identifier simultanément la valeur de la conductivité (λ) et de la diffusivité thermique (a).

Les valeurs numériques des différents paramètres du modèle thermique utilisé sont issues de la littérature. La valeur de la résistance de contact est estimée expérimentalement pour chaque série de mesure. La connaissance de la conductivité thermique ($k_{Rc} = 1 Wm^{-1}K^{-1}$) de la graisse thermo-conductrice, ainsi que de l'épaisseur appliquée, nous permet d'avoir une idée sur la valeur de la résistance de contact (Rc). Le coefficient d'échange global (h) en face arrière est considéré constant pendant l'expérience. Il est la somme d'un coefficient convectif ($h_{(conv)}$) et d'un coefficient radiatif ($h_{(rad)}$). Dans le vide poussé la valeur de $h_{(conv)}$ est négligeable.

Les paramètres nominaux utilisés sont récapitulés dans le tableau. II.5 :

Epaisseur de l'échantillon en (mm) de type :		Epais (m	sseur m)	(Wm	ત્ર 1 ⁻¹ K ⁻¹)	(10-4	а m².s-1)		
DL	DR et ER	FL et FR	RR	Cuivre	Laiton	Cuivre	Laiton	Cuivre	Laiton
3	3	4,5	5,5	9	5	389	100	1,14	0,33

Tab.II.5 : Paramètres du modèle thermique utilisé
Pour le coefficient d'échange h et la résistance thermique de contact R_{C_r} les valeurs sont prises égales à 5 $Wm^{-2}K^{-1}$ et 1,18 × 10⁻⁴ m^2K W^{-1} .Les valeurs de la capacité thermique et des propriétés thermiques (la conductivité thermique (λ), la diffusivité thermique (a)) identifiées de différents échantillons sont présentées dans les tableaux II.6 et II.7

Type de Palmier	Echantillon	λ (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	а (m²s-1) . 10-7	С _р (J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹)
Deglat (=)	DL	0.109±0.003	1.387 <u>+</u> 0.295	1034±222
Deglat (⊥)	DR	0.095±0.002	1. 019 <mark>±</mark> 0.090	1227 <u>±</u> 112
Ftimi (=)	FL	0.114±0.004	3.861 <u>+</u> 1.090	832 <u>+</u> 237
Ftimi (⊥)	FR	0.051±0.002	1.994 <u>+</u> 0.435	720±160
Rtoub(⊥)	RR	0.042±0.001	1.237± 0.132	1023±112
Ecaille de palme (⊥)	ER	0.032±0.001	2.364 <u>+</u> 0.913	782 <u>±</u> 303

Tab.II.6 : Propriétés thermiques des fibres de bois de palmier sous vide

Type de Palmier	Echantillon	λ	а	C_p
51		(Wm ⁻¹ K ⁻¹)	(m ² s ⁻¹) . 10 ⁻⁷	(J.Kg ⁻¹ .K ⁻

1151<mark>±</mark>255 DL0.168±0.005 1.921±0.422 Deglat (=) DR 0.126±0.010 1.771±1.374 936±730 Deglat (⊥) Ftimi (=) FL0.144±0.007 4.808±1.362 844<u>+</u>243 *Ftimi* (⊥) FR 0.103±0.005 2.533±0.430 1145+203 $Rtoub(\perp)$ RR 0.102±0.005 4.368±1.903 703<u>+</u>308 *Ecaille de palme* 2.867±1.662 0.058±0.004 1163<u>+</u>683 ER (⊥)

Vérification de la qualité de l'identification

Après l'identification de la conductivité et de la diffusivité thermique, l'amplitude et la phase de la fonction de transfert théorique sont recalculées en utilisant les valeurs identifiées de λ et *a*. La variation du module de la fonction de transfert théorique est comparée à celle obtenue expérimentalement. L'identification est faite pour tous les échantillons mesurés sous vide et à pression atmosphérique et dans les figures II.8 et II.9 nous prenons pour exemple l'identification faite sur l'échantillon de référence *DL* sous vide.

Nous remarquons ainsi un parfait accord entre les deux courbes pour toute la gamme de fréquences utilisée. Il faut également noter que le critère empirique qui consiste à augmenter la gamme de fréquence jusqu'à avoir une valeur de la phase de la fonction de transfert expérimentale proche de $-\pi$ est satisfait.

Le diagramme de *Nyquist* représentant la variation de la partie imaginaire en fonction de la partie réelle ($H_{imag} = f(H_{réel})$ des deux fonctions de transfert (expérimentale et calculée) est donné sur la figure II.10 et on note un bon accord entre les valeurs des parties réelle et imaginaire des deux fonctions de transfert. Toutefois, un léger écart est observé pour les fréquences les plus basses.

1)

Tab.II.7 : Propriétés thermiques des fibres de bois de palmier à pression Atmosphérique



Fig. II. 8 : Variation du module de la fonction de transfert théorique et expérimentale en fonction de la fréquence de l'échantillon de référence DL



Fig. II. 9 : Variation de la phase de la fonction de transfert théorique et expérimentale en fonction de la fréquence de l'échantillon de référence DL



Fig. II.10 : Diagramme de Nyquist pour les deux fonctions de transfert, expérimentale et calculée de *l'échantillon de référence DL*

3.4.3. Discussion des résultats

Deux types de mesures ont été effectués pour le même échantillon. Tout d'abord, les propriétés thermiques des matériaux ont été obtenues à la pression atmosphérique, puis les mêmes échantillons ont été utilisés pour mesurer la conductivité thermique et la diffusivité dans la chambre à vide. Le but d'effectuer des mesures dans la chambre à vide était de vérifier l'effet de l'humidité et du coefficient de la convection sur la conductivité thermique du bois de palmier dattier. Les résultats ont été présentés dans les tableaux II.6 et II.7.

Les incertitudes obtenues pour la conductivité thermique sont faibles. On note des incertitudes beaucoup plus importantes, inhérentes au principe de mesure pour la diffusivité thermique.

Les tableaux II.6 et II.7 montrent que la conductivité thermique du matériau étudié dépend des variétés de bois de palmier et de sa position dans l'arbre.

Il est évident que le bois de pétiole de palme appelé aussi écaille de palme est la partie la plus intéressante en tant qu'isolant thermique et afin d'avoir une analyse plus profonde des résultats énumérés ci-dessus, Il est commode de comparer les valeurs de la conductivité thermique de tous les échantillons.

La figure II.11 présente une comparaison des valeurs mesurées de la conductivité et de la diffusivité thermique en fonction de l'orientation des fibres et de la pression. On pouvait s'attendre à observer une conductivité thermique bien plus faible dans le cas où les fibres sont orientées dans le plan de l'échantillon (cas des échantillons DR et FR), c'est-à-dire perpendiculairement au flux thermique imposé. En effet, dans ce cas, la structure creuse des fibrilles constitue une barrière au transfert de chaleur plus importante que dans le cas où les fibres sont orientées perpendiculairement au plan de l'échantillon (cas des échantillons DL et FL), c'est-à-dire dans le sens du flux thermique.

La figure II.12 montre que le comportement de la conductivité thermique est le même pour la diffusivité thermique.

Ainsi, l'orientation des fibres a un effet significatif sur les propriétés thermo physiques du bois de palmier. Ce résultat montre que les propriétés de ce dernier sont anisotropes, et par la suite l'utilisation du bois de palmier comme matériau d'isolation est préférable dans la direction transversale au plan d'orientation de la fibre.



Fig. II.11 : Effet de la pression et de l'orientation des fibres sur la conductivité thermique de bois de palmier



Fig. II.12: Effet de la pression et de l'orientation des fibres sur la diffusivité thermique de bois de palmier

D'après le tableau II.8, les mesures réalisées à basse pression ($P=10^{-4}mbar$) permettent d'observer que la conductivité thermique est divisée approximativement d'un facteur 2 sous vide, comportement dû à l'absence de transferts de chaleur par convection à l'intérieur de la porosité de l'échantillon dans le cas des mesures sous vide. Ce résultat est classiquement observé pour des matériaux isolants très poreux.

En effet, à pression atmosphérique la teneur en eau augmente dans la porosité de l'échantillon et un transfert de chaleur lié à la présence d'air dans les pores du matériau s'ajoute au phénomène de conduction pure et d'échanges par rayonnement.

Type de palmier	Echantillon	$\lambda_{atm}/\lambda_{vide}$
Deglat (//)	DL	1.54
Deglat(⊥)	DR	1.33
Ftimi (//)	FL	1.26
Ftimi(⊥)	FR	2.02
Rtoub(⊥)	RR	2.43
Ecaille de palme ou pétiole (⊥)	ER	1.81

Tab. II.8 : Rapport de la conductivité thermique mesurée sous vide sur la conductivité thermique à pression atmosphérique

Une valeur élevée de $\lambda_{atm}/\lambda_{vide}$ est obtenue pour le bois de palmier de type *Rtoub*, soit 2.43. Afin de mieux interpréter les résultats obtenues expérimentalement , il s'avère indispensable d'effectuer une comparaison de la conductivité thermique et de la masse volumique du bois de pétiole de palmier dattier pour certains matériaux naturels utilisés actuellement pour la réalisation de composites ou de matériaux isolants dans le domaine du bâtiment tels que le Sisal, le Liège, le chanvre et la banane.

La figure II.13 représente cette comparaison et les propriétés des matériaux naturels entrant dans la comparaison ont été choisies à partir de données de la littérature [Kalaprasad et al, 2000], [Incorpera, 2007],[Behzad, 2007],[Paul et al, 2008].



Fig. II.13: Comparaison de la masse volumique et de la conductivité thermique du bois de pétiole de palmier dattier à d'autres matériaux naturels

Nous pouvons constater que le bois de pétiole de palmier dattier est un bon isolant thermique car il présente une conductivité thermique faible, λ =0.058W.m⁻¹.K⁻¹ à pression atmosphérique. Cette valeur est proche ou inférieure à la conductivité thermique des autres matériaux isolants, le Sisal (λ = 0,070 Wm⁻¹K⁻¹; **Kalaprasad et al. 2000**), le liège (λ = 0,039 Wm⁻¹K⁻¹. **Incropera et al, 2007**), le chanvre (λ = 0,115 Wm⁻¹K⁻¹; **Faul et al, 2008**).

La figure II.13 indique aussi qu'à l'exception du liège, le bois de pétiole présente la conductivité thermique la plus faible La masse volumique du pétiole est inférieure à celle du sisal, de la banane et est légèrement plus élevée que celle du liège et de chanvre.

4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté en première lieu une méthode de mesure périodique permettant de mesurer simultanément la conductivité et la diffusivité thermique de différents matériaux à température ambiante.

En second lieu, nous avons procédé à l'étude expérimentale des propriétés thermo physiques de trois essences des fibres naturelles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*). Les effets de la pression et l'orientation des fibres sur la conductivité thermique ont été étudiés.

L'analyse des résultats expérimentaux a montré que les facteurs essentiels affectant la conductivité thermique sont la variété du palmier dattier, l'orientation des fibres et la position dans la plante (fibre de tronc ou fibre de palme).

De ce fait, nous constatons que les propriétés thermo physiques de ce type de matériau sont anisotropes et que son utilisation est préférable dans la direction radiale (flux thermique perpendiculaire au plan des fibres).

Finalement :

- Les propriétés thermiques fortes observées en matière de conductivité thermique et de masse volumique prouvent que le bois de pétiole de palme est un bon isolant thermique par comparaison à d'autres matériaux isolants,
- Il découle de ces propriétés des conséquences sur le plan environnemental : le stockage du carbone dans le bois évite des émissions de *CO*₂ dans l'atmosphère.
- On dispose d'une ressource renouvelable avec la partie palme peu exploitée à ce jour. On compte actuellement environ 100 millions de palmier dans le monde. Chaque année ces arbres sont taillés et 1130 000 tonnes de bois de pétiole sont générés.

Le bois de pétiole s'avère donc un matériau remarquable pour entrer dans la mise en œuvre d'un béton composite. Nous présentons dans le chapitre suivant une étude de la stabilisation du bois de pétiole par procédé chimique pour une meilleure utilisation dans le bâtiment

Chapitre III :

Etude de la stabilisation du pétiole de palmier par procédé chimique

Chapitre III: Etude de la stabilisation du pétiole de palmier par procédé chimique

1. Introduction

Actuellement l'incorporation des fibres végétales, en tant que renforcement dans des matrices pour former des composites, est en plein développement étant donné que ces fibres végétales présentent des propriétés mécaniques spécifiques importantes (au moins pour certaines d'entre elles) et d'autres nombreux atouts si on s'intéresse aux impacts environnementaux. Il s'agit de ressources renouvelables, naturellement biodégradables, neutres quant aux émissions de CO_2 dans l'atmosphère et ne demandant que peu d'énergie pour être produites. Ce qui permet d'atteindre de nouveaux marchés.

Les fibres végétales constituent donc, une alternative intéressante aux fibres inorganiques et synthétiques en raison de leur recyclabilité. Le problème principal avec l'utilisation des fibres végétales, comme moyen de renforcement est la cohésion et la liaison avec la matrice. Les fibres naturelles sont hydrophiles alors que les polymères utilisés comme matrices sont souvent hydrophobes.

Par conséquent, les groupes fonctionnels ne se lient pas facilement. Ainsi le composite perd ses propriétés mécaniques et se casse plus facilement au niveau de la liaison. Des prétraitements peuvent diminuer l'hydrophilie des fibres végétales (augmentation du caractère hydrophobe) et augmenter l'hydrophilie des polymères (diminution du caractère hydrophobe) pour qu'une meilleure liaison soit possible. Les prétraitements sont appliqués dans la plupart des cas sur les fibres de renforcement, parce que les modifications des polymères peuvent affecter les propriétés mécaniques souhaitées.

Un des prétraitements envisagés est le traitement alcalin, une méthode courante pour nettoyer et modifier la surface des fibres afin de minimiser la tension superficielle et améliorer l'adhérence inter faciale entre les fibres naturelles et la matrice.

Dans ce contexte, ce chapitre a été élaboré et divisé en deux parties :

Dans la première partie, le traitement alcalin des fibres de bois de palmier de Palmier Dattier (*DPF*) a été étudié. Il est à noter que l'une des difficultés qui pénalise le développement de l'utilisation de fibres naturelles dans l'industrie et dans la fabrication des composites est leur faible stabilité dimensionnelle due à l'absorption de l'eau.

Cette partie traite donc de l'effet d'un traitement alcalin préalable sur les DPF afin de remédier aux problèmes de stabilité dimensionnelle des fibres et d'une éventuelle dégradation avant l'utilisation en tant que renfort dans une matrice donnée.

Le traitement a été effectué à l'aide d'hydroxyde de sodium (*NaOH*) en solution pour trois concentrations différentes de 0,5%, 0,75% et 1%. Nous soumettons ensuite les échantillons traités et non traités à une analyse thermogravimétrique (*TGA*) afin de caractériser la dégradation des fibres *DPF* et par conséquent, mesurer la variation de masse des échantillons en fonction du temps ou de la température et en déduire finalement la concentration optimale pour laquelle la perte de masse est minimale.

Les échantillons ont été examinées par la suite au microscope électronique à balayage (*MEB*) afin d'étudier la microstructure du matériau après traitement alcalin des fibres.

L'analyse thermogravimétrique se fait à température constante et on mesure l'évolution de la masse.

Les échantillons proposés pour analyse, ont été extraits du bois de Palme (tige et pétiole) et de la grappe de palmier compte tenu du fait que la caractérisation thermo physique présentée dans le chapitre II a montré que les performances thermiques au niveau de la palme du bois de palmier sont plus intéressantes que celles au niveau du tronc de l'arbre;

Dans la seconde partie, on s'intéresse à l'influence du traitement chimique sus indiqué sur les propriétés mécaniques des DPF. Par conséquent, quatre échantillons de DPF dattier, bruts et traités avec des concentrations d'hydroxyde de sodium (*NaOH*: 0,5%, 0,75% et 1%) ont été soumis à des essais de traction afin d'estimer la résistance à la rupture, le module d'élasticité et l'allongement à la rupture pour chaque concentration de traitement.

2. Traitement alcalin des fibres de pétiole de palmier

L'alcalinisation est une technique de prétraitement commun utilisé sur la fibre végétale de base pour éliminer les hémicelluloses, les graisses et les cires susceptibles d'en diminuer la résistance inter faciale entre ces fibres et la matrice dans un composite donné. Elle se traduit par un changement de l'énergie de surface de la fibre de façon polaire ou souvent dispersive.

Les hémicelluloses, qui se composent principalement de xylane, polyuronide et hexosan, sont très sensibles à la soude caustique. Cependant, cette dernière n'exerce qu'une influence minime sur la lignine dans les fibres.

Par conséquent, il est d'un grand intérêt de comprendre l'effet de ce traitement sur les propriétés mécaniques des fibres de base. La principale modification est l'augmentation de la résistance du composite résultant de l'augmentation de l'adhérence matrice - fibres.

Les différents échantillons sont traités avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à différentes concentrations: 0.5, 0.75 et 1%, pendant une heure. Après

traitement, les échantillons sont rincés avec de l'eau distillée jusqu'à PH=7, puis séchés à l'air libre dans un local de laboratoire sous une pression atmosphérique, à température de 23°C ±2°C et un taux d'humidité de 50% ±5% pendant dix jours.

3. Caractérisation thermogravimétrique

La thermogravimétrie ou l'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique dans laquelle la variation de masse d'un échantillon est mesurée en fonction du temps ou de la température lorsque la température de l'échantillon change de façon contrôlée (dite aussi en mode programmée) dans une atmosphère déterminée. Il y a trois modes possibles :

- Mode isotherme: la mesure se fait à température constante
- **Mode quasi-isotherme** : l'échantillon est chauffé seulement quand sa masse ne varie pas. Lorsque la masse change la température est maintenue constante.
- **Mode dynamique** (le plus utilisé) : l'échantillon est chauffé dans un environnement contrôlé (sous vide, gaz neutre, etc.). La montée en température est réglée de sorte à chauffer l'échantillon progressivement, de préférence d'une manière linéaire.

L'analyse thermogravimétrique, a été effectuée sur des fibres brutes et traitées avec de l'hydroxyde de sodium (*NaOH*). Cette mesure consiste à caractériser la dégradation du matériau avec l'augmentation de la température.

On observe donc la variation de masse résiduelle du DPF pour chaque concentration de traitement de *NaOH*

3.1. Principe de mesure

L'appareil de mesure est une thermo balance, elle est constituée de deux éléments principaux (Figure III.1) : La balance et le four.

La nacelle contenant l'échantillon est suspendue au fléau de la balance et plongée dans un four programmable. Le four raccordé à la balance, la chambre d'analyse est un espace réactionnel étanche dans lequel la température, la nature et la pression des gaz peuvent être choisies et contrôlées.

Deux types de balances existent : la balance « mono four » (horizontale ou verticale) et les balances symétriques. Ces dernières sont équipées de deux bras plongeant dans deux fours distincts ; elles sont plus stables et leur sensibilité est plus grande. Elles s'affranchissent, en effet, de la dérive relativement importante due à la variation de la poussée d'Archimède lors d'une montée en température.

L'évaluation de la température, du temps et de la masse de l'échantillon sont enregistrées par ordinateur. Les résultats permettent d'accéder à la mesure de la masse en fonction de la température à des intervalles de temps réguliers. On mesure la masse en fonction du temps à une température bien déterminée qui dépend de la nature du matériau.



Fig.III.1 : Thermo balance: schéma de principe

3.2. Résultats et interprétations

L'analyse thermogravimétrique (*TGA*) a été effectuée par mode isotherme, dans une atmosphère d'air en utilisant l'instrument (*TA-GA 2950*), pour une vitesse de chauffage de 10 °C / min, qui consiste à chauffer les échantillons jusqu'à une température de 140 °C; afin de suivre l'évolution de leur masse en fonction du temps.

Au final les courbes permettant d'observer l'effet du traitement sur les différents types d'échantillons ont été représentées sur les figures (Fig.III.2, Fig.III.3 et Fig.III.4) respectivement pour les échantillons de pétiole, de grappe et de tige du palmier dattier.



Fig.III.2 : Variation de la masse du pétiole en fonction du temps



Fig.III.3 : Variation de la masse de grappe en fonction du temps



Fig.III.4 : Variation de la masse de tige en fonction du temps

La courbe de dégradation (Figure.III.5) présente deux zones (le trait vertical limite les deux zones):



Fig.III.5 : Courbe de dégradation de fibre de bois de palmier dattier

• Une première zone où la fibre subit principalement une déshydratation ;

• une seconde zone où la masse tend à se stabiliser à une certaine valeur indépendamment du temps d'étuvage à température constante.

La comparaison des deux courbes montre que l'étuvage de la fibre à 140°C sèche celle-ci, comme on pouvait s'y attendre mais que la perte de masse des fibres traitées reste inférieure à celle des échantillons non traités tout au long de la période d'étuvage.

L'analyse des courbes des figures III.2, III.3 et III.4 permet de constater que :

- 1. La masse diminue en fonction du temps jusqu'à stabilisation à une valeur minimale correspondant à un temps d'échauffement maximal.
- 2. La variation de la concentration du traitement avec l'hydroxyde de sodium a une influence sur la masse résiduelle. En fait, pour les trois échantillons la masse résiduelle décroit avec la concentration jusqu'à une perte massique minimale à 0,75% de *NaOH* puis croit de nouveau jusqu'à dépasser même l'échantillon non traité (0%).
- 3. Au-delà d'une certaine concentration de *NaOH*, nous notons que la perte de masse a augmenté de manière significative (bleue: la concentration de *NaOH* à 1%); en effet la structure interne du bois commence à se dégrader pour ce niveau de concentration. Ainsi, la concentration optimale pour un traitement alcalin en *NaOH* est de l'ordre de 0,75%.
- 4. Après stabilisation, l'écart en pourcentage massique entre l'échantillon non traité (0%) et traité avec 0,75% (concentration optimale) est de l'ordre de 0,48% pour le pétiole, 1,06% pour la grappe et 1,12% pour la tige.

Afin de comparer l'effet du traitement sur les différents types d'échantillons de bois de palmier dattier nous avons tracé des histogrammes (Figure. III. 6) représentant la masse résiduelle minimale en fonction de la concentration d'hydroxyde de sodium;



Fig.*III.6* : *Variation de la masse résiduelle en fonction de la concentration en NaOH (%)*

La figure III.6 permet de voir l'évolution de la masse résiduelle quand la quantité de *NaOH* utilisée pour le traitement augmente. La comparaison des courbes permet de constater que la concentration optimale de traitement est de *0,75%* de *NaOH* indépendamment du type de l'échantillon et que l'échantillon tige est moins affecté en perte de masse que ceux issus de la grappe et le pétiole.

4. Caractérisation morphologique

4.1. Processus d'élaboration des échantillons

Le principe d'élaboration des échantillons consiste à prélever une partie de l'échantillon brut et une autre traitée à l'hydroxyde de sodium du bois de palmier dattier sans altérer la structure. Les échantillons sont ensuite rendus métallisés pour qu'ils soient bien observés au microscope électronique (conducteur électrique). Ceci évite l'accumulation des charges sur la surface de l'échantillon pendant l'observation. Pour cela, le matériau étudié est mis dans une chambre d'ionisation sous un vide poussé. Ensuite, il est soumis à une pulvérisation cathodique pendant 3 minutes.

Enfin, un morceau de quelques centimètres est récupéré en cassant la structure du matériau. Cette technique permet d'éviter la formation de stries qui peuvent gêner l'observation.

4.2. Observation au microscope à balayage électronique (MEB)

4.2.1 Principe de fonctionnement

Le microscope électronique à balayage (*MEB*) est une technique classique et très puissante pour l'observation de la surface des structures. Elle permet d'obtenir des informations, certes qualitatives, mais souvent essentielles à la compréhension générale des phénomènes.

Ce type de microscope est constitué d'un canon à électrons permettant de créer un faisceau d'électrons, faisceau qui va interagir avec l'échantillon et les multiples interactions faisceau-échantillon vont être récoltées pour former une image de l'échantillon (figure. III.7). Le microscope utilisé ici est microscope électronique à balayage *S3200N* (HITACHI).

Le canon à électrons est constitué d'un fil de tungstène qui est chauffé à une température à laquelle il va produire des électrons sous l'effet thermoélectrique. Ensuite un diaphragme de Wehnet chargé négativement permet de concentrer le faisceau. Ce faisceau est accéléré en passant dans l'anode qui est une pièce polarisée.



Fig.III.7: Représentation schématique du microscope électronique à balayage

Le faisceau passe ensuite par une lentille électromagnétique au travers de laquelle on peut faire passer un courant, le champ créé permet de focaliser le faisceau sur l'échantillon à observer. Puis, la bobine de déflexion alimentée par un générateur de balayage, impose au faisceau un mouvement de balayage de l'échantillon. Lorsque le faisceau atteint l'échantillon, se produisent alors

différentes interactions (production d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés et de rayons X), ces interactions pouvant être collectées par des détecteurs adéquats pour être converties en signal électrique. A l'aide du générateur de balayage, le moniteur d'observation est balayé en synchronisation avec le faisceau, il s'établit alors une correspondance entre la quantité de signal produite par un point de l'échantillon et la brillance de l'élément de l'image correspondant à ce point. Par effet de "brillance", l'image permet ainsi de se rendre compte de la topologie de la surface des particules. Il est à noter que pour que les interactions aient lieu, l'échantillon doit être conducteur. Si tel n'est pas le cas, comme ici, il est possible de le métalliser avec une fine couche de platine.

Le grand intérêt de cette technique est d'observer la qualité de l'enrobage c'est-à-dire l'homogénéité de la répartition des particules invitées à la surface des particules hôtes (monocouche, enrobage discret, formation d'un film.), la façon dont elles sont réparties (agglomérats, particules individuelles) et la présence ou non de particules invitées qui n'interviennent pas dans l'enrobage et qui seraient alors présentes sur le support.

Une autre utilisation du *MEB* est d'observer l'influence de l'humidité sur des échantillons enrobés ou non. Pour cela, l'utilisation de la vapeur d'eau dans la chambre peut permettre de reproduire des conditions d'hygrométrie contrôlées par l'intermédiaire d'une platine de chauffage/refroidissement opérant par effet Peltier (dénommée « platine Peltier » par la suite), en contact direct avec l'échantillon observé. Le contrôle de la pression de vapeur dans la chambre d'observation (P_{ch}) et de la température (T_{pl}) de la platine Peltier permet, en se basant sur le diagramme d'état de l'eau, d'imposer une valeur d'hygrométrie à proximité de celle-ci.

4.2.2. Analyse des images MEB des fibres DPF

Avant d'analyser la structure morphologique obtenue après traitement alcalin du bois de palmier dattier , il est intéressant de noter que la composition chimique du bois proprement dit est un mélange de trois polymères naturels : cellulose, lignine et hémicellulose, dans la proportion approximative de 50%, 25%, 25%, en fonction de l'espèce qu'on peut considérer comme un matériau composite naturel où la cellulose est la fibre de renfort, la lignine la matrice et les hémicelluloses une interface qui rend ces deux précédents matériaux compatibles.

Les fibres végétales elles-mêmes sont divisées en trois catégories :

- les fibres de graines ou de fruits, par exemple le coton et le coco
- les fibres de feuilles, par exemple le sisal, l'abaca et l'alfa

- les fibres libériennes ou fibres de tige, par exemple. Le lin, le jute, le chanvre, le bois de palmier dattier. Ces fibres se présentent sous forme de faisceaux de fibres ultimes liées entre-elles, formant ainsi la tige. Celles-ci contiennent encore d'autres composants, par exemple ceux transportant l'eau extraite du sol par les racines vers les feuilles et ceux qui sont responsables de la liaison des fibres ultimes.

En général, la structure des fibres est hétérogène. Les plus petites parties dans les fibres sont les filaments cellulosiques ou les fibrilles, ayant des longueurs de 2 à 5 mm et des diamètres de 5 à 10 μ m. Ces fibrilles sont liées d'une manière dense par l'hémicellulose en formant les fibres. Ensuite, les fibres sont liées par la lignine et des pectines ce qui donne les faisceaux de fibres, c'est-à-dire les fibres techniques. La liaison des faisceaux de fibres donne finalement la tige.

Le composant principal des fibres végétales est la cellulose. La formule brute est $(C_6H_{10}O_5)n$. La cellulose est un polymère naturel obtenu par la polymérisation d'un dimère (le cellobiose), lui-même issu de la dimérisation du monomère β -glucose $(C_6H_{12}O_6)$ (Figure.III.8).



Fig.III.8 : *Une molécule de β-glucose avec la numérotation des atomes de carbone*

Selon les réactions suivantes :

$$2C_6H_{12}O_6 \longrightarrow C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$$
 (III.1)

$$nC_{12}H_{22}O_{11} \longrightarrow HO (C_6H_{10}O_5)_{2n} + (n-1) H2O$$
 (III.2)

Les chaînes de cellulose sont faciles à organiser, donnant une structure cristalline. Comme les chaînes de cellulose peuvent s'aligner, des zones cristallines peuvent être formées. Cela donne aux fibres finales, une certaine rigidité qui dépend du taux de cristallinité.

Le glucose, et par conséquent la cellulose dérivée, est chimiquement réactive parce que trois groupes d'hydroxyde (-OH) sont présents dans chaque molécule de glucose, dont deux alcools secondaires (atomes de carbone numéros 2 et 3) et un alcool primaire (atome de carbone numéro 6). Ces groupes participent aux réactions chimiques normales pour former des esters et éthers. Excepté ces réactions de type normales, la chaîne d'atomes peut être cassée par une attaque chimique. Alors le degré de polymérisation (D.P.) diminue et par conséquent les propriétés mécaniques chutent d'elles même.

En ce qui concerne l'hémicellulose, cette dernière est présente avec la cellulose dans les parois des cellules des plantes. Sa structure correspond fortement à celle de la cellulose. Néanmoins quelques différences importantes existent, la cellulose a une structure cristalline mais l'hémicellulose est amorphe.

De plus la cellulose est faite de β -glucose comme seul monomère, mais pour la polymérisation d'hémicellulose plusieurs monomères glucidiques, comme l'xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose (un désoxy-hexose du mannose) et l'arabinose, sont possibles. Donc tout comme la lignine, l'hémicellulose existe également sous différentes formes, parmi lesquelles le xylane est la molécule la plus abondante. Ce qui fait, que la cellulose est un composant désiré mais pas l'hémicellulose.

Les pectines font également partie des plantes, plus spécifiquement de leurs tiges et de leurs fruits. La fonction des pectines est la liaison des faisceaux de fibres. Leurs structures ressemblent beaucoup à celles des hémicelluloses. En outre, pendant la maturation des fruits, des pectines sont souvent transformées en hémicelluloses, ce qui montre la similarité entre les deux structures.

Compte tenu de cette structure morphologique, l'amélioration des propriétés mécaniques du bois de palmier dattier peut être attribuée à un meilleur mouillage de la fibre avec un traitement alcalin (Hydroxyde de sodium dans notre cas d'étude) entrainant par la suite l'élimination des impuretés et des substances cireuses à partir de la surface de la fibre et la création d'une topographie rugueuse après alcalisation et donc la qualité de l'interface sera favorisée en cas d'utilisation en tant que renfort dans une matrice donnée.

Par ailleurs, l'élimination de l'hémicellulose et la lignine sous l'effet du traitement alcalin a permis d'accroitre l'efficacité et la résistance de fibres de cellulose.

En effet, La diminution des liaisons hydrogènes entre la cellulose, l'hémicellulose et lignine, deux principaux constituants de la DPF, provoquées par le traitement alcalin, génère un gonflement important de la fibre cellulosique. Cette dilatation a pour effet, le changement de la structure. La région inter fibrillaire est donc moins dense et moins rigide, ce qui permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduisent par un meilleur partage de la charge conduisant ainsi à des propriétés mécaniques plus intéressantes

Le traitement par la soude a aussi pour conséquence le changement de la topographie de surface des fibres DPF. Il supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui va favoriser l'adhésion des fibres dans des matrices à base de des produits de construction tel que la chaux ou le plâtre.

La soude, contrairement aux autres solutions alcalines, permet, une transformation complète du réseau de cellulose. Ainsi une meilleure amélioration des caractéristiques mécaniques.

En contrepartie, une très forte concentration de la solution alcaline (*NaOH*) entrainera certainement la dégradation des filaments cellulosiques de la fibre (une oxydation) à cause de l'attaque de la liaison *C*-*C* par l'oxygène et par conséquent, réduira sa résistance à la traction.

Pour avoir une idée détaillée du traitement alcalin sur les fibres du bois de palmier dattier, différents échantillons sont examinés avec le microscope à balayage électronique (*MEB*). Les figures (Fig.III.9, Fig.III.10 et Fig. III.11) représentent ainsi les photos d'une section droite des éprouvettes brutes et traitées à l'hydroxyde de sodium

• Images MEB des particules de pétiole «P»



Fig.III.9a : *Image MEB des particules de pétiole brute (0% NaOH)*



Fig.III.9c : *Image MEB des particules de pétiole traité à 0,75% NaOH*



Fig.III.9b : Images MEB des particules de pétiole traité à 0,5% NaOH



Fig.III.9d : Image MEB des particules de pétiole traité à 1% NaOH

Fig.III.9 : Photos MEB du pétiole traité avec différentes concentrations en hydroxyde de sodium

• Images MEB des particules de grappe « G »



Fig.III.10a : *Images MEB des particules de grappe brute (0% NaOH)*



Fig.III.10c : Images MEB des particules de grappe traitée à 0,75% NaOH



Fig.III.10b : *Images MEB des particules de grappe traitée* à 0,5% NaOH



Fig.III.10d : Images MEB des particules de grappe traitée à 1% NaOH

Fig.III.10 : Photos MEB de la grappe traitée avec différentes concentrations en hydroxyde de sodium

• Images MEB des particules de la tige « T »



Fig.III.11a : *Images MEB des particules de la tige brute (0% NaOH)*



Fig.III.11b : *Images MEB des particules de la tige traitée (0,75% NaOH)*





Fig.III.11c : Images MEB des particules de la
tige traitée à 0,75 % NaOHFig.III.11c : Images MEB des particules de
la tige traitée à 1 % NaOH

Fig.III.11 : Photos MEB de la tige traitée avec déférentes concentrations en hydroxyde *de* sodium

L'analyse des images *MEB* des particules de bois de palmier dattier brutes et traitées à des concentrations de traitement de *NaOH* : 0,5%, 0,75% et 1% permet de constater que les fibres rigides brutes contiennent toutes des composants non-cellulosiques tels que la lignine, les pectines et les cires, composants influençant directement la rigidité de la fibre, ce qui est clairement visible sur les photos (Fig.III.9a, Fig.III.10a et Fig.III.11a).

Après traitement avec de la soude dosée *à 0,5%*, Les filaments cellulosiques sont bien visibles, alignés parallèlement ce qui est favorable mais ils ne sont pas libérés complètement et couverts d'une couche de matière non-cellulosique (Fig.III.9b, Fig.III.10b et Fig.III.11b).

En augmentant le dosage de la soude à 0,75%, les fibres souples ne contiennent plus de matière non-cellulosique et les filaments deviennent visibles, propres et sont encore plus alignés collés par les hémicelluloses et formant ainsi la fibre, on constate ainsi que le traitement alcalin des fibres de palmier dattier conduit à une amélioration de la cristallinité de la cellulose et supprime le contenu de l'hémicellulose et la lignine. La fibre devient relativement ductile ce qui entrainera une résistance de la fibre plus élevée en raison de l'augmentation de cristallinité de la cellulose (Fig.III.9c, Fig.III.10c et Fig.III.11c).

En revanche, et à une concentration de traitement de *1* % de *NaOH*, ces filaments et les fibres commencent à se dégrader à la suite de l'oxydation des filaments cellulosiques par l'hydroxyde de sodium.

En effet pour une concentration élevée de *NaOH*, l'oxygène commence à réagir avec la cellulose entrainant ainsi la rupture de la chaine cellulosique due à l'attaque de la

liaison C-C et on remarque la présence sur la surface des fibres de « nœuds » qui indiquent une dégradation. Plus les « nœuds » sont visibles plus la dégradation est importante (Fig.III.9d, Fig.III.10d et Fig.III.11d).

Un zoom additionnel (Fig.III.12) sur la couche de la fibre traitée à 1% d'hydroxyde de sodium montre visiblement des trous qui se créent et qui indiquent une dégradation en cours.



Filament cellulosique dégradé Nœud de dégradation

Fig.III.12 Dégradation de la surface des filaments cellulosiques après traitement à 1% d'hydroxyde de sodium

Les images *MEB* montrent aussi que la réaction de l'hydroxyde de sodium, à des concentrations supérieures à 0,5%, sur les fibres permet d'observer de fines «boules » cristallines de silice au niveau de la surface des fibres qui se forment (Figure.III.13).



Fig.III.13 : Précipitations cristallines de silice à la surface des filaments cellulosiques après traitement à d'hydroxyde de sodium

En effet, la cellulose est transformée en cellulose alcaline en présence de l'hydroxyde de sodium. Les groupes fonctionnels d'hydroxyde sont transformés en (-O⁻Na⁺) avec formation d'eau selon la réaction (III.3).

$$Cell-OH + NaOH \longrightarrow Cell - O-Na^{+} + H_2O$$
(III.3)

Les végétaux savent « pomper » dans le sol le silicium minéral pour le rendre utilisable pleinement par leur organisme. Certains plus que d'autres, c'est le cas du bois de palmier dattier où la silice est la forme naturelle du dioxyde de silicium (SiO_2) qui entre dans sa composition.

Des précipitations cristallines de silicates de sodium Na_2SiO_3 (groupes de silices SiO_2 liés aux atomes de sodium Na) commencent, alors, à se former sur la surface des filaments cellulosiques avec dégagement de CO_2 selon la réaction (III.4).

$$Na_2CO_3 + SiO_2 \longrightarrow Na_2SiO_3 + CO_2$$
 (III.4)

Et la silice se présente alors comme un solide cristallin translucide blanc couvrant les fibres cellulosiques du bois de palmier. Cette structure cristalline est ordonnée et dense. Ainsi la surface active qui participe aux interactions physiques ou chimiques avec d'autres composés est limitée à la surface externe des particules cristallines, ce qui confère aux particules de silicates déposées au niveau des fibres cellulosiques des propriétés de surface intéressantes (création d'une topographie rugueuse après alcalisation) et par conséquent l'augmentation de l'efficacité de renforcement de la fibre et ce qui va entraîner par la suite une augmentation de la résistance de cette dernière.

5. Caractérisation mécanique des fibres DPF

Dans ce paragraphe nous nous intéressons plus spécialement à l'élaboration et au contrôle mécanique des échantillons du bois de palmier dattier bruts et traités avec différentes concentrations d'*NaOH*. Les méthodes de préparation et de mise en forme des échantillons sont présentées ci-dessous.

Les mesures sont effectuées sur des éprouvettes normalisées prélevées dans les matériaux à tester. Les conditions de prélèvement et d'essais sont définies par les normes internationales.

Les propriétés mécaniques dans le sens des fibres sont mesurées par l'essai de traction. Cet essai consiste principalement à imposer un champ de contraintes axiales uniforme dans le sens des fibres d'une éprouvette. De plus, ce champ de contraintes doit agir sur une portion assez importante de l'éprouvette de sorte que le volume soumis au test soit représentatif (du point de vue statistique) des pièces en service. Ce champ de contraintes est généralement obtenu en exerçant une force dans la direction des fibres aux extrémités de l'éprouvette.

Le but de ce travail est donc d'analyser l'essai de traction du bois de palmier

dattier traité afin de comprendre l'effet de l'alcalisation sur les propriétés mécaniques des échantillons. Il est à noter que l'étude porte exclusivement sur le bois de palmier dattier dont les fibres sont alignées dans la même direction. De plus, seul l'essai de traction mesurant les propriétés mécaniques dans le sens des fibres est étudié.

Afin d'atteindre cet objectif principal et avant d'entamer l'analyse expérimentale, nous présentons dans ce qui suit une revue de la littérature sur le sujet permettant de fixer les objectifs spécifiques de l'étude ainsi que la méthodologie employée et d'introduire par la suite quelques notions qui sont nécessaires à la compréhension de l'ensemble du travail.

L'essai de traction est généralement réalisé en introduisant une éprouvette dans une machine de traction universelle. Cette machine consiste en une base plane et un piston hydraulique ayant un mouvement linéaire perpendiculairement à cette même base. De plus, des mâchoires (hydrauliques ou manuelles) se trouvent sur le piston ainsi que sur la base. Ces dernières sont installées de sorte à ce que leurs axes soient colinéaires avec celui du piston. Alors, une fois l'éprouvette insérée dans les mâchoires, le piston est déplacé verticalement et la force axiale nécessaire à ce déplacement est enregistrée. De plus, des jauges à déformations sont collées sur l'éprouvette afin de mesurer les déformations intervenant dans le calcul des propriétés mécaniques.

Ces propriétés mécaniques sont généralement calculées de la manière suivante :

Premièrement, la contrainte axiale σ_x dans l'éprouvette est obtenue en divisant la force axiale mesurée par l'aire de la section utile (section de l'éprouvette ou la rupture doit se produire) de l'éprouvette au début de l'essai.

Deuxièmement, le module élastique est calculé en divisant la contrainte axiale par la déformation mesurée par la jauge.

Finalement, la contrainte à la rupture est habituellement identifiée comme étant la contrainte ultime enregistrée durant tout l'essai. Ceci étant établi, les différentes géométries d'éprouvettes ainsi que les manières d'introduire la charge axiale proposées dans la littérature peuvent être discutées.

En effet, l'essai consiste à imposer un allongement à une éprouvette de section initiale So et de longueur utile Lo. La courbe type obtenue pour un matériau ductile est la suivante :



Fig.III.14 : Courbe de la contrainte en fonction de l'allongement

- La droite OA correspond à la déformation élastique réversible.
- La courbe AC est le domaine de déformation plastique homogène: si on supprime la force de traction, il y a un retour élastique suivant une parallèle à OA et il reste une déformation permanente.
- Pour CD, la force nécessaire pour déformer le matériau diminue alors que l'allongement continue d'augmenter ; C'est l'instabilité plastique. La striction apparait.

En D il y a rupture de l'éprouvette.

1. Re (MPa) est la limite de proportionnalité ou limite élastique. Elle est bien marquée pour les matériaux ductiles. Re correspond au seuil d'écoulement plastique (Figure.III.14). Re est atteinte quand on observe la première chute de l'effort lors de l'essai.

En l'absence de ce phénomène, quand OA n'est pas rectiligne, on doit utiliser la limite conventionnelle d'élasticité Re*0,2 qui correspond à un allongement plastique de 0,2% (voir Figure.III.14).

- 2. Rm est la résistance limite à la traction. Cette valeur est utilisée pour estimer la limite d'endurance à la fatigue (Figure.III.14)
- 3. A: allongement à la rupture est le rapport *A*= 100.(*ld-lo*)/*lo* où ld est la longueur de l'éprouvette à la rupture en D
- 4. E: module d'Young ou module d'élasticité. est la pente de la partie linéaire OA (Figure III.14) (en *Mpa* ou en *GPa*) et on appelle loi de Hooke la relation :

$$\sigma_{\acute{e}lastique} = E. \varepsilon_{\acute{e}lastique}.$$
(III. 4)

La rigidité d'une structure en traction, compression, flexion, est proportionnelle au module d'Young. La valeur de ce dernier, pour les matériaux <u>isotropes</u>, est indépendante de la direction de l'effort. Par contre, pour les matériaux <u>anisotropes</u>, tels les stratifiés, les composites orientés, les monocristaux, E varie avec l'orientation. E décroît quand la température augmente : environ 10^{-4} par degré pour les métaux, les céramiques et les verres. Il varie de façon beaucoup plus importante en fonction de la température dans le cas des polymères et des composites à matrice organique.

Nous pouvons ainsi observer deux domaines de comportement des matériaux soumis à l'essai de traction comme le montre la figure.III.14.

1. Domaine I : Comportement élastique

Il correspond à de petits déplacements réversibles des atomes autour de leur position d'équilibre dans le réseau cristallin. Sous l'action d'une force, les atomes s'écartent. Une réaction due aux forces de liaison tendant à les rapprocher provoque la réaction.

Pour les matériaux métalliques et les polymères non étirés et non renforcés, les caractéristiques d'élasticité sont indépendantes de la direction et le comportement élastique est linéaire. Ce n'est pas le cas pour les composites ou certains polymères pour lesquels le module d'Young varie avec l'amplitude de la déformation du fait de l'orientation des chaînes macromoléculaires: ce comportement correspond à des lois d'élasticité non linéaire.

2. Domaine II : Comportement plastique

Lorsque la limite d'élasticité est dépassée, les atomes du réseau cristallin ont changé de place sous l'action d'un effort de cisaillement.

La prise en compte des défauts du cristal, notamment des dislocations, est indispensable pour comprendre le comportement plastique.

Lorsqu'une déformation plastique est provoquée, on constate que la résistance à la déformation augmente car :

- les dislocations interagissent entre elles.

- de nouvelles dislocations prennent naissance, venant augmenter les interactions.

Cette augmentation de la résistance à la déformation plastique est l'écrouissage.

Si on relâche l'effort qui a provoqué la plasticité, on constate un retour élastique: le domaine élastique s'étend jusqu'à la contrainte qui était appliquée précédemment, ce qui se traduit par une augmentation de la limite élastique.

Ce phénomène est limité par l'apparition de microcavités qui provoquent une diminution de la section résistante et conduisent à la rupture ductile.

• L'éprouvette de traction

Les études et les normes concernant l'éprouvette de traction recommandent en général d'utiliser une éprouvette plate dont la longueur de la section utile est un ordre de grandeur (i.e. 10 fois) supérieur à la largeur. En effet, le rapport largeur – longueur doit prendre une certaine valeur pour dissiper les effets de Saint-Venant (i.e. champ de contraintes complexe au voisinage du lieu d'application de la charge). Toutefois, les différentes normes et études proposent diverses géométries (voir figure.III.15).

Par exemple, la norme *ASTM D 638* propose une éprouvette ayant une section réduite où la transition se fait par un arrondi d'un certain rayon.

Cette géométrie, produit généralement des ruptures dans la section utile lorsque employée pour les plastiques. Toutefois, pour des composites unidirectionnels à fibres continues, la rupture s'initie habituellement dans l'arrondi ou à une courte distance de ce dernier.

Ceci est principalement attribuable à l'endommagement du matériau causé par l'usinage de l'arrondi ainsi qu'aux concentrations des contraintes présentes dans cette zone.

En effet, il est probable que des fissures se créent entre les différents plis du stratifié lors de l'usinage de l'éprouvette. Ces fissures peuvent entraîner le délaminage de l'éprouvette, conduisant à un mode de rupture complexe. Par conséquent, la norme ASTM D 638 ne semble pas être adaptée aux composites unidirectionnels à fibres continues.



Fig.III. 15 : Géométries faciales des différentes éprouvettes proposées pour l'essai de traction

Finalement, les organismes *ASTM* et *ISO* suggèrent d'employer une éprouvette de section rectangulaire constante (Modèle ATM D3039) afin d'éliminer le problème de l'amorce des ruptures au voisinage de la zone de transition 1.

Ces deux organismes suggèrent de mouler les éprouvettes séparément ou d'utiliser une scie à diamant pour découper ces dernières dans un panneau. Cependant, bien que cette éprouvette élimine le problème des ruptures dans la zone de transition, toute contrainte parasite en un point donné favorisera l'amorce de la rupture en ce même point.

Alors, d'un point de vue déterministe et par le fait qu'il est pratiquement impossible d'éliminer les contraintes parasites, cette éprouvette sous-estime la résistance ultime du matériau. Toutefois, jusqu'à maintenant, cette éprouvette semble être le meilleur compromis. Nous utiliserons donc des éprouvettes rectangulaires.

5.1. Appareils et méthodes de mesure

Les essais de traction ont été conduits selon la norme *ISO37/2005* et la méthode utilisée est (*Dynamométrie sur ZWICK*) à l'aide d'une machine de traction universelle de modèle 1455 *WN* : 116942 (Figure.III.16).



Fig.III.16 : Photo du banc d'essai (2kN)

Equipée d'une cellule de charge de 2 kN, les échantillons ont été testés à une vitesse de 2 mm / min dans une pièce à humidité contrôlée de 50% ± 5% et à une température ambiante de 23 °C ± 2°C. Les éprouvettes ont été introduites dans des mâchoires hydrauliques permettant un ajustement de la pression exercée par les pinces sur l'éprouvette.

De plus, la surface rugueuse de ces pinces empêche le glissement des éprouvettes. Ces pinces sont aussi dotées d'un mécanisme permettant l'alignement de l'axe «x» d'une éprouvette avec celui des mâchoires (Figure.III.17).



Fig.III.17 : *Représentation schématique de l'essai de traction*

La force (F) mesurée par la cellule de charge ainsi que les déformations mesurées par les jauges ont été enregistrées à l'aide d'une carte d'acquisition de données. Les lectures ont été effectuées toutes les 50 ms.

Enfin l'essai a été interrompu lorsque qu'il y avait rupture complète de l'éprouvette et la contrainte ultime a été définie comme étant la contrainte maximale enregistrée tout au long de l'essai. Finalement, la contrainte dans l'éprouvette a été calculée en

divisant la force mesurée par la cellule de charge par l'aire de la section utile (largeur x épaisseur) au début de l'essai ce qui permet d'obtenir un enregistrement de la courbe de la contrainte à traction (R) en fonction de l'allongement(e)

5.2. Processus d'élaboration des éprouvettes

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons particulièrement au processus d'élaboration des éprouvettes du bois de palmier destinées à l'essai de traction. La méthode de préparation et de mise en forme des échantillons est faite selon les étapes suivantes :

- Le bois de palmier choisi est issu de l'essence mère «Ftimi» provenant de l'OASIS EL ELGETARE situé à l'Est de la ville de Gafsa (SUD OUEST DE LA TUNISIE).
- Les échantillons proviennent de différentes parties de l'arbre à savoir le palme (la tige et le pétiole) ainsi que la grappe et référencés comme suit :
 - La tige (le rachis) : « T »
 Le pétiole : « P »
 La grappe : « G »
- Une machine *Metabo BAS 260* (figure III.11) est utilisée pour couper les échantillons, avec une vitesse de coupe de 690±10% *m/mn*,



Fig.III.18 : Photo de la machine utilisée pour couper les éprouvettes du bois

• Le matériau, se présente donc sous forme d'éprouvettes de longueur 100 mm, de largeur 10 ± 10% mm et d'épaisseur 1.2-1.3 ± 2%mm pour chaque essence de bois de palmier dattier (Fig.III.19 : éprouvette de pétiole).



Fig.III.19 : Eprouvettes de pétiole

Trois configurations d'éprouvettes tige, grappe et pétiole dont la géométrie est celle suggérée par la norme *ISO37/2005*, ont été fabriquées soit un total de *59* éprouvettes

Le tableau III.1 détaille le nombre par configuration et par pourcentage de traitement d'*NaOH*.

configuration	Concentration de traitement en NaOH				
-	0%	0,5%	0,75%	1%	
Pétiole	3	5	6	5	
Tige	5	5	5	5	
Grappe	5	5	5	5	

Tab.III.1 : Nombre d'éprouvettes par configuration et par pourcentage de traitement de NaOH

Ces éprouvettes ont été testées dans la machine de traction et les contraintes à la rupture ont été mesurées.

Il est à noter que la force de serrage a été ajustée de manière à ce qu'elle soit la plus faible possible tout en évitant le glissement de l'éprouvette. Ceci a été accompli en conduisant un essai de traction qui impose une faible force de serrage. Tout au long de l'essai, lorsqu'il y avait glissement de l'éprouvette, la force de serrage était augmentée de manière à ce que l'éprouvette ne glisse plus.

5.3. Résultats et discussion

Trois campagnes d'essais ont été effectuées selon le type de bois de palmier dattier. Le but est d'effectuer une caractérisation mécanique du matériau, tout en respectant les normes internationales en vigueur. Les campagnes ont été menées sur une série de 59 éprouvettes de sections 1,3mm x 10mm, 1,2 mm x 10mm et de longueur 100 mm pour un test de traction monotone à température ambiante.

Les essais effectués avaient pour but la connaissance du comportement mécanique des fibres naturelles afin d'optimiser leurs performances.

Il est à noter que les caractéristiques mécaniques sont influencées par des paramètres tels que la structure cristalline, le degré de cristallinité, l'angle d'hélice des fibrilles, le degré de polymérisation, le contenu de la porosité et la composition chimique.

Les résultats obtenus de la contrainte à la rupture des échantillons testés du bois de pétiole et tige de palme dattier à différentes concentrations de traitement NaOH en fonction de l'allongement imposé aux éprouvettes sont représentés sur les figures Fig.III.20 et Fig.III.21.

Les courbes présentent deux zones linéaires.

- La première est purement élastique. C'est dans cette zone que l'on mesure le module de rigidité, ou module d'Young, E.
- La seconde zone est viscoélasto-plastique. Ceci n'est pas vraiment étonnant car selon la littérature, les fibres naturelles ont un comportement visco-élastique. La limite entre la zone élastique et la zone viscoélasto- plastique permet de déterminer la limite d'élasticité Rp.02.



de pétiole brute et traité avec l'NaOH


Nous constatons que le comportement est différent suivant le traitement effectué. Cependant, le comportement global traduit par les figures Fig.III.20 et Fig.III.21 est tout à fait en accord avec celui qui est présenté dans la littérature comme décrit à la section 5.1 avec deux domaines:

- Domaine I, déformation élastique et module (*E*).

- Domaine II, déformation plastique et rupture.

Nous remarquons aussi, que la rupture est nette en traction. Les premières fibres cassées fragilisent l'échantillon et celui-ci ne tarde pas à subir une rupture totale.

Les valeurs de la contrainte moyenne à la rupture σ_r sont récapitulées dans le tableau III.2 Suivant :

Type de bois	Traitement en NaOH (%)	Limite moyenne d'élasticité R _e (MPa)	Contrainte moyenne à la rupture σ _r (MPa)	Allongement moyen à la rupture A (%)
	0	0,11	0,73	3,9
Dátiola	0,5	0,35	3,70	2,6
renote	0,75	0,43	4,30	2,5
-	1	0,33	4,16	2,1
	0	48	66,82	2,4
Tion	0,5	80	90,60	2,3
Tige	0,75	90	91,32	1,8
	1	100	90,13	2
Grappe -	0	21,5	12,22	0,96
	0,5	43,2	42,10	1,02
	0,75	56,7	62,04	1,8
	1	37,8	32,40	0,91

___Chapitre III – Etude de la stabilisation du bois de pétiole par procédé chimique__

Tab.III.2 : Limite moyenne d'élasticité, Contrainte moyenne à la rupture et Allongement moyen à la rupture pour les différents types de bois et pour différents pourcentage de traitement en NaOH

Afin de mieux évaluer l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques des différentes parties du bois de palme dattier (Pétiole, Tige et Grappe), des histogrammes donnant les variations de la limite d'élasticité, la contrainte à la rupture et le module d'Young en fonction de la concentration d'hydroxyde de sodium sont représentées dans les figures III.22 III.23 et III.24.



Fig. III.22: Variation de la limite d'élasticité du bois de pétiole, de tige et de grappe en fonction de la concentration de NaOH



Fig. III.23: Variation de la contrainte maximale du bois de pétiole, de tige et de oranne en fonction de la concentration de NaOH



Fig. III.24: Variation du module d'Young du bois de pétiole, de tige et de grappe en fonction de la concentration de NaOH

L'analyse des histogrammes montre que le traitement avec la solution basique *NaOH* agit de façon positive sur les propriétés mécaniques et élastiques du bois de palmier dattier.

En effet :

• Les valeurs de la limite d'élasticité, de la contrainte à la traction σ_r et du module d'Young E évoluent de la même manière, le module d'Young est déterminé comme étant le coefficient directeur de la pente à l'origine de la partie linéaire élastique de la courbe de la contrainte-déformation et pour les trois types d'échantillons Pétiole, Grappe et tige (Fig.III.21, Fig. III.22 et Fig. III.23), la contrainte et le module d'Young augmentent au fur et à mesure que la concentration de traitement augmente jusqu'à une concentration optimale égale à 0.75% NaOH. A cette valeur, le contenu de l'hémicellulose et de la lignine a diminué après le traitement alcalin permettant d'accroître ainsi l'efficacité des fibres de cellulose et entrainant l'amélioration de la résistance à la traction et le module d'Young par la suite.

Au-delà, et à une concentration de 1% *NaOH* les valeurs de la résistance à la rupture et le module d'Young diminuent conjointement, la solution à forte concentration de soude commence alors à s'attaquer aux principaux composants de la construction de la fibre et plusieurs rainures apparaissent entaillées à la surface de cette dernière. Il en résulte ainsi un affaiblissement supplémentaire de la force des fibres, de sorte que la résistance à la traction et le

module d'Young commencent à diminuer et deviennent proches du bois non traité tout en restant supérieures.

• Quelle que soit la concentration de traitement utilisé de soude, c'est l'échantillon tige qui possède les meilleures propriétés mécaniques par comparaisons à ceux du pétiole ou de la grappe, en effet dans le cas du traitement à une concentration de 0.75% la contrainte à la traction de la tige (91 *MPa*) est 22 fois plus importante que celle du pétiole et 1,5 fois supérieure à la grappe alors que son module d'Young (17.3 *GPa*) est à peu près 18 fois plus important que celui du pétiole et 2 fois supérieure à celui de la grappe.

6. CONCLUSION

La connaissance des propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement mécanique des fibres naturelles est nécessaire pour optimiser leurs performances en cas d'utilisation comme renfort dans un composite. Ce Chapitre a été organisé pour mesurer l'influence de la composition de la fibre végétale et l'effet du processus d'un traitement alcalin à la soude sur les caractéristiques physiques et mécaniques. En effet les caractéristiques mécaniques d'un matériau sont influencées par des paramètres tels que la structure cristalline, le degré de cristallinité, l'angle d'hélice des fibrilles, le degré de polymérisation, le contenu de la porosité et la composition chimique.

Il est intéressant de mentionner que le procédé d'alcalisation des fibres du *DPF* conduit à des changements notables dans la structure de surface de la fibre et peut par conséquent augmenter ou diminuer sa résistance. Une bonne compréhension de ce qui se produit est alors structurellement nécessaire.

Ce chapitre a visé, donc l'étude de l'effet du traitement alcalin sur le comportement des fibres de DPF. Les différentes propriétés thermogravimétriques et mécaniques telles que la morphologie de surface, la stabilité thermique, les propriétés mécaniques ont été étudiées afin de mieux comprendre l'impact de la variation de la concentration de l'hydroxyde de sodium sur ces dernières.

En effet, différents échantillons de *DPF* ont été traités avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à différentes concentrations: 0.5, 0.75 et 1%, pendant une heure et à une température de $140^{\circ}C$.

En premier lieu, une étude des propriétés physiques des échantillons a permis de constater que la variation de la concentration du traitement influe directement sur la masse résiduelle du bois de *DPF*. En fait, pour les trois échantillons la perte massique décroit avec la concentration jusqu'à une perte massique minimale à 0,75% *de NaOH* puis croit de nouveau jusqu'à dépasser même le cas non traité (0%).

L'analyse des Micrographies *MEB* montrent une amélioration de la morphologie de la surface après l'application de la soude. En effet, la soude a permis de nettoyer la surface fibreuse des impuretés et a provoqué par conséquent une fibrillation des échantillons. En augmentant la concentration de soude les micrographies *MEB*

montrent une grande déformation dans la morphologie de la surface et le nombre des pores et les plis sur la surface des fibres augmentent. Ceci est attribué principalement à la sévérité de la réaction qui croit lorsque la concentration en soude croit.

Nous avons ensuite étudié les propriétés mécaniques des mêmes échantillons ce qui a permis de confirmer les résultats auxquels nous sommes arrivés dans les parties *MEB* et thermogravimétrie. En effet l'hydroxyde de sodium permet de nettoyer la surface des fibres et de les stabiliser par des liaisons hydrogène à cause de la présence du groupement hydroxyle (*-OH*), entrainant par conséquent une amélioration de la contrainte maximale à la rupture et du module d'Young (rigidité du matériau) qui dépendent du type d'échantillon et de la concentration de traitement.

Cependant, aux fortes concentrations de soude caustique, la solution s'attaque aux principaux composants de la construction de la fibre et plusieurs rainures apparaissent sur la surface de la fibre. Il en résulte un affaiblissement supplémentaire en fibre de force, de sorte que la résistance à la traction commence à diminuer. Le traitement aux conditions de *NaOH 0,75%* pendant *1 h à 140 ° C* s'avère le traitement optimum pour lequel la résistance à la traction est maximale et la morphologie de surface des fibres est meilleure. En effet, Une concentration de *0.75%* d'hydroxyde de sodium permet d'augmenter cinq fois le module d'élasticité (et la contrainte maximale) du pétiole, trois fois celui de la grappe et deux fois celui de la tige. L'ensemble de ce travail montre donc l'intérêt du traitement à la soude des fibres du *DPF* en vue d'améliorer leurs propriétés physiques mais tout en ne dépassant pas certaines concentrations à fin d'éviter la destruction de la structure interne de la fibre.

Nous allons maintenant étudier l'effet de l'introduction des fibres du palmier dattier *DPF* dans des matrices cimentaires et identifier les propriétés thermo physiques du composite. C'est l'objet du chapitre VI suivant.

Chapitre IV

Etude du comportement du béton chauxbois de pétiole

Chapitre IV : Etude du comportement du béton chaux-bois de pétiole

1. Caractérisation expérimentale des constituants

Le béton à base de bois de pétiole de Palmier dattier est un composite dans des proportions très variables de deux constituants, chaux et fibres de pétiole de palmier de nature très différente. Dans un premier temps nous présentons les propriétés thermo physiques de chaque élément. Dans un second temps nous étudions les propriétés du mélange à base de chaux et de bois de pétiole pour différentes concentrations.

1.1. Caractérisation de la chaux

1.1.1. Composition

Le liant que nous avons utilisé fait partie des chaux hydrauliques naturelles. Ce sont des liants sous forme de poudre, partiellement hydratée. Ils se composent en général de 70% de Calcaire et 30% d'Argile. On les classe par rapport à leur degré de résistance à la compression et on les nomme ainsi *NHL 2, NHL 3.5, NHL 5*. Plus l'indice est grand plus la chaux est résistante. Dans notre cas, Le liant utilisé pour l'élaboration des composites à base de bois de pétiole dattier est la chaux hydraulique naturelle *NHL3.5* (Fig. IV.1). Elle est fabriquée selon la norme Européenne *EN 459-1*, liant 100 % naturel exempt de tout ajout, et manufacturée par l'usine *INTERCHAUX* situé dans la région de Thela-Kasserine du sud - Ouest de la Tunisien.

1.1.2. Caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques

Les caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques du liant *NH3.5* sont présentées dans le tableau IV.1 ci- dessous :

Caractéristiques techniques de la chaux hydraulique naturelle	NHL 3,5 (hydraulicité moyenne)	
Propriétés	mécaniques	
<i>Resistance à la compression 7 jours</i>	1,78 MPa (moyenne)	
Resistance à la compression 28 jours	3,5 MPa (minimale) 5,41 MPa (moyenne)	
Début de prise	108 min (valeur moyenne)	

Résidu	5,2% (v, moyenne) < 15%
Propriétés	physiques
Temps de prise	2 Heures < Tp < 10 Heures
Expansion	0,5 mm (moyenne)
Masse volumique apparente	751 kg/ m3
Masse volumique réelle	2600 Kg/ m3(v. moyenne)
Eau libre	0,51% (v. moyenne)
Propriétés	chimiques
SO3	1 % (v. moyenne)
Chaux libre	15% (v. moyenne)

Tab. IV.1 : Caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques du liant NH3.5

1.1.3. Prise de la chaux

C'est après la mise en œuvre que la chaux et les hydrates vont se carbonater au contact de l'air humide pour redonner le carbonate de calcium et la silice d'origine. La chaux fixe ensuite le CO_2 contenu dans cet acide pour permettre l'apparition du calcaire. Cette prise démarre rapidement mais le phénomène ralentit par la suite et s'étend sur plusieurs années.



La chaux hydraulique est obtenue par calcination d'un calcaire riche en silice et oxyde de fer. Cette chaux présente un phénomène de double prise. Dans un premier temps, il se produit un durcissement à l'eau, relativement rapide (1mois). Puis dans un second temps, un durcissement à l'air (dû au CO_2), qui dure plusieurs années.



La présence de ces deux formes de chaux explique la cinétique de prise globalement lente communément admise. En effet, une première prise à court terme est assurée par la réaction entre les silicates de calcium (ou, aluminates et ferroaluminates de calcium) et l'eau qui forment des hydrates insolubles ainsi que de la chaux aérienne.

Ces éléments confèrent au liant des propriétés mécaniques à court terme, tandis que les propriétés à long terme sont dues à la réaction de carbonatation de la chaux aérienne

1.1.4. Propriétés thermiques

Des mesures de conductivité thermique de la chaux hydraulique *NH3.5* montrent que ce liant est un conducteur moyen par rapport aux autres matériaux du génie civil. Pour des valeurs de masse volumique $\rho = 751 kg/m^3$ on mesure des conductivités $\lambda = 0.6 W/(m.K)$

1.2. Les fibres de pétiole de palmier

1.2.1. Processus d'obtention des fibres

Le processus d'obtention des particules végétales se décompose en trois étapes selon la chaine de production représentée dans la figure IV.1(a), 1(b), 1(c):

- La cueillette du bois de pétiole
- Le séchage du bois de pétiole
- Le défibrage mécanique du bois de pétiole: Avant la réalisation des pâtes, le bois de pétiole est prédécoupé en brins d'environ 20mm de longueur à l'aide d'un Broyeur
- composteur à 60 marteaux réversibles à rouleau d'alimentation hydraulique de marque CARAVAGGI - Modèle BIO 400 de puissance 26 kW et de débit 12 m³/h. Nous obtenons des particules de bois de pétiole de forme parallélépipédique. La distribution finale de la longueur des fibres se situe entre 10mm et 20mm.

Les particules végétales ainsi obtenues sont des matières naturelles au même titre que les granulats de bois. Elles possèdent une certaine variabilité de leurs propriétés en fonction du lieu de production et de la nature de la plante (variété).

Dans le cadre de ce travail, les particules de bois de pétiole proviennent d'une source unique, les palmeraies des Oasis de Gafsa situé au Sud Est de la Tunisie et la variété du palmier dattier à partir de laquelle l'extraction du bois de pétiole brut est faite est appelée : Deglet Nour.



Fig.IV.1 : Chaine de Production des particules de Bois de Pétiole de palmier dattier

1.2.2. Caractéristiques physiques des fibres de bois de pétiole

Les fibres végétales de bois de pétiole ont une forme parallélépipédique. Elles ont pour dimensions moyennes ($20 \ mm \ x \ 5mm \ x \ 2mm$). Elles présentent une forte porosité due aux nombreux capillaires présents dans leur structure interne.

Des observations par microscopie électronique à balayage ont été réalisées pour visualiser ces capillaires.

La figure IV.2 ci-dessous présente la photo d'une particule de bois de pétiole et trois

images *MEB* d'une fibre d'un échantillon de la variété Deglet-Nour. La figure IV.2(a) permet d'observer la surface rugueuse essentiellement constituée de lignine, surface typique pour la plupart des fibres naturelles. Le diamètre de cette fibre est d'environ $200 \ \mu m$.

Les figures IV.2(b) et IV.2(c) permettent d'observer la structure interne de ces fibres naturelles. Chaque fibre est constituée d'un assemblage de fibrilles.

La partie centrale de chaque fibrille, appelée le lumen, est creuse. La structure tubulaire de la particule peut ainsi se modéliser comme assemblage de cylindres creux accolés les uns aux autres. Ce type de bois présente donc une porosité importante qui explique les valeurs faibles de masse volumique des échantillons étudiés $\rho = 173 \ kg/m^3$, ce qui signifie que l'arrangement est peu dense.

Pour la suite de l'étude, on pose les deux définitions suivantes :

- L'air inter-particules représente le volume d'air situé entre les granulats végétaux.
- L'air-intra-particules est l'air contenu dans la particule végétale de bois de pétiole.



Fig.IV. 2 : Images MEB d'une fibre de pétiole (variété Deglet- Nour) ; échelles : 100 μm (a),100 μm (b) et 20 μm (c)

Constituant	Masse (kg)	Volume (%)
bois	173	11,5
air intra-particules +air inter-particules	0,183~0	88,5

Le tableau. IV.2 indique la composition massique et volumique d'une particule de bois de pétiole.

Tab. IV.2 : *Composition massique et volumique d'une particule de pétiole*

Nous constatons que la part prépondérante du volume de la particule pétiole est occupée par l'air. Une particule contient environ *88%* d'air en volume. Donc la présence des capillaires et leur taille vont permettre par la suite d'expliquer deux caractéristiques essentielles des particules de bois de pétiole du point de vue comportement : Le pouvoir absorbant élevé et la compressibilité du granulat.

1.3. Le béton de pétiole de palmier

1.3.1. Elaboration du composite

• Traitement chimique des fibres pétiole.

Avant de procéder au mélange des constituants du composite, les particules pétiole sont prétraitées par une solution Alcaline NaOH de concentration 0.75. Ce traitement a fait l'objet d'une étude détaillée au Chapitre.III. Elle a permis de constater qu'à 0.75% de NaOH la perte de masse du bois de pétiole est minimale après séchage à une température de 140°C.

• Rôle de l'eau

L'eau introduite au début du mélange est divisée en deux parties, l'eau de pré-mouillage et l'eau de gâchage. L'eau de pré-mouillage a pour rôle d'humidifier les granulats poreux de façon à neutraliser leur fort pouvoir absorbant et éviter qu'ils ne perturbent pas par la suite la prise du liant. L'eau de gâchage sert à l'hydratation de la chaux hydraulique contenue dans le liant. Les composants sont introduits dans l'ordre suivant :

- Les granulats de bois de pétiole du palmier dattier
- eau de pré-mouillage des particules
- liant
- eau de gâchage

Ce choix de mise en œuvre présente un double avantage. Tout d'abord, les particules pré-mouillées ne monopolisent pas l'eau utile à l'hydratation du liant et ne perturbent donc pas la prise. Ensuite, elles deviennent moins sensibles à un

écrasement lors du mélange avec le liant dans le malaxeur, puisqu' elles sont remplies d'eau. En effet, les particules doivent conserver leurs volumes initiaux donc leur porosité pour jouer un rôle de point de vue thermique, ceci est déjà consolidé par le prétraitement des granulats de palmier en *NaOH 0.75%* avant leur introduction dans le mélange.

• Mise en œuvre du béton frais

Le mélange se fait dans un malaxeur afin d'obtenir une bonne homogénéisation des composants, sans les abimer. Les différentes étapes de malaxage sont suffisamment longues pour permettre une bonne homogénéisation et suffisamment courtes pour éviter de laisser trop d'eau s'évaporer dans l'air ambiant. Le planning de malaxage a été fait comme suit (Tab.IV.3) :

Etapes de malaxage	Temps	But de l'opération
Malaxage des particules sèches	2mn	<i>Séparer les particules et éviter la formation de petites pelotes végétales.</i>
Ajout de l'eau de pré mouillage	5mn	Saturation des particules en eau
Ajout de la chaux et malaxage	2mn	
Ajout de l'eau de gâchage et mélange	5mn	hydratation

Tab. IV.3 : Etape de fabrication de pétiole de Palmier dattier

1.3.2. Dosage et formulations testées

Pour ce qui est du choix des formulations du béton de pétiole de palmier testées, la démarche se déroule de la manière suivante :

Les quantités d'eau de gâchage et de pré-mouillage à introduire en fonction de la quantité de liant et de particules employées sont calculées.

Une large gamme de mélanges est réalisée en modifiant les proportions de liant et de particules de bois de pétiole. Partant de deux dosages nommés BEP_{Ref1} -1 et BEP_{Ref2} -1 servant de référence, les autres formulations sont obtenues on faisant varier la quantité de liant et d'eau de gâchage de référence d'un facteur k pouvant être 0,75 - 1,5 ou 2. Ceci signifie que nous avons multiplié la quantité de liant et d'eau de gâchage par k tout en conservant les quantités de particules et d'eau de pré-mouillage.

Trois formulations nommées Toit, Mur et Dalle ont été plus particulièrement aussi élaborées. Le nom de chaque formulation indique l'usage qui est fait du matériau dans le cadre d'une habitation. La formulation Toit contient une forte proportion de pétiole. Elle sert à isoler thermiquement les toitures. Les formulations Mur et Dalle contiennent une quantité de liant plus importante et possèdent donc de meilleures caractéristiques mécaniques tout en conservant un

Référence	Nbre	COMPOSITION MASSIQUES (Kg)		POURCENTAGE MASSIQUE (%)			
Echantillon		Bois	Liant	Eau	Bois	Liant	Eau
		I	Liant/Bois :3			Eau/Bois : 0,7	
BEP _{ref1} -1	3	50	150	35	21, 3	63,8	14,9
BEP _{ref1} -1,5	4	50	225	52,5	15,9	71,5	12,6
BEP _{ref1} -0,75	2	50	112,5	26,25	27,4	61,6	11
		Li	ant/Bois : 2,5			Eau/Bois : 0,5	
BEP _{ref2} -1	2	50	125	25	25	62.5	12.5
BEP _{ref2} -1,5	4	50	185,5	37	18	67.5	14.5
BEP _{ref2} -0,75	2	50	93,5	18,75	30	57.5	12.5
BEP _{ref2} -2	6	50	250	50	14.4	72.4	13.2
		I	.iant/Bois : 1			Eau/Bois : 0,6	
Toit	6	50	50	15	38.4	38.4	23.2
		1	Liant/Bois : 2		Eau/Bois : 0.6		
Mur	6	50	100	30	27,7	55.5	16.8
		L	iant/Bois : 2.5			Eau/Bois : 0.55	
Dalle	6	50	125	27.7	24.6	61.7	13.7

bon pouvoir isolant. Nous présentons ainsi les différentes formulations testées BEP_{Ref2} - k, BEP_{Ref1} - k, Toit, Mur et Dalle dans le tableau Tab. IV.4 suivant :

Tab.IV.4 : Formulations testées de béton de pétiole de palmier

Les mélanges ainsi réalisés se divisent en trois catégories principales :

a) Un mélange à faible dosage en liant par rapport aux granulats végétaux de pétiole. Le matériau peut être vu dans ce cas comme un assemblage de particules reliées entre elles par des ponts de liant (Fig.IV.3).



Fig.IV.3 : Béton de pétiole de palmier à faible quantité de liant (38%)

 b) Un mélange à fort dosage en liant par rapport aux granulats végétaux de pétiole. Les particules sont noyées dans une matrice de liant continue. Le matériau peut être vu comme liant pur (Fig.IV.4).



Fig.IV.4 : Béton de pétiole de palmier BEP à forte quantité de liant (72%)

c) Un mélange à moyen dosage, intermédiaire entre les deux dosages extrêmes précédents. La structure du mélange s'apparente à celle d'un empilement d'éléments, constitués d'une particule végétale entourée d'un mince film de liant (Fig.IV.5).

Les propriétés de ce type de matériau sont donc intermédiaires entre le liant et les particules végétales.



Fig.IV.5 : Béton de pétiole de palmier BEP à moyenne quantité de liant de liant (55%)

1.3.3. Réalisation des éprouvettes

Le processus de réalisation des éprouvettes comporte trois phases:

- Phase de remplissage du béton du bois de palmier dattier dans le moule
- Phase d'homogénéisation qui consiste à réarranger les granulats.
- Phase de compactage.

Dans le cadre de ce travail, nous avons réalisé des échantillons sous forme de dalles de dimensions 27*cm* de côté et 5*cm* d'épaisseur. Ces dernières ont été démoulées au bout de 24 heures et séchées à l'air libre durant 28 jours.

On présente ici les deux échantillons de référence de base *BEP_{ref1}-1 et BEP_{ref2}-1* et les trois formulations **Toit**, **Mur** et **Dalle** (Fig.IV.6a, 6b, 6c, 6d et 6e) :



Fig.IV.6a: Formulation BEPref1-1



Fig.IV.6b: Formulation BEPref2-1



Fig.IV.6c: Formulation Toit



Fig.IV.6d: Formulation Dalle



Fig.IV.6e: Formulation Mur

1.3.4. Composition volumique du béton de pétiole

Après réalisation et séchage, nous avons procédé à la détermination de la composition volumique finale des différents échantillons du béton de pétiole. Ces compositions sont calculées en considérant qu'il n'y a eu pas de variation globale de volume du béton au cours de la prise et du séchage. Nous avons considéré également que les particules sont quasiment sèches à l'état final. La figure IV.7 représente les différentes compositions volumiques du béton pétiole.



Fig.IV.7 : Composition volumique finale du béton de pétiole après séchage à l'air libre

Avant d'entamer l'étude du comportement thermique du béton de pétiole de palmier, nous pouvons remarquer d'après la figure IV.7 que les proportions volumiques des différentes phases (pétiole, liant, air et liant) contenues dans le matériau confirment l'hypothèse de l'existence de structures différentes pour le béton de pétiole. Ce matériau présente donc une variabilité de structure en fonction de la formulation employée, selon que l'un ou l'autre des constituants sera prépondérant dans le mélange.

2. Comportement thermique du béton de pétiole de palmier dattier

Les propriétés de transferts thermiques sont directement liées aux constituants, à la morphologie du milieu (matrice solide et réseau poreux) et aux interactions entre les différents types de transferts existant dans le matériau. Les propriétés isolantes des matériaux de construction se quantifient au travers de deux paramètres usuels : la conductivité thermique λ et la diffusivité a. Ceux-ci dépendent des caractéristiques intrinsèques des constituants, de la microstructure du matériau et des conditions de conservation (rôle de l'eau).

Ce paragraphe vise à décrire le comportement thermique du béton de palmier en milieu sec à partir de l'étude de la conductivité λ . II confronte les résultats expérimentaux à ceux issus d'une modélisation par homogénéisation auto cohérente (HAC) **[BOUTIN, 1996]** détaillée dans le Chapitre I.

Basé sur un motif générique de type inclusion tri composite. La modélisation HAC permet de disposer d'un modèle prédictif de la conductivité thermique sèche du matériau en fonction de sa formulation et de sa densité.

2.1. Modèle de prédiction de Voigt et Reuss pour le Béton de pétiole de palmier

Dans ce paragraphe nous représentons deux modèles simples, l'un série et l'autre parallèle (Fig.IV.8), qui vont encadrer la conductivité du composite.

Ce sont les bornes de Voigt et Reuss pour le cas du béton de Pétiole de Palmier. Nous remarquons que l'écart entre les bornes est trop important pour constituer une modélisation prédictive de la conductivité thermique pour notre cas d'étude.



Fig.IV.8 : Bornes de Voigt et Reuss pour le Béton de pétiole de palmier

2.2. Application de la HAC bi composite au bois de pétiole de palmier en vrac sec

Du bois de pétiole de palmier en vrac a pu être testé. Cet échantillon est constitué de deux parties, des particules végétales et l'air inter-particules. On pose :

> ρ_p : Masse volumique du bois de pétiole en vrac λ_p : Conductivité du bois de pétiole en vrac mesurée par la machine

thermique

 λ_{pp} : Conductivité de la particule végétale (inconnue) λ_a : Conductivité de l'air ambiant à 20°C ρ_a : Masse volumique de l'air (négligeable)

A partir de la mesure expérimentale de la conductivité macroscopique du bois de pétiole en vrac, considéré comme le milieu équivalent, on peut déduire la valeur de la conductivité de la particule λ_{pp} en inversant la formule obtenue dans le cas du modèle à inclusions bi composite.

On considère une structure avec une bulle d'air centrale (phase1) de rayon R_a entourée d'une particule végétale (Phase 2) de rayon R_{pp} [ARNAUD et al, 2000b]. La conductivité du bois de pétiole en vrac s'écrit donc :

$$\lambda_p = \lambda_{pp} \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1}{\lambda_a/\lambda_{pp-1}}} \right]$$
(IV.1)

$$\theta = \left(\frac{R_a}{R_{pp}}\right)^3 = 1 - \frac{\rho_p}{\rho_{pp}} \approx \frac{1}{2}$$
(IV.2)

La masse volumique moyenne de la particule végétale es*t* $\rho_{pp} \approx 350 \text{ kg/m}^3$. De plus, pour $\rho_{pétiole} = 173 \text{ kg/m}^3$, nous avons mesuré la conductivité $\lambda_{pétiole} = 0.058 \text{ W/(m.K)}$. En intégrant ces valeurs dans l'équation précédente, on déduit la conductivité de la particule seule pétiole seule 0.102 W/(m.K).

Finalement, nous avons exprimé la conductivité du pétiole en vrac en fonction de sa masse volumique en remplaçant les valeurs numériques dans l'équation (IV.1):

$$\lambda_{p\acute{e}tiole} = 0,102 + 0,102 \frac{1 - \rho_p/350}{-1,342 + \rho_p/1050}$$
 (IV.3)

Avec

$\rho_{P\acute{t}iole}(Kg/m^3)$	Mesures expérimentales	Valeurs théoriques
	$\lambda_{p\acute{t}iole}(W/(m.K))$	$\lambda_{p\acute{t}iole}(W/(m.K))$
173	0,058	0,058
276	0,083	0,082
206	0,072	0,065

Les résultats fournis par ce modèle théorique sont cohérents avec les mesures expérimentales (Tab.IV.5) mesurées au laboratoire *CERT*ES.

Tab.IV.5 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et
théoriques de la conductivité thermique du bois de pétiole pour
trois valeurs de masse volumique

Nous constatons également l'influence de la masse volumique sur la variation de $\lambda_{p\acute{t}iole}$. Une augmentation de 59 % de $\rho_{P\acute{t}iole}$ entraine une élévation de 41 % de $\lambda_{p\acute{t}iole}$, tout en restant dans une gamme de valeurs inférieures à celles des matériaux de construction usuels (béton cellulaires, bois...).

La modélisation théorique par homogénéisation a ensuite permis de définir une loi d'évolution de la conductivité en fonction de la masse volumique du bois de pétiole (Fig.IV.9). Nous avons obtenu ainsi la variation de la conductivité thermique pour différents masses volumiques du bois de pétiole.



Fig.IV.9 : Conductivité thermique théorique et expérimentale du bois pétiole de palmier en fonction de sa masse volumique

2.3. Application de HAC tri composite au béton de pétiole de Palmier sec

Le béton de pétiole sec étant constitué de trois éléments (Fig.IV.10), on utilise le modèle à inclusions tri-composite avec une bulle d'air, entourée de particules végétales, elles-mêmes entourées de liant **[ARNAUD et al, 2000a]**. Ce type d'inclusion générique est basé sur trois hypothèses:

- 1. Le liant est constitué de Chaux hydrauliques NHL3.5 et de Chaux vive éteinte Ca(OH)₂ hydraté et de bulles d'air microscopiques (air intra-liant).
- 2. Les particules végétales sont constituées de la partie végétale et de l'air intraparticules.
- 3. La bulle d'air correspond à l'air macroscopique contenu dans le matériau (hors liant et hors particule).



Fig.IV.10 : Inclusion sphérique tri composite représentant le béton de pétiole de Palmier sec

L'expression de la conductivité thermique du béton de pétiole devient donc :

$$\lambda = \lambda_{l} \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1+\frac{\delta}{3}(\lambda_{a}/\lambda_{pp}-1)}{\lambda_{a}/\lambda_{l}-1-\frac{\delta}{3}(\lambda_{a}/\lambda_{l}-1)(2\lambda_{pp}/\lambda_{l}+1)}} \right]$$
(IV.4)

Avec

ec
$$\theta = \left(\frac{R_{pp}}{R_1}\right)^3$$
 $\delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_{pp}}\right)^3$ (IV.5)

On a $m_{pp} =$

 $m_{pp} = K.m_l \tag{IV.6}$

Avec m_{pp} : Masse particules

 m_l : Masse de liant en poudre dans la formulation de béton

On en déduit :

$$\theta = 1 - \frac{1}{k+1} \frac{\rho}{\rho_1}$$
 (IV.7)

Et

$$\delta = \frac{\rho}{\rho_{pp}} \frac{k}{(k+1)} \frac{1}{1 - \frac{\rho}{\rho_l} \frac{1}{k+1}}$$
 IV.8)

2.4. Mesures expérimentales de la conductivité thermique du BEP

Les campagnes de mesures expérimentales sont menées au laboratoire *LESP* de l'école Nationale des Ingénieurs de Monastir-Tunisie (*ENIM*), à l'aide d'un dispositif appelé méthode des boîtes thermiques. Elles permettent de déduire la conductivité thermique des matériaux en régime permanent en réalisant un bilan énergétique du système.

2.4.1. Description du dispositif expérimental

Le dispositif est constitué d'une enceinte isotherme maintenue à la température de $T=-4,2^{\circ}C$ (± 0,1°C) par un système de refroidissement, considéré comme source froide. Cette enceinte possède deux ouvertures carrées de 27 cm de côté sur sa face supérieure contenant les échantillons à tester. Chaque boîte contient une plaque chauffante jouant le rôle de source chaude. On impose ainsi une température uniforme dans la boîte en modifiant la tension électrique U (V) appliquée aux bornes de la plaque. Une console indique la valeur de cette tension U et un ohmmètre électronique permet de mesurer les résistances *R* de chaque boîte. On peut ainsi évaluer la quantité de chaleur dégagée par effet Joule dans le système.

Des sondes de température (thermo sondes à résistance de platine) permettent de mesurer la température ambiante dans la boîte (T boîte), la température extérieure dans la salle (T_{ext}), les températures sur la face supérieure de l'échantillon (T_{sup}) et sur la face inférieure (T_{inf}). Le gradient thermique imposé entre la boîte et l'enceinte climatique crée un flux de chaleur entre les deux faces de l'échantillon. La mesure est réalisée sur 24 heures de façon à laisser le système se stabiliser et ainsi établir un régime permanent (Fig.IV.11 et 12).



Fig.IV.11 : Dispositif expérimental de mesure de paramètres thermo physiques



On présente le protocole expérimental qui permet d'identifier la conductivité.

Fig.IV.12 : Schéma de principe de la machine thermique

• Appareillage de l'El700

L'EI700, plus simplement nommé « Blue Box » (Fig.IV.13), est l'appellation donnée au coffret concevant un environnement favorable à la méthode des boites. Celui-ci comprend deux boites : La première est dédiée à la conductivité et la deuxième à la diffusivité.



Fig.IV.13 : Cellule de mesure EI700.

• Echangeurs

Au fond de l'enceinte, un échangeur à ailettes transporte de l'eau glycolée, refroidie par un cryostat. La température d'ambiance de l'enceinte, maintenue, dépend de la température de consigne imposée au cryostat. Le cryostat à notre disposition est de marque Lab. Compagnon, modèle : *RW-3025G*.

• Absorbeurs d'humidité

Deux absorbeurs d'humidité sont présents dans la Blue Box. Chacun d'entre eux est proche d'une boite. Ceci est une précaution à prendre car l'humidité peut perturber les résultats, surtout dans le cas des matériaux poreux. Ces absorbeurs sont des produits communs.

• Sonde d'humidité

Cette sonde quantifie justement le taux d'humidité de l'air et est placée dans le grand coffre. La *HD 200* de *KIMO* mesure l'humidité et transmet un signal en *4-20mA* proportionnel au taux ambiant.

• Appareillage de la boite

• Thermocouples

Les thermocouples présents dans l'installation sont de type *K* et *J*. La différence de type ne joue pas un rôle majeur dans le montage. Il est cependant essentiel de le préciser à l'acquisiteur de données car chaque thermocouple possède sa spécificité.

o Résistance chauffante

La résistance chauffante est un modèle standard, courant sur des équipements électroménagers. Sa valeur ohmique est approximativement de *5.10*³ ohms.

2.4.2. Chaîne de mesure

L'acquisition des données se fait au moyen d'un système *SCXI* piloté par un *PC* sur lequel est installée la plateforme de développement graphique *BenchLink Data Logger 3*. Data Logger 3 pilote une interface électronique qui communique par liaison *USB* avec un *PC* via une carte d'acquisition 39470 *A* - *Agilent DATA Acquisition*. L'acquisition des signaux 4-20 *mA* et 0-5 *V* est réalisée par des modules, accessibles via des borniers. Plusieurs modules sont impliqués dans la configuration que nous avons utilisée :

2.4.3. Résolution de l'équation de chaleur dans le cas d'une plaque

L'équation de la chaleur (IV.2) se résout analytiquement dans le cas d'un échantillon simple dont les parois de surface *S* sont soumises à deux températures

différentes (Fig.IV.14). En régime permanent, le transfert de chaleur se fait suivant des lignes de flux perpendiculaires aux faces. Il s'agit d'un écoulement de type monodimensionnel avec la température T variant linéairement en x.



Fig.IV.14 : Écoulement en régime permanent au travers d'un mur d'épaisseur e

En tenant compte des conditions aux limites, on en déduit:

$$T(x) = T_{sup} + \left(T_{inf} - T_{sup}\right)\frac{e}{x}$$
(IV.9)

Le flux de chaleur par unité de temps vaut d'après la loi de Fourier :

$$d\phi = -\frac{dT}{dx}S\tag{IV.10}$$

En considérant qu'il n'y pas de fuites par les parois latérales de l'échantillon, le flux de chaleur émis par la face supérieure se retrouve intégralement sur la face inférieure. Par intégration en tenant compte des conditions aux limites, on obtient :

$$\phi(x) = -(T_{inf} - T_{sup})\frac{\lambda s}{e}$$
(IV.11)

Cette configuration d'écoulement au travers d'un échantillon d'épaisseur *e* correspond à l'écoulement dans le dispositif de mesures utilisé. On calcule ainsi la conductivité thermique de notre matériau.

2.4.4. Principe de la mesure

La mesure est basée sur le principe de conservation de l'énergie dans le système constitué de la boîte en Styrodur et de la plaque de béton de chanvre. On pose les conventions d'écriture suivantes :

D : Coefficient global de déperdition thermique (*W*.*K*⁻¹) à travers les parois de la boîte

- e : Epaisseur (m) de l'échantillon
- *S* : Surface corrigée de l'échantillon ($0,0692 m^2$)

En régime permanent, l'énergie fournie au système est dissipée pour partie à travers les parois de la boîte et pour partie au travers de l'échantillon de béton de pétiole. Le système reçoit l'énergie fournie par dissipation thermique dans la résistance (effet Joule).

Elle vaut U^2/R . La chaleur perdue à travers les parois de la boîte vaut : $D(T_{boite} - T_{amb})$ et la chaleur passant à travers l'échantillon vaut : $\Phi = -(T_{inf} - T_{sup})\frac{\lambda S}{e}$

On obtient donc :

$$\frac{U^2}{R} = D(T_{boite} - T_{amb}) - \frac{\lambda S(T_{inf} - T_{sup})}{e}$$
(IV.12)

D'où on déduit la conductivité thermique du matériau :

$$\lambda = \frac{e}{s(T_{inf} - T_{sup})} [D(T_{boite} - T_{amb}) - \frac{U^2}{R}]$$
(IV.13)

2.4.5. Coefficient de déperdition thermique des boites

Le dispositif contenant les échantillons est isolé de l'extérieur par du Styrodur. Ce matériau permet de limiter les pertes de chaleur à travers les parois des boîtes thermiques, générées par l'existence d'un gradient de température entre l'intérieur de la boîte et le milieu extérieur.

On définit un coefficient de dépendition thermique D pour chaque boîte, qui dépend de la géométrie (dimensions) et des propriétés thermiques des matériaux constitutifs. Dans un premier temps, ce coefficient D est calculé de manière théorique avec les formules de Carslaw et Jaeger, et celles de Langmuir **[Menguy et al, 1986]**.

Dans un second temps, le coefficient D est déterminé de manière expérimentale à l'aide d'un échantillon de béton, dont les caractéristiques sont connues. On obtient alors, par ces deux approches, les valeurs numériques suivantes :

	Boîte 1	Boîte 2
Approche théorique	0,160	0,150
Approche expérimentale	0,179	0,160

Tab.IV.6 : Coefficients de déperdition thermique D des boîtes

Les coefficients de déperdition thermique déduits expérimentalement sont légèrement plus élevés que les valeurs théoriques. Ceci peut s'expliquer par des imperfections d'étanchéité du système. La détermination des conductivités thermiques du béton de pétiole de palmier prend en compte les valeurs expérimentales des coefficients de déperdition thermique.

2.4.6. Les perturbations dues à la convection

Les échantillons étant poreux, des échanges convectifs peuvent se produire et perturber les mesures. Or les masses volumiques des échantillons dans notre cas dépassent les $600 kg/m^3$.Il faut donc placer l'échantillon entre plaques métalliques afin de réduire la surface de contact entre l'air extérieur et la phase solide et par conséquent limiter les échanges convectifs (Fig.IV.15).

Seules donc les échanges conductifs sont mesurés, les échanges convectifs sont considérés négligeables tout au long des mesures



Fig.IV.15 : Echantillon de béton de pétiole préparé pour les mesures par la boite thermique

2.4.7. Echantillons testés

Les plaques de béton de pétiole sont séchées dans un four à T = 60 °C pendant une semaine, de façon à stabiliser leur masse en éliminant l'eau libre présente dans le matériau. Le tableau suivant indique le nombre de plaques testées pour chaque formulation, ainsi que les masses volumiques maximale et minimale des échantillons secs.

L'écart entre ces deux extrêmes varie entre 9 et $174 kg/m^3$. Le but est d'étudier la conductivité thermique en fonction de la formulation et de la masse volumique du matériau.

		$ ho_{final}(kg/m^3)$		
Formulation	Nombre d'échantillons testés	$ ho_{min}(kg/m^3)$	$\rho_{max}(kg/m^3)$	
BP_{ref1} -1	3	1468	1536	
<i>BP_{ref1}-0,75</i>	2	1446	1473	
BP _{ref1} -1.5	4	1594	1652	
BP _{ref2} -1	2	1449	1458	
BP _{ref2} -0,75	2	1401	1436	
BP_{ref2} -1,5	4	1428	1602	
BP _{ref2} -2	6	1456	1477	
Toit	2	617	679	
Mur	6	1307	1445	
Dalle	6	1200	1323	

Tab.IV.7 : Inventaire des échantillons testés en thermique

2.5. Analyse des résultats

2.5.1. Influence de la formulation

Les résultats des essais effectués sur du béton préalablement séché sont présentés dans la figure IV.16. Chaque symbole correspond à une formulation définie dans le paragraphe 1.3 (Béton de pétiole de palmier). Pour chaque formulation, différentes masses volumiques sont testées. Les résultats montrent que la conductivité thermique augmente lorsque la concentration massique en liant augmente.

Ceci s'explique par le r**e**mplacement de l'air, excellent isolant naturel, par du liant, bon conducteur thermique.



Fig.IV.16 : Conductivité thermique du béton de pétiole sec en fonction de la masse volumique ρ

Nous notons également que dans la gamme considérée, la conductivité thermique varie de manière quasi-linéaire avec la masse volumique (Fig.IV.17). La densité suffit donc à caractériser le comportement thermique. Ce résultat n'est vérifié que pour des masses volumiques comprises entre 600 et 1600 kg/m³, car les formulations dans cette zone sont voisines. Lorsque la masse volumique devient trop faible, les échanges thermiques par conduction deviennent petits devant les échanges thermiques par conduction deviennent petits devant les à la conduction pure mais à l'association conduction/convection. La valeur de λ , pour $\rho = 0$ dans la loi empirique $\lambda = 000134\rho + 0,011$ devrait correspondre à la conductivité de l'air seul ($\lambda = 0,026$ W/(m.K)), ce qui n'est pas tout à fait vrai.



Fig.IV. 17 : Dépendance quasi-linéaire de la conductivité en fonction de la masse volumique du béton

2.5.2. Influence de la masse volumique

Différentes formulations ont été testées à différentes concentrations massiques de pétiole. Les valeurs de la conductivité thermique correspondantes sont représentées sur la figure IV.18.

Pour la formulation Toit, à forte concentration massique en bois de pétiole (environ 39%), la valeur de la conductivité thermique est faible, et de l'ordre de 0,086 W/(m.k). Ceci peut s'expliquer par la proportion des pores qui augmente au fur et à mesure que le taux de pétiole au sein de l'échantillon et ceci indépendamment de la formulation testée.



Fig.IV.18 : Conductivités thermiques et masses volumiques pour différentes formulations

2.5.3. Influence de la concentration volumique de charge

La figure IV.19 présente l'évolution de la conductivité thermique du composite en fonction du taux de charge des fibres relatifs aux formulations BEP_{ref1} et BEP_{ref2} .



Fig.IV.19 : Evolution de la Conductivité thermique expérimentale des formulations BEP_{ref1} et BEP_{ref2} en fonction de la concentration volumique

Deux zones de comportement sont distinguées :

- La première (Zone I) correspond aux composites à faible taux de concentration en bois de pétiole dans la matrice (10% <C <35%). Elle se caractérise par une évolution approximativement linéaire décroissante de 10% à 35%, et correspond à des conductivités thermiques comprises entre de 0,30 W/(m.k) et 0,17 W/(m.k)
- La seconde (Zone II), relative aux composites renforcés à des taux de charge comprise entre *35% et 70%*. Dans ce second cas, 2 parties apparaissent :

La première correspond à une légère chute de la conductivité thermique quand la concentration volumique de charge de bois de pétiole augmente (35% < C < 50%). Le taux de charge dans ce domaine agit faiblement sur la conductivité thermique du composite.

Dans la deuxième, le taux de charge dépasse 60% dans la matrice, dans ce cas l'effet sur la conductivité thermique est négligeable et demeure presque constante.

Afin de préciser le comportement thermique ainsi obtenu, nous avons dans un premier temps analysé l'effet de l'immersion des fibres végétales dans une solution de chaux. **[Sedan et al, 2007]** ont montré ainsi que les fibres végétales peuvent « fixer » des ions calcium Ca^{2+} . La pectine contenue dans les fibres peut réagir avec les ions calcium dans un environnement alcalin et forme une structure très stable. Cette structure peut être responsable de la chute de concentration des ions Ca^{2+} dans la solution de chaux et par conséquent dans la matrice. Les pectines sont donc de bons chélateurs de calcium. En effet,

la concentration en calcium dans le surnageant diminue avec l'augmentation du taux de fibres. **Sedan et al** ont également observé une assez forte augmentation en concentration en ions Si^{4+} ce qui influence le rapport chaux-silice *C/S* (*CaO/SiO*₂) en solution.

[Thomas *et al.* **1983]** notent aussi que durant le début de l'hydratation d'une pâte de ciment avec un rapport *E/C* de 2,0, le ratio *C/S* est de l'ordre de *1300*. Cependant lorsque l'on introduit 7% en volume de fibres dans la pâte de ciment et après un temps d'immersion de *30 min*, le rapport *C/S* chute à *60*.

[Double et al. 1980] avancent que le retard de prise est dû à l'aspect différé de la précipitation du silicium avec le calcium qui en début de réaction ne peut se combiner à cause de la chute de la concentration en calcium en solution.

Nous proposons donc les explications suivantes pour le comportement thermique des formulations BEP_{ref1} et BEP_{ref2} quand on fait varier la concentration massique des fibres de pétiole dans la matrice chaux :

• Dans la zone I (10% <C <35%) : L'introduction des fibres de bois de pétiole dans les pâtes de chaux augmente la porosité totale du composite qui est la somme de l'air macroscopique dû à l'arrangement imparfait des particules et l'air microscopique contenu à la fois dans le bois de pétiole et le liant. La diminution de la conductivité thermique pourrait donc être expliquée par la porosité qui augmente au fur et à mesure que la concentration de bois pétiole augmente.

Quant à la diminution rapide de la conductivité dans cette gamme de concentration, nous pouvons l'expliquer par le fait que la concentration en calcium (ion Ca^{2+}) est suffisante pour permettre la précipitation et la formation d'un gel d'hydrate de silicate de calcium (*CSH*). Influant directement sur le temps de prise en le minimisant, le silicate de calcium entraine ainsi une chute remarquable de la conductivité thermique dans cette plage.
• Dans la zone II :

Partie 1: 35% < C < 60%: dans cette partie la conductivité thermique des composites continue à diminuer faiblement en fonction de l'augmentation de la concentration volumique du bois de pétiole par comparaison au premier domaine de charge des fibres (0,17 W/(m.k) à 0,13 W/(m.k)). En effet la porosité totale continue à augmenter avec l'augmentation des taux de fibres et la conductivité thermique du composite diminue par la suite, mais la faible vitesse de diminution de la conductivité est due essentiellement aux fibres qui fixent les ions Ca^{2+} par leurs pectines et agissent ainsi comme un inhibiteur pour les *CSH*. La concentration en calcium devient ainsi trop faible pour permettre la précipitation et par conséquent la formation d'un gel d'hydrate de silicate de calcium (*CSH*) qui constitue le produit majeur d'hydratation du ciment ce qui engendre un retard de prise malgré la plage remarquable du taux de charge des fibres de bois de pétiole.

Partie 2 : C > 60% : dans cette partie toute augmentation de la concentration volumique de bois de pétiole dans la matrice cimentaire n'a aucun effet sur la conductivité thermique du composite et cette dernière reste presque constante et

égale à sa valeur minimale acquise avec le taux de charge de fibres de 60% pour les deux formulations BEP_{ref1} et BEP_{ref2} soit $\lambda_{BEP \ ref1} = 0,122 \ W/(m.k)$ et $\lambda_{BEP \ ref2} = 0,140 \ W/(m.k)$. En effet, ces faibles valeurs de λ peuvent être expliquées par le fait que dans ce domaine de concentration volumique le dosage en liant est faible par rapport à celui en granulats végétaux et le matériau peut être vu comme un assemblage de particules reliées entre elles par des ponts de liant.

Cette structure se rapproche de celle du pétiole en vrac et les propriétés du composite sont proches de celles de la particule pétiole ($\lambda_{p=étiole} = 0.058W/(m.k)$).

Il est à noter aussi que le rapport de dilution B/L influe directement sur la conductivité thermique du composite. En effet la comparaison de la conductivité thermique des deux formulations BEP_{ref1} et BEP_{ref2} montre que l'effet du rapport de dilution B/L commence à avoir une influence sur la conductivité à partir d'un taux de charge supérieur à 20%.

Au-dessous de 20% de taux de charge, les valeurs de la conductivité thermique coïncident pour les deux formulations. Nous constatons ainsi que l'écart entre la conductivité thermique du composite BEP_{ref1} et celle du BEP_{ref2} s'étend au

fur et à mesure que la concentration volumique des particules pétiole augmente et s'éloigne du taux de 20%, et les valeurs ainsi mesurées de la conductivité du composite BEP_{ref1} hydraté avec à un rapport B/L de 0,4 sont nettement inférieures à ceux du composite BEP_{ref2} hydraté avec un rapport B/L de 0,2

Cette comparaison nous permet par conséquent de conclure que le composite BEP_{ref1} est plus performant que la formulation BEP_{ref2} en tant qu'isolant thermique est ceci est dû essentiellement au rapport de dilution B/L dans la solution qui est 2 fois le rapport de dilution de BEP_{ref2} .

2.5.4. Influence de la porosité du composite BEP

La figure IV.20 et IV.21 représentent les évolutions des conductivités thermiques (HAC, série, parallèle, mixte et mesurées) en fonction de la porosité.



Fig.IV. 20: *Evolution de la conductivité thermique apparente mesurée et calculée par les modèles en fonction de la porosité du béton de pétiole* BEP_{ref1}



Fig.IV. 21: Evolution de la conductivité thermique apparente mesurée et calculée par les modèles en fonction de la porosité du béton de pétiole BEP_{ref2}

D'après la première constatation, nous pouvons vérifier que la conductivité thermique diminue quand la porosité augmente. Nous constatons aussi que les conductivités thermiques mesurées sont comprises entre les valeurs obtenues par les modèles série et parallèle. L'écart entre ces deux bornes est plus faible au fur et à mesure que la porosité augmente.

Dans les deux cas du béton de pétiole BEP_{ref1} et BEP_{ref2} , c'est le modèle mixte qui semble se rapprocher le plus des résultats expérimentaux quand la porosité augmente au sein du composite. Les valeurs du modèle mixte sont en parfaite conformité avec les valeurs mesurées de la conductivité thermique apparente pour toutes les valeurs de porosité dans la gamme de 20.0 % à 55.0 %.

Nous notons, également, que le modèle *HAC* présente une bonne concordance avec la conductivité mesurée pour les valeurs de porosité variant de 20.0 % *et* 35.0 %.

Ces observations nous amènent donc à constater que les modèles *H*AC et mixte parallèle-série peuvent être considérés comme modèles de prédiction acceptables de la conductivité thermique des composites *Bref1* et *Bref2*.

2.5.5. Comparaison entre les mesures expérimentales et l'approche théorique par HAC

La modélisation par HAC permet d'exprimer la conductivité du béton de bois de pétiole de palmier en fonction des caractéristiques et des concentrations volumiques des constituants pour une inclusion tri composite. Ce choix d'inclusions sphériques imbriquées les unes dans les autres permet d'imposer la continuité de la matrice de liant, qui est l'élément conducteur prépondérant dans le béton de pétiole.

La figure IV.22 représente en trait plein les résultats donnés par le modèle théorique, chaque trait indiquant une formulation particulière. Les symboles correspondent quant à eux aux différentes mesures expérimentales. Pour chaque formulation, un paramètre caractéristique k est calculé comme le rapport entre la masse de particules de bois de pétiole et la masse de liant en poudre.

Les valeurs théoriques sont très cohérentes avec les différentes mesures expérimentales effectuées au laboratoire. Un écart inférieur à $\pm 10\%$ est obtenu entre théorie et expérience. Cet écart peut s'expliquer par des incertitudes de mesure.

En premier lieu, la détermination de la conductivité thermique expérimentale dépend de l'épaisseur réelle de l'échantillon. Or, la présence des particules rend difficile le surfaçage des échantillons et génère des différences locales d'épaisseur. On utilise une valeur moyenne de l'épaisseur en réalisant deux mesures sur chaque face latérale de la plaque.

En second lieu, la conductivité thermique est calculée à partir du coefficient de déperdition thermique D de la boîte. Or, celui-ci est obtenu par calage expérimental et en considérant qu'il est indépendant de la température d'essais, ce qui n'est pas tout à fait exact.



Fig.IV. 22 : Comparaison entre conductivité expérimentale (symboles) et modèle auto cohérent (trait plein)

3. Conclusion

Ce chapitre fait le bilan des recherches expérimentales et théoriques sur la conductivité thermique de différentes formulations du béton de bois de pétiole de palmier *BEP* sec.

L'étude de la conductivité thermique apparente théorique du béton de pétiole s'est basée sur une approche qui s'appuie sur une démarche considérant que le matériau est constitué d'une matrice solide combinée avec une phase fluide (air). Dans ce cas, la conductivité thermique apparente sera fonction des conductivités thermiques de la phase solide et la phase fluide (air).

L'étude de l'influence de la porosité et de la conductivité des deux phases, sur la conductivité thermique a été conduite selon des comparaisons entre les résultats expérimentaux et les prédictions, par des calculs analytiques à l'aide des modèles théoriques. Les modèles HAC et mixte série-parallèle ont servi de références pour comparer les résultats expérimentaux. L'écart entre les bornes des modèles série et parallèle est trop important pour constituer une modélisation prédictive de la conduction thermique.

Le modèle théorique HAC dont le motif générique est constitué d'une inclusion

sphérique tri composite dans une matrice, qui impose la continuité du liant permet de tenir compte du dosage des matériaux dans le béton de pétiole (concentrations volumiques variables des constituants selon la formulation). Ce modèle, présente une certaine concordance avec la conductivité mesurée pour les valeurs de porosité variant de 20.0 % et 35.0 % et aboutit à une bonne concordance au-delà de 35.0 %. Les écarts entre la conductivité théorique et les résultats expérimentaux sont inférieurs à 10 %. On peut donc considérer que ce modèle HAC possède un caractère prédictif de la conductivité du béton de pétiole sec satisfaisant.

En observant l'évolution des valeurs de ce modèle, la conductivité thermique apparente reste du même ordre de grandeur, quel que soit la valeur de la conductivité de la matrice solide.

En effet, et à la lumière des résultats expérimentaux obtenus, nous constatons que la conductivité thermique croit avec la masse volumique et décroit en fonction de la porosité du composite. En ce qui concerne le dosage massique du bois de pétiole dans le composite, l'étude a montré que la conductivité thermique, décroit en fonction du pourcentage du bois dans le matériau.

En plus, et à partir des résultats obtenus au cours de cette étude de modélisation, il apparait que le béton de pétiole de palmier présente d'excellentes performances de point de vue isolation thermique avec des conductivités variant entre 0,085 et 0,240 W/(m.K) pour des masses volumiques allant de 650 à 1650 kg/m³ pour les différentes formulations testé es et que les prédictions de la conductivité thermique apparente obtenues par des calculs analytiques sont fortement influencées par les hypothèses faites par les modèles sur la structure poreuse.

Ces modèles font apparaître l'augmentation de la conductivité thermique, lorsque la porosité diminue. Nous avons également montré l'influence non négligeable de la valeur de la conductivité thermique de l'air lorsque le taux de porosité devient important (> 40 %).

Chapitre V :

Modélisation des transferts de chaleur dans le béton de bois de pétiole BEP

Chapitre V : Modélisation des transferts de chaleur dans le béton de bois de pétiole BEP

1. Introduction

Dans ce travail, notre contribution consiste à évaluer numériquement une des propriétés physiques intrinsèques d'un composite à base de fibres de pétiole de bois du palme dattier : la conductivité thermique du Béton de pétiole BEP.

Après une étude expérimentale et théorique inspiré de la modélisation auto cohérente (HAC) nous avons développé un modèle numérique basé sur la méthode des volumes finis. C'est un modèle qui nous a permis de modéliser finement les phénomènes thermiques et d'étudier l'évolution des températures et du flux thermique au sein du composite. Cette modélisation nous a conduits à évaluer les caractéristiques thermiques du béton du pétiole.

Le matériau étudié contient deux types de composants solides (Matrice liant et Bois de pétiole) et de l'air. Le bois de pétiole et l'air sont considérés comme des sphères concentriques. Ils sont insérés dans une matrice de forme cubique formée de liant à base de chaux.

Dans cette étude nous avons réalisé plusieurs maillages pour des différentes formulations du composite. Dans chaque maillage nous avons fait varier les volumes des sphères de pétiole et de air pour tenir compte de la nouvelle concentration du composite en bois de pétiole. Les conditions aux limites sont prises de manière identiques dans chaque cas.

L'équation de chaleur au sein du composite est résolu par la méthode des volumes finis.

Pour les conditions aux limites, les quatre faces latérales externes du béton de pétiole sont thermiquement isolées, les deux faces frontales dont la première est considérée comme la surface d'entrée, est maintenue à une température chaude (T_c) et la deuxième comme face de sortie est maintenue à une température froide (T_F) .

Les différents résultats obtenus en régime permanent, sont présentés en termes de contours de températures et de flux de chaleur.

2. Formulation mathématique

2.1. Formulation du problème de transfert de chaleur

2.1.1. Bilan d'énergie

Soit un système défini par ses limites dans l'espace, les différents flux de chaleur qui influent sur l'état du système sont : Φ_e , Φ_{st} , Φ_g et Φ_s respectivement le flux de chaleur entrant, flux de chaleur stocké, flux de chaleur généré et flux de chaleur sortant.

D'après le 1^{er} principe de la thermodynamique, le bilan d'énergétique du système (**S**) est :

$$\Phi_e + \Phi_g = \Phi_s + \Phi_{st} \tag{V.1}$$

Où :

$$\Phi_e = \dot{m} \, C_p \, (T_1 - T_2) \tag{V.2}$$

Avec :

 $\begin{array}{lll} \Phi_e & : Flux \ de \ chaleur \ entrant \ dans \ le \ système \ (W) \\ \dot{m} & : Débit \ massique \ (Kg \ s^{-1}). \\ Cp & : Chaleur \ spécifique \ (J.Kg. \ s^{-1}) \\ T_1, \ T_2 & : Températures \ d'entrée \ et \ de \ sortie \ (K). \\ Et : \end{array}$

$$\Phi_{st} = \rho \ V \ C \frac{\partial T}{\partial t} \tag{V.3}$$

Avec :

 Φ_{st} : Flux stocké (W).

 $\rho : Masse volumique (Kg. m^{-3}).$ $V : Volume de système (m^{3}).$ $C : Chaleur massique (J kg^{-1}K^{-1}).$ T : Température (K) t : Temps (s)Et :

$$\Phi_g = \dot{q} V \tag{V.4}$$

Avec:

 $\begin{array}{lll} \Phi_g & : Flux \, d'énergie \, thermique \, générée \, (W). \\ \dot{q} & : Densité \, volumique \, d'énergie \, générée \, (W \, m^{-3}). \\ V & : Volume \, (m^3). \end{array}$

Dans notre étude nous supposons qu'il n'y a pas de génération d'énergie ausein du composite, dans ce cas :

$$\Phi_e = \Phi_s + \Phi_{st} \tag{V.5}$$

2.1.2. Les modes de transfert de chaleur

Pour mener à bien notre étude nous avons pris en compte deux types de transfert thermique la conduction et la convection.

- Conduction

C'est le transfert de chaleur au sein d'un milieu opaque, sans déplacement de matière, sous l'influence d'une différence de température. La propagation de la chaleur par conduction à l'intérieur d'un corps s'effectue selon deux mécanismes distincts: une transmission par vibrations des atomes ou molécules et une transmission par les électrons libres.

La densité de flux est proportionnelle au gradient de température telle que :

$$\vec{\Phi} = -\lambda S \overrightarrow{grad}(T) \tag{V.6}$$

Ou selon l'axe de propagation supposé Ox:

$$\Phi = -\lambda S \frac{\partial T}{\partial x} = -\lambda S (T_2 - T_1)$$
(V.7)

Avec :

- Φ : Flux de chaleur transmis par conduction (W).
- λ : Conductivité thermique du milieu (W. m⁻¹ K⁻¹).
- *X* : Variable d'espace dans la direction du flux (m).
- S: Aire de la section de passage du flux de chaleur (m^2).
- *T_C* : *Température d'entré* (K)
- T_F : Température de sortie (K)

- Convection

C'est le transfert de chaleur entre un solide et un fluide, l'énergie étant transmise par déplacement du fluide. Ce mécanisme de transfert est régi par la loi de Newton :

$$\Phi = hS \left(T_p - T_\infty \right) \tag{V.8}$$

Avec :

- Φ : Flux de chaleur transmis par convection (W).
- *h* : Coefficient de transfert de chaleur par convection (W m⁻² K⁻¹).
- *T_p* : *Température de surface du solide (K).*
- T_{∞} : Température du fluide loin de la surface du solide (K).
- *S* : *Aire de la surface de contact solide/fluide (m²).*

2.1.3. Transfert de chaleur dans le composite

Nous écrivons l'équation de la chaleur dans le cas général puis nous nous intéresserons au régime permanant sans génération d'énergie.

Equation de chaleur dans la matrice et la sphère bois

Le bilan énergétique décrit par l'équation (V.1) combinée aux équations (V.2-V.4) donne l'équation de la chaleur dans le cas le plus général :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_x \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda_y \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{q} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t}$$
(V.9)

Ou bien :

$$\vec{\nabla} \cdot \left(\lambda \cdot \vec{\nabla} \cdot T\right) + \dot{q} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \tag{V.10}$$

Nous supposons que le régime est permanent et que la température en tout point du composite est indépendant du temps. C'est la limite vers laquelle tend toute distribution de température lorsque les conditions extérieures sont-elles mêmes indépendantes du temps.

L'équation (V. 9) peut se simplifier dans notre cas compte tenu des hypothèses suivantes :

- Le milieu est isotrope dans ce cas $\lambda_x = \lambda_y = \lambda_z = \lambda$
- Il n'y a pas de génération d'énergie à l'intérieur du système : $\dot{q} = 0$ (W m⁻³).
- Chaque partie des éléments du composite est homogène et dont la conductivité est constante en fonction du temps

Compte tenu des hypothèses ci-dessus, l'équation de chaleur est la suivante :

$$\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + \frac{d\lambda}{dT} \left[\left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)^2 \right] = \rho \ c \frac{\partial T}{\partial t}$$
(V.11)
$$a \ \nabla 2 \ T \ = \frac{\partial T}{\partial t}$$
(V.12)

Avec :

$$a = \frac{\lambda}{\rho c} (m^2 s^{-1}) \quad diffusivité \ thermique$$

La diffusivité thermique exprime l'aptitude d'un corps à transmettre la chaleur plutôt qu'à l'absorber. Elle caractérise la vitesse de propagation d'un flux de chaleur à travers un matériau.

• En régime permanent (champ de température indépendant du temps), nous obtenons l'équation de Laplace :

$$\nabla^2 T = 0 \tag{V.13}$$

• Le composite est constitué de plusieurs éléments du bois de palm, de l'air et de la chaux, les coefficients de l'équation différentielle (V.11) diffèrent d'un élément à l'autre.

Equation de chaleur dans la sphère d'air

D'une façon générale, les équations qui régissent le transfert de chaleur au sein d'un composite, sont déduites à partir des lois générales de conservation de la masse, de la quantité de mouvement (Navier-Stokes) et de l'énergie.)

2.2. Etude du béton de bois de pétiole

2.2.1. Problématique

L'analyse des échantillons du béton de pétiole montre que les formes des inclusions de bois de pétiole sont variables, et leurs distributions sont aléatoires au sein de la matrice liant.

Les approches théoriques considèrent des formes bien determinées telle que la forme sphérique, ellipsoidale, cylindrique etc. [**Pham et al, 2012**], a considéré un mélange de formes géometriques avec des directions bien déterminées pour pouvoir réaliser une simulation numerique. Pham et al. n'ont pas pris en considération l'air macroscopique dans leurs modèle numérique, ce qui a rendu l'étude lointaine de la réalité compte tenu de l'aspect poreux des majorités des composites.

Dans le cas de notre composite, les morceaux de bois de pétiole peuvent prendre plusieurs orientations ce qui laisse impossible la prise en compte de la direction dans notre modèle.

La conductivité thermique est une propriété intrinsèque, son calcul sur l'échantillon entier ou sur une maille élémentaire de cet échantillon est similaire. Les orientations aléatoires sont infinis et donne au matériau un aspect global isotrope. La mise en évidence de cette caractéristique au niveau élémentaire peut être prise en compte en supposant que les inclusions sont assimilées à une sphère incluse dans la matrice de l'échantillon.

Notre materiau composite est donc constitué d'une matrice representant le liant, une sphere representant l'air et une deuxieme sphère creuse et concentrique à la première, representant le bois. La taille des sphères prend en compte les pourcentages volumiques fixés pour chaque formulation.

2.2.2. Modélisation adoptée

Le matériau considéré contient donc deux types de matériaux solides (Matrice liant et Bois de pétiole) et de l'air. Le bois de pétiole et l'air sont considérés comme des sphères prises dans la matrice liant de forme cubique.

Le système thermique considéré dans notre cas est inspiré de la méthode d'homogénéisation auto-cohérente (*HAC*) détaillée au chapitre VI, qui nous a permis d'évaluer dans un premier temps la conductivité théorique du bois de pétiole. Dans cette approche le composite est assimilé à un milieu homogène isotrope de conductivité équivalent noté λ_{eq} .



Fig.V. 1: Schéma du matériau composite

Le système est assimilé à une matrice de forme cubique formant le liant et contenant des sphères à base d'air et de bois de rayons respectives R_1 et R_2 .

Les volumes des sphères pétiole et air varient en fonction de la formulation du béton de pétiole ce qui nous permet de définir un pourcentage volumique α en (%) égal à ($V_{sphère}/V_{globale\ du\ composite}$). Les conditions aux limites sont prises les mêmes pour chaque formulation. La figure V. 1 représente le schéma du système considéré dans la modélisation numérique.

2.2.3. Configuration du matériau composite équivalent

Les hypothèses admises dans la présente étude sont les suivantes :

- Les faces frontales d'entrée et de sortie du composite sont isothermes avec des températures respectivement égales à T_C = 67 °C (340K) et T_F = 17°C (290K) et les faces latérales du composite étant adiabatiques.
- La conduction est le seul mode de transfert de chaleur dans les solides (bois et matrice) à laquelle s'ajoute la convection dans la sphère constituée d'air.

- Les propriétés thermiques de chaque sphère sont indépendantes de la température.
- Les énergies cinétique et potentielle sont négligeables vis-à-vis l'enthalpie de la sphère
- Le volume des sphères remplies de matériaux représente a % du volume global du composite.

Cette condition se traduit par la relation suivante :

$$V_{\text{sphère}} = \alpha . V_{\text{cube}} \tag{V.14}$$

Soit :

$$\frac{4}{3}\pi \cdot r^3 = \alpha \cdot a^3 \tag{V.15}$$

Une première étape a consisté à identifier pour chaque formulation de béton de pétiole BEP, les rayons des sphères air et pétiole.

D'où :

$$R_{air} = \sqrt[3]{\frac{3.\alpha_{air}.a^3}{4.\pi}}$$
(V. 16)

$$R_{p\acute{e}tiole} = \sqrt[3]{R_{air}^3 + \frac{3.\alpha_{p\acute{e}tiole} \cdot a^3}{4.\pi}})$$
(V.17)

Avec:

 R_{air} : Rayon de la sphère air.

*R*_{pétiole} : *Rayon de la sphère du bois de pétiole*

a : Côté de la matrice cubique prise égale à 1 étant donné que la composition volumique totale pour chaque formulation est égale à $1m^3$

Nous pouvons donc présenter le tableau V.1 suivant récapitulant les rayons des sphères d'air et de bois de pétiole pour chaque formulation du béton de pétiole. Ces dimensions seront utilisées pour la modélisation numérique.

Référence échantillon	$R_{air}(m)$	$R_{p\acute{t}iole}(m)$
BEPref1-1	0,194	0,478
BEPref1-0.75	0,200	0,470
BEPref1-1.5	0,418	0,493
BEPref2-0,75	0,137	0,448

___Chapitre V – Modélisation par volumes finis dans le béton de bois de pétiole_

BEPref2-1	0,249	0,485
BEPref2-1.5	0,311	0,490
BEPref2-2	0,366	0,490
Toit	0,480	0,495
Mur	0,375	0,499
Dalle		$R_{p\acute{tiole}} > 0,5 m$, on sort donc de la matrice, le modèle n'est plus valable pour cette

Tab.V.1: Les rayons des sphères d'air et bois de pétiole Calcul de la conductivité

Le système, constitué par une matrice comportant deux sphères de conductivité différentes peut être assimilé à un système homogène isotrope avec une conductivité équivalente notée λ_{eq} , compris entre les abscisses x et x + dx, il vient :

$$\Phi_x = \Phi_{x \div dx} \tag{V.18}$$



Fig.V. 2 : Bilan thermique élémentaire de système BEP

Autrement dit :

$$-\lambda_{eq} S\left(\frac{dT}{dx}\right)_{x} = -\lambda_{eq} S\left(\frac{dT}{dx}\right)_{x+dx}$$
(V.19)

D'où

$$\frac{dT}{dx} = A \qquad et \quad T(X) = Ax + b \tag{V.20}$$

Sachant que :

$$T(x=0) = T_C = 340 \text{ K}$$
 et $T(x=e) = T_F = 290 \text{ K}$

Donc :

$$T = T_1 + \frac{x}{e} (T_C - T_F)$$
(V.21)

La densité de flux de chaleur traversant le système est :

$$\Phi = \frac{\lambda_{eq} \left(T_C - T_F \right)}{e} \tag{V.22}$$

La relation précédente peut se mettre sous la forme :

$$\Phi = \frac{(T_C - T_F)}{\frac{e}{\lambda_{eq} \, s}} \tag{V.23}$$

D'où la conductivité thermique numérique du système est :

$$\lambda_{eq} = \frac{\Phi e}{S(T_C - T_F)} \tag{V.24}$$

3. Modélisation par volumes finis

3.1. Introduction

Dans le cas spécifique de la simulation des composites *BEP*, une difficulté additionnelle se présente lors de la résolution numérique des équations V.21, V.22 et V.23.

En effet, la représentation correcte d'un nombre de sphères concentriques de matière dans le domaine de calcul exige l'adoption d'un maillage irrégulier et particulièrement raffiné.

Nous avons modélisé donc, le composite de Béton de Bois de Pétiole par la méthode de volumes finis. Compte tenu la complexité de la géométrie, nous avons utilisé un maillage multi-bloc hybride en *3D* formé de cellules de type tétraédrique.

La résolution numérique de ces équations a été réalisée à l'aide du code de calcul FLUENT. C'est un logiciel de simulation très répondu dans l'industrie. Il permet de modéliser tous les types de transfert thermiques (convection naturelle, convection forcée, conduction et rayonnement) ainsi que des écoulements newtonien ou non newtonien (laminaire ou turbulent, compressible ou incompressible). Il est basé sur la méthode de volumes finis (MVF).

Ce code de calcul traite les équations de conservation de masse, des quantités de mouvement et de chaleur pour tous les fluides. Dans notre étude nous nous sommes intéressés au cas des fluides newtoniens considérés incompressibles du fait que la vitesse de l'air dans le béton et l'intervalle de température de calcul sont faibles.

3.2. Discrétisation

Le code de calcul utilise la technique de volume de contrôle pour convertir les équations de gouvernance en des équations algébriques qui seront résolues numériquement par la suite.

Cette technique consiste à intégrer les équations de gouvernance sur chaque volume de contrôle, pour obtenir des équations discrétisées. La discrétisation des équations est plus facilement illustrée en considérant le transport d'une quantité scalaire ϕ en régime permanent. Ceci est traduit par l'équation suivante écrite sous forme d'intégrale sur un volume de contrôle arbitraire :

$$\oint \rho \Phi dA = \oint \Gamma \Phi \nabla \Phi dA + \int_{\mathcal{V}} S \Phi dV \tag{V.25}$$

Avec :

 ρ : Densité du fluide

v : Vecteur vitesse

A: Vecteur de surface

 Γ_{Φ} : Coefficient de diffusion de Φ

- $\nabla \Phi$: Gradient de $\Phi \left(= \left(\frac{\partial \Phi}{\partial x}\right)\hat{\imath} + \left(\frac{\partial \Phi}{\partial y}\right)\hat{\jmath} en 2D \right)$
- S_{Φ} : Source de Φ par unité de volume.

L'équation (V.25) est appliquée à chaque volume de contrôle ou cellule.

Les cellules triangulaires en 2D dans la figure (Fig.V. 3) sont un exemple de volume de contrôle.

La discrétisation de l'équation (V.25) sur des cellules données est :

$$\sum_{f}^{N \ faces} v_f \Phi_f A_f = \sum_{f}^{N \ faces} \Gamma_{\Phi}(\nabla \Phi) A_f + S_{\Phi} V \tag{V.26}$$

Avec :

N_{faces} : Nombre de faces que renferme la cellule

- Φ_f : Valeur de Φ convectif à travers la face f
- v_f : Flux de masse à travers la face f

 A_f : L'aire de la face f, $|A| (|A_x \hat{i} + A_y \hat{j}| en 2D)$

 $(\nabla \Phi)_n$: Magnitude de $\nabla \phi$ normale à la face f

V : *Volume de la cellule*



Fig.V. 3: cellules en 2D

Le code de calcul stocke les valeurs discrètes du scalaire Φ au centre de la cellule (C₀ et C₁ sur la figure.V. 3). Le terme de convection Φ_f à la surface est calculé en utilisant un schéma amont « schéma upwind ».

3.3. Linéarisation des équations discrétisées

L'équation de transport discrétisée (V.26) contient la variable scalaire Φ au centre et aux faces limitant la cellule. Cette équation est généralement non linéaire. La forme générale linéarisée de l'équation (V.26) est :

$$a_p \Phi = \sum_{nb} a_{nb} \Phi_{nb} + b \tag{V.27}$$

L'indice nb représente les cellules voisines, et a_p et a_{nb} sont les coefficients de linéarisation de Φ et Φ_{nb} . Des équations similaires sont écrites pour chaque cellule du maillage. Le code de calcul résout ce système d'équations en utilisant la méthode du point implicite (Gauss Seidel)

3.4. Relaxation

Pour résoudre le problème de non-linéarité des équations résolues par le code de calcul, il est nécessaire de contrôler la variation de Φ . Cela est assuré par relaxation qui réduit la variation de la production de Φ durant chaque itération. Dans la forme la plus simple, la nouvelle valeur de Φ dépend de l'ancienne valeur, Φ_{old} et de la variation de $\Delta\Phi$, et le facteur de relaxation α :

$$\Phi = \Phi_{old} + \alpha \Delta \Phi \tag{V.28}$$

3.5. Maillage

Dans cette étude, la forme des sphères coaxiales nous a empêchées d'utiliser un maillage structuré. Nous avons utilisé donc un seul type de maillage non-structuré où les cellules sont tétraédriques (Fig. V. 4).



Fig.V. 4 : Cellule tétraédrique

Pour réaliser ce maillage nous avons découpé le matériau en trois zones (Fig.V.5) :

zone 1, portion de matrice (liant) cubique presentant une concavité sphérique de rayon R₁.

zone 2, portion sphère creuse (bois) de rayon extérieur R1 et de rayon intérieur R2.

zone 3, portion de sphère pleine (volume air) de rayon R₁.

Le maillage cubique a pour dimension 1000 mm d'arrête et les pourcentages volumiques proposées de chaque constituant ont été respectés.

La Figure V.10 représente le maillage du composite béton de pétiole en 3D. Il est formé de 3458291 cellules. La qualité du maillage est satisfaisante. Nous observons sur la figure ci-dessous en détail le positionnement de la paroi bois-air, interface bois-liant et l'entrée et la sortie du flux de chaleur à l'entrée

Nous avons opté pour un raffinement local au niveau des zones critiques là ou l'épaisseur du matériau s'affaiblit. Cette démarche nous a permis de réaliser un gain en temps de calcul et Nous a permis d'éviter la réalisation d'un maillage très fin et volumineux en mémoire sur toute la structure.



Fig.V.5: Maillage du composite en 3 D : petite sphere-air, grande sphere-bois, cube-matrice ou liant

4. Résultats et discussion

Dans cette partie nous avons évalué numériquement la conductivité du Béton de bois de pétiole pour différentes concentrations. Nous avons procédé par la suite (Validation du modèle) à une confrontation avec les résultats expérimentaux et numériques obtenus par le modèle inspiré de l'homogénéisation auto cohérente (HAC) et d'Agari.

• Schémas d'interpolations

Vu le nombre important de cellules, imposé par la géométrie du modèle de matériau (sphères concentriques) nous avons utilisé le schéma upwind de première ordre pour linéariser l'équation de chaleur.

Vu le nombre important de cellules, nous avons utilisé les schémas suivants pour linéariser les équations de conservations :

Pression	: Modèle standard		
Momentum	: Schéma upwind premier ordre		
Energie	: Schéma upwind premier ordre		
Energie cinétique turbulente k	: Schéma upwind premier ordre		
Taux de dissipation ${oldsymbol {arepsilon}}$: Schéma upwind premier ordre		
Couplage vitesse pression	: SIMPLE		

o Critères imposés de Convergence

Les critères de convergences ont étés pris à 10^{-3} pour les composantes de vitesse et 10^{-6} pour l'énergie.

Les contours de température et de densité sont similaires pour les différentes formulations du composite *BEP*.

De ce fait, nous présentons, dans un premier temps les contours de température et de flux à travers le composite; et nous dressons par la suite, le tableau V.3 récapitulant les valeurs de la conductivité numérique déduites après simulation de la densité de flux à travers les différents composites du béton de pétiole.

4.1. Contours de température du composite BEP

Les figures V. 6 et V. 7 représentent, l'évolution globale dans l'espace (xyz) du gradient de température dans le composite tout le long de la matrice du composite

Nous remarquons que les gradients thermiques sont très importants au niveau de la paroi latérale d'entrée du flux (T= 340K) et sont les plus faibles (T = 290 K) du côté de la paroi externe de sortie du flux.

Nous pouvons par conséquent constater que le refroidissement assuré par les couches liant, bois et air est très efficace puisqu'il assure des faibles températures tout au long de la face de sortie du flux.



Fig.V.6 : Contours de température sur les faces latérales du composite



Fig.V.7 : Contours de température au niveau de la sphère bois (Grande sphère) et de la matrice liant (cube)

La Figure V.8 représente les contours de température dans un plan (yz) passant par le centre des sphères et parallèle au flux de chaleur.



Fig.V.8 : Contours de température dans le plan longitudinal (YZ) à X=0

Les figures V.9 et V.10 représentent quant à elles les contours de température au niveau du plan transversal (*xy*) à une distance z = 0.25m du plan médiateur z = 0. Dans les deux plans les échelles de température varient de 290 K à 340 K. Une première interprétation de la figure montre que la température est maximale au niveau du plan d'entrée T = 340 K, moyenne et uniforme au plan médiateur T = 315 K et minimale au plan de sortie T = 290 K.

Ce gradient thermique s'amortit graduellement à partir de la face d'entrée d'une façon non uniforme qui se resserre plus qu'on s'approche de la sphère d'air. La température au niveau de la sphère d'air situé au centre du cube composite est T=315K.

Ce résultat s'avère logique étant donné que l'air est soumis à la même température *315K* à l'état statique par le phénomène de convection contrairement aux phases solides liant et bois qui présentent une certaine résistance thermique au flux de chaleur.





Fig.V.9 : Contours de température : rouge : plan d'entrée z=-0.5m, vert : plan médiateur z=0, bleu clair z=0.25m, bleu : plan de sortie z=0.5m

Fig.V.10 : Contours de température au niveau de plan transversal (XY) Z= 0.25m

4.2. Contours de densité de flux du composite BEP

La figure V.11 illustre la densité de flux exprimé en W/m^2 au niveau de la face d'entrée. On constate que cette face du composite présente une zone centrale froide et des couronnes à gradient de température plus élevés qui entourent cette dernière.

On constate également que les densités du flux atteignent leur maximum au voisinage des parois et plus précisément au niveau des quatre coins de l'extrémité du cube.



Fig.V.11 : Contours de densité de flux au niveau de la face d'entrée dans le plan plan (xy) à Z= -0,5m

4.3. Identification de la conductivité thermique numérique

Compte tenu des hypothèses précédentes, nous avons calculé valeur moyenne de la densité de flux sur une section puis nous avons déterminé la valeur de la conductivité thermique équivalente du composite.

Le tableau V.3 résume la conductivité thermique numérique λ_{Bref1} , λ_{Bref2} , λ_{Toit} $et_{\lambda_{Mur}}$

en fonction de la concentration volumique en charges du bois de pétiole dans les composites *BEP_{ref1}*, *BEP_{ref2}*, *Toit*, *Mur et Dalle*.

Chapitre V – Modélisa	tion par volumes finis	dans le béton de bo	is de pétiole
	•		

% volumique en bois de pétiole mesuré	λ_{Bref1} (Wm ⁻¹ K ¹)	λ_{Bref2} (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	λ _{Mur} (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	λ _{Toit} (Wm ⁻¹ K ⁻¹)
15	0,316	0,312	-	-
20	0,279	0,286	-	-
25	0,257	0,273	-	-
30	0,228	0,267	-	-
35	0,221	0,238	-	-
40	0,156	0,226	0,175	-
45	0,154	0,196	-	-
50	0,127	0,166	-	-
55	0,125	-	-	-
60	0,128	-	-	0,084
65	0,119	-	-	-

Tab.V.2: Conductivité thermique numérique des composites BEP_{ref1}, BEP_{ref2}, Toit, Mur et Dalle

En analysant la valeur de la conductivité thermique numérique obtenue (Tab.V.2), nous constatons que cette dernière décroit au fur et à mesure que la concentration en charges de bois de pétiole croit dans les composites BEP_{ref1} et BEP_{ref2} . Afin de mieux juger l'acceptabilité des résultats obtenus numériquement, nous proposons dans le paragraphe suivant, une analyse comparative entre les valeurs expérimentales et ceux induits du modèle

4.4. Validation du modèle

4.4.1. Les modèles de prédiction de la conductivité thermique

L'évolution de la conductivité thermique des composites du béton de pétiole *BEP* est étudiée à l'aide de deux modèles théoriques, le modèle d'Agari et le modèle (HAC), en fonction de la concentration en charges. Les valeurs de la conductivité prédis par ces modèles sont comparées par la suite aux résultats expérimentaux et numériques obtenus par le modèle FLUENT.

Modèle d'agari

Selon la littérature ce modèle donne des résultats proches des valeurs réelles pour les faibles concentrations, mais divergent pour les fortes concentrations en charges.

En ce qui concerne l'adaptation des paramètres du modèle d'Agari au composite du béton de pétiole *BEP*, nous constatons que pendant la préparation du composite, les particules de bois de pétiole peuvent affecter la cristallinité et la taille de la matrice liant (chaux) et par conséquent changer sa conductivité thermique. Ceci est pris en considération et la valeur de la conductivité de la matrice sera remplacée par $C_1 \lambda_{liant}$ dans l'équation (Chapitre .I). Dans le cas où la matrice serait dopée par un seul type de particule comme dans notre cas, l'affinement du terme C₁ ne sera plus utile ; et nous considérons alors $C_1 \cong 1$.

Modèle par homogénéisation auto cohérente (HAC)

Une technique basée sur la (HAC) a donc été employée dans notre travail pour une modélisation théorique. Son principe est d'assimiler un matériau hétérogène comme celui de béton de pétiole de palmier BP, à un matériau homogène équivalent dont on doit déterminer les caractéristiques. On réalise ainsi un passage de l'échelle microscopique (les constituants) à l'échelle macroscopique (le matériau), en exprimant la conductivité thermique globale du matériau comme une fonction des caractéristiques de chaque constituant (conductivité, concentration volumique).

La mise en œuvre de la (HAC) nécessite deux conditions la séparation d'échelle et l'existence d'un motif générique. A ces deux conditions s'ajoute la conservation de l'énergie entre le milieu hétérogène réel et le milieu homogène fictif, dont les propriétés sont à définir.

Dans le cadre de cette étude, le motif générique est constitué d'inclusions sphériques simples ou composites, qui permettent de simplifier les calculs par des effets de symétrie. La modélisation peut se faire en une seule homogénéisation ou faire appel à une double homogénéisation telle que décrite et détaillé dans chapitre IV.

Modélisation par volumes finis

Dans ce travail, notre contribution consiste à évaluer numériquement une des propriétés physiques intrinsèques du Béton de pétiole BEP, la conductivité thermique. Les équations qui régissent la conduction au sein du composite sont discrétisées par la méthode des volumes finis. Le composite à étudier contient deux types de matériaux solides (*Matrice liant* et *Bois pétiole*) et de l'air. Le bois de pétiole et l'air sont considérés comme des sphères centrées dans la matrice de forme cubique du liant. Les volumes des sphères pétiole et air varient en fonction de la formulation du béton de pétiole *BEP* et par la suite le pourcentage volumique. Cette simulation nous a permis d'étudier l'évolution de la température et du flux thermique et par la suite la détermination de la valeur de la conductivité thermique du composite selon chaque concentration.

4.4.2. Comparaison des résultats

Après avoir développé le modèle du béton de pétiole *BEP* par la méthode des volumes finis basé sur une homogénéisation inspirée de la méthode théorique autocohérente (HAC) nous proposons dans ce paragraphe de comparer les résultats de la modélisation numérique aux valeurs expérimentales et théoriques présentés dans le premier chapitre (Agari, homogénéisation HAC)

Les modèles théoriques utilisés tiennent non seulement compte de la conductivité thermique des constituants et de leurs concentrations mais aussi de la forme des particules. La configuration pour laquelle les charges sont sphériques a été adoptée dans cette étude.

Composites BEP_{ref1}

La figure V.12 présente l'évolution de la conductivité thermique expérimentale, théorique et celle modélisée numériquement des composites *BEP* en fonction de la concentration mesurée de bois de pétiole.

On note, pour les moyennes et les fortes concentrations en charges (40% <C <70%), les modèles numérique et d'homogénéisation auto cohérente (HAC) coïncident parfaitement avec les mesures expérimentales. Cependant aux faibles concentrations (C <40%) le modèle (HAC) surestime les valeurs expérimentales de la conductivité thermique en maintenant des limites acceptables de prédiction et seul le modèle numérique reste en accord avec les mesures et donne une bonne prédiction de la conductivité. Pour le modèle d'Agari une divergence ascendante est observée entre les valeurs prédites et celles mesurées, qui s'accentue nettement aux faibles concentrations en charges.

De ce fait, Le modèle numérique est le modèle qui donne une excellente approximation des valeurs de la conductivité thermique des composites BEP_{refl} par rapport aux prédictions données par les autres modèles théoriques aux faibles et aux fortes concentrations en charge de bois de pétiole (15%<C<70%). Cependant, le modèle (HAC) offre une estimation assez correcte de la conductivité thermique limitée aux fortes concentrations en charge (C>40%).



Fig.V.12 : Comparaison de la conductivité thermique mesurée du CompositeBEP_{ref1} aux modèles (HAC) et numérique

Composites BEP_{ref2}

Nous avons étudié dans cette partie l'évolution de la conductivité thermique des composites BEP_{ref2} en fonction de la concentration volumique en charges avec certains modèles de prédiction .Les résultats obtenus ont été comparés aux valeurs expérimentales.

Les variations de la conductivité thermique estimée par les différents modèles sont comparées aux mesures dans la figure Fig.V.13 en fonction de la concentration volumique mesurée en bois de pétiole. On remarque, qu'aux faibles, moyennes et fortes concentrations en charges, le modèle numérique donne une excellente approximation des valeurs de la conductivité thermique qui sont en parfait accord avec les valeurs obtenues expérimentalement.

Aux fortes concentrations en charge (40%<C<55%), seuls les modèles (HAC) et numérique offrent une estimation correcte de la conductivité thermique. Cependant le modèle d'Agari la surestime fortement.



Fig.V.13 : Comparaison de la conductivité thermique mesurée du composite BEP_{ref2} aux modèles (HAC) et numérique

Composites : Dalle, Toit et Mur

L'évolution de la conductivité thermique des composites Toit, Mur et Dalle estimée par les différents modèles sont comparées aux mesures expérimentales dans la figure V.14 en fonction de la concentration volumique mesurée en charges du bois de pétiole. On remarque, que pour le composite Toit à faible concentration en charges (C=43%), les modèles (HAC) et numérique donnent des valeurs très proches les unes dernières des autres. Ces sont en accord avec les valeurs obtenues expérimentalement.

Cependant, Le modèle d'Agari, surestime la conductivité thermique obtenue expérimentalement. Pour le composite Mur à moyenne concentration en charges (C=55%), les modèles (HAC) et numérique offrent ne estimation assez correcte de la conductivité thermique alors que le modèle d'Agari donne une valeur plus importante que celle obtenue expérimentalement. L'écart entre cette estimation et la mesure expérimentale est nu inférieure à celle du cas du composite Toit. Pour le cas du composite Mur, à forte concentration en charges (C=55%), les modèles (HAC) et numérique donnent une excellente approximation des valeurs de la conductivité thermique alors que le modèle d'Agari sur estime la mesure expérimentale. Toutefois l'écart entre cette estimation et la mesure expérimentale. Toutefois l'écart entre cette estimation et la mesure expérimentale. Toutefois l'écart entre cette estimation et la mesure expérimentale diminue en comparaison avec les cas des composites Toit et Mur.



Fig.V.14 : Comparaison de la conductivité thermique mesurée des composites Dalle, Mur et Toit aux modèles (HAC) et numérique

5. Conclusion

Dans une première étape nous avons passé en revue les formulations mathématiques pour mener à bien notre étude. Nous avons présenté le principe de base de l'identification de la conductivité thermique numérique à partir des paramètres ; température et densité de flux.

Dans un deuxième étape nous nous sommes intéressés au problématiques liées à la modélisation numérique de notre échantillon et plus particulièrement la prise en compte de distribution aléatoire des charges de bois de pétiole au sein du composite.

Nous avons défini des orientations aléatoires de bois de pétiole dans la matrice liant de notre composite. L'air macroscopique a été pris considération dans notre modélisation numériques. Le but est de s'approcher de la réalité physique ou le béton de pétiole est macroscopiquement isotrope.

Nous avons procédé par la suite à l'aide du code de calcul Fluent à la résolution numérique des équations qui régissent le transfert de chaleur au sein du composite. Les valeurs de la conductivité thermique numérique des différentes formulations du béton de pétiole ont été calculées pour plusieurs type de formulation.

Dans une dernière étape nous avons mené une étude comparative entre les résultats de simulations *3D* obtenues par le code de calcul FLUENT expérimentaux d'une part et les estimations du comportement obtenues par les approches auto-

cohérente HAC et Agari d'autre part.

Le modèle théorique (HAC) offre une estimation assez correcte des résultats expérimentaux uniquement aux fortes concentrations en charge (C > 40%). Le modèle d'Agari, présente une divergence ascendante avec les valeurs mesurées aux faibles concentrations en bois de pétiole. Nous pouvons dire que le modèle numérique 3D développé dans notre étude nous a permis de mieux prédire les caractéristiques thermiques du béton du pétiole. Les résultats obtenus coïncident parfaitement avec les mesures expérimentales sur toute la plage de concentration en charge du bois de pétiole.

Conclusions et perspectives

L'intérêt croissant pour les nouveaux bétons et leur utilisation dans de nombreux domaines du génie civil, nous a conduits à concevoir un béton renforcé par des fibres de bois de pétiole. Ces fibres sont des déchets obtenus à partir de palmiers dattiers.

Dans le premier Chapitre, nous avons présenté le bois naturel en général : sa structure, sa composition chimique, ses propriétés d'usage et les différents types de traitement chimique et leur impact sur les caractéristiques physicochimiques du matériau.

Nous avons abordé ensuite une classification des matériaux composites dont nous distinguons trois catégories principales : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres tel que le béton de pétiole de palmier dattier objet de notre étude.

Par la suite, on se propose de décrire la méthodologie générale de la caractérisation thermique des matériaux isolants. Des critères de classification des méthodes existantes, leurs avantages et leurs inconvénients ont été également présentés dans cette partie. Enfin, les différents modèles de la littérature plus ou moins complexes pour la prédiction de la conductivité thermique apparente des milieux poreux sont passés en revue.

Dans le second chapitre, nous avons présenté tout d'abord une méthode de mesure périodique qui permet d'accéder simultanément à la conductivité et la diffusivité thermique de différents matériaux à température ambiante. Cette méthode simple à mettre en œuvre s'adapte aux matériaux isolants, et offre de bons résultats pour des faibles épaisseurs d'échantillons. De plus, elle repose uniquement sur la mesure de température et n'est pas influencée par des hypothèses sur la forme spatiale du flux. Dans le cas de matériaux très peu denses, comme le bois de palmier dattier, la méthode présente l'avantage de ne pas exiger une mesure de température à la surface de l'échantillon. Puis nous avons procédé à la caractérisation thermophysique de trois essences des fibres naturelles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) et étudié, en particulier, les effets de la pression et l'orientation des fibres sur la conductivité thermique ont été étudiés également.

L'analyse des résultats expérimentaux a montré que les facteurs essentiels affectant la conductivité thermique sont la variété du palmier dattier, l'orientation des fibres et la position dans la plante (fibre de tronc ou fibre de palme). Le bois de pétiole de palme appelé aussi écaille de palme s'avère la partie la plus intéressante en tant qu'isolant thermique ; une comparaison des valeurs mesurées de la conductivité et de la diffusivité thermique en fonction de l'orientation des fibres et de la pression a été étudiée. On montre donc que l'orientation des fibres a un effet significatif sur les propriétés thermo physiques du bois de palmier. Les propriétés de ce dernier sont anisotropes, et il est finalement préférable, en matière d'isolation, de solliciter le bois suivant la direction transversale au plan d'orientation de la fibre. Finalement, on peut constater que le bois de pétiole de palmier dattier est un bon isolant thermique avec une conductivité faible, ($\lambda = 0.058$ W.m⁻¹.K⁻¹) à pression atmosphérique. Cette valeur est proche ou inférieure à la conductivité thermique des autres matériaux isolants, le Sisal ($\lambda = 0.070$ Wm⁻¹K⁻¹;), le liège ($\lambda = 0.039$ Wm⁻¹K⁻¹), le chanvre ($\lambda = 0.115$ Wm⁻¹K⁻¹;), et la banane ($\lambda = 0.117$ Wm⁻¹K⁻¹) à l'exception du liège,

Nous présentons dans le troisième chapitre un prétraitement alcalin des fibres végétales de bois de pétiole de palmier dattier pour nettoyer et modifier la surface des fibres afin de remédier aux problèmes de la stabilité dimensionnelle des fibres et de l'éventuelle dégradation avant leur utilisation en tant que renfort dans la matrice cimentaire. Le traitement des échantillons est opéré à l'aide d'hydroxyde de sodium (*NaOH*) pour différentes concentrations. Les échantillons ont ensuite été analysés par microgravimétrie puis au microscope électronique à balayage afin de regarder l'effet du traitement sur la microstructure des fibres. la concentration optimale (perte de masse est minimale) est obtenue pour 0,75% de NaOH. L'analyse des Micrographies montre qu'en augmentant la concentration, des précipitations cristallines de silicates de sodium Na2SiO3 commencent à se former sur la surface des filaments cellulosiques, ce qui confère, aux particules de silicates déposées, des propriétés de surface intéressantes et entrainera par la suite une augmentation de la résistance et une structure cristalline ordonnée et dense des fibres et par conséquent une amélioration de la morphologie de la surface. En revanche, au-delà d'une certaine concentration, le nombre de pores et les plis sur la surface des fibres augmentent et ces derniers commencent à se dégrader conduisant à des déformations dans la morphologie.

Nous avons étudié également l'influence du traitement chimique à l'hydroxyde de sodium sur les propriétés mécaniques des échantillons traités ; ces derniers ont été soumis à l'essai de traction afin d'estimer, pour chaque concentration, la résistance à la rupture, le module d'Young ou d'élasticité et l'allongement à la rupture correspondant, l'effet produit par l'hydroxyde de sodium a été de nettoyer la surface des fibres et de les stabiliser ce qui a entraîné une augmentation de la contrainte maximale à la rupture et du module d'Young. Mais, pour de fortes concentrations, la solution s'attaque aux principaux composants de la construction de la fibre et, alors, on constate un affaiblissement en fibre de force, soit une diminution de la résistance à la traction. De nouveau, on obtient un comportement idéal pour une concentration de 0,75% NaOH. C'est pourquoi, nous sommes conduits à étudier un béton élaboré à base de chaux et de déchets de bois de palmier dont les fibres auront été, au préalable, traitées avec de la soude dosée à 0,75%.

Dans le quatrième chapitre, nous avons mené des recherches expérimentales et théoriques sur la conductivité thermique de différentes formulations du béton de bois de pétiole de palmier. L'étude de la conductivité thermique apparente théorique du béton de pétiole s'est basée sur une approche qui s'appuie sur une démarche considérant que le matériau est constitué d'une matrice solide combinée avec une phase fluide (air). Dans ce cas, la conductivité thermique apparente sera fonction des conductivités thermiques de la phase solide et la phase fluide (air). Expérimentalement, on mesure la conductivité par la méthode des boîtes. Une étude de l'influence de la porosité et de la conductivité a été conduite. Le modèle théorique HAC choisi dont le motif générique est constitué d'une inclusion sphérique tri composite dans une matrice, présente une certaine concordance avec la conductivité mesurée pour des valeurs de porosité variant de 20.0 % et 35.0 % et aboutit à une bonne concordance au-delà de 35.0 %. Les écarts entre la conductivité théorique et les résultats expérimentaux sont inférieurs à 10 %. Finalement, il ressort que ce modèle HAC possède un caractère prédictif de la conductivité du béton de pétiole sec satisfaisant et que le béton de pétiole de palmier présente d'excellentes performances du point de vue isolation thermique avec des conductivités variant entre 0,085 et 0,240 W/(m.K) pour des masses volumiques allant de 650 à 1650 kg/m3 et ceci pour les différentes formulations testées . Nous avons également montré l'influence non négligeable de la valeur de la conductivité thermique de l'air lorsque le taux de porosité devient important (> 40 %).

Dans le chapitre cinq nous avons procédé à une simulation numérique des phénomènes de transfert de chaleur afin d'évaluer la conductivité thermique du béton de pétiole BEP et de valider par la suite le modèle de prédiction théorique choisi. Les équations qui régissent la conduction d'énergie au sein du support de stockage sont discrétisées par la méthode des volumes finis; le matériau étudié est constitué du liant, du bois de pétiole et d'air. Le bois de pétiole et l'air sont considérés comme des sphères centrées dans la matrice de forme cubique du liant. Les volumes des sphères pétiole et air varierons en fonction de la formulation du béton de pétiole. De ce fait et contrairement aux approches numériques classiques qui définissent des orientations bien déterminées de granulats végétaux dans la matrice sans prendre en considération l'air macroscopique, nous avons proposé un modèle numérique basé sur des sphères concentriques d'air et de bois de pétiole occupant le centre de la matrice chaux, afin de balayer numériquement toutes les possibilites de dispositions de charges dans le composite, qui sont en nombre infini et ainsi d'approcher la réalité physique ou le béton de pétiole est macroscopiquement isotrope. La dernière partie de cette étude a été consacrée à la validation des simulations par comparaison avec les résultats expérimentaux et les estimations d'autres modèles présentées dans ce travail. On peut conclure ici que la prise en compte de l'orientation isotrope des particules pétiole dans le composite est pertinente.

En conclusion, l'ensemble de ce travail montre que les fibres de bois de pétiole de palmier dattier peuvent être utilisées avec succès comme « charge végétale » dans une matrice cimentaire. Des perspectives de poursuite sont envisageables telles que l'application industrielle, où la matrice serait constituée non plus exclusivement d'un ciment mais d'un béton contenant des granulats minéraux; il faudrait examiner dans ce cas les interactions à la fois physicochimiques et mécaniques entre les différents constituants dans cette nouvelle composition.

Références bibliographiques

Α

[Amina et al, 209] Amina.Djoudi, Mohammed Mouldi.Khenfer, and A. Bali, "Etude d'un nouveau composite en plâtre renforce avec les fibres végétale du palmier dattier," presented at 1st International Conference on sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries, Oran (Algeria), 2009.

[Abdel azim , 1997] M. S. Abdel-Azim, "Development of Prototype Structure for Low-Cost and Energy- Efficient House by Utilizing Palm Tree Fronds," *Building and Environment,*, vol. 32, pp. 375-380, 1997.

[Abdelouahed, 2005] 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, ENP Alger, 2005, pp. 154.

[Agoudjil et al, 2011] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood," Energy and Buildings, vol. 43, pp. 491–497, 2011.

[Agari, 1986] Y. Agari and T. Uno, J. Appl. Polym. Sci., Vol. 32, p 5705, 1986.

[Agari, 1987] Y. Agari, M. Tanaka and S., Nagai, J. Appl. Polym. Scie., Vol. 34, p 1429, 1987.

[Aliprandi, 1989] G. Aliprandi, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques », Edition Septima, Paris, France, 1989, pp. 489-519.

[Arnaud et al, 2000a] Arnaud L., Cordier C., Sallet, F. Mechanical and thermal properties of vegetal concrete. **Inc**: Perazzo Barboza N., Swamy R.N.and Lynsdale C. Ed.Proc. of the International Conference on Sustainable Construction into the next millennium: Environmentally friendly and innovative cement based materials, November 2-5, Joao Pessoa, Brasil, 2000, pp.302-311.

[Arnaud et al, 2000b] Arnaud, L. Monnet, H. Sallet, F. Modélisation par homogénisation autocohérente de la conductivité thermique des bétons et laines de chanvre. **In** : Elsevier Ed. A. Lallemand et J.F. Leone, proc.

B

[Boudenne et al, 2004] Boudenne, A., Ibos, L., Gehin, E., Candeau, Y., A simultaneous characterization of thermal conductivity and diffusivity of polymer materials by a periodic method. Journal of Physics D: Applied Physics. 2004. Vol. 37 (1), pp. 132-139.

[Boutin, 1996] C. Boutin, Conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé : modélisation par méthode autocohérente. Matériaux et Consstructions, 1996, vol.29, pp.609-615.

[Boustinguorry, 2002] Boustinguorry, P. Etude d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté. Thèse SPIN, Saint-Etienne : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne , 2002, 186p.

[Bledzki et al, 1999] A.K. Bledzki and J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," Prog. Polym. Sci, vol. 24, pp. 221-274, 1999.

[Bessas et al, 2008] Ahmed Bessas, BENMOUSSA Larbi, and K. Mohamed, "Dosage biochimique des composes phenoliques dans les dattes et le miel recoltes dans le sud algerien," in *Département de biologie*. Sidi Bel Abbes: Université Djillali Liabes, 2008, pp. 81.

[Bousdira, 2006] K. Bousdira, "Contribution à la connaissance de la biodiversité du palmier dattier pour une meilleure gestion et une valorisation de la biomasse: caractérisation morphologique et biochimique des dattes des cultivars les plus connus de la région de Mzab, classification et évaluation de la qualité," Thèse de magistère, Université de Boumerdes, 2006, pp. 186.

[Branovskii et al, **1972**] V. M. Branovskii, D. D. Kristozov, N. I. Shut, V. P. Dushchenko and L. I. Feklina, Fiz. Tverd. Tela., Vol. 12, 1972.

[Baysal et al, 2004] E. Baysal, S.K. Ozaki, M.K. Yalinkilic, Dimensional stabilization of wood treated with furfuryl alcohol catalysed by borates. Wood Science and Technology, 2004. 38: 405-415.

[Berthelot, 1999] J. M. Berthelot, "Matériaux compoites : comportement mécanique et analyse des structures", 3^{ème} Ed. Éditions Tec & Doc, Paris 1999.

[Bigg, 1989] M. D. Bigg, G. H. Stickford and S. G. Talbert, Polym. Engr. Sci., Vol 29, p 1111, 1989.

[Bruggeman, 1935] D. A. G. Bruggeman, Ann., Phy., Vol. 24, p 636, 1935.

С

[Chehma et al, 2001] A. Chehma and H. Longo, "Valorisation des Sous-Produits du Palmier Dattier en Vue de leur Utilisation en Alimentation du Bétail," *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse*, pp. 59-64, 2001.

[Chehma et al, 2000] A. Chehma, HF. Longo, and A.Siboukeur, "Estimation du tonnage et valeurs alimentaire des sous produits du palmier dattier chez les ovins," *Recherche Agronomique*, vol. 7, pp. 7-15, 2000

[Callister, 2001] W.D. Callister Jr., « Science et Génie des matériaux », Edition Dunod, Mont-Royal, Québec, 2001, p. 463.

[Cullough, 1990] R. l. Mc Cullough, "Transport properties", chapitre 2.7, Dlaware composite design encyclopedia L. A. Carlsson and J. W. Gillespie eds), Micromechanical Modelling, Vol. 2 Technomic, Lancaster, p 205, 1990.

[Cheng, 1969] S. C. Cheng and R. I. Vachon, Int. J. Heat. Mass. Transfer, Vol 12, p 249, 1969.

D

[Deponte, 1997] F.Deponte, P.Phillipo, desing criteria for the hot plate appartus, Heat transmission measurement in thermal insulations, ASTM STP 544, American society for
testing and materials, 1997, pp 97-117.

[**Degiovanni**, **1994**] Degiovanni, A., Conductivité et diffusivité thermique des solides. *Techniques de l'Ingénieur, mesures – analyses*. **1994**. R 2850.

[Double et al. 1980] Double, D.D., Thomas, N.L., and Jameson, D.A. 1980 Proc, 7th International Congress of Cement Chemistry, Paris, 1980, Vol. 2, II-256.

Ε

[Ezbakhe, 1986] H.Ezbakhe, Caractérisation thermiques et mécaniques des matériaux poreux utilisés comme isolants simples ou porteurs, Thèse de doctorat, UCPB Lyon 1, 1986

[Ehrenstein, 2000] G. W. Ehrenstein, F. Montagne, "Matériaux Polyères: structure, propriétés et applications", édition Hernès Science publication, Paris 2000.

[Edwards, 1969] Edwards, A.L., *A Compilation of Thermal Property Data for Computer Heat-Conduction Calculations*. 1969. UCRL-50589, University of California Lawrence Radiation Laboratory.

F

[Flourens, 2002] P. Flourens, "Recueil des loges historiques lus dans les séances publiques de l'Académie des Sciences.Série 2."

G

[Gay, 1987] D. Gay, "Matériaux Composites", édition Hermès, Paris 1987.

[Gril, 1988] Gril J. 1988 Une modélisation du comportement hygro-rhéologique du bois à partir de sa microstructure. Thèse de l'Université Paris 6.

[Gustaffson, 1991] S.E.Gustaffson, Transient plane source technique for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solids materials, Rev.Sci.instrum, vol 62, pp 797804, 1991.

[Godovsky, 1995] Y. K. Godovsky, V. P. Privalko, "Thermal and electrical conductivity of polymer materials", springer-verlag : Berlin 1995.

[Godovsky, 1966] J. Gurland, Transcaction of the Metallurgical Society of Aime, Vol. 236, p 642, 1966.

Η

[H.L , 1809] H.L, nouveaux éléments de botanique à l'usage des élèves qui suivent les cours du jardin des plantes et de l'Ecole de Médecine de Paris:Bibliothèque de catalogue, 1809.

[Hashin et al, 1962] Z.Hashin, S.Shtrikman, Avariationnel method of the theory of effective magnetic permeability of multiphases materials, J.App.Phys, vol 33, pp 3125-3131, 1962.

[Hashin, 1968] Hashin, Z. Assessment of the Self Scheme Approximation: Conductivity of Particulate Composites. J. Composite Materials, 1968, vol.2, pp. 284 - 300. du Congrés francais de thermique SFT2000, Lyon, 15-17 mai, 2000, pp.543-548.

[Hashin, 1970] Z. Hashin, F. W. Wendt, H. Liebowitz, and N. Perronne, Eds., Proceedings of the fifth symposium on naval structural mechanics, pergamon press, Oxford, p 201, 1970.

[Hatta, 1985] H. Hatta and M. Taya, J., Appl., Phys., Vol. 58, p 2478, 1985.

J

[Jackson et al, 1983] Jackson, K.W. and Black, W.Z. A unit cell model for predecting the thermal conductivity of a granular medium containing and adhesive binder.Int.J. Heat mass Transfer., 1983, vol.26, pp. 87 - 99.

Κ

[Kollman, 1984] Kollman F. F. P., Côté W.A. 1984 Principle of wood science and technology - volume: 1 solid wood, 2nd édition.Editions Springer-Verlag, Berlin, Allemagne.

[Kriker et al, 2005] 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," vol. 27, pp. 554-564, 2005.

[Khristova et al, 2005] Khristova.P, Kordsachia.O, and a. Khider.T, "Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from sudan," *Bioresource Technology*, vol. 96, pp.79-85,2005.

[Khiari et al, 2010] R. Khiari, M.F. Mhenni, M.N. Belgacem, and E. Mauret, "Chemical composition and pulping of date palm rachis and Posidonia oceanica – A comparison with other wood and non-wood fibre sources," Bioresource Technology, vol. 101, pp. 775-780, 2010.

[Kermat et al, 2008] M. Keramat Jahromi, A. Jafari, S. S. Mohtasebi, and S. Rafiee, "Engineering Properties of Date Palm Trunk Applicable in Designing a Climber Machine," Agricultural Engineering International: the CIGR Ejournal.Manuscript FP 08 002, vol. x, 2008.

[Kumlutas **et al, 2003**]D. Kumlutas, I. H. Tavman and M. Turhan Çoban, Compo. Sci. Technol., Vol. 63, p 113, 2003.

[Klarsfeld et al, 2002] Klarsfeld, S., De Ponte, F., Conductivité thermique des isolants, *Techniques de l'Ingénieur, mesures – analyses.* 2002. R 2930.

L

[Loukou, 1994] Loukou, K. Etude expérimentale des caractéristiques acoustiques et thermo physique de bétons de terre stabilisée au ciment, thèse de thermique et d'énergétique (acoustique). Lyon : Universté Claude Bernard (Lyon 1), 1994, 305p.

[Laurent, 1991] Laurent, JP. La conductivité à sec des bétons cellulaires autoclaves : un modèle conceptuèl. Matériaux et Constructions, 1991, vol.24, pp. 221 – 226

[Laubitz, 1984] M.J.Laubitz, Axial heat flow method of measing thermal conductivity, compendium of thermophysical proprety meausurement methods, vol l, pp 11-60, Edited by K.D.Magelic, A.Cezailigan and V.E.Peletsky, plenum press, New York, 1984.

[Lewis, 1970] T. B. Lewis and L. E. Nielsen, J. Appl. Polym. Sci. Vol. 14, p 1449, 1970.

Μ

[Mnasri et al, 2016], article soumis au journal european journal of environmental and civil engineering].

[Mwaikambo, 2006] L.Y.Mwaikambo, "Review of the history, properties and application of plant fibres," *African Journal of Science and Technology (AJST)*, vol. 7, pp. 120 - 133, 2006.

[Moha et al, 2006] M. R. Moha Taourirte, Nathalie Issartel, Henry Sautereau , and N. S. Jean-François Gérard "Short palm tree fibers - Thermoset matrices composites," *Composites: Part A*, vol. 37, pp. 1413-1422, 2006.

[Militez et al, 2005] Militez H., Hill C. 2005 Wood Modification: Processes, properties and commercialisation. Proceedings of the Second European Conférence on Wood Modification, Gôttingen, Allemagne.

[Munier, 2005] P. Munier, "Le palmier-dattier," M. Larose, Ed.: Maisonneuve & Larose, 1973, pp. 221

[Munier, 1973] P. Munier, "Le palmier-dattier," M. Larose, Ed.: Maisonneuve & Larose, 1973, pp.221.

[Maya et al, 2008] Maya Jacob John and R. D. Anandjiwala, "Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites," *Polymer composites*, vol. 29, pp. 187-207, 2008.

[Mzali et al, 2002] Mzali M. T., Lasram M., Rhouma A., 2002 - L'arboriculture fruitière en Tunisie. Les arbres à noyaux et le palmier dattier. T. 2: 201-235.

[Mottram et al , 1991] J.T. Mottram and R. Taylor, "Thermal Transport Properties", International Encyclopaedia of Composite, Vol. 5, VCH, New York, 1991.

[Mottram, 1992] J. T. Mottram, Materials and Design, Vol. 13, No. 4, 1992.

[Maxwell , 1873] J. C. Maxwell, "treatise on Electricity and magnetism", 1st Edn, Oxford University press, London 1873.

Ν

[Nielsen et al , 1970] L. E. Nielsen and T. B. Lewis, J. Appl. Polym. Sci. Vol. 14, p 1449, 1970.

0

[Obataya et al , 2002a] E. Obataya, B. Tomita., Dimensional stability of wood acetylated with with acetic anhydride solution of glucose pentaacetate, 2004. Journal of Wood Science. 48: 315-319.

Р

[Peyron, 2000] G. Peyron, "Cultiver le palmier-dattier," E. Quae, Ed., 2000, pp. 112.

[Pham et al, 2012] Thanh Hung Pham, Julien Férec, Vincent Picandet, Pierre Tronet, Jean Costa, Philippe Pilvin., Etude expérimentale et numérique de la conductivité thermique d'un composite chauxchanvre, 2012. *XXX^e* Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry, Savoie, 6 au 8 juin 2012

R

[Rhouma , 2005] RHOUMA A., 2005 - Le palmier dattier en Tunisie. Le patrimoine génétique, Vol. II. Ipgri, Rome, Italy.

[Rhouma et al, 2008] RHOUMA Soumaya , DAKHLAOUI-DKHIL Sonia , ALI OULD MOHAMED SALEM , ZEHDI-A ZOUZI Salwa, RHOUMA Abdelmajid, MARRAKCHI Mohamed, and T. Mok, "Genetic diversity and phylogenic relationships in date-palms (Phoenix dactylifera L.) as assessed by random amplified microsatellite polymorphism markers (RAMPOs)," *Scientia horticulturae*, vol. 117, pp. 53-57, 2008.

[Rougeulle, 1982] A.Rougeulle, "Des étuves à dattes à bahrain et en oman: Le problème de l'appaition des techniques de transformation de la datte," *PAIEORIENT*, vol. 8, 1982.

S

[Sedan, 2007] 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, pp. 137.

Т

[Thibaut et al. 01] Thibaut. B, Gril. J. and Fournier. M. Mechanics of wood and trees: some new highlights for an old story. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences. Série 2b, 2001,vol. 329, pp.701-716.

[Trouy-triboulot et al, 2001] Trouy – Triboulot , M. Ch. et Triboulot, P. Matériau bois - Structure et caractéristiques. 2001, vol. CB1, n° 925, pp. 1-26.

[Tama, 1990] J.Tama J, Mise au point d'un appareillage de mesure de la conductivité thermique des matériaux de construction, mémoire d'Ingénieur, ENSPY (1990)

[Torquato, 1997] S. Torquato, J. Mec. Phys. Solids, Vol. 45, p1421,1997.

[Torquato, 1983] S. Torquato and Gstell, J., Chem., Vol. 78, p 3262, 1983.

[Thomas *et al.* 1983] Thomas, N.L. and Birchall, J.D. 1983 The retarding action of sugars on cement hydratation, Cem. Concr. Res., 13, 830-842.

V

[Van Acker et al, 2003] Van Acker J., Steven M., Carey J., Sierra-Alvarez R., Militz H., Le Bayon L, Kleist G.; Peek R.D. 2003 Biological durability of wood in relation to end-usé. Part 1 : Toward a European { mdard for laboratory testing of the biological durability of wood. Holz aïs Rohund Werkstoff. 61:35-45.

W

[Willey, 1989] J ohn Wiley and Sons, Encyclopedia of polymer science and engineering, Vol. 16, 2 ed., Ltd, New York, 1989.

<u>Conclusion et Perspectives</u>