

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

**UNIVERSITE DES FRERES MENTOURI CONSTANTINE1**  
**FACULTE DES SCIENCES EXACTES**  
**DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre : .....

N° de Série: .....

**THESE**

**Présentée pour obtenir le diplôme de**  
**DOCTORAT 3<sup>ème</sup> CYCLE EN SCIENCES PHYSIQUES**

Spécialité : Energies Renouvelables

Thème

**Elaboration, caractérisation physique et hygrothermique de**  
**composite**  
**Bio-sourcés dédiés à des applications d'enveloppe des bâtiments**

Soutenu le :25/ 05 /2023

Par

**Lokmane Saad Azzem**

Devant le jury :

**Président**     **S.HAMAMDA**  
**Rapporteur**   **Nadir Bellel**  
**Examineur**   **M.ZAABAT**  
                    **T.DORBANI**

**Professeur Univ. Frères Mentouri Constantine1**  
**Professeur Univ. Frères Mentouri Constantine1**  
**Professeur Univ. L.B.M'Hidi Oum El Bouaghi**  
**MCA.     Univ. Frères Mentouri Constantine1**

## Dédicaces

*Je Dédie Ce Modeste Travail à Mes Chère Parents*

*Symbole De Tendresse Profonde Et*

*Permanente, De Sacrifice Et D'amour*

*Eternel, Que Dieu Les Protègent Pour Moi Et Leur*

*Accordent Une Bonne Santé Et Une Longue Vie.*

*Mes Cher Frères Et Soeurs ;*

*Mes Enseignants Depuis Mon Enfance ;*

*Mes Amis (Es), Mes Camarades ;*

*A Tout Ceux Qui M'on Aidé A Réaliser De Prés Ou*

*De Loin Ce Mémoire ;*

*A Ceux Qui Me Sont Chère Et Ceux Que J'ai Aimé*

*Du Fond De Mon Coeur.*

## *Remerciements*

Avant Tout, Je Remercie Allah Le Tout-Puissant De M'avoir  
Donné Le Courage, La Volonté Et La Patience De Mener à Terme  
Ce Présent Travail Dans Des Meilleures Conditions.

Je Remercie Vivement En Premier Lieu Monsieur : **BELLEL  
NADIR**, Professeur à L'université De Constantine 1, Et Directeur  
De La Publication Et De La Distribution Scientifique, Et Mon  
Directeur De la thèse de Doctora, Qui Par Sa Compétence, Ses  
Encouragements, Ses Critiques Constructives Et Son Soutien Moral  
A Su M'informer, Me Conseiller, Et Me Rendre De Plus En Plus  
Autonome Pour Bien Réaliser Ce Travail.

Je remercie Monsieur S. HAMAMDA, Professeur à l'Université  
Frères Mentouri Constantine 1, pour avoir accepté de présider ce  
jury. J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur M.  
ZAABAT Professeur à l'Université Larbi Ben M'Hidi d'Oum El  
Bouaghi et Monsieur T. DORBANI, MCA à l'Université Frères  
Mentouri Constantine 1, qui ont accepté de consacrer de leur temps  
pour examiner ce travail.

Enfin, Je Remercie Vivement Tous Les Personnes Qui Ont De Prés  
Ou De Loin Participé à La Réalisation De Ce Travail.

# **Table des matières**

# Table des matières

<b>Table des figures</b>	<b>9</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>12</b>
INTRODUCTION GENERALE . . . . .	14
<b>I Etude Bibliographique</b>	<b>18</b>
I.1 Introduction . . . . .	18
I.2 Effets environnementaux du secteur du bâtiment . . . . .	18
I.3 Typologie des bâtiments . . . . .	19
I.3.1 Bâtiment à basse consommation d'énergie . . . . .	19
I.3.2 Bâtiment passif . . . . .	20
I.3.3 Bâtiment producteur d'énergie . . . . .	20
I.3.4 Bâtiment zéro énergie . . . . .	20
I.3.5 Bâtiment à énergie positive . . . . .	20
I.3.6 Bâtiment autonome . . . . .	20
I.4 Stratégies d'économie d'énergie . . . . .	21
I.5 Isolation thermique . . . . .	22
I.6 Types d'isolation : . . . . .	23
I.6.1 Isolation thermique intérieure . . . . .	23
I.6.2 Isolation thermique extérieure . . . . .	24
I.6.3 Isolation intégrée aux matériaux de construction . . . . .	25
I.7 Les matériaux biosourcés et leurs origines . . . . .	25
I.8 Les fibres végétales . . . . .	26
I.9 Structure et composition chimique . . . . .	26
I.10 Etat de l'art sur les matériaux biosourcés dans l'habitat . . . . .	28
I.10.1 La paille de blé . . . . .	28
I.10.2 La morphologie et structure de la paille de blé . . . . .	28
I.11 Composition chimique . . . . .	30
I.12 Propriétés thermophysiques . . . . .	30
I.13 Conclusion . . . . .	31

<b>II</b>	<b>Matériaux et méthodes de caractérisation</b>	<b>33</b>
II.1	Introduction	33
II.2	Matériaux	33
II.2.1	Le plâtre	33
II.2.1.1	Le plâtre en tant que matériaux de construction	33
II.2.1.2	Fabrication du plâtre	34
II.2.2	La Paille de blé	35
II.2.3	Eaux de mélange	36
II.3	Méthodes de caractérisation	37
II.3.1	Analyse Infrarouge FTIR	37
II.4	DRX	38
II.5	MEB	40
II.6	DSC	43
II.7	ATG	44
II.8	Conductivité thermique	47
II.8.1	Méthode du fil chaud	48
II.8.2	Méthode de la plaque chaude gardée	49
II.8.3	Méthode du flux thermique radial	50
II.9	CT METRE	51
II.10	Décalage horaire	52
II.11	Économie d'énergie	53
II.12	Conclusion	54
<b>III</b>	<b>Préparation Des Matériaux Biosourcés et Caractérisation de la paille de fibre</b>	<b>56</b>
III.1	Introduction	56
III.2	Elaboration des matériaux biosourcés	56
III.2.1	Poudre	56
III.3	Bloc	57
III.4	Caractérisation des fibres de la paille de blé	60
III.4.1	L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres :	60
III.4.2	Diffraction des rayons X (DRX) des fibres	61
III.4.3	Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres	62
III.4.4	DSC de la paille de fibre	63
III.4.5	Analyse thermogravimétrique (ATG) des fibres	64
III.5	Conclusion	65
<b>IV</b>	<b>Résultats Et Discussion De Caractérisation Des Matériaux Biosourcés</b>	<b>67</b>
IV.1	Introduction	67
IV.2	Microstructure	67

IV.2.1	Caractérisation par spectroscopie FTIR . . . . .	67
IV.2.2	Caractérisation par diffraction des rayons X . . . . .	70
IV.2.3	Microscopie électronique à balayage (MEB) . . . . .	74
IV.3	Propriété thermique . . . . .	77
IV.3.1	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) . . . . .	77
IV.3.2	Analyse thermogravimétrique (ATG) . . . . .	78
IV.4	Thermophysical Propriétés . . . . .	80
IV.4.1	La densité apparente . . . . .	80
IV.4.2	Conductivité thermique . . . . .	80
IV.4.3	Décalage horaire . . . . .	82
IV.4.4	Économie d'énergie . . . . .	86
IV.5	Conclusion . . . . .	87
	<b>Bibliographie</b>	<b>91</b>

# **Table des Figures**

# Table des figures

I.1	Pertes de chaleur d'une maison construite . . . . .	22
I.2	Schémas d'isolation d'un mur par l'intérieur (ITI). . . . .	23
I.3	Schémas d'isolation d'un mur par l'extérieur (ITE). . . . .	25
I.4	Images MEB d'une fibre de la paille de blé : vue transversale dans une matrice polymère. . . . .	29
I.5	Images MEB d'une fibre de paille de blé. . . . .	29
II.1	Diagramme d'équilibre des différentes phases du système $(CaSO_4), H_2O$ . . . . .	35
II.2	la paille de blé. . . . .	36
II.3	Fibres de grappe de la paille de blé après broyage mécanique. . . . .	36
II.4	Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre à transformée de Fourier. . . . .	37
II.5	Photographie de l'appareil FTIR. . . . .	38
II.6	Principe de la diffraction des rayons X avec a) la formation d'un réseau diffracté et b) l'interférence d'ondes constructive par deux plan atomiques. . . . .	39
II.7	Photographies du diffractomètre utilisé pour réaliser les analyses DRX. . . . .	40
II.8	principe de fonctionnement de MEB. . . . .	42
II.9	Photographie de l'appareil MEB utilisé. . . . .	43
II.10	Principe de mesure par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). . . . .	44
II.11	Calorimétrie différentielle à balayage utilisé dans cette étude. . . . .	45
II.12	Schéma d'un analyseur Thermogravimétrique (ATG). . . . .	46
II.13	thermogravimétrique (TGA) utilisé dans cette étude. . . . .	47
II.14	Conductivité thermique de différents matériaux. . . . .	48
II.15	Schéma de principe de la méthode du fil chaud. . . . .	49
II.16	Principe de mesure pour la méthode de la plaque chaude gardée. . . . .	49
II.17	Cellule de mesure de la conductivité thermique par la méthode du flux radial. . . . .	50
II.18	l'appareil de CT METRE . . . . .	51
II.19	la mesure de la conductivité thermique de notre échantillons . . . . .	52
III.1	Photographie de la balance utilisée. . . . .	57
III.2	la méthode de préparation. . . . .	59
III.3	les échantillons dans les moules $16 \times 8 \times 4$ cm. . . . .	59
III.4	Echantillons après démoulage. . . . .	60

III.5 Spectre FTIR de la paille de blé. . . . .	61
III.6 Spectres de diffraction des rayons X (XRD) de la paille de blé. . . . .	62
III.7 Images MEB à différentes échelles de la paille de blé grappe, avec différents zoom d'échelle égale à 500 m, 200 m et 50 m. . . . .	63
III.8 Variation de la courbe DSC de la paille de blé en fonction de température. . .	64
III.9 La perte de masse de la paille de blé en fonction de la température. . . . .	65
IV.1 Spectres FTIR de commerciale plâtre. . . . .	68
IV.2 Spectres FTIR des échantillons préparés. . . . .	69
IV.3 Spectres FTIR des échantillons préparés. . . . .	70
IV.4 DRX de la plâtre. . . . .	71
IV.5 Diffractogrammes RX des différents échantillons : (b) CP5, (c) CP10, (d) CP15	73
IV.6 la superposition de Diffractogrammes RX des différents échantillons :0, 5 ,10, 15% . . . . .	74
IV.7 Image MEB de l'échantillon CP. . . . .	75
IV.8 Image MEB de l'échantillon CP5. . . . .	75
IV.9 Image MEB de l'échantillon CP10. . . . .	76
IV.10Image MEB de l'échantillon CP15. . . . .	77
IV.11Courbes DSC des différents échantillons. . . . .	78
IV.12Courbes ATG des différents échantillons. . . . .	79
IV.13DTG de tous les échantillons. . . . .	80
IV.14Variation de densité versus paille de blé des composites. . . . .	81
IV.15Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres. . .	82
IV.16Diffusion thermique en termes de teneur en fibres. . . . .	83
IV.17Décalage en fonction de l'énergie thermique. . . . .	83
IV.18Décalage temporel en fonction de la diffusivité thermique. . . . .	84
IV.19Variation du décalage temporel en fonction de la résistance thermique des composites. . . . .	85
IV.20variation du temps de latence en fonction de l'épaisseur. . . . .	86

# Liste des Tableaux

# Liste des tableaux

I.1	Composition chimique de quelques fibres végétales . . . . .	27
I.2	Composition chimique de certaines fibres naturelles . . . . .	30
II.1	Composition chimique du plâtre (% massique). . . . .	35
III.1	Composition massique des différents échantillons de matériaux biosourcés. . .	57
III.2	Composition massique des différents échantillons. . . . .	58
IV.1	Identification des pics DRX du plâtre. . . . .	71
IV.2	Propriétés thermiques des matériaux composites. . . . .	85
IV.3	Le composite paille de blé/plâtre se compare à d'autres matériaux de construc- tion en termes de conductivité thermique et d'économies d'énergie. . . . .	87

# **Introduction Générale**

## INTRODUCTION GENERALE

Dans l'environnement contemporain, il y a une augmentation de la température globale due à l'activité anthropique et aux émissions de  $CO_2$ . Le 12 décembre 2015, 195 nations ont adopté le Pacte de Paris sur le changement climatique, le premier accord international sur le climat connu sous le nom de Convention-cadre des Nations Unies sur les changements climatiques (COP21), qui conseille aux pays de contribuer à une réduction de **2** degrés Celsius de la température mondiale. La pression accrue des écologistes, la protection des ressources naturelles et les règles sévères édictées par les pays émergents stimulent l'innovation et le développement des matériaux naturels, en mettant l'accent sur les matières premières renouvelables [1]. Les inquiétudes concernant l'épuisement des approvisionnements énergétiques, la hausse du coût des combustibles fossiles et le changement climatique ont suscité l'intérêt de limiter la consommation d'énergie en général, et la consommation d'énergie dans les bâtiments en particulier [2].

Le secteur du bâtiment consomme plus de 40 % de l'énergie mondiale et contribue à près d'un tiers des émissions mondiales de gaz à effet de serre [2, 3, 4, 5]. Par conséquent, il est absolument nécessaire de développer des solutions innovantes pour les éléments de construction afin de minimiser l'impact énergétique et environnementale des bâtiments. De plus le protocole de Kyoto a fixé l'objectif de diminuer d'un facteur **4** les émissions de gaz effet à serre ainsi que la consommation des bâtiments [6]. Réduire la consommation d'énergie pour le chauffage domestique devient donc l'une des principales priorités pour réduire la consommation d'énergie. Ces nouvelles exigences conduisent les fabricants de matériaux d'isolation thermique des bâtiments à mettre au point des isolants de plus en plus performants. Parmi ceux-ci, les matériaux biosourcés présentent un avantage certain en termes de performances d'isolation thermique et de faible empreinte carbone, ainsi que de biodégradabilité, par rapport aux isolants thermiques minéraux tels que la laine de verre et la laine de roche, qui sont fabriqués à des températures supérieures à 1500 °C. et ne sont pas biodégradables. Dans ce contexte, l'utilisation d'éco-matériaux issus de sous-produits industriels, de coproduits agricoles ou de déchets comme alternative aux matériaux traditionnels est une solution qui répond à la fois à une exigence économique et environnementale. Ceci explique sans doute l'essor actuel et l'intérêt accru pour les matériaux biosourcés. Ces matériaux, à base de matières premières végétales renouvelables, constituent une alternative intrigante et désormais plausible aux matériaux cimentaires conventionnels, très prometteurs pour répondre aux enjeux environnementaux du secteur du bâtiment. L'emploi de ce type de matériau dans l'isolation thermique des bâtiments, notamment, prend tout son sens dans le contexte contemporain de la restauration thermique des bâtiments, qui est l'une des mesures phares mondiales de la transition énergétique. En effet, la nouvelle réglementation donne un cadre pour améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments neufs ou existants, déterminer les performances à respecter, et favoriser l'utilisation de matériaux respectueux du confort (thermique, hydrique, respiratoire, phonique, ... etc.), la santé de l'occupant et son environnement, tout en conciliant développement durable, économique et social. Ces exigences, procurent aux matériaux

biosourcés une place de premier choix parmi les matériaux de l'isolation thermique et leur utilisation encouragée dans la loi de transition énergétique. Ces matériaux d'origine végétale offrent un comportement de l'eau fascinant qui aide à gérer le confort intérieur, un caractère naturel qui absorbe le dioxyde de carbone et réduit l'empreinte carbone, de grandes caractéristiques isolantes en raison de leur porosité et sont une ressource renouvelable dans le temps. L'Algérie fait partie des nations disposant d'abondantes ressources en fibres végétales (paille, Alfa, Diss, Liège, Palmier dattier, ... etc). Malheureusement, son application dans les secteurs pratiques est actuellement sous-utilisée. C'est pourquoi cette recherche se concentre sur le développement de nouveaux matériaux biosourcés à base de plâtre renforcés de fibres naturelles de paille de blé pour une utilisation dans l'isolation thermique des bâtiments.

Les caractéristiques chimiques et thermiques de ces matériaux sont déterminées expérimentalement. Nous sommes également très intéressés par l'impact de l'inclusion de produits biosourcés. Certains auteurs se soucient qu'à l'influence de l'apport de fibres dans une matrice plâtre sur le comportement physique de cette matrice, c'est pourquoi nous nous intéresserons à l'influence de l'apport de fibres sur le comportement physico-chimique et thermique de la matrice de plâtre dans le cadre de ce travail.

Cette thèse contient également une introduction qui couvre le sujet, la technique et la stratégie utilisée dans cette étude, ainsi que des faits saillants et des commentaires. Cette thèse comprend cinq chapitres répartis comme suit :

**Le premier chapitre** est fourni en premier lieu à un état des connaissances sur les conséquences environnementales du secteur de la construction, à partir duquel sera décrite l'influence de l'industrie du bâtiment sur l'environnement. Ce chapitre aborde également la notion de typologie du bâtiment sous ses six formes, ainsi que les techniques clés pour rendre le secteur de la construction plus économe en énergie, l'isolation thermique, et les variétés d'isolants, de matériaux isolants et de matériaux biosourcés. Les sections qui suivent sont une étude bibliographique des fibres naturelles et des principales caractéristiques du bois de paille de blé.

**Le deuxième chapitre** se concentre sur les matériaux utilisés pour générer les bio-composites de plâtre et de paille de blé, ainsi que sur les procédures de caractérisation des caractéristiques physico-chimiques des bio-composites préparés.

**Le troisième chapitre** est consacré à la synthèse des matériaux biosourcés utilisés dans cette étude, ainsi qu'à la présentation et à la discussion de la caractérisation physico-chimique des fibres de paille de blé.

**Le quatrième chapitre** se concentre sur la présentation, la discussion et l'interprétation des résultats sur les caractéristiques physico-chimiques des matériaux biosourcés créés. Dans la première partie, plusieurs analyses chimiques ont été effectuées, y compris les procédures FTIR, Rayons X et SEM. Dans la deuxième partie, les analyses de propriétés physiques (thermiques) par calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermogravimétrique nous

ont permis de déduire que la température de mise en œuvre de l'enduit à base de fibres de paille de blé ne doit pas dépasser 80°C, et les résultats de conductivité thermique montrent une bonne capacité d'isolation thermique du matériau CP15 préparé, qui peut être utilisé dans le revêtement mural et considéré comme un matériau d'isolation à faible coût. Une conclusion qui présente une synthèse des travaux effectués, des résultats obtenus et des interprétations faites à ces sujets.

# CHAPTER I

# Chapitre I

## Etude Bibliographique

### I.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons commencer par faire un état de l'art sur La contribution des batiments sur le changement climatique, Effets environnementaux du secteur du bâtiment seront présentés. En deuxième lieu, nous définirons La Typologie des bâtiments. Et Nous présenterons aussi la Stratégies d'économie d'énergie, l'isolation thermique et les Types d'isolation. La troisième partie sera constituée d'une recherche bibliographique sur les fibres naturelles et propriétés principales de la paille de blé.

### I.2 Effets environnementaux du secteur du bâtiment

Le secteur du bâtiment est le premier consommateur d'énergie et le deuxième plus grand producteur de gaz à effet de serre, Ceci s'explique en particulier par le développement du parc immobilier et la multiplication des usages de l'énergie. Selon Blom et al.[7]. les villes consomment jusqu'à 80 % de l'énergie mondiale, ce qui entraîne des volumes considérables d'émissions de gaz à effet de serre. L'industrie du bâtiment consomme 50 % de l'énergie totale, que ce soit pendant la construction, la maintenance ou l'exploitation (chauffage, refroidissement, éclairage, ... etc.) [7].

La génération de dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) résultant de l'utilisation de combustibles fossiles à cette fin est désormais reconnue comme une source clé du réchauffement climatique.

En Algérie, la consommation finale d'énergie n'a cessé de croître ces dernières années en raison d'une augmentation de la demande énergétique, qui est principalement liée au développement économique et à l'évolution du niveau de vie des Algériens. La consommation énergétique des bâtiments en Algérie est estimée à 40 % de la consommation globale [8]. Depuis plus d'une décennie, notre pays a connu un développement formidable et soutenu dans les industries du bâtiment et de la construction. Qu'il s'agisse de grands projets de l'Etat (1 million de logements sociaux, d'équipements socio-éducatifs et administratifs, etc.) ou de grands projets immobiliers (résidentiels, tertiaires) et touristiques initiés par des promoteurs privés et publics, les exigences et normes internationales en matière d'énergie

et d'environnement des bâtiments performances ne sont pas encore suffisamment intégrées dans les processus de conception et de construction, ce qui a justement poussé les pouvoirs publics à la recherche de la meilleure efficacité dans le bâtiment et ce à travers plusieurs projets visant l'amélioration du confort thermique dans les logements et la réduction de la consommation énergétique pour le chauffage et la climatisation. La performance énergétique des bâtiments, comme l'économie d'énergie est donc une thématique incontournable de la politique « climat-énergie ».

## I.3 Typologie des bâtiments

L'industrie du bâtiment pose des défis importants à l'environnement, au tissu social et aux fondements économiques du développement durable à l'échelle mondiale [9, 10]. L'industrie du bâtiment est celle qui utilise le plus d'énergie dans le monde [10, 11]. Le scénario semble être similaire dans les climats tropicaux humides, où il existe une la demande en climatisation élevée aux heures les plus chaudes de la journée et tout au long des mois les plus chauds de l'année. D'autre part, le besoin de chauffage est plus fréquent dans les endroits froids, ce qui nous fait choisir une structure moins énergivore. L'efficacité des bâtiments varie en fonction des différentes méthodes de construction et des tactiques d'isolation qui réduisent incontestablement les charges thermiques. Chaque forme de bâtiment a une qualité unique, et cette qualité est liée à la quantité de contrôle énergétique qui varie pour chacun. Les concepts de bâtiments performants se trouvent le plus souvent définis dans le cadre de certifications, de labels ou de réglementations. Ils sont alors associés à un cahier des charges décrivant leurs objectifs ou à une méthode d'évaluation de leur niveau de performance. Leurs dénominations sont variées, chacune mettant l'accent sur une caractéristique majeure du bâtiment. Pourtant le concept sous-jacent ne se résume pas à cette simple caractéristique ; ces dénominations sont nécessairement réductrices. Une typologie des dénominations rencontrées dans la littérature a été réalisée, de manière à faire ressortir les principales caractéristiques de ces bâtiments et les principaux concepts associés. En conséquence nous vous présentons les différentes de types de bâtiment existants tenant compte principalement de l'approche énergétique [10, 12].

### I.3.1 Bâtiment à basse consommation d'énergie

On utilise les termes « basse énergie » ou « bâtiment à faible consommation d'énergie », qui se traduisent par « low energy cover » en anglais. Une telle structure présente les caractéristiques suivantes :

- Besoin énergétique faible, optimisation de l'isolation, réduction des ponts thermiques ainsi que l'accroissement des apports passifs.
- Pas de production locale d'énergie

### **I.3.2 Bâtiment passif**

Le Bâtiment passif se dit en anglais passive house, il est reconnu en présentant les critères suivants :

- Très faible consommation d'énergie, système de chauffage ou rafraîchissement actif non nécessaire, production d'énergie à base Energie Renouvelable.
- Apport passif solaire et système de ventilation suffisent à maintenir une ambiance intérieure confortable.

### **I.3.3 Bâtiment producteur d'énergie**

Le Bâtiment Producteur d'énergie se dit en anglais : near zero energy house.

- Production d'énergies locales.
- Niveau de consommation non spécifié par rapport à la production ainsi que la nature de l'énergie produite.

### **I.3.4 Bâtiment zéro énergie**

Le Bâtiment « zéro énergie » ou net zéro énergie house en anglais.

- Faible besoin d'énergie, production locale d'énergie.
- Production d'énergie égale consommation d'énergie ce qui implique bilan annuel nul.

### **I.3.5 Bâtiment à énergie positive**

Bâtiment à énergie positive :

- Production d'énergie supérieure au bâtiment zéro énergie, production d'énergie supérieure à la consommation d'énergie.
- Exportation du surplus de sa production : raccordement à un réseau de distribution.

### **I.3.6 Bâtiment autonome**

- Totalité énergie consommée par le bâtiment est produite sur place à partir de ressource locale.
- Bilan d'énergie nul à tout instant, adaptés aux sites isolés ou insulaires, coût de raccordement évités aux divers réseaux.
- Usage de moyens de stockage d'énergie imposé (batterie).

## I.4 Stratégies d'économie d'énergie

Le changement climatique devient un problème mondial et il est de plus en plus nécessaire d'agir ou de créer des solutions pour minimiser la consommation d'énergie, ce qui entraînera une réduction des émissions de  $CO_2$ . La réduction des émissions de gaz à effet de serre qui causent le changement climatique nécessite une forte réduction de la consommation d'énergie dans le secteur de la construction [11]. Sur la base des travaux déjà réalisés dans la littérature, nous examinerons les nombreuses options pour réduire la consommation d'énergie. Sous les climats tropicaux, concevoir des bâtiments à la fois économes en énergie et confortables consiste le plus souvent à s'abriter de la chaleur grâce à divers équipements de protection. L'énergie solaire et d'optimiser la ventilation naturelle grâce à une conception réfléchie et en minimisant les endroits climatisés au sein de la structure lorsque cela est possible [10, 13]. À l'heure actuelle, le mur hétérogène est largement utilisé. Ce mur est constitué d'un mur de soutènement, généralement construit en béton, doublé de murs isolants, et permet d'obtenir des niveaux d'isolation élevés avec une faible épaisseur et un coût bon marché [10, 14]. L'efficacité des bâtiments est l'objectif de nombreuses mesures d'efficacité énergétique. Les bâtiments performants, également appelés bâtiments basse consommation, sont de plus en plus populaires dans les climats froids ou tempérés. Ils se distinguent avant tout par une conception architecturale bioclimatique, une bonne isolation thermique (15 à 20 cm d'isolant), et une fenestration efficace [10, 15], pour limiter les déperditions de chaleur vers l'extérieur. En milieu tropical, la barrière fondamentale pour maintenir un haut niveau de confort hygrothermique est de rester au frais. Pour cela, quatre solutions complémentaires sont proposées : protection solaire, ventilation, inertie thermique et isolation [10, 13]. Plusieurs auteurs ont travaillé sur différentes approches et solutions, qui permettent toutes une isolation thermique efficace des bâtiments et réduisent la consommation d'énergie. Protection solaire, comportement humain, isolation thermique intérieure, isolation thermique extérieure, isolation intégrée aux matériaux sont quelques-unes des solutions proposées.

## I.5 Isolation thermique

L'isolation thermique englobe toutes les méthodes de limitation des flux de chaleur entre un environnement chaud et froid. Ainsi, l'isolation thermique s'efforce de conserver une température confortable à l'intérieur d'un bâtiment, c'est-à-dire de conserver la chaleur en hiver et la fraîcheur en été tout en consommant le moins d'énergie possible. L'isolation des bâtiments permet donc [16] :

- Pour réduire les déperditions de chaleur par les murs, le toit, les baies vitrées et les planchers bas. La figure (I.1) met en évidence ces pertes de chaleur ;
- Assurer un meilleur confort en éliminant les zones froides ;
- Économisez de l'énergie en chauffant ou en refroidissant moins ;
- Supprimez les problèmes d'humidité en limitant les risques de condensation et donc d'éventuelles dégradations des peintures, vitres et murs.

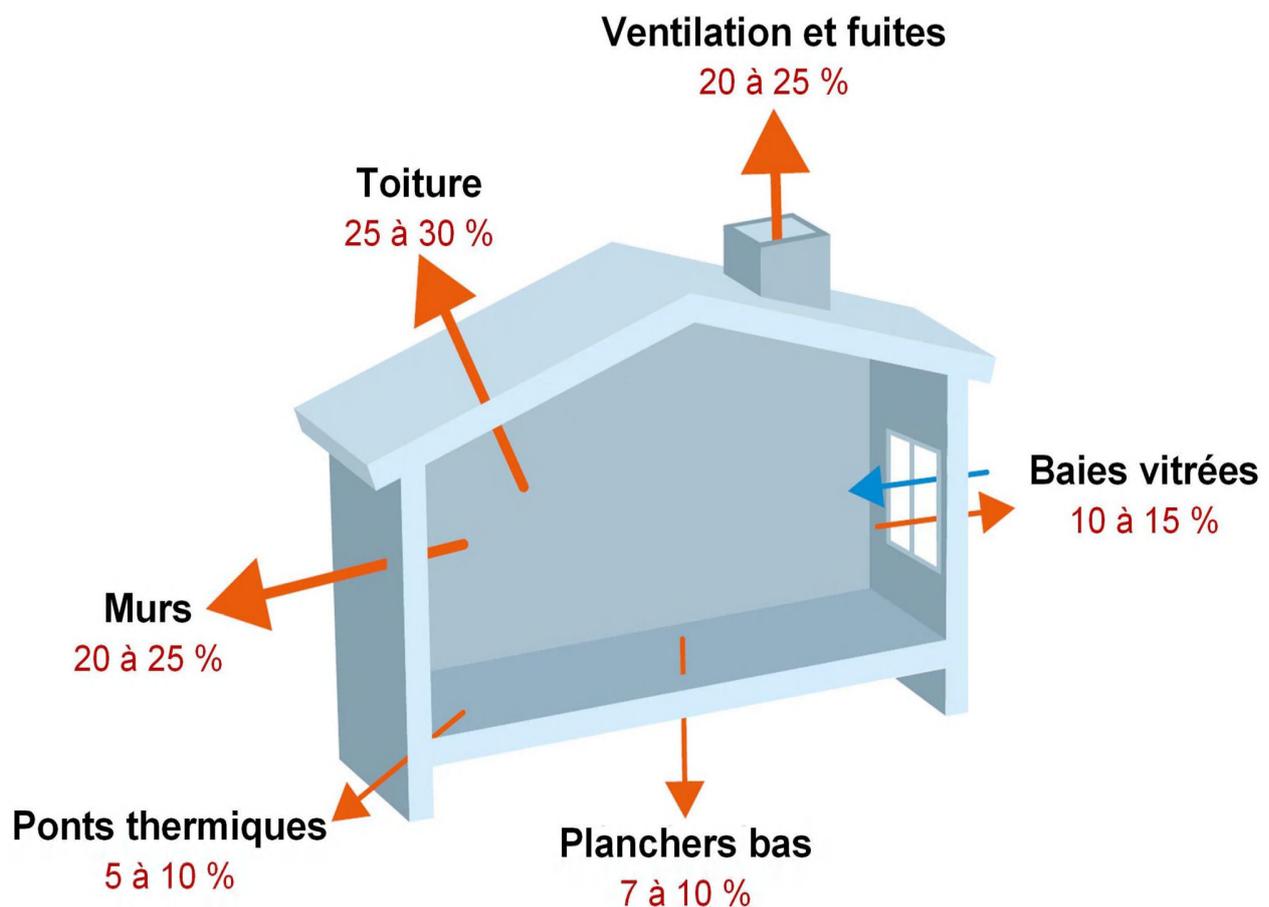


FIGURE I.1 – Pertes de chaleur d'une maison construite

## I.6 Types d'isolation :

### I.6.1 Isolation thermique intérieure

L'isolation thermique intérieure (ITI) est réalisée en installant une couche isolante sur la face intérieure du mur d'un bâtiment contre les éléments structuraux [17, 18]. Son avantage est la simplicité avec laquelle il peut être mis en œuvre à l'intérieur du bâtiment, mais il présente l'inconvénient de provoquer des ponts thermiques au niveau des planchers et des refends. La réalisation de l'ITI, bien que techniquement plus accessible et moins coûteuse que l'isolation thermique par l'extérieur, présente des inconvénients supplémentaires, comme une réduction de la surface interne de l'espace ainsi que de l'inertie thermique [14]. L'aspect extérieur de la structure n'est pas altéré ; néanmoins, l'ajout d'épaisseur sur les murs intérieurs doit tenir compte de l'ouverture des fenêtres, prises et autres canalisations [19]. En milieu tropical humide, l'ITI, bien que considérable, n'apparaît pas comme la réponse la plus pratique et la plus acceptable pour protéger la structure du rayonnement solaire. Comme l'humidité est susceptible de s'accumuler dans ce type de climat, on peut même obtenir une baisse des performances des murs pendant les saisons humides figure (I.2).

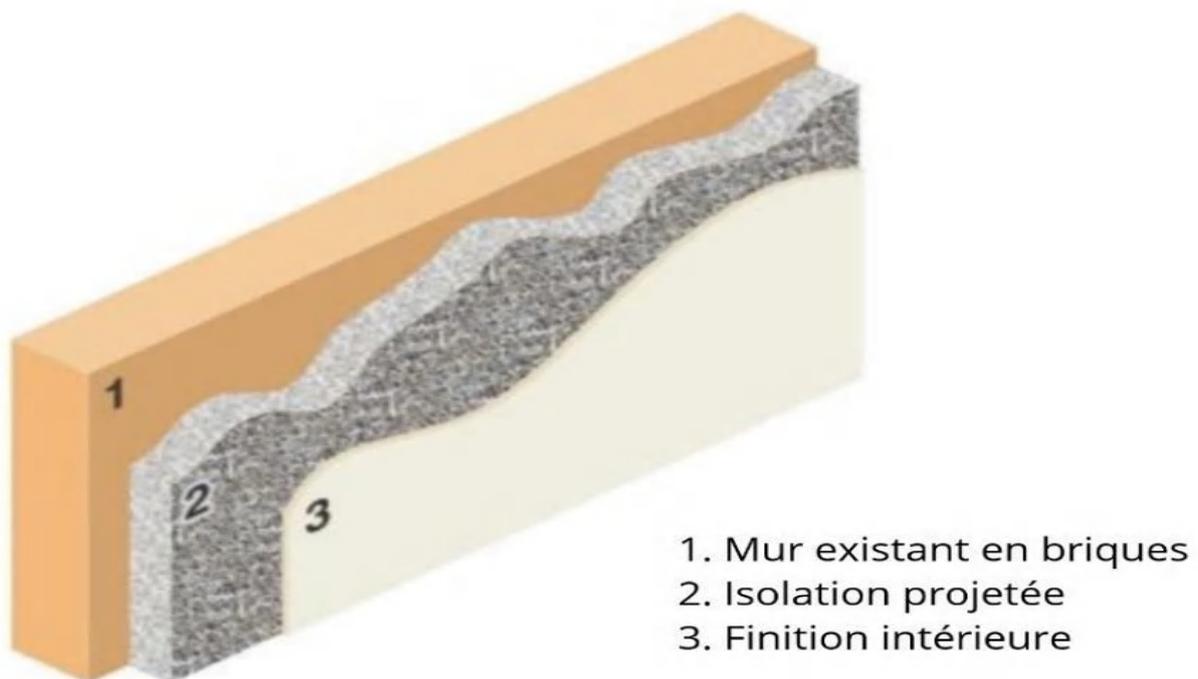


FIGURE I.2 – Schémas d'isolation d'un mur par l'intérieur (ITI).

## I.6.2 Isolation thermique extérieure

L'isolation thermique par l'extérieure (ITE) figure (I.3) consiste à placer la couche d'isolant et les différentes couches de matériaux de parement (enduit minérale ou organique, bois ect.) sur les murs extérieurs d'un bâtiment, elle est couramment utilisée dans les bureaux et les maisons [17, 18]. Sur le plan technique c'est la façon la plus satisfaisante de procéder, car elle assume une isolation complète, l'enveloppe thermique ainsi constituée apporte un haut niveau de performance thermique en supprimant les ponts thermiques responsables des déperditions de chaleur et conserve une bonne inertie au local [14]. Les propriétés de l'enveloppe du bâtiment affectent sa performance thermique, l'une des méthodes les plus courantes pour améliorer cette enveloppe consiste à installer une isolation sur les murs extérieurs [20, 21]. Plusieurs recherches sur les caractéristiques ITE et ITI des murs utilisant différentes structures dans différentes zones ont été menées, selon Chengcheng Xu et al. (2019) [22]. Selon les résultats de ces recherches, la disposition des murs ITI est plus efficace pour réduire la consommation d'énergie dans les bâtiments avec climatisation, tandis que les murs ITE surpassent les murs ITI de 2 à 11 % [22]. Nous n'avons trouvé aucun ouvrage d'ITE en climat tropical, mais d'après le guide du bâtiment durable, en climat tropical, les murs peuvent être isolés de l'extérieur, avec l'isolant constitué de granulés (polystyrène expansé, perlite) et d'un liant (ex : ciment) posé sur la partie extérieure à l'aide d'une couche d'accrochage [23]. L'isolation thermique de la toiture peut se faire soit à l'intérieur soit à l'extérieur en climat tropical humide [23], comme il s'agit de limiter la transmission de chaleur provenant de la toiture, il vaut mieux isoler par l'extérieur. En climat tropical humide l'ITE pourrait protéger les matériaux qui constituent l'enveloppe du bâtiment contre l'influence de l'humidité, réduire les variations de température et augmente la pérennité de l'enveloppe. En effet Mendes et al. (2003) ont montré dans ces travaux si on néglige l'influence de l'humidité sur les parois, on peut atteindre une sous-estimation du flux thermique intégré annuel de 59% [24].

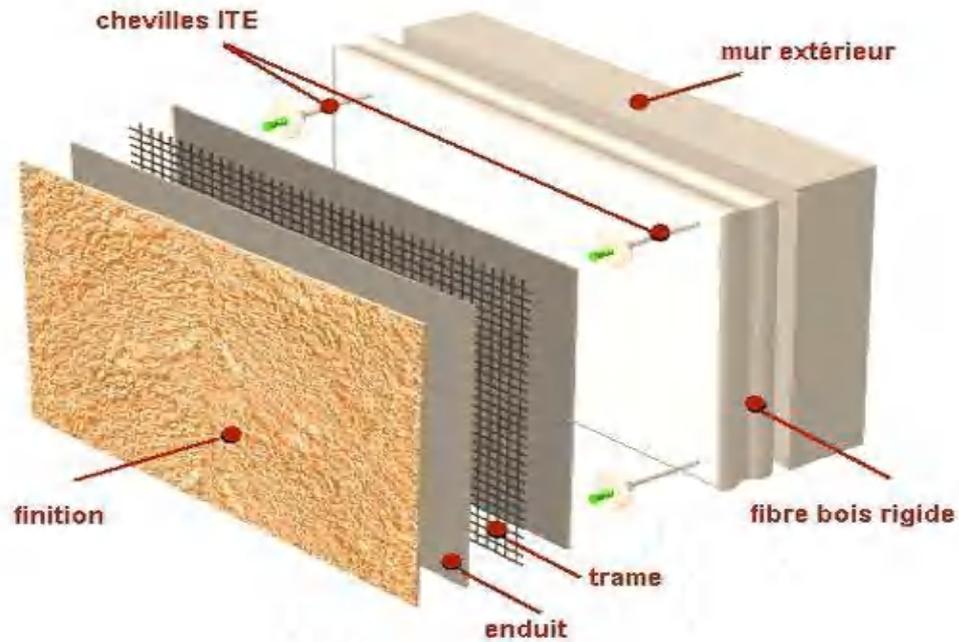


FIGURE I.3 – Schémas d'isolation d'un mur par l'extérieur (ITE).

### I.6.3 Isolation intégrée aux matériaux de construction

Cette méthode utilise des matériaux avec une isolation intégrée à leur structure, comme le béton cellulaire, le béton de chanvre, le béton léger, etc. Il est le plus souvent utilisé dans les nouvelles constructions. Il est à la fois efficace et durable.

La recherche des conditions de confort de l'habitat nécessite une compréhension plus approfondie du comportement hydrique et thermique des parois [25].

## I.7 Les matériaux biosourcés et leurs origines

Tous les matériaux comportant au moins un composant issu de la biomasse sont appelés matériaux biosourcés [26, 27, 28]. Ce dernier comprend toute matière première d'origine biologique végétale telle que bois, chanvre, paille, bambou, coco, bananier, bagasse, lin, etc., ou d'origine biologique animale telle que comme la peau, la graisse, etc, A l'exclusion des matériaux de formation géologique ou fossile, La biomasse est reconnue comme une source d'énergie durable et parfaite qui peut être utilisée pour remplacer les combustibles fossiles. Il est divisé en trois catégories :

1. les résidus organiques tels que les résidus des ménages et résidus des industries de transformation ;
2. les résidus agricoles tels que la paille de riz, les tiges de céréales et la balle de riz ;
3. les cultures de ressources énergétiques qui peuvent être utilisées pour produire du bioéthanol et du biodiesel, comme le colza, la graine de jatropha,...etc.

En raison de leurs propriétés renouvelables, écologiquement bénignes et recyclables, l'uti-

lisation de matériaux biosourcés dans l'ensemble de l'enveloppe du bâtiment semble offrir des avantages économiques, sociaux et environnementaux. En effet, ils ont le potentiel de limiter l'épuisement des approvisionnements en énergie fossile ainsi que les émissions de GES, à savoir le dioxyde de carbone absorbé par les plantes lors de la photosynthèse [29, 30].

Les émissions anthropiques de GES ont été la principale source du changement climatique mondial au cours des dernières décennies. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la température moyenne de l'air ambiant et de la surface des océans, la dégradation de la couche d'ozone, une énorme fonte des neiges et des glaces polaires, une augmentation du niveau moyen de la mer et la sécheresse [29, 31].

L'utilisation de matériaux biosourcés dans l'enveloppe des bâtiments en climat tropical pourrait se traduire par un environnement intérieur sain, c'est-à-dire une augmentation significative de la qualité de l'air intérieur et un bâtiment plus agréable hygro-thermiquement [29, 31].

Les matériaux biosourcés peuvent être utilisés de diverses manières dans l'industrie du bâtiment aujourd'hui. Les fibres de noix de coco, les fibres de bananier, les fibres de bagasse, la laine de bois, les balles de paille, la ouate de cellulose, le chanvre et d'autres matériaux peuvent être utilisés comme isolant thermique. Ils peuvent également être utilisés comme matériaux porteurs ou charges pour assurer l'intégrité structurelle de la structure, comme le bois, le béton de chanvre, le lin, etc. Enfin, ils peuvent être utilisés comme matériaux de revêtement, tels que les mélanges chanvre-chaux et terre-paille.

## I.8 Les fibres végétales

Les fibres naturelles peuvent être obtenues à partir de ressources naturelles telles que les plantes (légumes, feuilles et bois), les animaux et les processus géologiques. Il existe six types de base de fibres végétales naturelles. Ils ont classé comme suit [32, 33] :

1. fibres libériennes (jute, lin, chanvre, ramie et kénaf).
2. fibres de feuilles (abaca, sisal et ananas).
3. fibres de graines (coco et coton).
4. fibres centrales (kénaf, et le jute, les fibres de roseau (blé, maïs et riz) et tous les autres types (bois et racines).

## I.9 Structure et composition chimique

Les principaux composants des parois cellulaires des fibres sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, la pectine étant généralement considérée comme le liant principal.

La cellulose est un polymère contenant des unités de glucose. C'est une molécule forte, linéaire (cristalline) sans ramification. La cellulose a une bonne résistance à l'hydrolyse bien que les traitements chimiques et en solution la dégradent dans une certaine mesure [34].

L'hémicellulose est un polymère polysaccharidique qui se compose de glucose copolymère

de faible poids moléculaire, de mannose, d'acide glucuronique, d'arabinose et de xylose. En outre, il se présente sous la forme d'une structure aléatoire et amorphe avec une petite force de ramification. L'acide ou la base diluée hydrolyse l'hémicellulose. Cette enzyme est commercialement importante car elle ouvre la structure liée des matériaux cellulosiques [35].

La lignine est un mélange amorphe et hétérogène de polymère et de monomère aromatique phényl-propane [36, 37]. La lignine est formée en éliminant l'eau du sucre (principalement du xylose) pour créer des structures aromatiques. Les lignifications se produisent dans la plante mature. La lignine devient plus rigide, loin de la surface de la lumière, et crée une zone poreuse qui maintient la résistance des parois et aide au transport de l'eau. La lignine n'est pas sensible aux micro-organismes car leurs anneaux aromatiques sont résistants aux processus anaérobies tandis que la dégradation aérobie de la lignine est très lente [35]. Les pectines sont des polymères de polysaccharides acides, composées d'une chaîne principale d'acide uronique. La pectine donne aux plantes leur flexibilité. Elle est comme la lignine thermiquement stable; mais elle est aussi responsable de la dégradation de la fibre par les UV. Les molécules de pectine possèdent des fonctions carboxyles qui les dotent d'une capacité à échanger des ions [38].

Le tableau (I.1) montre la quantité moyenne de constituants chimiques pour une large gamme de types de fibres. Le composant structurel important de presque toutes les parois cellulaires des plantes vertes est la cellulose, en particulier sur de nombreuses fibres naturelles. La composition chimique varie d'un type de fibre à l'autre, et dans différentes parties d'une même plante. Il varie également chez les plantes de diverses régions géographiques, âges et conditions climatiques et pédologiques. Les propriétés chimiques sont influencées par le temps de croissance des fibres (jours après la plantation), la classification botanique des fibres et la hauteur de la tige. La composition chimique peut également varier au sein d'une même partie d'une plante. Le noyau de la racine et de la tige a une teneur en lignine plus élevée que celle des fibres.

TABLE I.1 – Composition chimique de quelques fibres végétales .

Composition chimique des fibres végétales en pourcentage (%)				
Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine
Bambou	26-43	30	21-31	-
Banane	63-64	19	5	-
Anans	81	9.9	12.7	-
Noix de coco	32-46	0.15-0.3	40-45	4
Coton	85-90	5.7	0.5-1.6	5.7
Ramie	68.6-76.2	13.1-16	0.6-0.7	1.9-2

## I.10 Etat de l'art sur les matériaux biosourcés dans l'habitat

### I.10.1 La paille de blé

Le blé fait partie des céréales les plus cultivées et consommées par l'homme. Lors de la moisson du blé, la paille est laissée au champ sous forme d'andains une fois qu'elle a été débarrassée de ses graines comme pour le colza. Elle est ensuite valorisée comme alimentation animale, paillage, matière première de la bio-méthanisation ou encore comme combustible [16]. Le granulat végétal utilisé dans cette thèse est la paille de blé, récoltée dans la région de Setif en Algérie. La paille a été découpée manuellement au laboratoire seulement dans le sens longitudinal afin de conserver sa forme tubulaire naturelle. Un broyage en utilisant un bol broyeur (à végétaux) a également été effectué pour produire des blocs de béton-paille pour la réalisation de l'expérimentation à l'échelle réelle du projet après vérification de la granulométrie et du comportement thermique du bio-composite. Néanmoins, le broyage manuel a été utilisé pour toutes les caractérisations au laboratoire.

### I.10.2 La morphologie et structure de la paille de blé

La structure et la morphologie des fibres entourant la tige de la paille de blé ont été examinées et il a été découvert que la fibre est de forme cylindrique. L'image SEM révèle que la surface de la fibre n'est pas lisse avec des impuretés artificielles (sable et poussière) ainsi que de la lignine résiduelle [39]. La coupe transversale Figure (I.4) révèle, d'autre part, que la fibre de paille de blé est un ensemble de fibres multicellulaires, chacune avec un vide central (lumen). Le diamètre de ces vaisseaux varie de 7 à 20  $\mu\text{m}$ . La microstructure a montré une distribution aléatoire de la taille des pores du faisceau vasculaire et un agglomérat de petites cellules sur la surface externe [40]. Les images MEB de fibres de paille de blé ont donné des résultats comparables Figure (I.5). Ces photos montrent que la surface extérieure de la fibre est inégale, avec de nombreuses impuretés et trous.

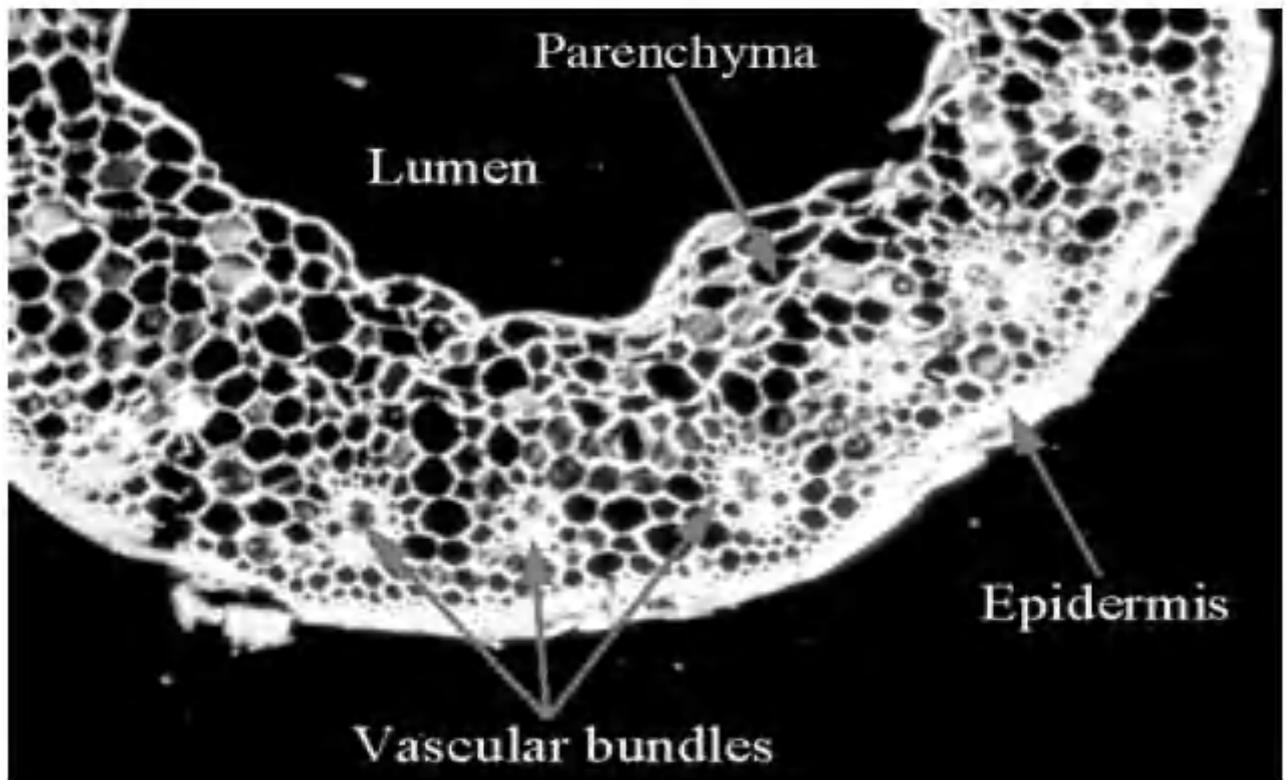


FIGURE I.4 – Images MEB d’une fibre de la paille de blé : vue transversale dans une matrice polymère.



FIGURE I.5 – Images MEB d’une fibre de paille de blé.

## I.11 Composition chimique

Le Tableau (I.2) présente la composition chimique des fibres de la paille de blé par rapport à d'autres fibres naturelles [38, 41] :

TABLE I.2 – Composition chimique de certaines fibres naturelles

Composition (% MSa.)	Cellulose	Hemicellulose	Lignin
La paille de blé	34.20	23.68	13.88
Paille d'avoine	37.60	23.34	12.85
Chanvre	68	15	10
Sisal	65	12	9.9

Toutes les parois cellulaires végétales sont majoritairement composées de polymères à base de sucres (cellulose, hémicelluloses) couplés à de la lignine à l'état sec. Les fibres de la paille de blé ont une teneur en cellulose inférieure à celle des fibres de chanvre, qui ont la meilleure résistance à la traction, selon le tableau (I.2). La cellulose est le composant le plus important en termes de résistance. Le taux d'hémicellulose est similaire à celui des fibres naturelles le taux de lignine est supérieur à celui des fibres naturelles. La teneur en lignine des fibres peut affecter leurs structures, caractéristiques et morphologies. L'analyse chimique des fibres de palmier dattier dans le tableau (I.2) pourrait être influencée par l'origine de la plante, les conditions météorologiques et la qualité du sol [38].

## I.12 Propriétés thermophysiques

Les propriétés thermophysiques de la paille de blé ont été étudiées par [42], Les résultats trouvés par les auteurs ont révélé que [43]. Une caractérisation thermique du matériau a été réalisée par Goodhew et al. [44], qui ont mesuré une conductivité thermique de 0,067 W/m.K, une diffusivité de  $18,2 \times 10^{-7} m^2/s$  et une capacité thermique spécifique de 600 J/kg.K pour un échantillon dense de  $60 kg/m^3$ .

- La valeur de la conductivité thermique du bois de palmier dattier est proche de la gamme de nombreux matériaux isolants.
- La masse volumique de la grappe est  $50-150 kg/m^3$ , inférieure à celle d'épi de maïs et la bagasse.

## **I.13 Conclusion**

La sélection des matériaux de construction est essentielle à l'établissement d'habitats durables.

La brève analyse bibliographique rapportée dans ce chapitre démontre que les éléments des composites employés dans ce travail ont des qualités d'isolation thermique appropriées.

La combinaison de plâtre et de paille de blé pour le bâtiment (revêtement intérieur) est une option économique et respectueuse de l'environnement.

De ce fait, le chapitre suivant est consacré aux matériaux utilisés dans cette étude ainsi qu'à la présentation des différentes techniques de caractérisation physico-chimique des composites plâtre et paille de blé.

# CHAPITRE

## II

# Chapitre II

## Matériaux et méthodes de caractérisation

### II.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux sections : La première section se concentre sur les différents matériaux utilisés pour créer des composites à partir de plâtre et de paille de blé.

La deuxième section de ce chapitre est consacrée à la présentation des techniques de caractérisation des caractéristiques physico-chimiques des composites considérés.

### II.2 Matériaux

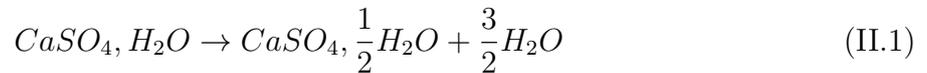
#### II.2.1 Le plâtre

##### II.2.1.1 Le plâtre en tant que matériaux de construction

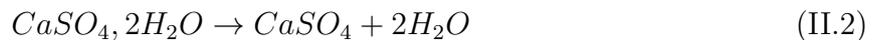
Au Moyen Âge, on découvrit que le plâtre résistait mieux au feu que le bois en raison de ses propriétés ignifuges et était utilisé comme revêtement de protection (anti-feu). Au XIXe siècle, le four à plâtre industriel est inventé, ce qui permet d'augmenter sa production de façon exponentielle. En 1788 Goethe, dans son récit du Carnaval de Rome, décrit la fabrication de confettis, constitués de boules de plâtre, réalisées à l'aide d'un entonnoir. Le plâtre a été proposé pour la première fois au XIXe siècle pour la conservation de la viande, mais ce n'est qu'en 1891 que les confettis ont commencé à être remplacés par sa variante moderne, en papier. De nos jours, le plâtre est également utilisé directement comme revêtements, ou comme éléments préfabriqués sous forme de tuiles ou de plaques. Il est particulièrement adapté à une utilisation en intérieur, grâce à ses propriétés d'isolation thermique et acoustique et sa haute résistance au feu [45, 46].

### II.2.1.2 Fabrication du plâtre

Peu importe si le gypse est synthétique ou naturel, une déshydratation partielle est nécessaire pour créer l'hémihydrate, qui est la poudre blanche connue sous le nom de plâtre. La réaction chimique suivante se produit lors de la déshydratation à des températures allant de 150 à 170°C Eq (II.1) :



Un chaufrage à des températures plus élevées (au-delà de 300°C) donne de l'anhydrite complètement déshydraté Eq (II.2) :



Deux types de procédés sont généralement utilisés pour la fabrication de la poudre blanche de plâtre (hémihydrate) :

- Le procédé par voie sèche qui est le plus couramment utilisé dans la construction. Il est réalisé à la pression atmosphérique. Il donne, vers 150-170°C de l'hémihydrate  $\beta$ , et vers 400-600°C, de l'anhydrite ( $CaSO_4$ ).
- Le procédé par voie humide qui quant à lui se déroule sous pression de vapeur saturante de l'eau, dans des autoclaves, sous 2 à 7 bars. Il donne de l'hémihydrate  $\alpha$  utilisé pour les plâtres spéciaux et pour les moulages dentaires.

D'un point de vue structurel, l'hémihydrate est bien cristallin et nécessite un minimum d'eau pour le mélange (rapport massique eau sur plâtre (E/P)  $\approx 0,3$ ), alors que l'hémihydrate a une structure très poreuse. avec un mélange approprié, qui ne peut être obtenu qu'avec des rapports E/P  $\geq 0,6$  Ainsi, ces deux hémihydrates aux structures distinctes produisent des coulées aux microstructures radicalement différentes : plus dense pour l'hémihydrate  $\alpha$  et plus poreuse pour l'hémihydrate  $\beta$ . Le plâtre obtenu à partir de l'hémihydrate  $\alpha$  a ainsi une résistance mécanique nettement supérieure à celui obtenu à partir de l'hémihydrate  $\beta$ . les dépenses de production de l'hémihydrate sont sensiblement plus élevées. La figure (II.1) illustre les nombreuses formes d'hémihydrates (HH) qui peuvent être générées à partir de gypse en utilisant les procédures de production susmentionnées [45].

Le plâtre utilisé est un plâtre de type  $\beta$ , fourni par la société des gypes d'Alger "touabe", avec une pureté (en hémihydrate) d'environ 93%. Les impuretés sont essentiellement constituées d'argile.

Le Tableau (II.1) présente la composition chimique du plâtre [46] :

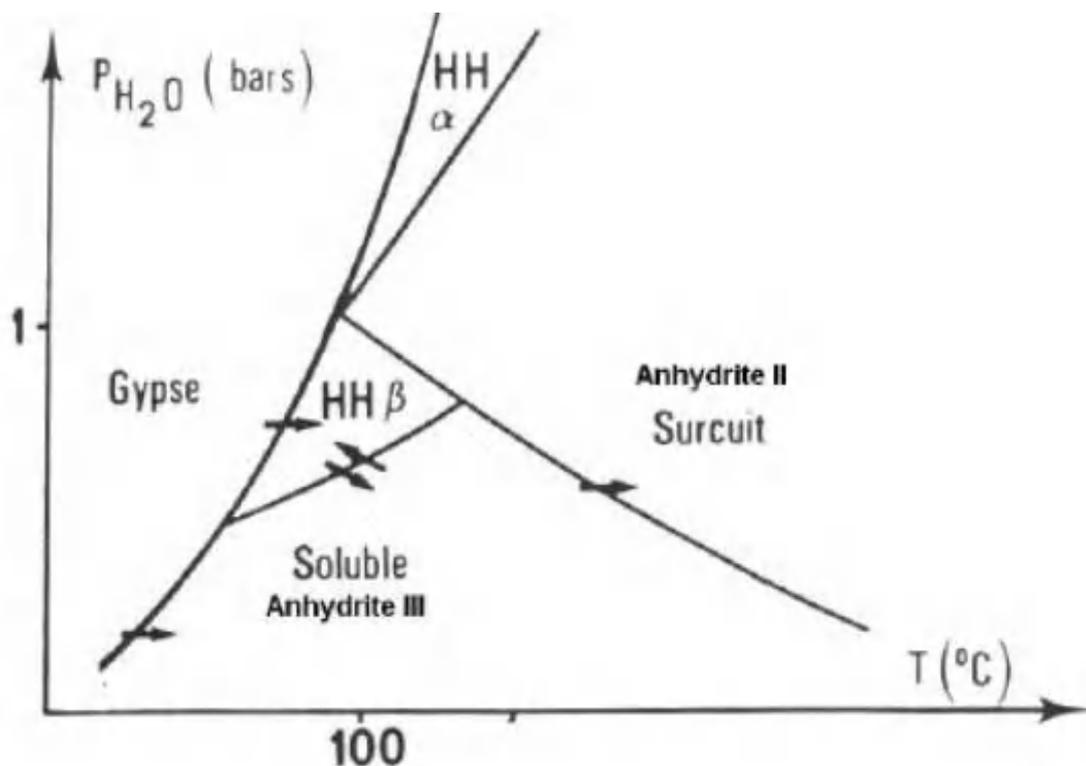

 FIGURE II.1 – Diagramme d'équilibre des différentes phases du système  $(\text{CaSO}_4), \text{H}_2\text{O}$ 

TABLE II.1 – Composition chimique du plâtre (% massique).

Eléments	Pourcentage (%)
$\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$	72
$\text{CaSO}_4$	18
$\text{CaCO}_3$	7
$\text{MgCO}_3$	1
Argile et silice	2
Adjuvants	<1

### II.2.2 La Paille de blé

Le paille de blé utilisé dans ce travail est recueilli des Domaine agricole dans l'état de Sétif (Algérie). La partie renouvelable du la paille utilisée dans la Figure (II.2) est disponible gratuitement.

Selon les recherches expérimentales sur la paille de blé menées par MARIAN PRUTEANU [42], la partie renouvelable de la paille (le régime) a une faible conductivité thermique équivalente à celle des matériaux isolants. C'est pourquoi nos recherches portent sur l'utilisation de ce composant durable de la paille de blé dans la construction de composites à base de



FIGURE II.2 – la paille de blé.

plâtre et de ces fibres. La paille de blé collecté a été séché à  $60^{\circ}\text{C}$  dans l'étuve Memmert du laboratoire UFMC Energy Physics. Pendant 24 heures, puis broyé mécaniquement à l'aide d'un broyeur (Broyeurs à fléaux SK 100 confort) jusqu'à formation de fibres extrêmement fines Figure (II.3).

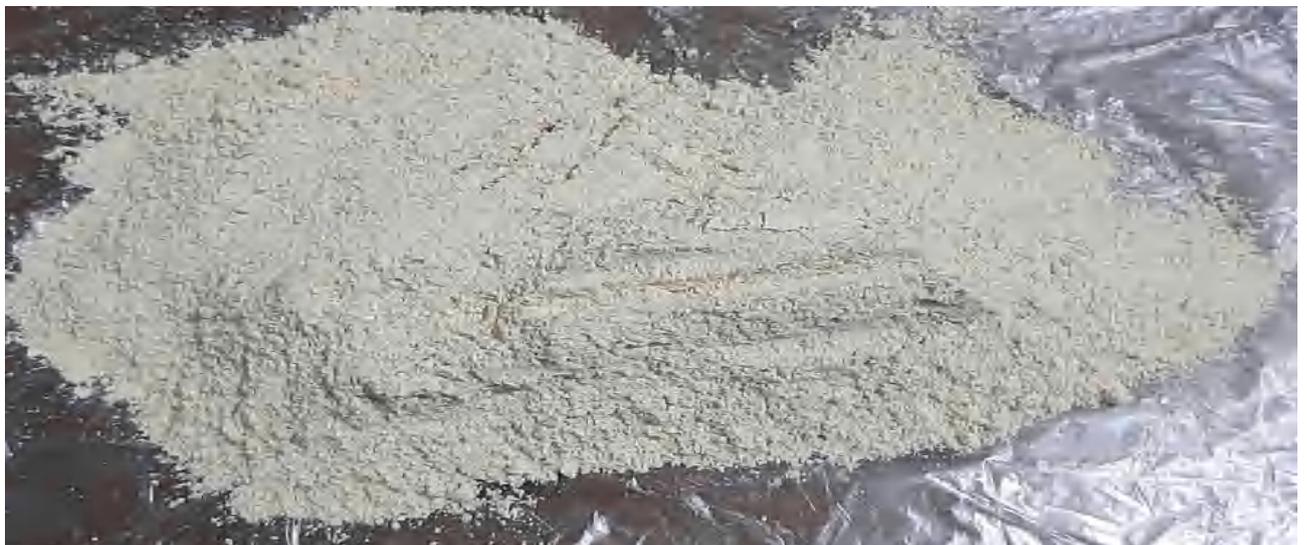


FIGURE II.3 – Fibres de grappe de la paille de blé après broyage mécanique.

### II.2.3 Eaux de mélange

L'eau est nécessaire pour l'hydratation du plâtre. La présence d'une trop grande quantité d'eau dans le composite influence sa porosité, alors qu'un manque d'eau affecte l'homogénéité du mélange et diminue sa résistance. Pour fabriquer un composite haute performance, la quantité d'eau dans le mélange doit être déterminée avec précision. L'eau utilisée dans cette opération est de l'eau potable du robinet et le rapport eau/plâtre est de 0,7.

## II.3 Méthodes de caractérisation

### II.3.1 Analyse Infrarouge FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique d'analyse des matériaux basée sur l'absorption de la lumière infrarouge. Il détermine les fonctionnalités chimiques contenues dans la substance en détectant certaines vibrations.

Lorsque l'énergie apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine IR entre  $4000$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  correspond au domaine d'énergie de vibrations des molécules. Toutes les vibrations ne provoquent pas d'absorption; cela dépend également de la géométrie de la molécule, en particulier de sa symétrie. En utilisant la théorie des groupes, nous pouvons identifier les modes de vibration actifs dans l'infrarouge pour une forme particulière. L'emplacement des bandes d'absorption sera déterminé principalement par la force et la masse de la liaison.

En conséquence, une substance avec une certaine composition chimique et structure correspond à un ensemble de bandes d'absorption distinctes, permettant de la reconnaître [47].

Un spectromètre FTIR comporte principalement 5 parties, comme le montre la figure (II.4) :

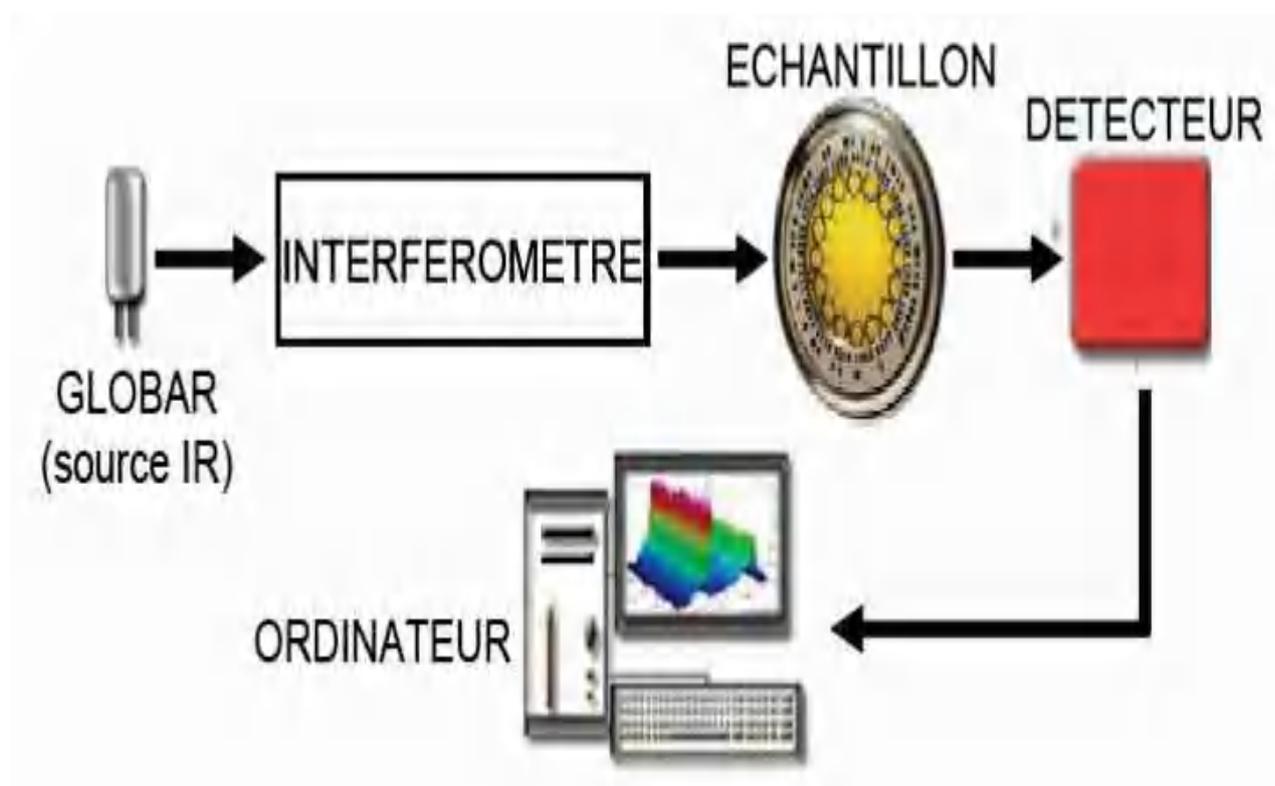


FIGURE II.4 – Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre à transformée de Fourier.

Le faisceau infrarouge provenant de la source se dirige vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs de l'interféromètre vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite vers le détecteur pour être transformé en signal.

Le faisceau modulé est ensuite réfléchi par les deux miroirs de l'interféromètre vers l'échantillon, où se produisent les absorptions. Le faisceau est ensuite dirigé vers le détecteur, où il est converti en un signal. La spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des échantillons a été réalisée avec le spectromètre JASCO FT/IR-6300 Figure (II.5). Les spectres ont été obtenus dans la gamme  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ , et les intensités de bande sont données en pourcentage de transmittance (%T). Les analyses ont été réalisées au laboratoire du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques de Bou-Ismaïl (Tipasa).



FIGURE II.5 – Photographie de l'appareil FTIR.

## II.4 DRX

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique communément utilisée en géologie pour identifier les différentes phases minérales présentes au sein d'un échantillon de roche. Cette identification passe par l'analyse d'un diffractogramme, dont les différentes raies sont caractéristiques d'une structure minérale. Plus le minéral est cristallin, plus les raies de diffraction sont fines et intenses du fait de la périodicité cristalline. Au contraire, moins le minéral est cristallin, plus les raies sont larges et peu intenses du fait du manque de périodicité des atomes entre eux. Les matériaux amorphes ne diffractent donc pas du fait

de l'absence d'ordre structural (aucune raie n'est nettement observée, un dôme très large souvent apparaît).

Le processus de diffraction est issu de l'interaction entre une source de rayons X et un échantillon minéral Figure (II.6). Les rayons X sont produits par un filament chauffé sous haute tension qui provoque l'excitation et l'éjection d'électrons sur une anode généralement de cuivre ou de cobalt. La désexcitation de ces électrons produit un rayonnement polychromatique qui est filtré pour ne laisser passer qu'un rayonnement monochromatique. Ces rayons interagissent alors avec le minéral dont les atomes vont les réémettre dans différentes directions avec une énergie similaire au faisceau initial (diffusion élastique). Un réseau diffracté est ainsi formé. En fonction de la structure cristalline du minéral, certaines directions seront néanmoins privilégiées, et les ondes issues de certains plans spécifiques interféreront entre elles d'une manière constructive pour générer des pics de diffraction. Les autres ondes qui sont réémises dans d'autres directions aléatoires ne produiront quant à elles aucune raie de diffraction puisqu'elles sont en opposition de phase, interfèrent de manière destructive, et génèrent le bruit de fond du diffractogramme. De manière générale, les interférences d'onde sont constructives uniquement si la loi de Bragg est vérifiée [48]. Cette loi s'écrit de la manière suivante :  $2d \cdot \sin(\theta) = n \cdot \lambda$ ; où  $d$  : représente la distance interréticulaire (distance séparant deux plans successifs de la même famille),  $\lambda$  l'angle de diffraction,  $n$  un entier appelé nombre de diffraction, et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau de rayon X incident ( $\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$ ) [49, 50].

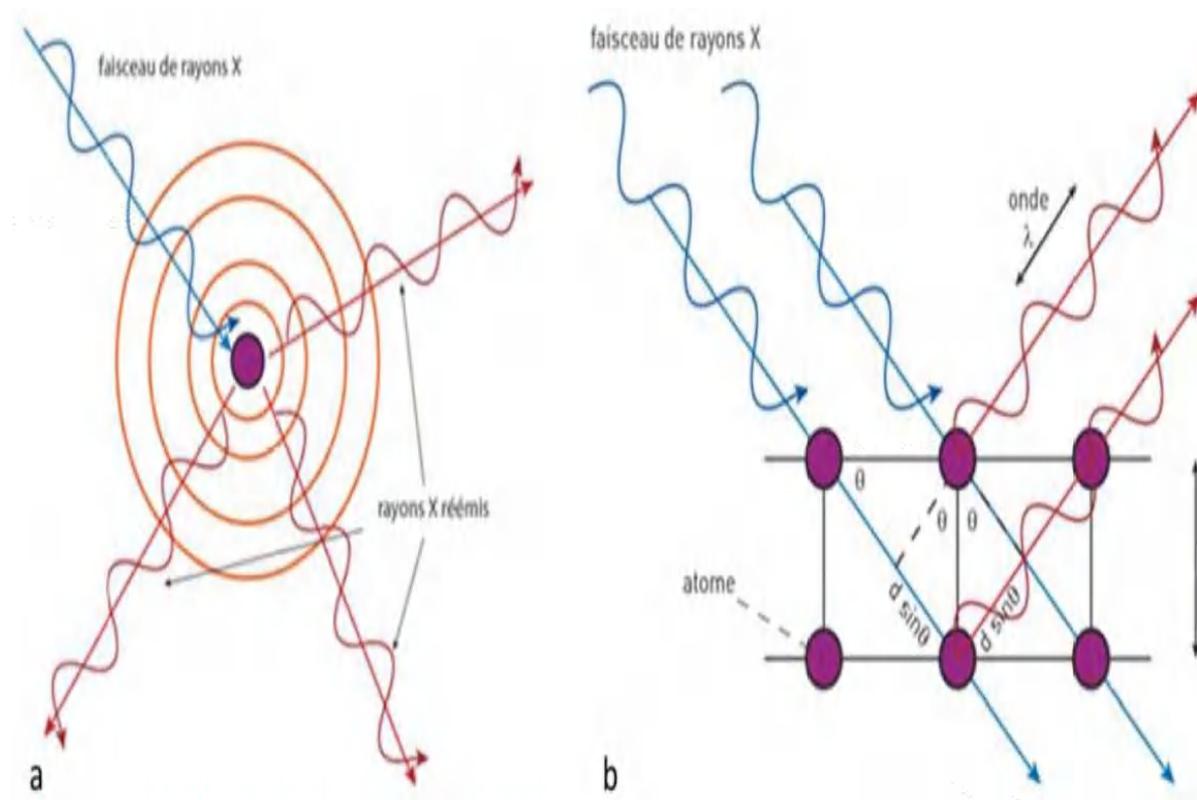


FIGURE II.6 – Principe de la diffraction des rayons X avec a) la formation d'un réseau diffracté et b) l'interférence d'ondes constructive par deux plan atomiques.

La diffraction des rayons X (DRX) des échantillons a été réalisée au sein du laboratoire de cristallographie de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques de Bou-Ismaïl (Tipasa). À l'aide d'un appareil de diffraction des rayons X BRUKER D8 ADVANCE A25 Figure (II.7) à température ambiante en utilisant un rayonnement  $K\alpha_1$  du cuivre ayant une longueur d'onde  $\lambda$  ( $K\alpha_1Cu$ ) égale à 1.5406 Å. L'intensité diffractée du rayonnement  $CuK\alpha$  a été enregistré entre  $2\theta$  compris entre  $20^\circ$  et  $100^\circ$ , avec un pas de mesure de  $0,025^\circ$ , en utilisant une tension de 40 kV et un courant de 25 mA.

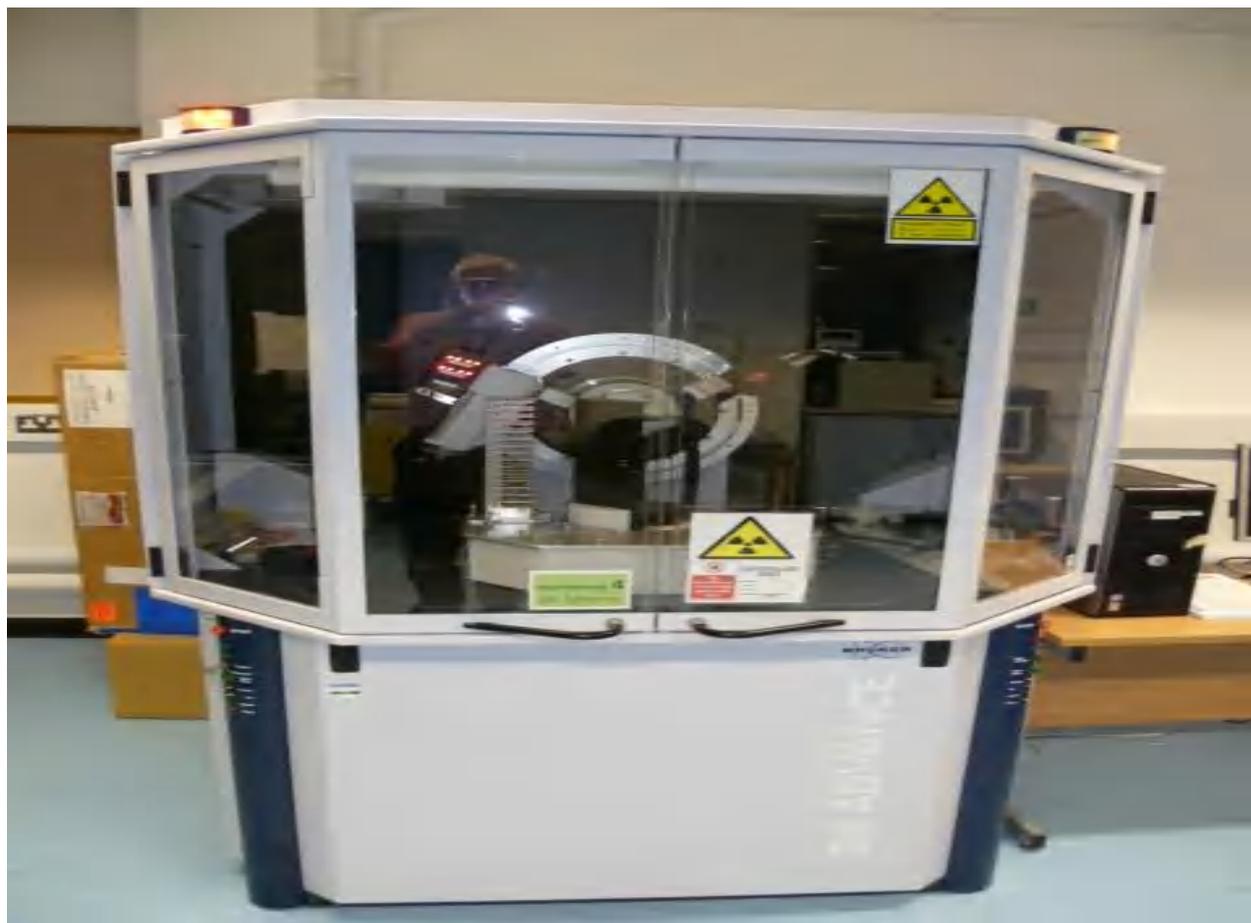


FIGURE II.7 – Photographies du diffractomètre utilisé pour réaliser les analyses DRX.

## II.5 MEB

Le microscope électronique à balayage (SEM) utilise un faisceau focalisé d'électrons à haute énergie pour générer une variété de signaux à la surface d'échantillons solides. Les signaux qui dérivent des interactions électron-échantillon révèlent des informations sur l'échantillon, notamment la morphologie externe (texture), la composition chimique, la structure cristalline et l'orientation des matériaux constituant l'échantillon. Dans la plupart des applications, les données sont collectées sur une zone sélectionnée de la surface de l'échantillon, et une image bidimensionnelle est générée qui affiche les variations spatiales de

ces propriétés. Des zones allant d'environ 1 cm à 5 microns de largeur peuvent être imagées en mode balayage en utilisant des techniques SEM conventionnelles (grossissement allant de 20X à environ 30 000X, résolution spatiale de 50 à 100 nm). Le SEM peut également effectuer des analyses d'emplacements ponctuels sélectionnés sur l'échantillon. Les électrons accélérés dans un SEM transportent des quantités importantes d'énergie cinétique, et cette énergie est dissipée sous la forme d'une variété de signaux produits par les interactions électron-échantillon lorsque les électrons incidents sont décélérés dans l'échantillon solide. Ces signaux comprennent les électrons secondaires (qui produisent des images SEM), les électrons rétrodiffusés (RDE), les électrons rétrodiffusés diffractés (ERDD qui sont utilisés pour déterminer les structures cristallines et les orientations des minéraux), les photons (rayons X caractéristiques qui sont utilisés pour l'analyse élémentaire et le continuum rayons X), la lumière visible (cathodoluminescence - CL) et la chaleur. Les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés sont couramment utilisés pour l'imagerie des échantillons : les électrons secondaires sont les plus précieux pour montrer la morphologie et la topographie sur les échantillons et les électrons rétrodiffusés sont les plus précieux pour illustrer les contrastes de composition dans les échantillons multiphases (c'est-à-dire pour une discrimination de phase rapide). La génération de rayons X est produite par des collisions inélastiques des électrons incidents avec des électrons dans des orbitales discrètes (coquilles) d'atomes dans l'échantillon. Lorsque les électrons excités reviennent à des états d'énergie inférieurs, ils produisent des rayons X qui sont d'une longueur d'onde fixe (qui est liée à la différence des niveaux d'énergie des électrons dans différentes couches pour un élément donné). Ainsi, des rayons X caractéristiques sont produits pour chaque élément d'un minéral qui est "excité" par le faisceau d'électrons. L'analyse SEM est considérée comme "non destructive" ; c'est-à-dire que les rayons X générés par les interactions électroniques n'entraînent pas de perte de volume de l'échantillon, il est donc possible d'analyser les mêmes matériaux à plusieurs reprises [51]. La figure (II.8) montre le principe de la fonction de travail SEM.

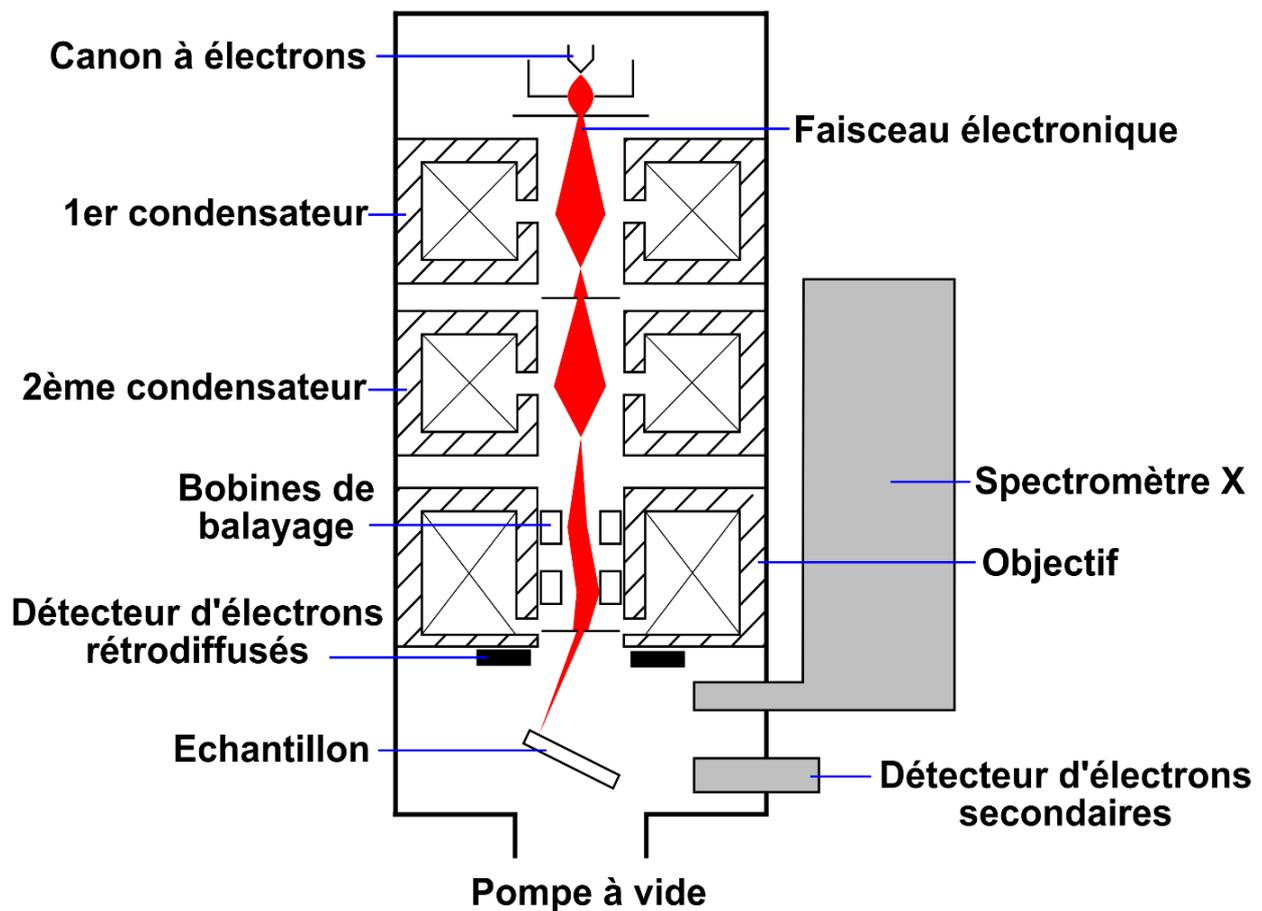


FIGURE II.8 – principe de fonctionnement de MEB.

Le SEM est couramment utilisé pour générer des images haute résolution de formes d'objets (SEI) et pour montrer les variations spatiales des compositions chimiques :

1. acquérir des cartes élémentaires ou des analyses chimiques ponctuelles à l'aide d'EDS,
2. discrimination des phases basée sur le numéro atomique moyen (généralement lié à la densité relative) à l'aide de l'RDE.
3. cartes de composition basées sur les différences dans les "activateurs" d'éléments traces (généralement des métaux de transition et des éléments de terres rares) à l'aide de CL.

Le SEM est également largement utilisé pour identifier les phases sur la base d'une analyse chimique qualitative et/ou de la structure cristalline. La mesure précise de très petites caractéristiques et objets jusqu'à 50 nm est également réalisée à l'aide du SEM. Les images électroniques rétrodiffusées (RDE) peuvent être utilisées pour une discrimination rapide des phases dans des échantillons multiphasés. Les SEM équipés de détecteurs d'électrons rétrodiffusés diffractés (ERDD) peuvent être utilisés pour examiner les microfabrics et l'orientation cristallographique dans de nombreux matériaux [51].

Le microscope utilisé dans cette étude Figure (II.9) est un MEB Quanta 250 de la compagnie FEI, dans le Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques de Bou-Ismaïl (Tipasa). Les échantillons analysés ont été préparé sous formes de poudre.



FIGURE II.9 – Photographie de l'appareil MEB utilisé.

## II.6 DSC

La calorimétrie à balayage différentiel, ou DSC, permet l'analyse des transitions thermiques d'un polymère lorsqu'il est chauffé [52]. La quantité d'énergie délivrée au matériau lors de ces transitions thermiques doit être déterminée. Le système est composé de deux conteneurs scellés, comme le montre la Figure (II.10) (exemple de référence). Les deux récipients sont placés dans une étuve qui permet à la température de monter à vitesse constante (dans notre cas,  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ). Chaque conteneur a un thermocouple qui est relié à un ordinateur. L'ordinateur transforme la différence de température entre les températures de l'échantillon et de référence en flux de chaleur. Les mesures offrent des données qualitatives et quantitatives sur les changements physiques et chimiques produits par les processus endothermiques ou exothermiques, ainsi que mesure directement l'énergie et permet des mesures précises de la capacité calorifique.

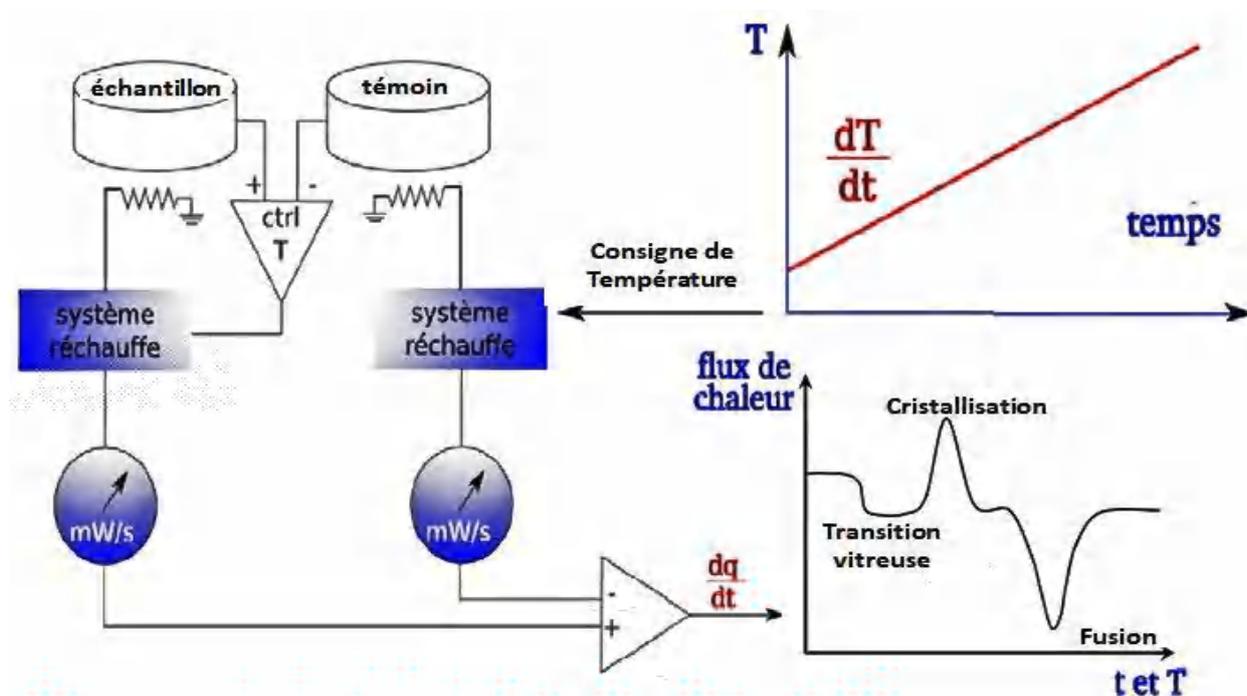


FIGURE II.10 – Principe de mesure par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

Les courbes DSC sont généralement similaires à celle illustrée à la Figure (II.10), mais elles n'incluent pas les trois phases. Le pic de cristallisation et le creux de fusion ne se produiront que pour les polymères qui peuvent former des cristaux. Les polymères amorphes ne présentent ni cristallisation ni fusion. Les polymères semi-cristallins, en revanche, passeront par ces trois phases. Il n'y a pas de pic ou de creux pour la transition vitreuse. En effet, le polymère n'émet ni n'absorbe de chaleur latente. A la température de transition vitreuse, on ne perçoit qu'une modification de la capacité calorifique du polymère [53]. DSC 131 evo calorimètre Figure (II.11) a été utilisé dans le but d'étudier les propriétés thermiques des matériaux biosourcés préparés. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été réalisées dans la plage de température (40 - 700)°C, à une vitesse de chauffage de 10 °C / min. Les mesures ont été effectuées dans une atmosphère d'azote avec un débit de 40 ml / min. Ces analyses ont été faites au sein du Plateau Techniques d'Analyse Physico-Chimique (PTAPC) LAGHOUAT CRAPC.

## II.7 ATG

L'ATG (analyse thermogravimétrique) est une technique de mesure de la masse d'un polymère en fonction de la température ou du temps. Dans un environnement contrôlé, l'échantillon est traité selon un programme de température bien défini. Les plages de température TGA commerciales sont normalement ambiantes jusqu'à 1000°C ou plus, ce qui est une limite supérieure raisonnable pour les applications polymères. Un gaz de purge traverse la balance, créant un environnement qui peut être inerte si de l'azote, de l'argon ou de l'hélium sont utilisés, oxydant si de l'air ou de l'oxygène sont utilisés, ou réducteur si les gaz sont combinés (8 à 10 % d'hydrogène dans l'azote)[54, 55]. Un appareil figure (II.12) se compose généralement



FIGURE II.11 – Calorimétrie différentielle à balayage utilisé dans cette étude.

d'une enceinte étanche pour contrôler l'atmosphère de l'échantillon, d'un four pour gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur pour contrôler et enregistrer les données. Pour limiter les sections chauffées, le gadget dispose d'un système de refroidissement, généralement avec circulation d'eau. Le gadget peut être plus ou moins automatisé selon le modèle (commandes de pompe à vide et ouverture et fermeture manuelle du gaz, ou commandes automatisées avec électrovannes). L'une des solutions suivantes est couramment utilisée pour suspendre l'échantillon :

Il est entouré de fil de platine; il est percé d'un trou et suspendu à un fil de platine (technique du « crochet »); il est placé dans une nacelle en fil de platine tressé (qui favorise l'écoulement des gaz) ou en alumine (plus inerte à haute température), la nacelle étant reliée au cintre. A la place de la ligne, vous pouvez utiliser une « tige ATD » : il s'agit d'un module miniature d'analyse thermo-différentielle qui se substitue à la ligne. La tige ATD surveille la chaleur de la réaction, tandis que la balance mesure la fluctuation de masse. Le résultat est un gadget hybride ATG-ATD (ou TG-DTA en anglais). Si l'environnement réactif est corrosif, une "surenclainte", généralement constituée de silice, peut être ajoutée pour limiter le risque de reflux de l'atmosphère réactive dans le module de pesage.

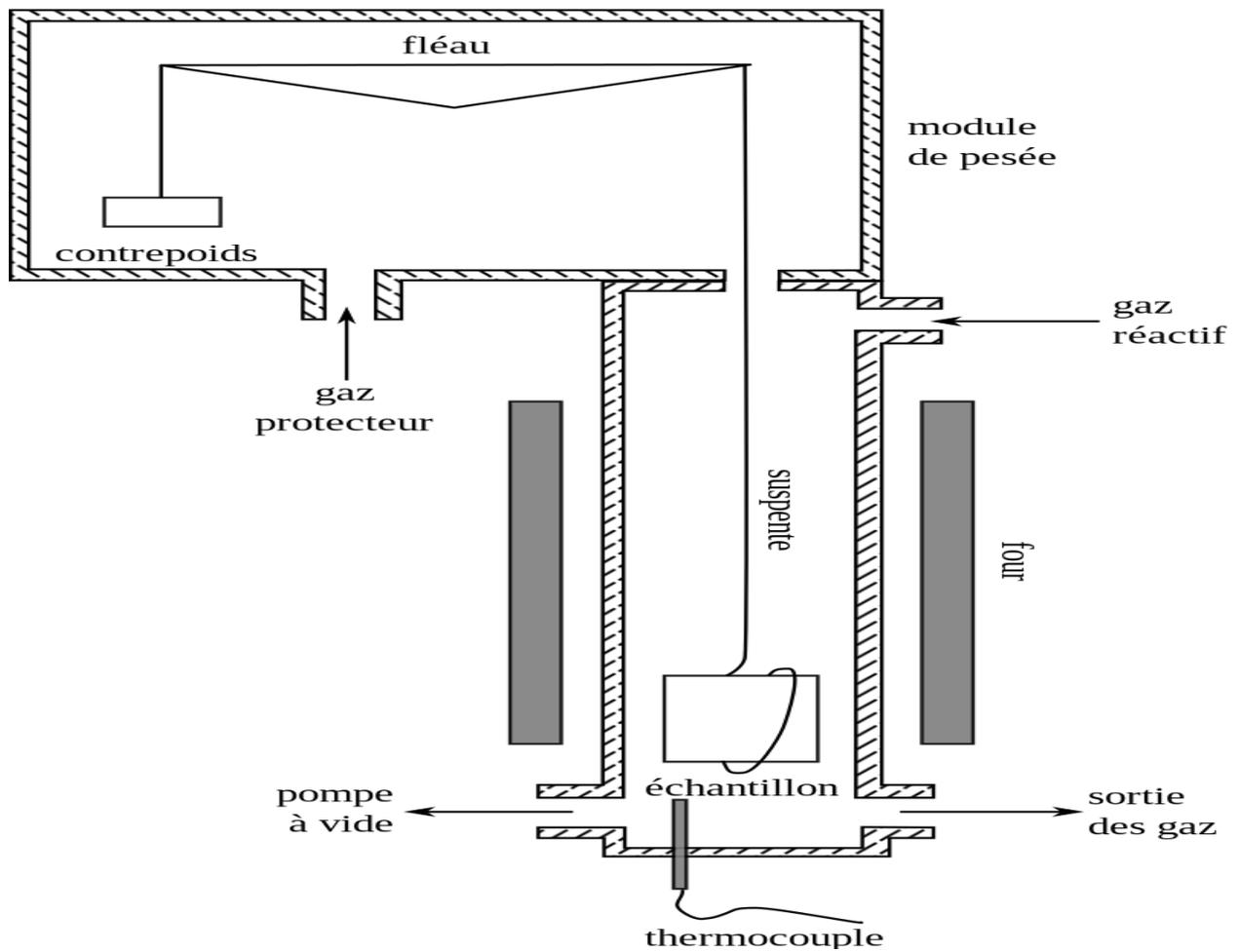


FIGURE II.12 – Schéma d'un analyseur Thermogravimétrique (ATG).

SETARAM Labsys Evo-gas option Figure (II.13) a été utilisé dans le but d'étudier les propriétés thermiques des matériaux biosourcés préparés. L'analyse thermogravimétrique (TGA) ont été réalisées dans la plage de température (50-1200)°C, à une vitesse de chauffage de 10°C / min. Les mesures ont été effectuées dans une atmosphère d'azote avec un débit de 40 ml / min. Ces analyses ont été faites au sein du Plateau Techniques d'Analyse Physico-Chimique (PTAPC) LAGHOUAT CRAPC.



FIGURE II.13 – thermogravimétrie (TGA) utilisé dans cette étude.

## II.8 Conductivité thermique

La conductivité thermique (ou conductibilité thermique) d'un matériau est une grandeur physique qui caractérise sa capacité à diffuser la chaleur dans les milieux sans déplacement macroscopique de matière. C'est le rapport de l'énergie thermique (quantité de chaleur) transférée par unité de temps (donc homogène à une puissance, en watts) et de surface au gradient de température. Notée  $\lambda$  (anciennement  $K$ ), la conductivité thermique intervient notamment dans la loi de Fourier. Pour un matériau c'est le flux de chaleur qui traverse sa paroi sur 1 mètre d'épaisseur pour 1 mètre carré de surface avec une différence de température de 1 degré entre les 2 faces de cette paroi. Cette propriété traduit la capacité d'un matériau à transmettre la chaleur par conduction. La chaleur se propage à l'intérieur du matériau de particule à particule. C'est une donnée intrinsèque à chaque matériau qui caractérise donc uniquement ses performances isolantes. La conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la densité de l'humidité et de la température. Comme le montre la figure (II.14), la conductivité thermique des métaux est 10 à 100 fois plus grande que celles des autres matériaux, à l'exception du diamant qui a une conductivité thermique élevée, entre 1000 et  $2600 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .

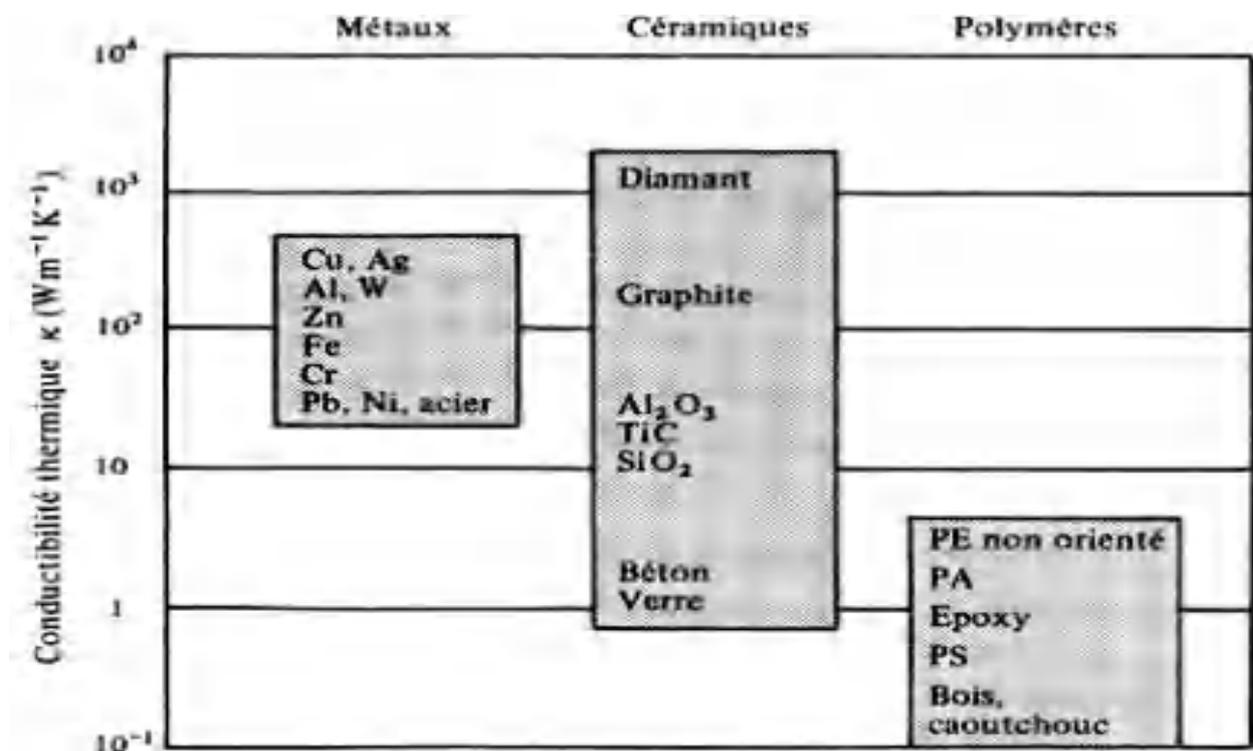


FIGURE II.14 – Conductivité thermique de différents matériaux.

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la conductivité thermique, Le choix d'une méthode de mesure de la conductivité thermique dépend de plusieurs critères, comme par exemple le type de régime thermique (permanent ou transitoire), le type et la forme du matériau (granulé, lisse, 2D, 3D...), et la simplicité de la méthode. Dans cette partie nous présentons les principales méthodes de mesures. Les principales méthodes de mesure sont :

### II.8.1 Méthode du fil chaud

La méthode du fil chaud est la méthode transitoire la plus connue et la plus utilisée dans l'industrie pour mesurer la conductivité thermique. Elle était utilisée à l'origine pour caractériser les liquides. Elle fut étendue par la suite à la caractérisation des poudres, des gaz et des matériaux solides [56]. C'est une méthode constituée d'un fil métallique, placé entre deux échantillons du matériau à caractériser. Les dimensions de l'échantillon sont choisies de manière à satisfaire l'hypothèse d'un milieu semi-infini pour que le transfert thermique autour du fil soit radial pendant un temps suffisamment long. Un flux de chaleur  $\phi$  est produit localement et permet de réchauffer le matériau figure (II.15). Un thermocouple placé à une distance  $r$  du fil mesure alors l'élévation de la température au cours du temps [57]. Les variations de température en fonction du temps, à une distance  $r$  de la source de la chaleur, sont données par [58] :

$$\Delta T(r, T) = \frac{\phi}{4\pi K} \ln \frac{4t\alpha}{r^2} C \quad (\text{II.3})$$

Où :  $C = \exp(\gamma)$  avec  $\gamma = 0,5772$  la constante d'Euler,  $\alpha$  est la diffusivité thermique du matériau et  $k$  la conductivité thermique.

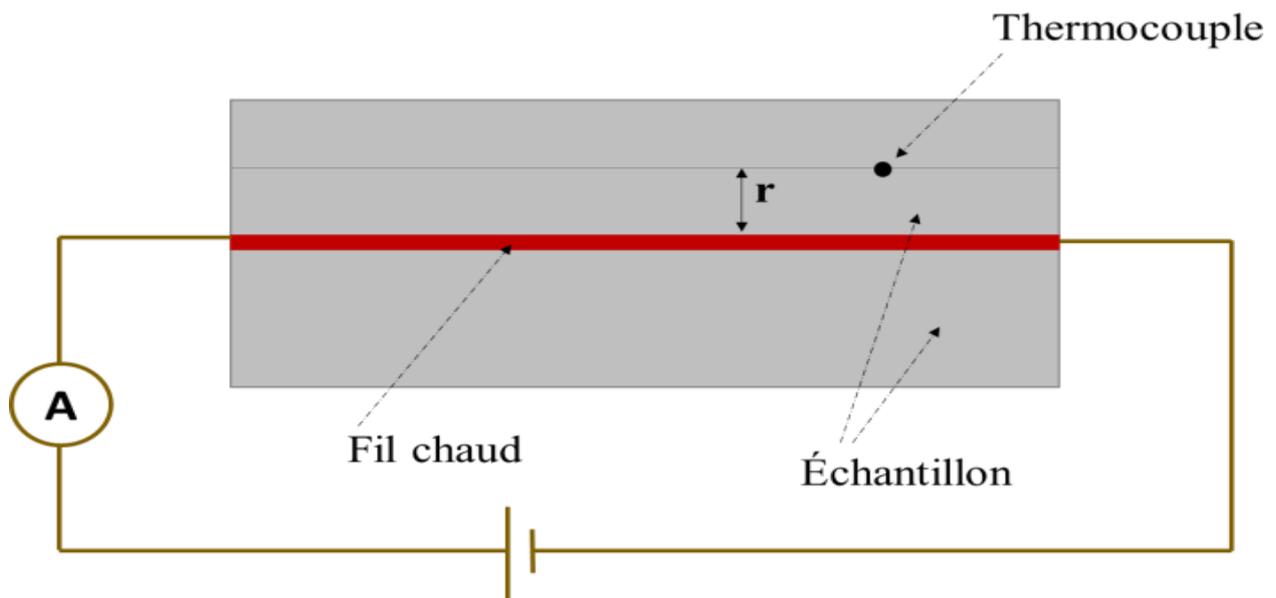


FIGURE II.15 – Schéma de principe de la méthode du fil chaud.

### II.8.2 Méthode de la plaque chaude gardée

La méthode de la plaque chaude gardée est aussi une méthode en régime permanent. Elle est très utilisée pour mesurer la conductivité thermique des isolants, comme par exemple les matériaux utilisés dans le bâtiment [59]. Comme le montre la figure (II.16), cette méthode repose sur l'utilisation d'un conducteur électrique inséré dans une plaque chaude placée entre deux plaques de l'échantillon à caractériser. Ces dernières sont à leur tour couvertes par deux plaques froides. Le flux de chaleur traversant les échantillons diffuse dans les deux sens. Le gradient de Température  $\delta T$  entre deux plaques, froide et chaude, est mesuré par des thermocouples et permet de déterminer la conductivité thermique en utilisant l'équation [60] :

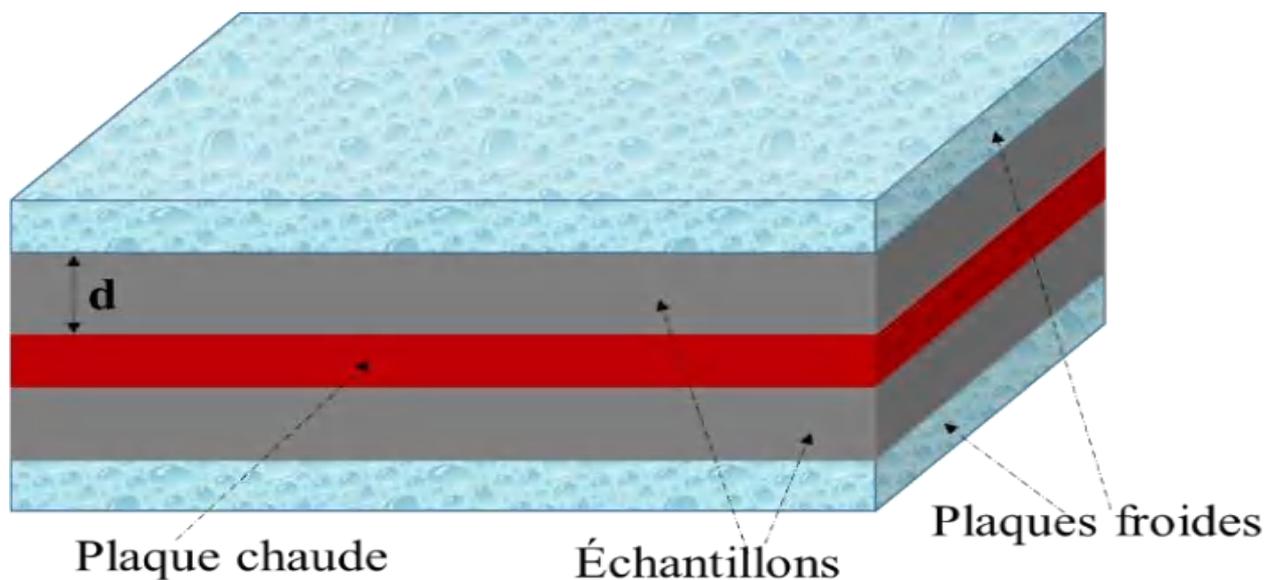


FIGURE II.16 – Principe de mesure pour la méthode de la plaque chaude gardée.

### II.8.3 Méthode du flux thermique radial

La méthode du flux thermique radial est basée sur l'étude de la répartition de température dans un cylindre. Cette méthode a été utilisée dans un premier temps pour caractériser les liquides et les gaz. Par la suite, elle a été utilisée pour caractériser les solides.

Dans cette méthode, le matériau à caractériser est introduit entre deux cylindres comme le montre la figure (II.17). Un conducteur métallique utilisé comme élément chauffant, est placé au centre du premier cylindre. L'ensemble est introduit dans le deuxième cylindre. Des thermocouples sont placés près de l'échantillon à caractériser afin de mesurer le gradient de température le long de l'axe central [61, 62].

La conductivité thermique est déterminée en utilisant l'équation , avec  $T_i$  et  $T_0$  les températures mesurées aux différents rayons  $r_i$  et  $r_0$  et  $L$  est la longueur du cylindre comme le montre la figure (II.17).

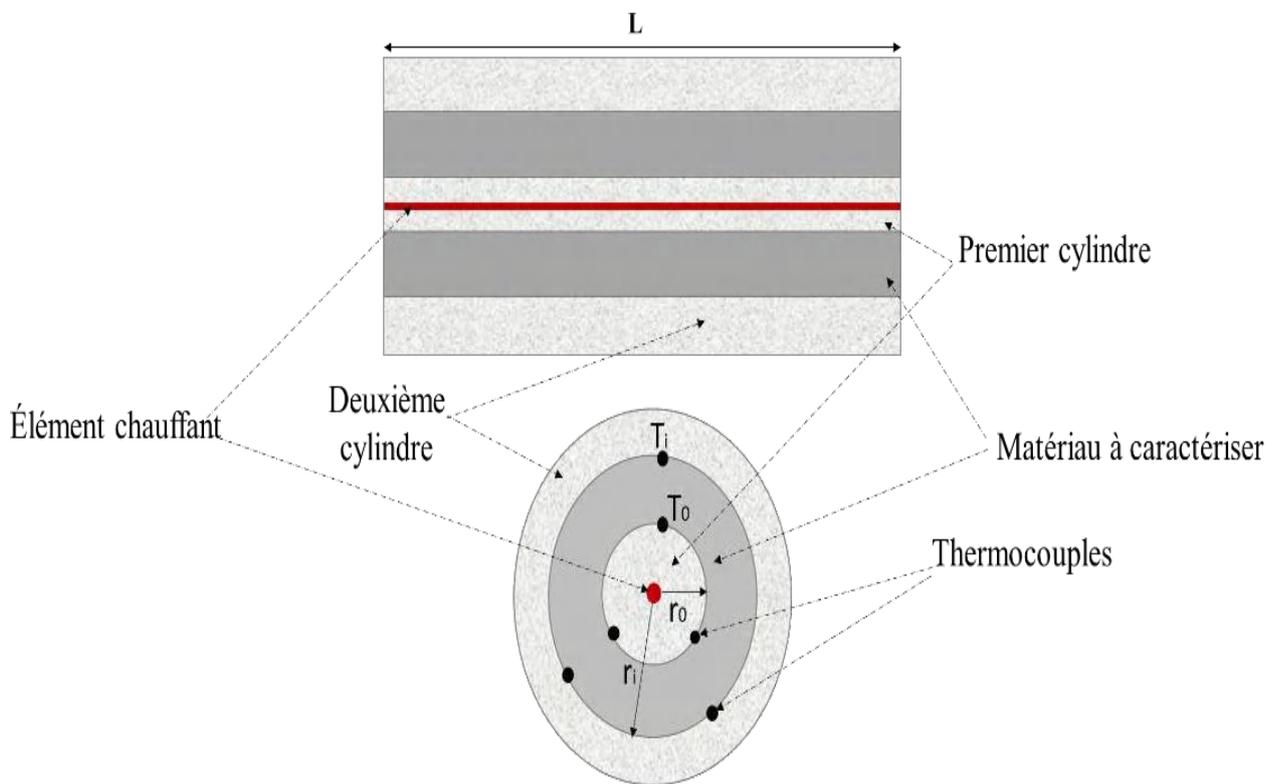


FIGURE II.17 – Cellule de mesure de la conductivité thermique par la méthode du flux radial.

## II.9 CT METRE

L'appareil utilisé dans cette expérience est le CT METER, est c'est une appareil de mesure rapide, des caractéristiques thermiques, des matériaux homogènes et isotropes. et il est illustré à la Figure( II.18).

Le **CT METER**, un gadget portable, a été créé dans le but d'évaluer correctement les propriétés thermiques d'une variété de matériaux, y compris :

- la brique, les roches, la saleté, etc.
- béton cellulaire Substances en poudre, liquides, etc.
- les résines ou produits complexes.

Le principe de fonctionnement consiste à mesurer l'échauffement subi par le capteur pendant une période de chauffe choisie par l'utilisateur en fonction du matériau à tester et du type de sonde utilisé, grâce à l'association d'un élément chauffant et d'un capteur de température (tous deux associés dans la même sonde).



FIGURE II.18 – l'appareil de CT METER

le figure( II.19) présente utilisation de cette appareil dans notre étude.



FIGURE II.19 – la mesure de la conductivité thermique de notre échantillons

## II.10 Décalage horaire

La période de temps nécessaire pour qu'une vague de chaleur se propage de la surface extérieure à la surface intérieure d'un mur est connue sous le nom de décalage temporel. Le décalage temporel est un facteur clé dans la détermination des capacités de stockage de chaleur de tout matériau. Et puisque le changement de décalage temporel est lié à la diffusivité thermique des matériaux ( $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$ ) et que les deux dépendent des propriétés,  $\lambda$ ,  $\rho$  et  $C_p$ , qui sont toutes la conductivité thermique du matériau, la densité de matériau, et la chaleur spécifique du matériau, respectivement [63]. Et comme cela a été étudié dans la littérature [63, 64], la température de surface extérieure d'un mur de bâtiment peut être représentée par une série de composantes sinusoïdales. De plus, le mur pourrait être vu comme un corps semi-infini. Dans cet exemple, l'équation (II.4) donne le décalage temporel :

$$T_{lag} = \frac{Tt}{2\pi} \times \sqrt{\frac{\pi\rho C_P}{\lambda T}} \quad (\text{II.4})$$

où :  $T$  est le cycle périodique de variation de température (h),  $k$  conductivité thermique ( $Wm^{-1}K^{-1}$ ), densité ( $kgm^{-3}$ ) et  $C_p$  chaleur spécifique ( $Whkg^{-1}K^{-1}$ ),  $t$  est l'épaisseur du matériau (m). Voici l'équation (II.5) lorsque le changement de cycle de température est de 24 heures :

$$T_{lag} = 1.38t \times \sqrt{\frac{\rho C_p}{\lambda}} \quad (\text{II.5})$$

## II.11 Économie d'énergie

Toutes les études menées sur ces échantillons visaient à minimiser les pertes de chaleur et à obtenir de meilleures performances en termes d'isolation thermique, c'est pourquoi l'énergie gagnée avant et après l'ajout de paille de blé a été calculée. Ces études et expérimentations ont été menées pour améliorer les performances en termes de propriétés isolantes de ce matériau composite à base de paille de blé et de gypse pour le domaine de la construction, ainsi une comparaison a été faite entre deux murs extérieurs de compositions différentes dont l'un contenait le matériau composite et dont l'autre n'a pas [65]. Par conséquent, le flux de chaleur pour les deux parois est :

$$\phi_{platre} = \frac{\lambda_{platre} \cdot a \cdot \Delta T}{t} \quad (\text{II.6})$$

$\lambda_{platre}$  = la conductivité thermique du gypse.

$a$  = l'aire du mur.

$\Delta T$  = variation de température.

$t$  = l'épaisseur du mur.

$$\phi_{comp} = \frac{\lambda_{comp} \cdot a \cdot \Delta T}{t} \quad (\text{II.7})$$

Le flux de chaleur à travers la paroi qui contient le matériau composite est appelé  $\phi_{comp}$ . Le flux de chaleur à travers un mur de gypse pur est noté  $\phi_{platre}$ . Les conductivités des matériaux composites et de gypse pur sont représentées par  $\lambda_{comp}$  et  $\lambda_{platre}$ , respectivement.

Et pour une surface de 1 mètre carré (1 m<sup>2</sup>) :

$$\phi_{platre} = \frac{\lambda_{platre} \cdot \Delta T}{t} \quad (\text{II.8})$$

$$\phi_{comp} = \frac{\lambda_{comp} \cdot \Delta T}{t} \quad (\text{II.9})$$

Et aussi, pour la même épaisseur :

$$\frac{\phi_{comp}}{\phi_{platre}} = \frac{\lambda_{comp}}{\lambda_{platre}} \quad (\text{II.10})$$

Grâce aux équations précédentes, les économies d'énergie sont calculées comme suit :

$$E_{saving} = 100 \times \left( 1 - \frac{\phi_{comp}}{\phi_{platre}} \right) \quad (\text{II.11})$$

## II.12 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents matériaux utilisés et les méthodes de caractérisation des composites à base de plâtre et de fibres de paille de blé, ainsi que les appareils de mesures utilisés. Dans le chapitre suivant, les méthodes de préparation des composites seront présentés et les résultats expérimentaux de la caractérisation physico-chimique des fibres de paille de blé obtenus au cours de ce travail seront présentés et discutés.

# CHAPITRE III

# Chapitre III

## Préparation Des Matériaux Biosourcés et Caractérisation de la paille de fibre

### III.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux sections. La première traite des concentrations massiques et du traitement des composants biosourcés employés dans ce travail. Dans la seconde, les résultats de la caractérisation physico-chimique des fibres de paille de blé qui ont été acquis grâce aux différents tests décrits dans la deuxième section du chapitre précédent sont présentés et discutés.

### III.2 Elaboration des matériaux biosourcés

Deux types d'échantillons ont été développés pour réaliser les fonctionnalités fournies dans cette étude.

#### III.2.1 Poudre

La pesée des composants a été faite à l'aide d'une balance électronique après la préparation de quatre échantillons Figure (III.1) d'une même masse composée de commerciale plâtre noté (CP, CP5, CP10, CP15), correspondant respectivement à l'addition de quatre fractions massiques (0, 5, 10, et 15 %) des fibres de la paille de blé. Chaque échantillon est combiné à plusieurs reprises jusqu'à ce que l'homogénéité soit atteinte. Le tableau (III.1) montre les proportions des composants utilisés.



FIGURE III.1 – Photographie de la balance utilisée.

TABLE III.1 – Composition massique des différents échantillons de matériaux biosourcés.

Pourcentage (%)	Le plâtre (g)	La paille de blé (g)
0	30	0
5	32	1.6
10	30	3
15	34	5.1

Ces échantillons sont utilisés dans les méthodes de caractérisation Ce qui a été expliqué dans le chapitre précédent et est suivantes : la Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la Cristallographie aux rayons X ou La Diffraction des Rayons X (DRX), la Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'Analyse thermogravimétrique (TGA).

### III.3 Bloc

Avec l'ajout d'eau, des échantillons d'une même masse de plâtre (CP, CP5, CP10, CP15) sont mélangés avec quatre concentrations massiques (0, 5, 10 et 15 %) de fibres de paille de blé. Le tableau (III.2) montre les proportions des composants utilisés dans les mélanges.

Aussi la quantité en grammes de la combinaison de quatre éprouvettes d'un volume cubique de (16\*8\*4) cm est indiquée dans le tableau (III.2).

TABLE III.2 – Composition massique des différents échantillons.

Echantillon	Pourcentage de fibres (%)	Commerciale plâtre (g)	La Paille de blé (g)	Eau (g)
CP	0	680	0	476
CP5	5	700	35	490
CP10	10	750	75	525
CP15	15	780	117	546

Les échantillons composites ont été formés en mélangeant du plâtre avec de l'eau et en ajoutant de la paille de blé dans les proportions suivantes : 5 %, 10 % et 15 %. Avant d'être mélangée aux autres composants du composite, la paille de blé est broyée dans une fraiseuse (Broyeurs à fléaux SK 100 confort) de la société Retsch située à (Retsch-Allee 1-542781 Haan) la résultats de broyage est illustré dans la figure (II.3). Les échantillons sont préparés en mélangeant du plâtre avec de la paille de blé, où la paille de blé est ajoutée dans les proportions mentionnées ci-dessus, afin de procéder à des analyses physico-chimiques. Comme pour l'analyse de conductivité thermique, la paille de blé a été combinée avec le plâtre dans des quantités de 5 %, 10 % et 15 %, puis mélangée. Le mélange est constamment mélangé jusqu'à ce qu'il soit bien mélangé. Le mélange de plâtre avec de la paille de blé dans les proportions susmentionnées est nécessaire avant d'ajouter de l'eau pour obtenir une homogénéité dans le mélange, Ensuite, de l'eau est ajoutée au mélange dans lequel le plâtre a été mélangé avec de la paille de blé dans les proportions mentionnées précédemment, comme le rapport de l'eau au plâtre est de 0,7. Le mélange est constamment mélangé jusqu'à l'obtention d'une pâte le figure (III.2) résumer la procédure de préparation . Il a été mis dans des moules pendant 72 h avant d'être démoulé le figure (III.3). Elles sont ensuite sorties des moules et conservées en laboratoire pendant 28 jours à température ambiante. L'analyse de conductivité thermique, quant à elle, est réalisée en créant des échantillons de dimensions 16 × 8 × 5 cm. La figure (III.4) montre des échantillons composites construits à partir de plâtre renforcé avec des fibres de paille de blé.



FIGURE III.2 – la méthode de préparation.



FIGURE III.3 – les échantillons dans le moules 16 × 8 × 4 cm.



FIGURE III.4 – Echantillons après démoulage.

## III.4 Caractérisation des fibres de la paille de blé

### III.4.1 L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres :

Les composants chimiques des fibres de la paille de blé ont été identifiés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Les résultats de cette analyse sont présentés à la figure (III.5). La figure (III.5) montre l'IR de la paille de blé biosourcée. Les pics dans la zone de  $3330\text{ cm}^{-1}$  sont créés par la vibration d'étirement O-H, qui est induite par la vibration du groupe hydroxyle O-H connecté à l'hydrogène [66, 67]. Comme pour la fibre de banane, la vibration d'étirement C-H aliphatique saturée dans les fibres de cellulose et d'hémicellulose provoque des pics à  $2917\text{ cm}^{-1}$  [66, 67, 68, 69]. Le pic de  $1731\text{ cm}^{-1}$  est formé par la liaison ester des groupes acétyl hémicellulose et ester uronique ou la liaison ester des groupes fruitiques carboxyliques de la lignine et des acides p-coumariques [66, 67, 68, 70]. La déformation asymétrique du rect C-H est responsable du pic de  $1370\text{ cm}^{-1}$  [66, 69, 71]. Les pics de  $1509\text{ cm}^{-1}$  et  $1425\text{ cm}^{-1}$  sont produits par le segment aromatique C=C des cycles aromatiques de la lignine [69, 70, 72]. Les bandes d'étirement et de déformation C-O dans la cellulose, la lignine et l'hémicellulose résiduelle vont de  $1200$  à  $1056\text{ cm}^{-1}$  [66, 68, 69, 73]. Le pic de  $1033\text{ cm}^{-1}$  dans les hémicelluloses est causé par l'étirement C-O, C-C ou la flexion C-OH [74, 75]. le pic de  $903\text{ cm}^{-1}$  dû aux liaisons b-glycosidiques du cycle cellulose-glucose [70, 72, 75].

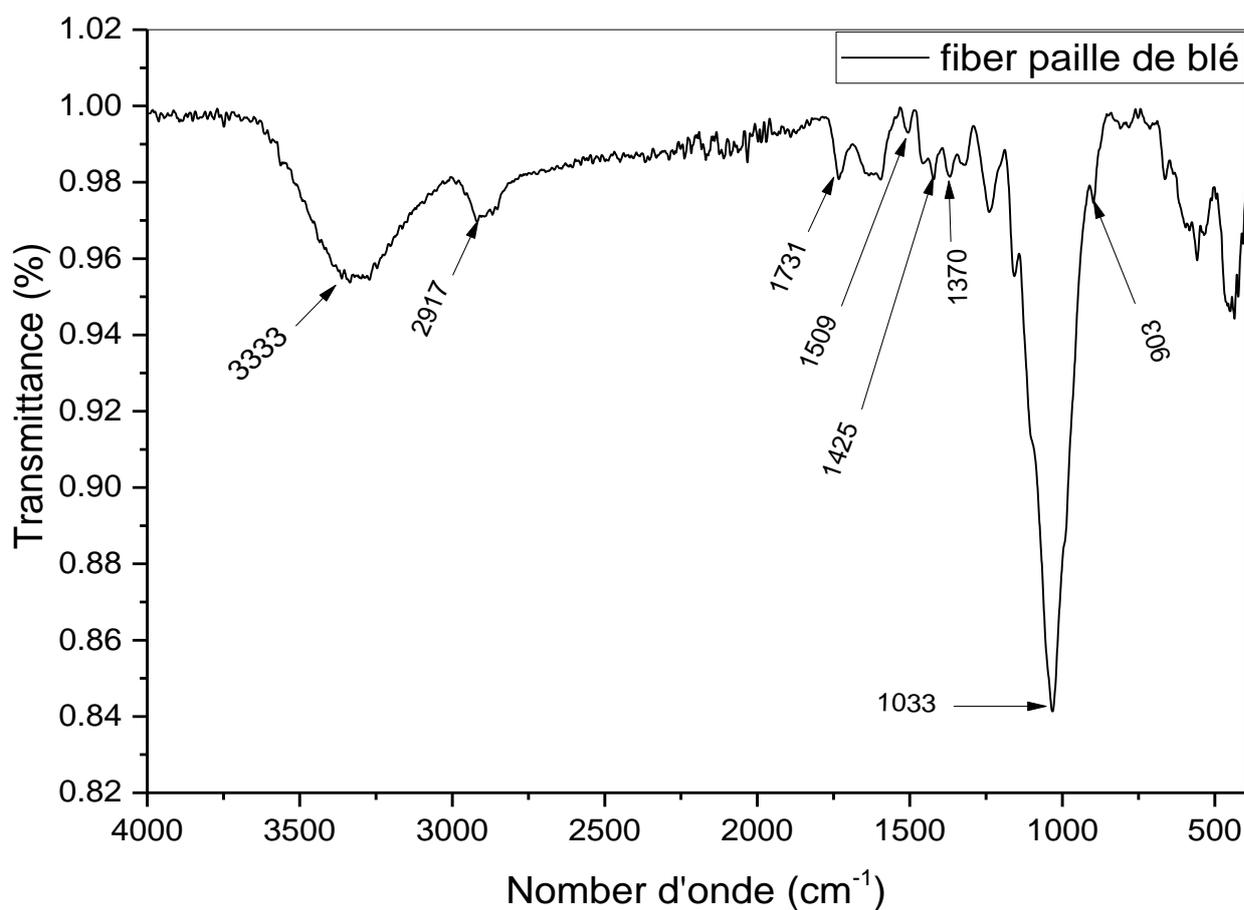


FIGURE III.5 – Spectre FTIR de la paille de blé.

### III.4.2 Diffraction des rayons X (DRX) des fibres

Le diagramme XRD des pailles de blé est illustré à la figure (III.6), et présente un pic majeur à  $2\theta = 21,95^\circ$  qui correspond au plan cristallographique (002) de la cellulose 1. Les pics supplémentaires sont situés à environ  $22\theta = 16,21^\circ$  et  $34,61^\circ$ , ce qui correspond respectivement aux plans cristallographiques de la cellulose native (cellulose I) (101) et (040) ce qui est un comportement cristallin typique de la cellulose [38, 76, 77]. L'hémicellulose et la lignine sont des constituants amorphes, selon les données XRD.

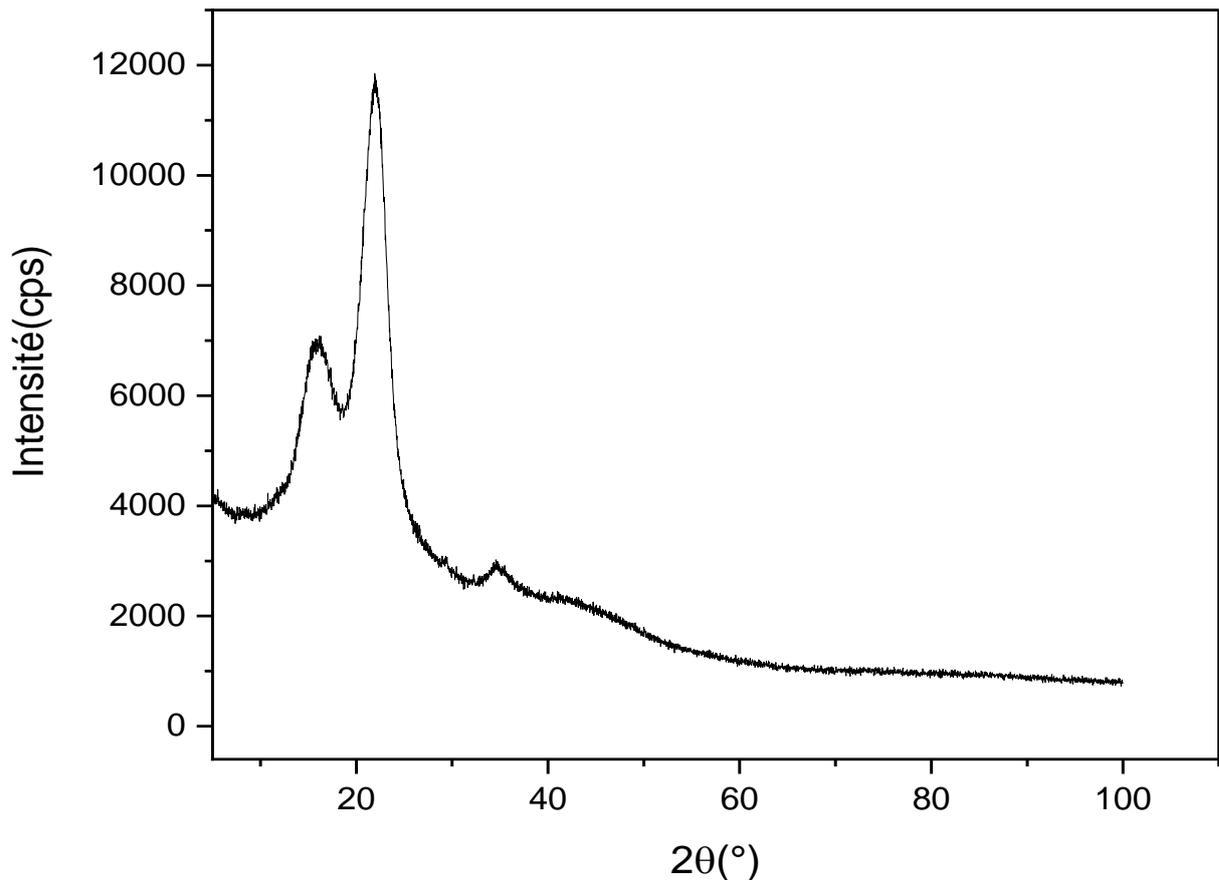


FIGURE III.6 – Spectres de diffraction des rayons X (XRD) de la paille de blé.

### III.4.3 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres

Les images SEM de la fibre de grappe de la paille de blé sont présentées dans les figures (III.7). La micrographie SEM de la fibre brute Figure (III.7) révèle que la surface comprend des impuretés artificielles (sable et poussière) ainsi que certains composants anticipés (qui devraient être de la lignine résiduelle)[78]. La figure (III.7) représente la fibre de la paille de blé sous une forme cylindrique et inégale, avec de nombreux filaments qui permettent à la fibre d'adhérer à la matrice polymère.

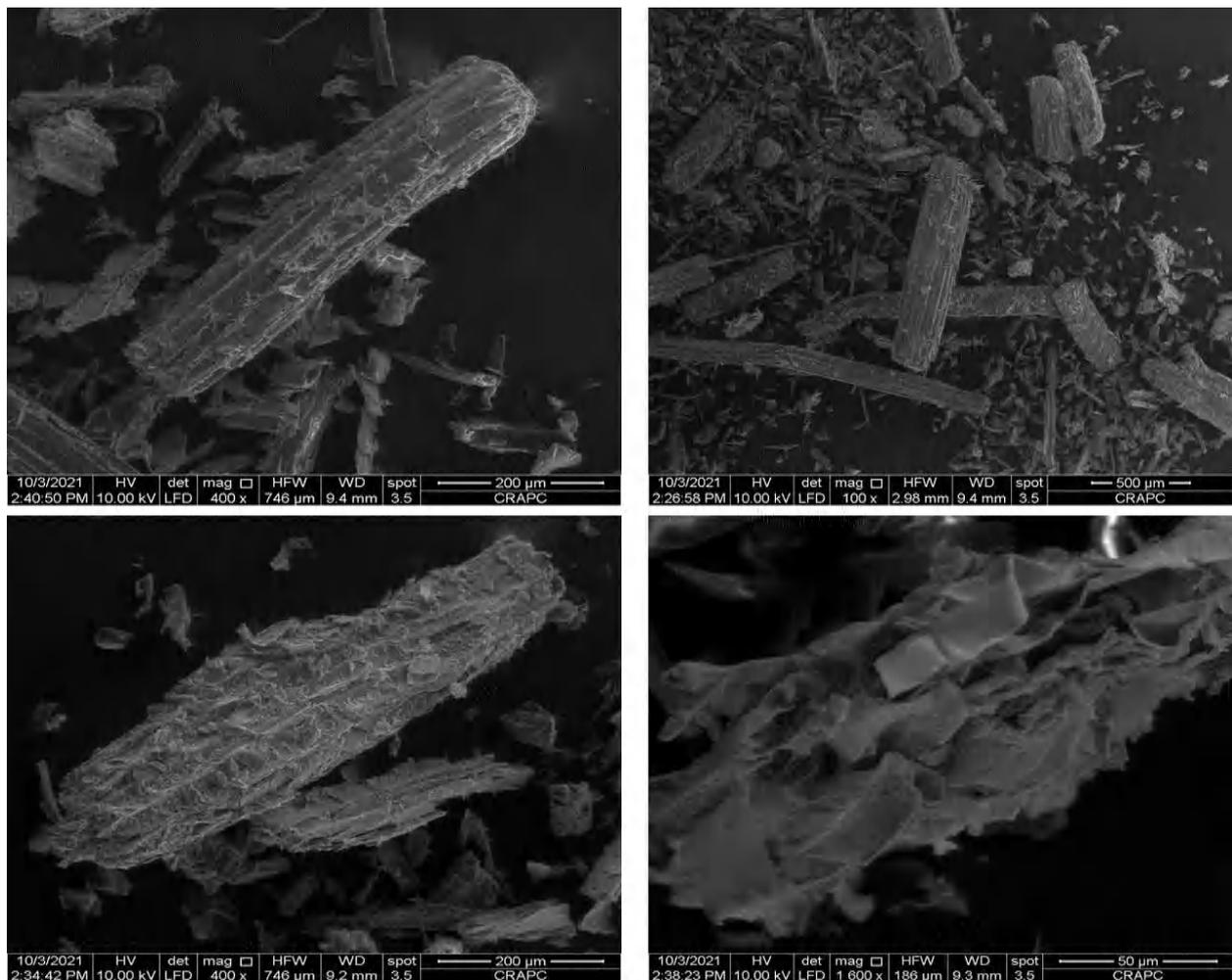


FIGURE III.7 – Images MEB à différentes échelles de la paille de blé grappe, avec différents zoom d'échelle égale à 500 m, 200 m et 50 m.

#### III.4.4 DSC de la paille de fibre

L'analyse DSC est une technique qui étudie le flux de la chaleur absorbé ou libéré par un matériau en fonction de la température croissante. La courbe du tracé DSC (III.8) La courbe du tracé DSC a montré un large pic endothermique allant de 50 °C à 135 °C attribué et la perte d'humidité absorbée par la fibre [79]. Un second pic endothermique allant de 135 °C à 250 °C causé par la dégradation de l'hémicellulose. Dans la phase (250 °C à 400 °C) correspondait à la décomposition thermique, une partie de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine se dégradant et s'évaporant à mesure que les températures continuaient d'augmenter [80].

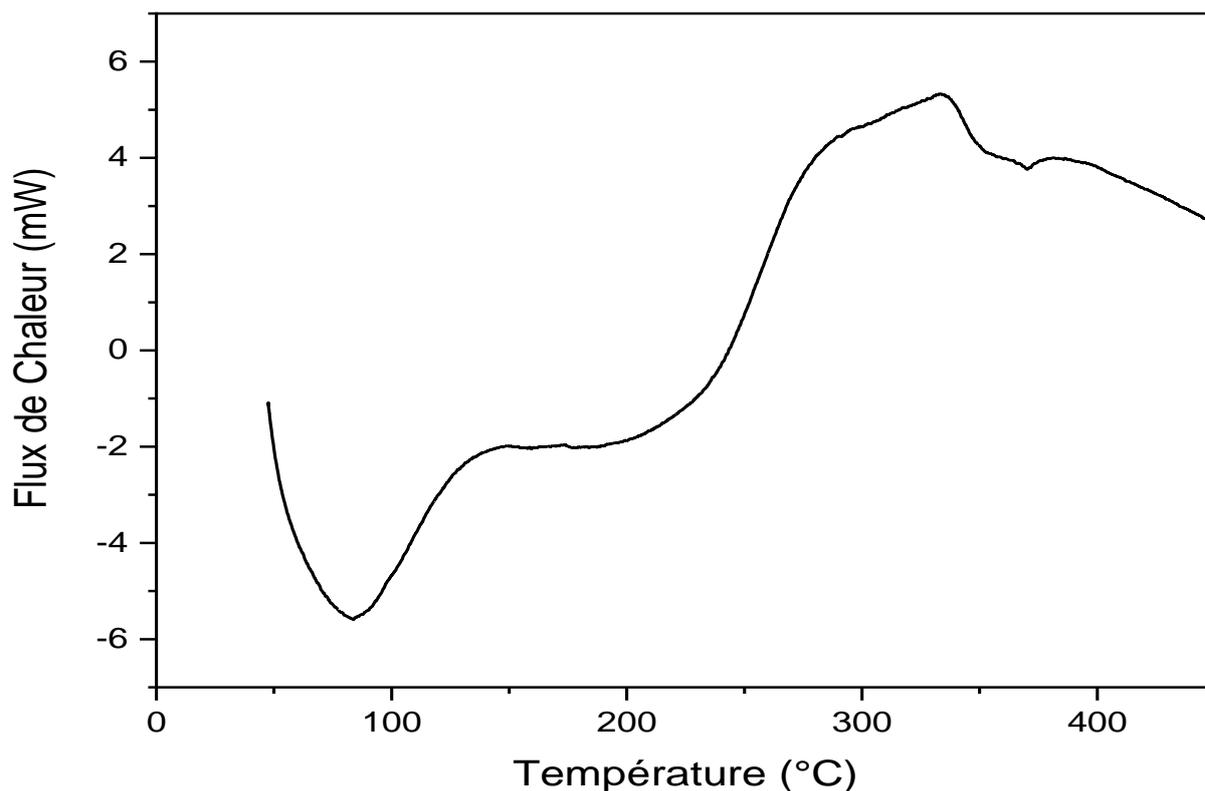


FIGURE III.8 – Variation de la courbe DSC de la paille de blé en fonction de température.

### III.4.5 Analyse thermogravimétrique (ATG) des fibres

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée pour étudier les changements (perte de masse) causés par des températures élevées sur le contenu chimique des fibres étudiées. À partir de la figure (III.9) La première étape de perte de poids, qui correspond à l'élimination de la teneur en humidité dans WS, s'est produite dans la plage de température comprise entre 50 et 220 °C. La deuxième étape de perte de poids s'est produite sur une plage de température étendue de 220 à 400 °C et est liée à la dégradation des extraits, des hémicelluloses, de la cellulose et des composants de la lignine du WS. La troisième étape de perte de poids de WS a été observée dans la plage de température de 400 à 700 °C correspondant à la pyrolyse de la lignine et à la carbonisation du résidu [80, 81].

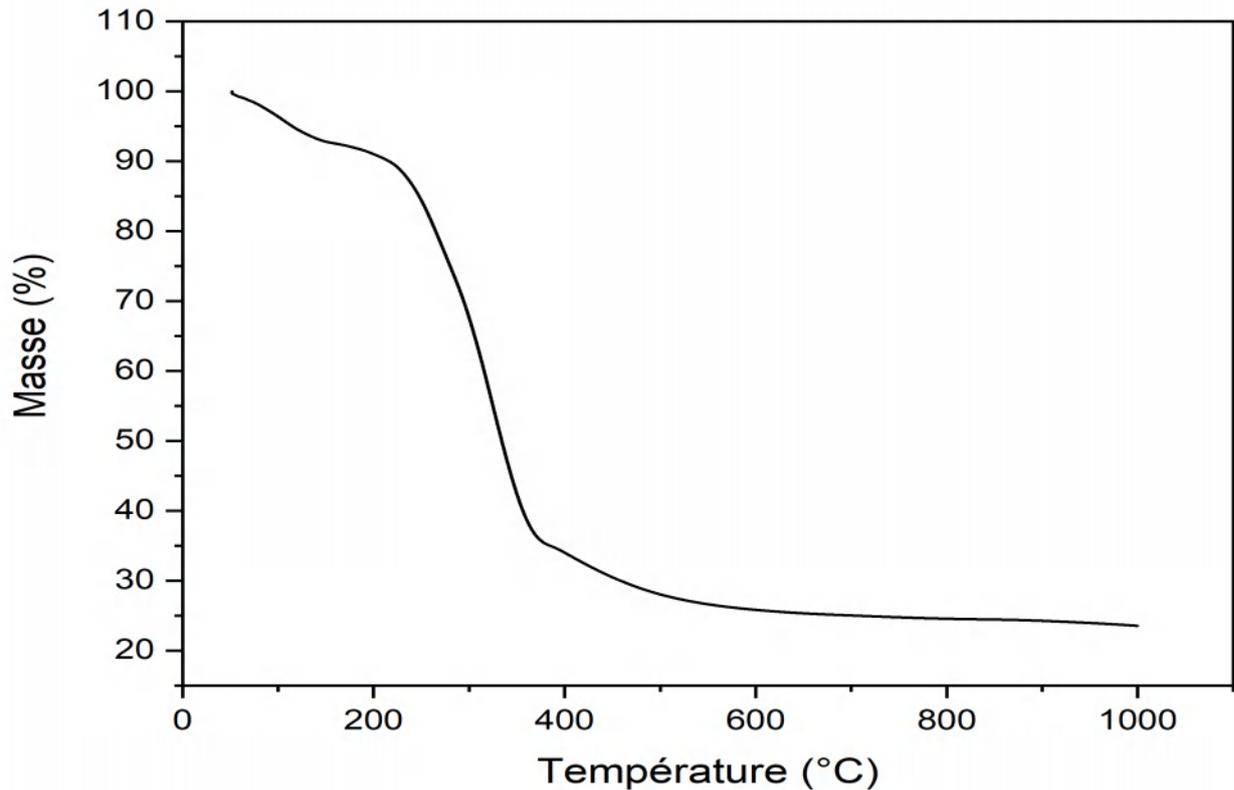


FIGURE III.9 – La perte de masse de la paille de blé en fonction de la température.

### III.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons abordé les différents procédés de création de matériaux biosourcés à partir de plâtre et de fibres de paille de blé. Nous avons également identifié les fibres de la paille de blé utilisée dans cette étude. En effet, la production de matériaux biosourcés nécessite une compréhension préalable des caractéristiques et de la composition des fibres.

- La paille de blé est composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, selon une analyse chimique utilisant la technique FTIR.
- L'analyse par la diffraction des rayons X de la microstructure des fibres a révélé que l'hémicellulose et la lignine sont des composants amorphes.
- L'analyse de la structure et de la morphologie montre que la fibre est de forme cylindrique et irrégulière contenant des impuretés artificielles.
- La calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermogravimétriques ont indiqué que la température à laquelle les composites à base de fibres de la paille de blé devaient être mis en œuvre ne devait pas dépasser 220 °C.

Dans le chapitre suivant, les résultats expérimentaux des matériaux biosourcés développés au cours de ce travail seront donnés et discutés.

# CHAPITRE

## IV

# Chapitre IV

## Résultats Et Discussion De Caractérisation Des Matériaux Biosourcés

### IV.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de montrer et de discuter les résultats de nombreuses méthodes indiquées dans le deuxième chapitre sur les caractéristiques physico-chimiques des matériaux biosourcés préparés.

### IV.2 Microstructure

#### IV.2.1 Caractérisation par spectroscopie FTIR

Les informations sur la composition chimique du plâtre utilisé dans les peintures murales sont d'un grand intérêt.

Des tests FTIR ont été réalisés et comparés à ceux du plâtre pur pour étudier la présence et la nature de l'interaction inter-faciale dans les matériaux biosourcés.

La figure (IV.1) illustre les résultats acquis. Les informations suivantes sont fournies par l'interprétation du spectre FTIR du plâtre (CP) : L'analyse des résultats FTIR pour le plâtre est illustrée à la figure (IV.1). Les bandes de vibration d'étirement de O-H caractérisent les deux bandes à  $3605$  et  $3555\text{ cm}^{-1}$ , respectivement [82, 83]. Le pic de  $1618\text{ cm}^{-1}$  représente un anion d'eau de molécule d'eau forte caractérisé par la vibration de flexion de O-H [82]. Les pics  $1140$ ,  $1111$ ,  $1087\text{ cm}^{-1}$  indiquent la vibration d'étirement asymétrique des tétraèdres  $SO_4$  [84], tandis qu'un pic mineur à  $1005\text{ cm}^{-1}$  représente la vibration d'étirement symétrique des tétraèdres  $SO_4$  [84, 85], les deux pics à  $659$  et  $594\text{ cm}^{-1}$  représentent également les vibrations de flexion asymétriques du tétraèdre  $SO_4$  [75]. In générale, La comparaison des spectres FTIR des échantillons : CP, CP5, CP10, CP15 montre que les pics des différents échantillons sont presque identiques.

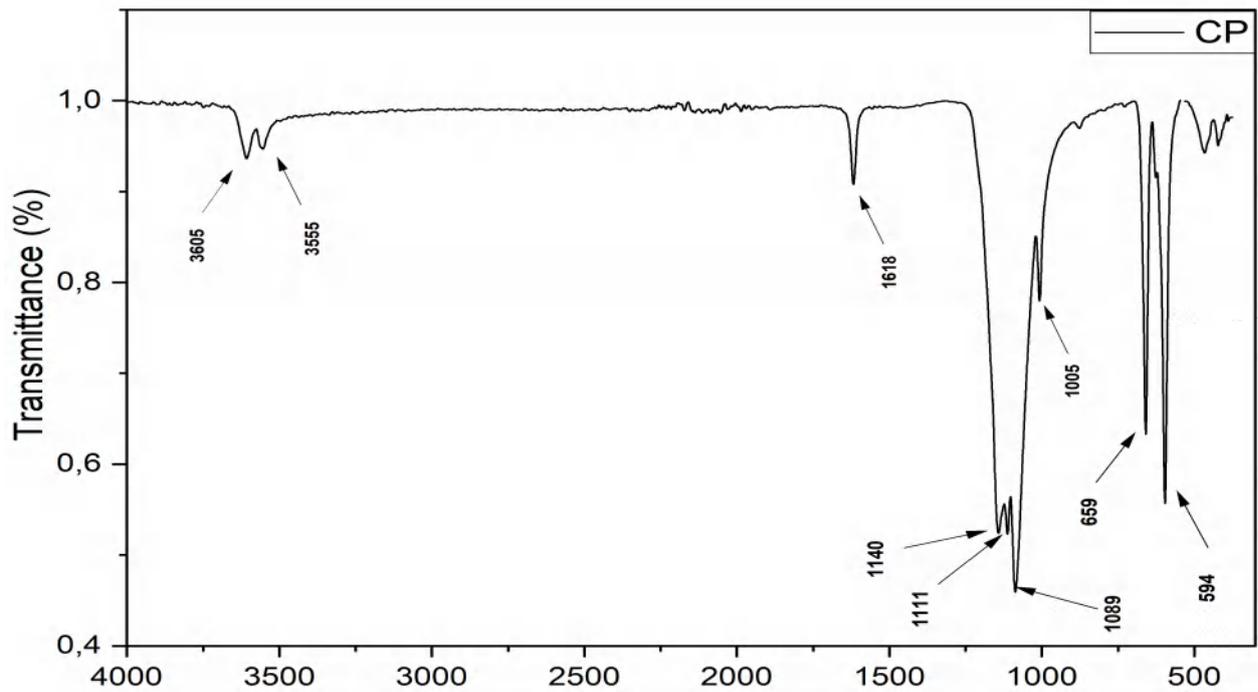
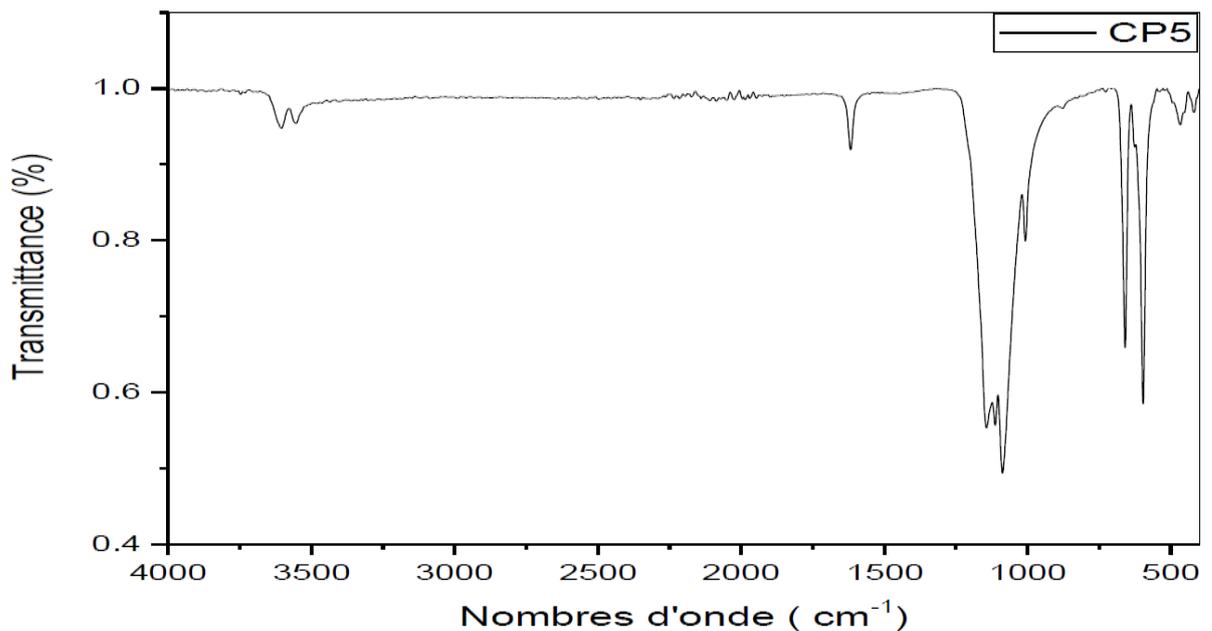
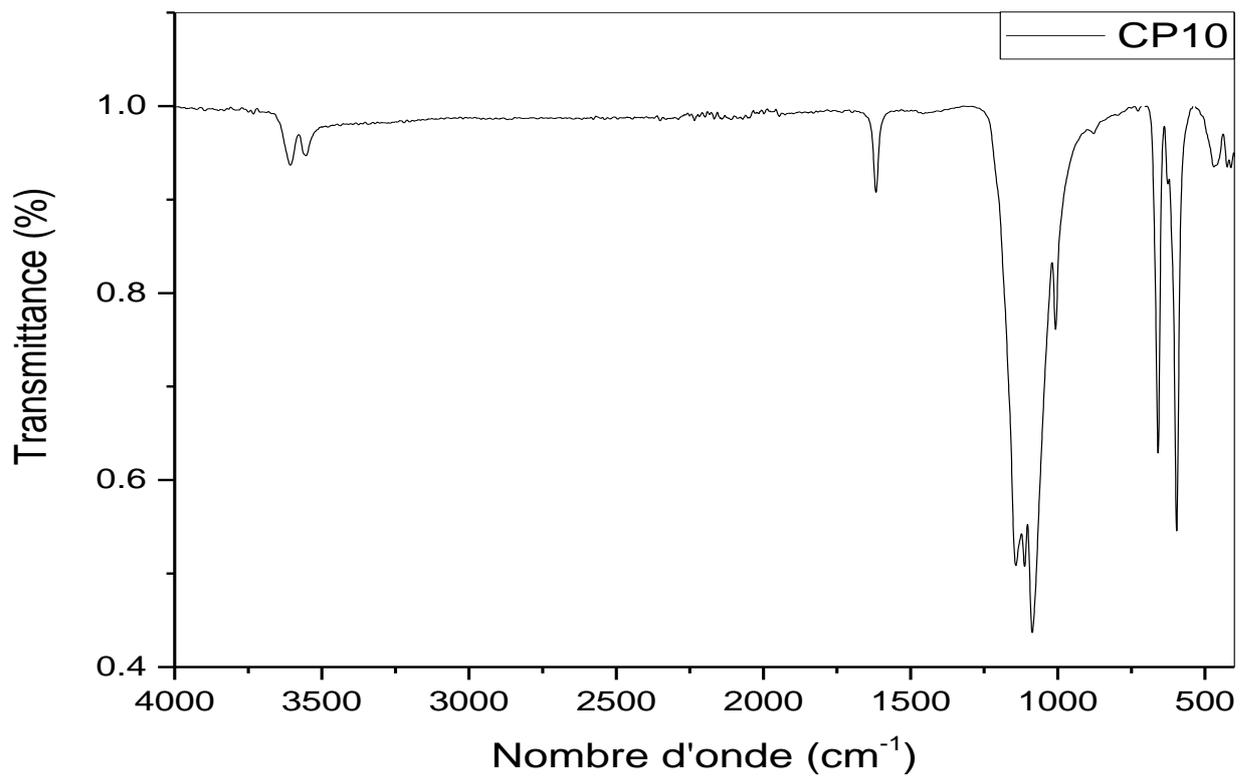


FIGURE IV.1 – Spectres FTIR de commerciale plâtre.

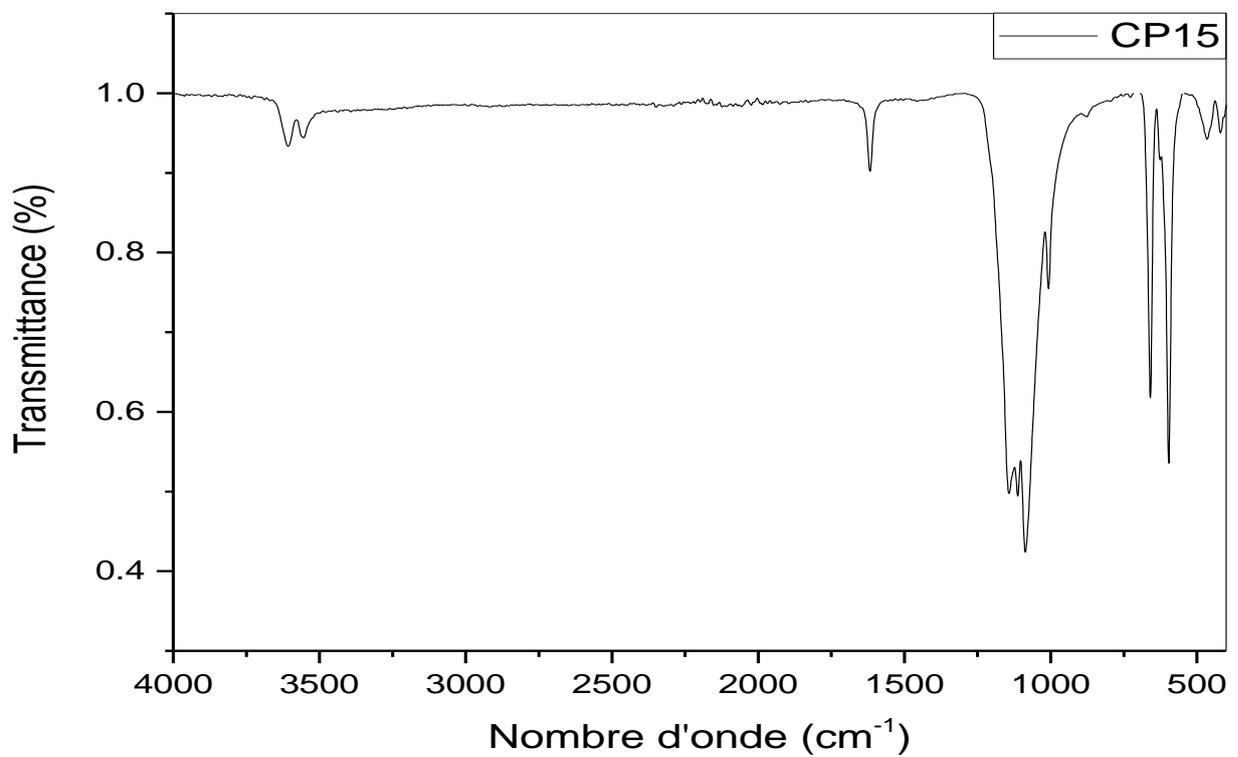
La figure (IV.2) et (IV.3) montre que les résultats d'analyse FTIR pour les échantillons de plâtre après l'ajout de paille de blé, pour chacun des résultats de l'analyse du plâtre naturel avant et après l'ajout de fibres de paille de blé, il n'y a pas de différence ou de changement dans les pics du plâtre, ce qui signifie qu'il y a pas de réaction chimique entre le plâtre Paille de blé et cela indique que les propriétés du plâtre ne changent pas après l'ajout de paille de blé, et donc les deux composants peuvent être combinés entre eux dans le liant sans aucun risque de décomposition chimique.



(a) Spectres FTIR de CP5.



(b) Spectres FTIR de CP10



(c) Spectres FTIR de CP15

FIGURE IV.2 – Spectres FTIR des échantillons préparés.

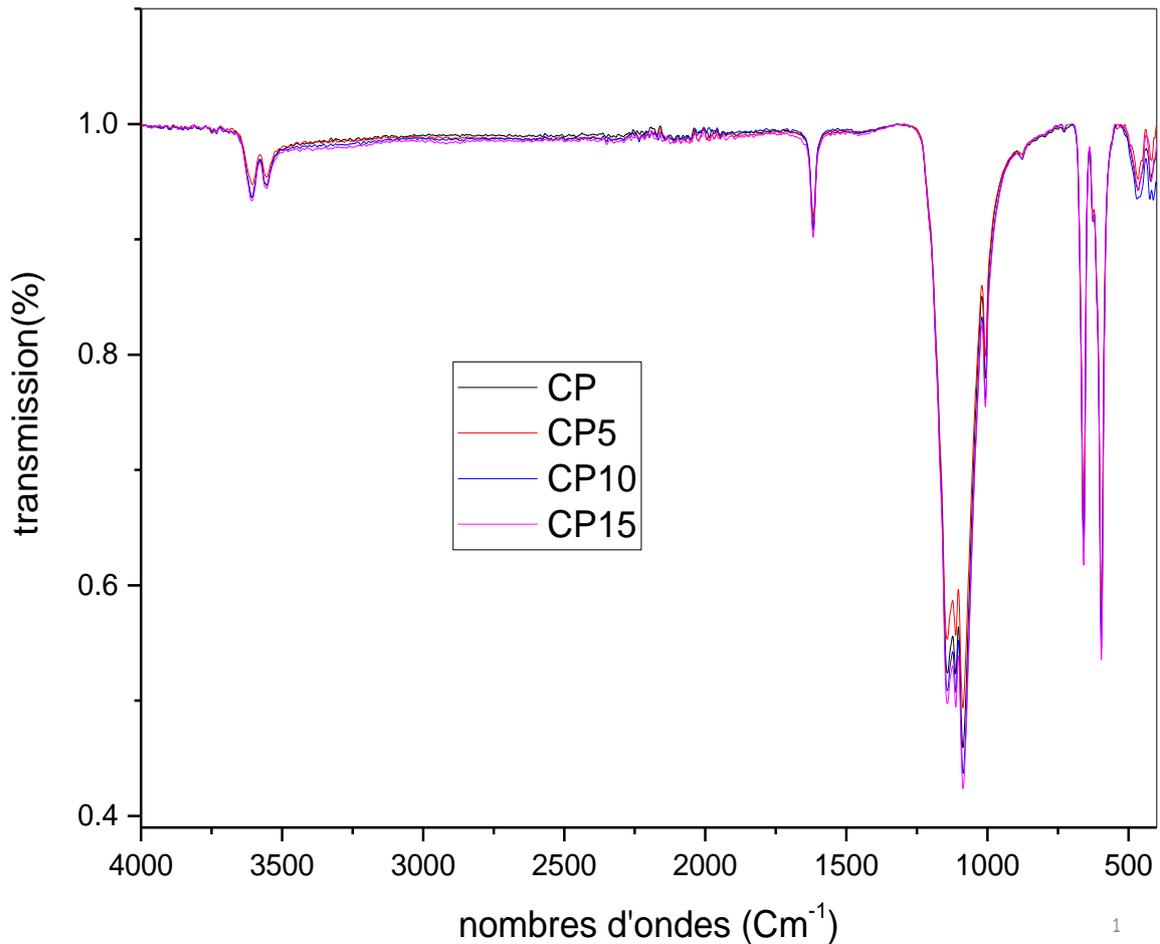


FIGURE IV.3 – Spectres FTIR des échantillons préparés.

## IV.2.2 Caractérisation par diffraction des rayons X

La figure (IV.4) montre les résultats de l'analyse DRX de l'échantillon de plâtre, où les pics suivants ont été obtenus :  $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$  représente l'hémidrite de sulfate de calcium, également appelée basanite, ainsi que le dihydraté  $SO_4 \cdot 2H_2O$  et l'anhydrite  $CaSO_4$ , tous dont des phases métalliques comme mentionné dans la littérature [86, 87]. Les pics DRX du plâtre identifié sont définis dans le Tableau (IV.1). Et à travers le figure (IV.5), qui montre également le DRX analysé des échantillons dans lesquels différents pourcentages de paille de blé ont été ajoutés, comme dans tous les résultats présentés dans la figure précédente, les minéraux de gypse cristallins sont le produit principal dans tous les composés.

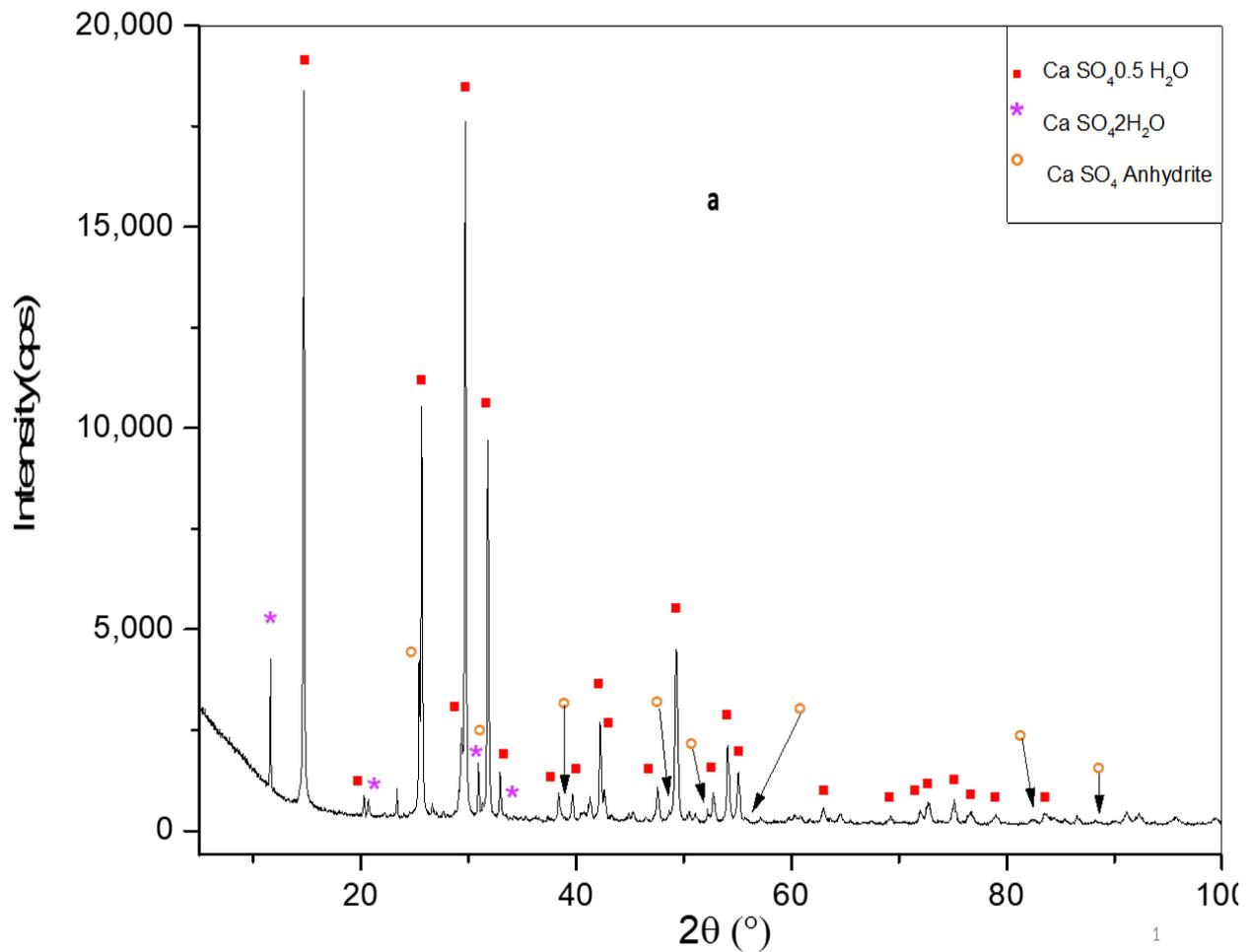


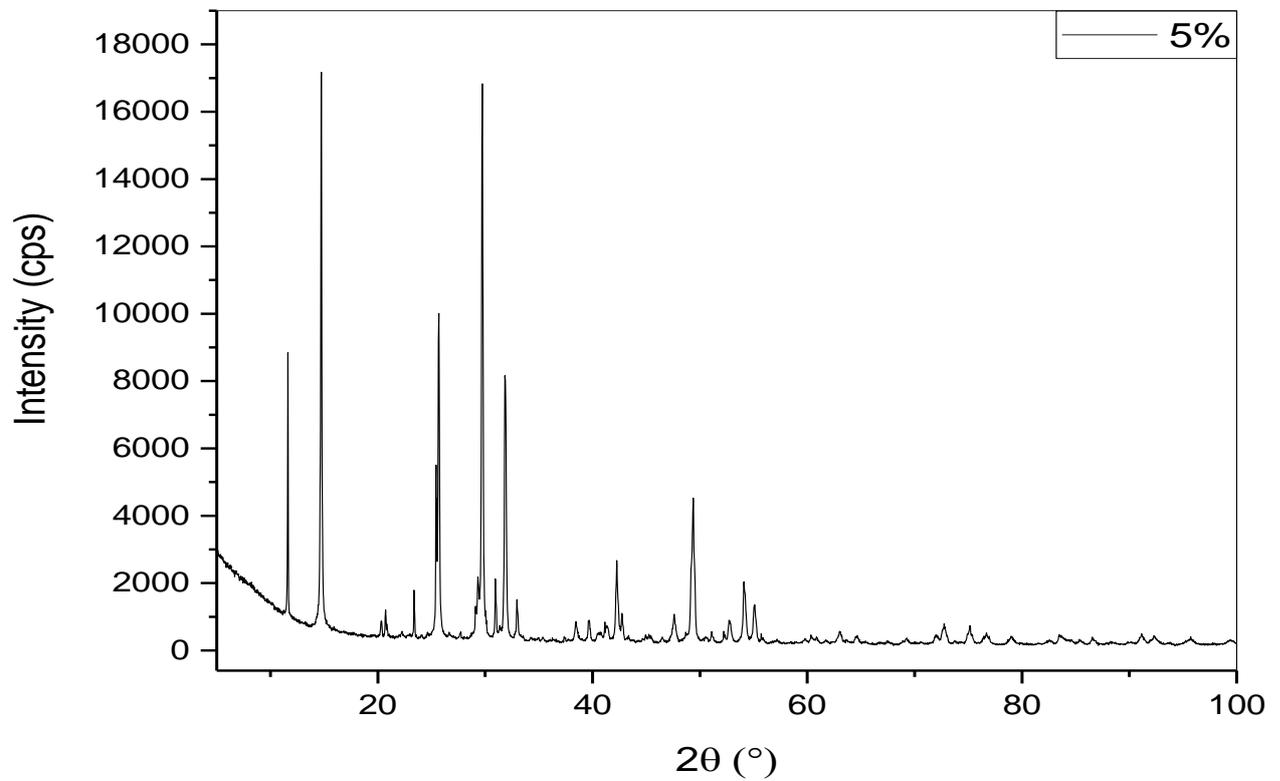
FIGURE IV.4 – DRX de la plâtre.

TABLE IV.1 – Identification des pics DRX du plâtre.

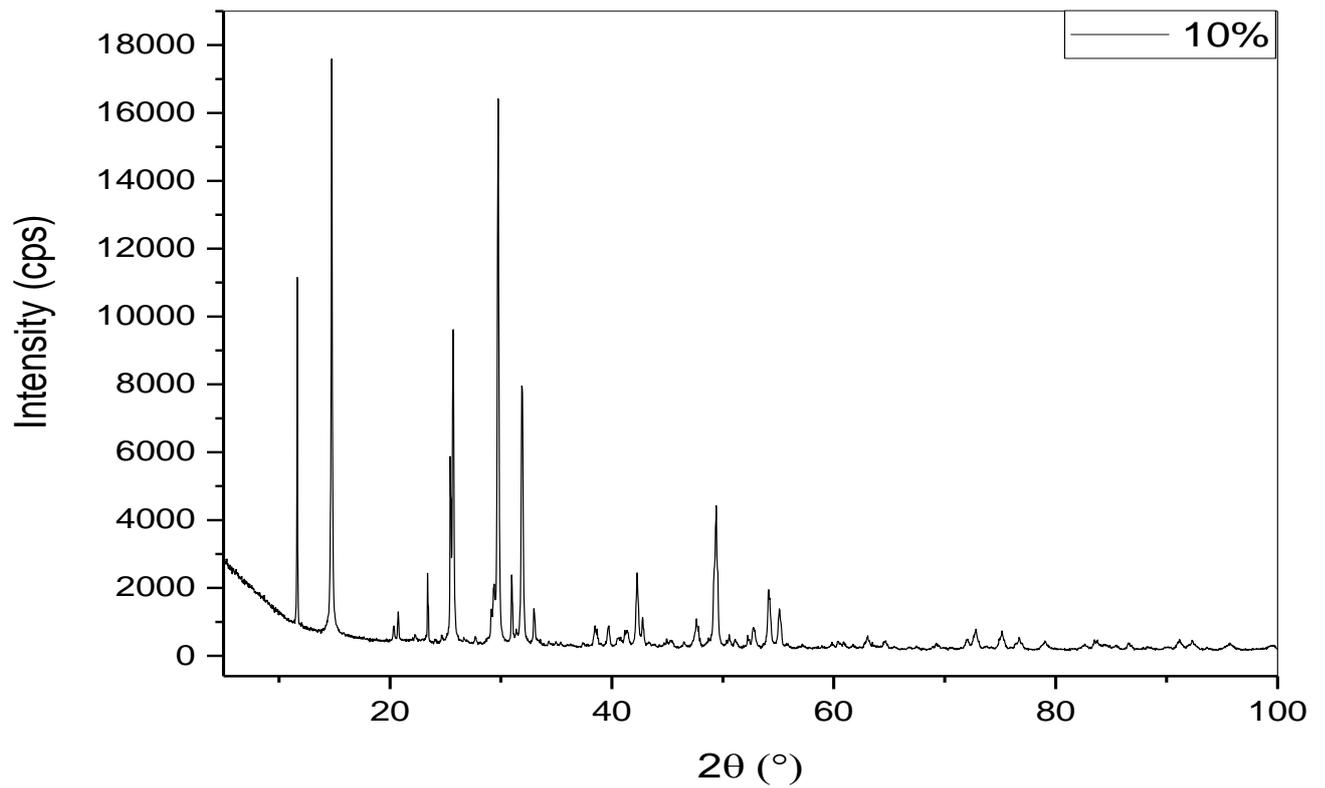
N°	2θ exp	Composé	N°	2θ exp	composé
1	11.62	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	10	33.00	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
2	14.76	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$	11	38.36	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
3	20.24	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$	12	39.66	$CaSO_4$ Anhydrite
4	20.78	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	13	41.28	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
5	25.44	$CaSO_4$ Anhydrite	14	42.26	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
6	25.66	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$	15	47.6	$CaSO_4$ Anhydrite
7	29.64	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$	16	49.33	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
8	30.94	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	17	54.06	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$
9	31.81	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$	18	55.14	$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} 2H_2O$

Pour les matériaux biosourcés CP5 Figure (IV.5a), CP10 Figure (IV.5b), CP15 Figure (IV.5c) et le figure (IV.6), les analyses DRX montrent que le plâtre garde ses trois phases minérales après l'ajout la paille de blé ce qui explique que l'ajout de celle-ci n'influe pas sur

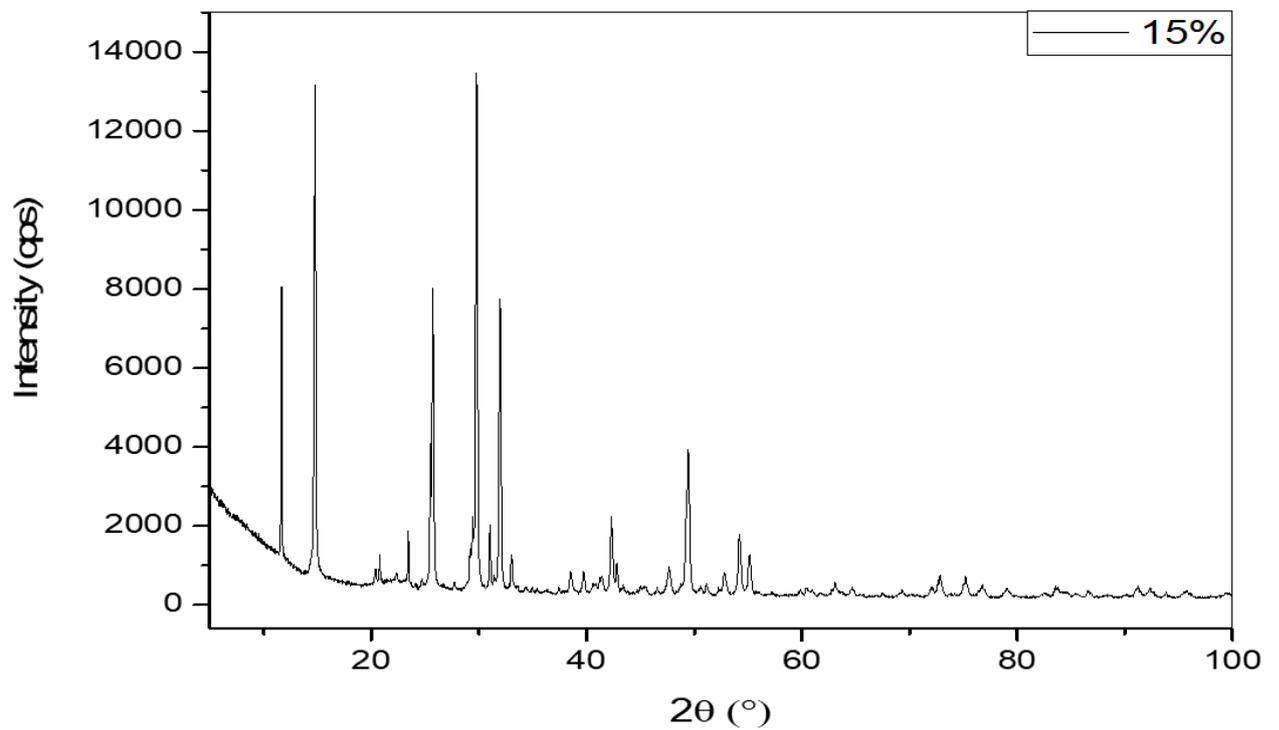
la forme cristalline du plâtre. Il est clair qu'il n'y a pas de changement dans la composition minérale des matériaux et aussi l'absence de nouveaux éléments chimiques, ce qui signifie que l'ajout de paille de blé n'affecte pas la forme cristalline de la matrice [87].



(a) Diffractogrammes RX de CP5



(b) Diffractogrammes RX de CP10



(c) Diffractogrammes RX de CP15

FIGURE IV.5 – Diffractogrammes RX des différents échantillons : (b) CP5, (c) CP10, (d) CP15

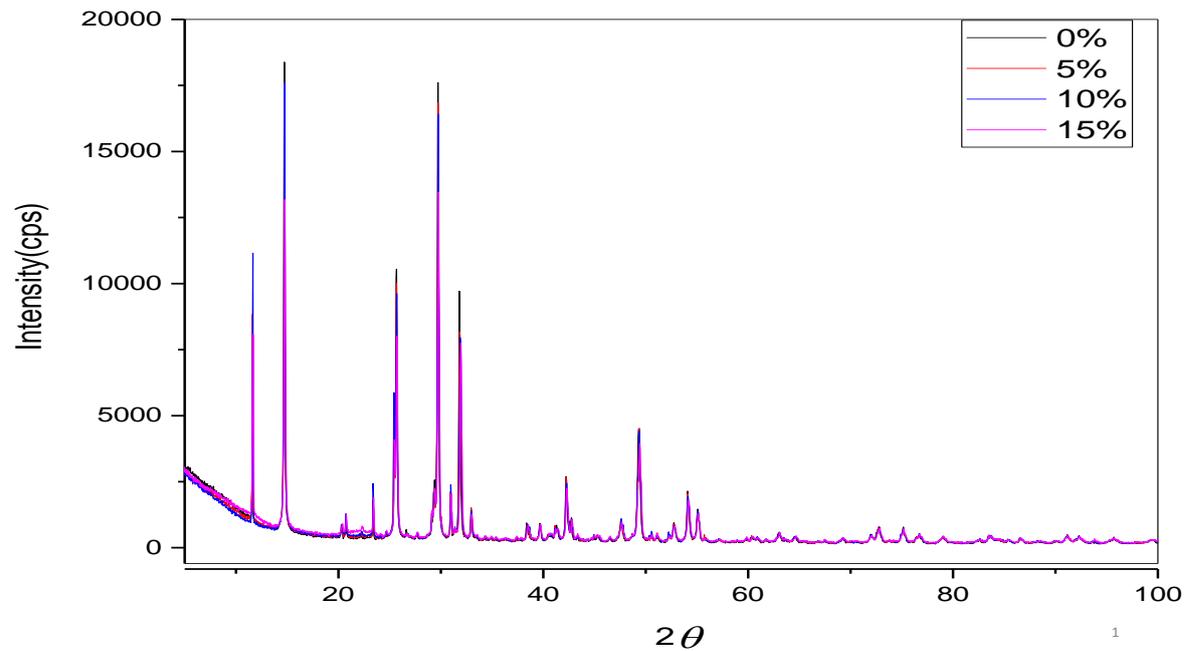


FIGURE IV.6 – la superposition de Diffractogrammes RX des différents échantillons :0, 5, 10, 15%

### IV.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons (CP, CP5, CP10 et CP15) a permis l'observation des pores des échantillons et l'impact de l'inclusion de la paille de blé sur la porosité de la matrice (plâtre). Les Figures (IV.7), (IV.8), (IV.9) et (IV.10) montrent respectivement les images prises par le microscope électronique à balayage (MEB) des échantillons CP, CP5, CP10 et CP15.

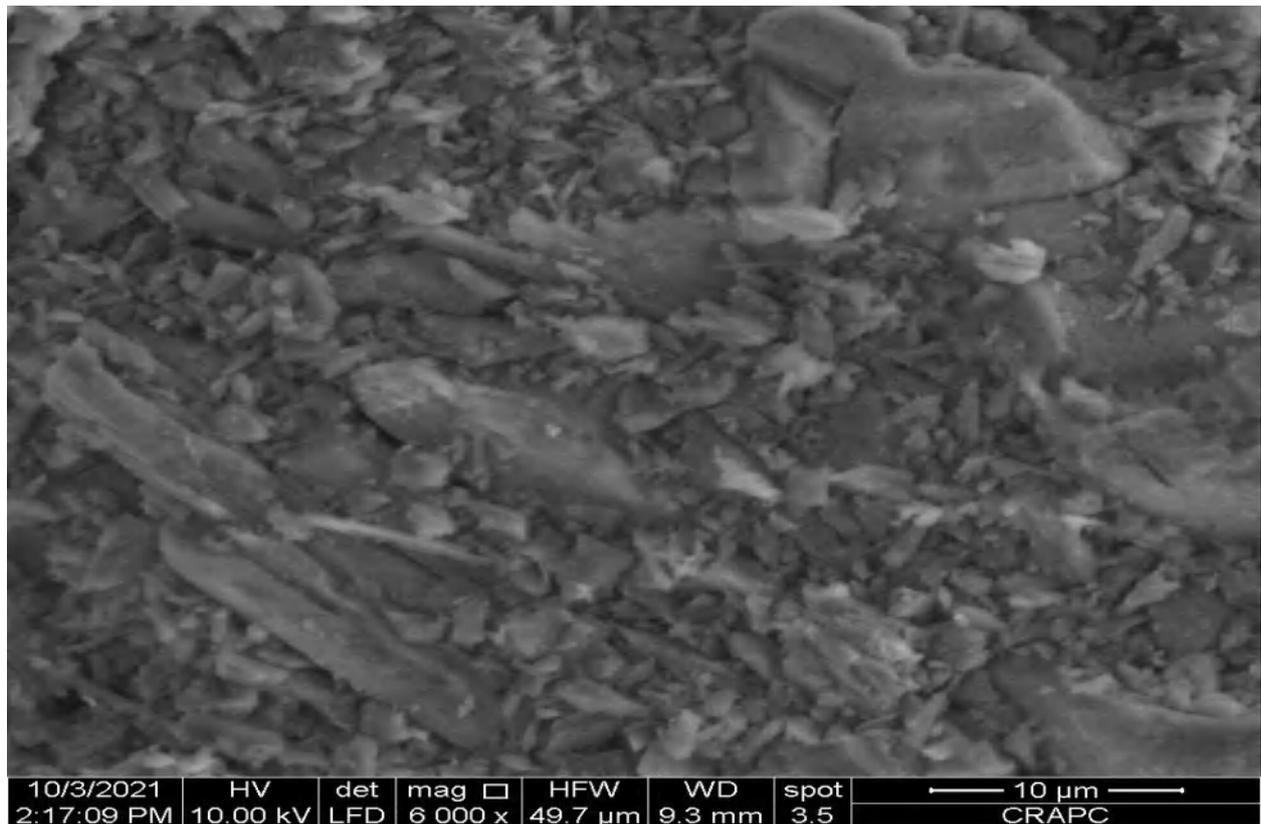


FIGURE IV.7 – Image MEB de l'échantillon CP.

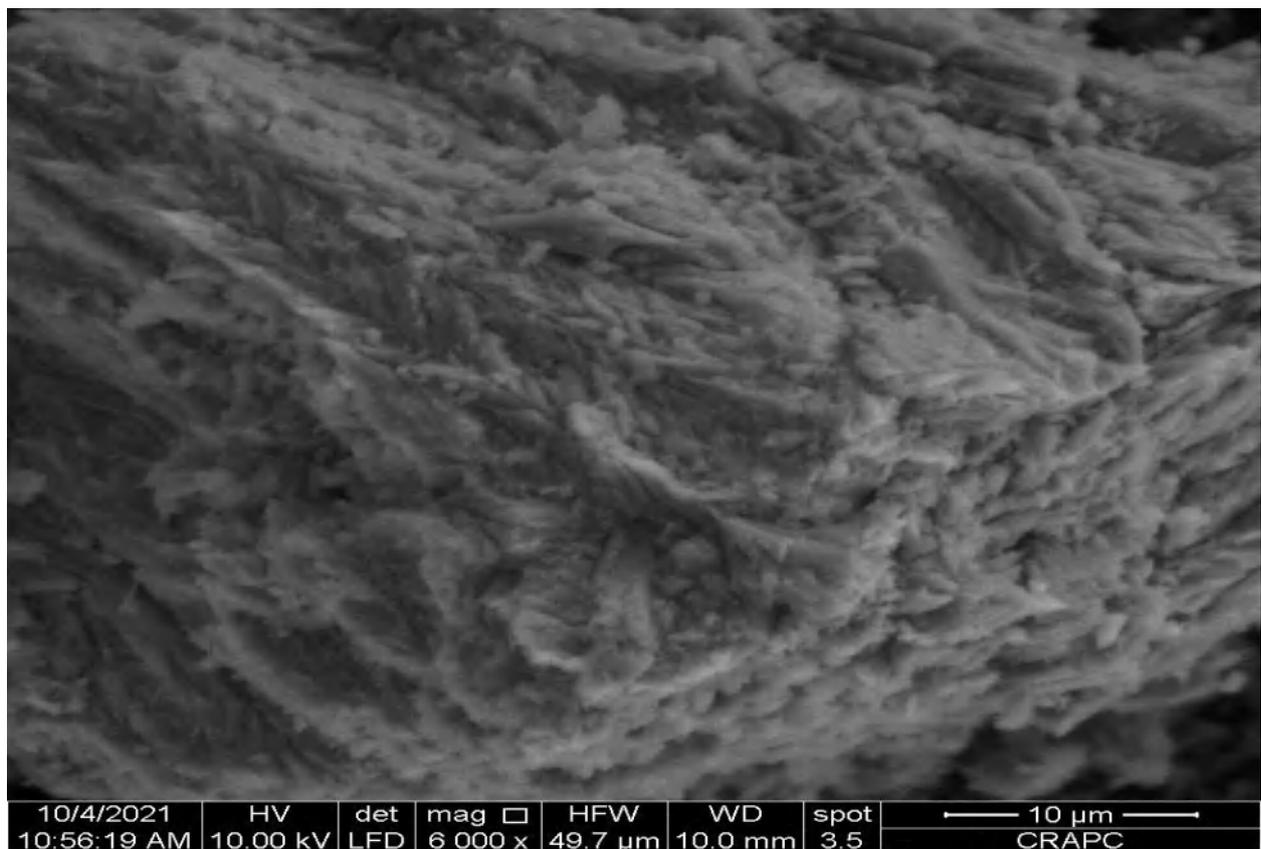


FIGURE IV.8 – Image MEB de l'échantillon CP5.

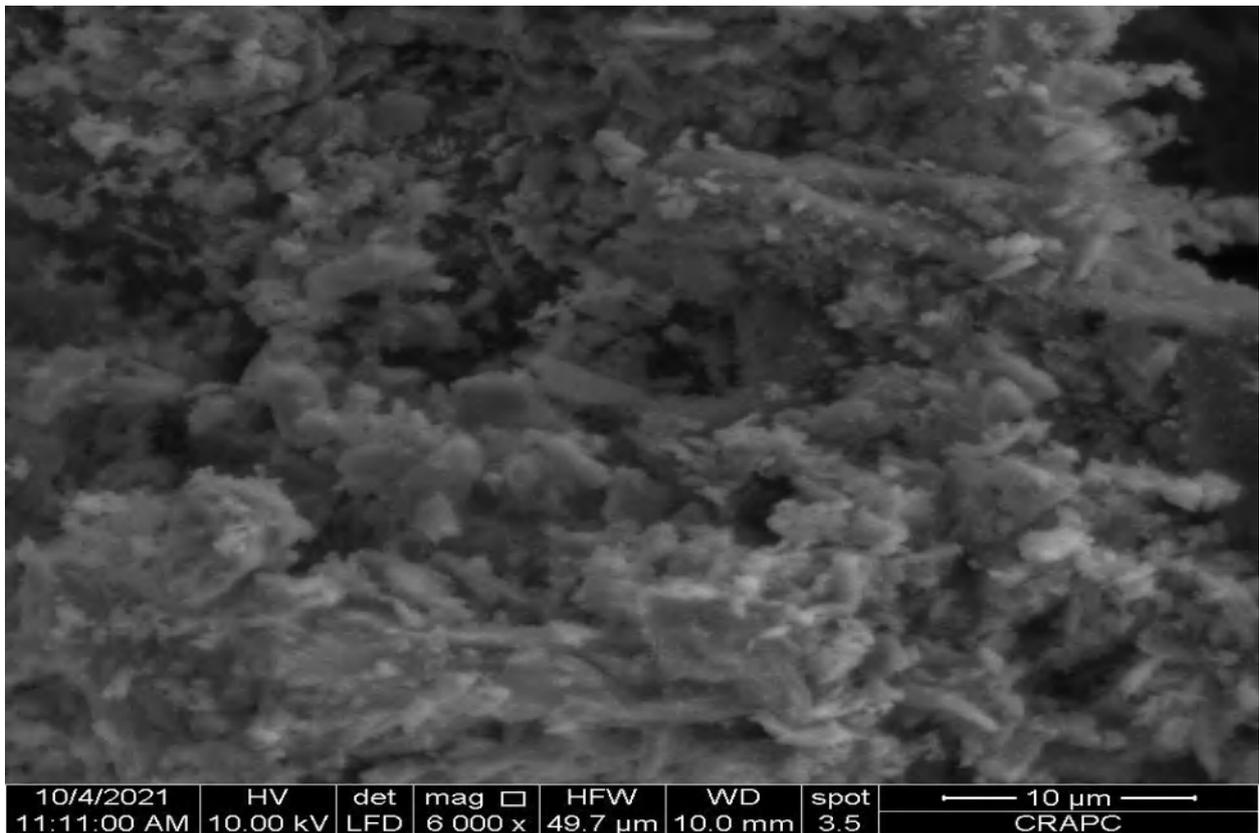


FIGURE IV.9 – Image MEB de l'échantillon CP10.

L'ajout de paille de blé a entraîné un plus grand nombre de pores qui s'étaient formés lors de la préparation des échantillons. Les fibres de paille de blé absorbent une quantité importante d'eau lors de la préparation, ce qui entraîne une perte de la quantité d'eau absorbée après séchage des échantillons. De plus, l'augmentation de la taille des pores entraîne une augmentation de l'isolation thermique, et ce résultat correspond à [64].

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

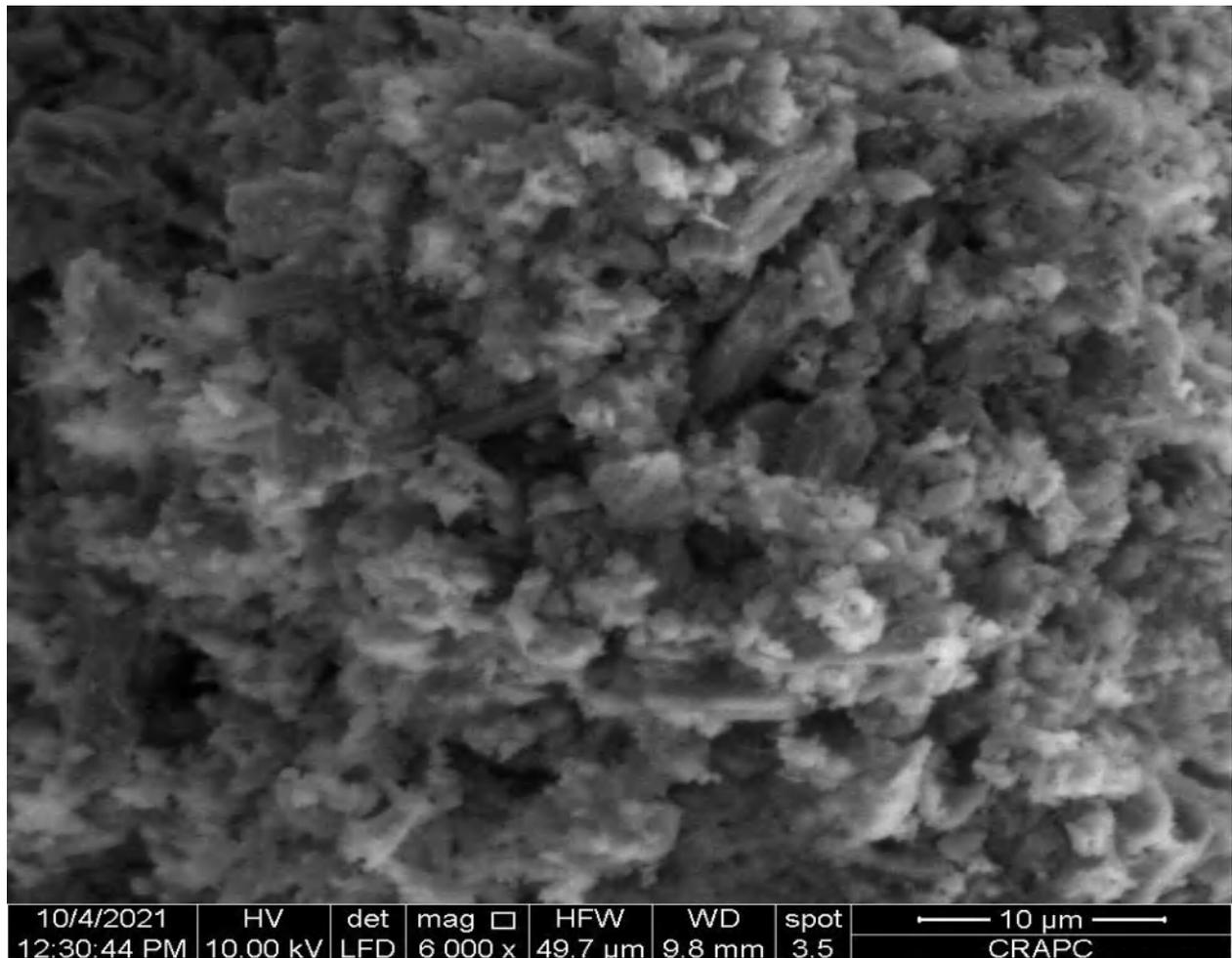


FIGURE IV.10 – Image MEB de l'échantillon CP15.

## IV.3 Propriété thermique

### IV.3.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

D'après la figure (IV.11) qui montre la courbe DSC, il y a trois pics pour tous les échantillons composites, où la température des pics change. Lorsque la proportion de paille de blé est augmentée et ajoutée au plâtre, la température augmente dans le premier pic, qui est un pic endothermique, où la température est comprise entre 70 et 75 °C. Ce pic correspond à l'évaporation de l'eau lors du chauffage des échantillons [88, 89]. Le deuxième pic, qui a le plus de flux de chaleur, est également un pic endothermique, où la température est comprise entre 150 et 170 °C, ce qui correspond à une conversion directe du sulfate de sodium déshydraté en sulfate de calcium anhydrite III [89, 90]. De plus, un pic exothermique entre 350 et 370 °C a été détecté, ce qui correspond à la transition du sulfate de calcium anhydrite III soluble vers le sulfate de calcium anhydrite II insoluble, en plus de la décomposition thermique de la paille de blé [88, 91]. La différence de flux de chaleur est due à une augmentation de la quantité de paille de blé dans le plâtre, ce qui nécessite un flux de chaleur élevé pour que la paille de blé se décompose thermiquement. Toutes les courbes de la figure (IV.11) sont presque identiques. La légère différence des courbes par rapport à la

courbe du plâtre est due à la décomposition thermique de la paille de blé ajoutée au plâtre, indiquant qu'aucun nouveau produit ou produit chimique n'a été détecté.

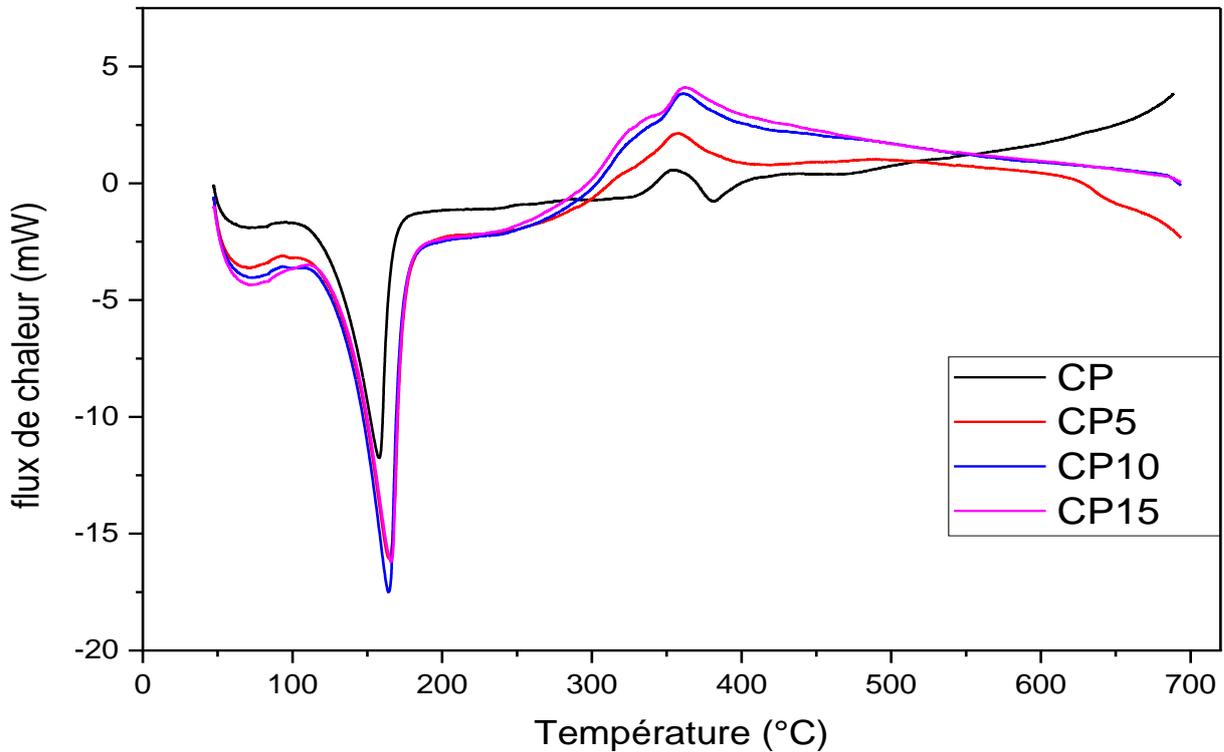


FIGURE IV.11 – Courbes DSC des différents échantillons.

### IV.3.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

La figure (IV.12) montre les résultats obtenus pour du plâtre pur et après ajout de paille de blé dans différentes proportions. La perte de poids des échantillons analysés suit un schéma similaire, qui est illustré dans la courbe Figure (IV.12). La différence réside dans la proportion de perte de poids, qui varie en fonction de la quantité de paille de blé utilisée dans le plâtre, de sorte que plus le pourcentage de paille de blé ajouté dans les échantillons La perte de poids a été plus importante par rapport à l'échantillon de plâtre. La perte de poids est divisée en quatre sections sur chaque courbe, qui peuvent être facilement reconnues, comme le montre la figure (IV.13). Dans la première région, la perte de poids dans laquelle la température est inférieure à 120 °C est due à l'eau adsorbée par rapport à le plâtre et à la soustraction de la teneur en humidité pour la paille de blé [92]. Alors que dans la deuxième région, la perte de poids revient à la liaison chimique de l'eau des sels aqueux de plâtre et à la détérioration des matières volatiles de la paille de blé, et elle se situe généralement dans la plage de température de 120 à 360 °C [93, 94]. La troisième région a une plage de température de 360 à 650 °C, la perte de poids dans cette région est liée à l'interaction chimique de l'eau avec les composés hydrauliques dans le plâtre et la dégradation du carbone dans la paille de blé. Dans la dernière gamme thermique, qui est à une température de plus de 650 °C, la perte

de poids est due à la perte de dioxyde de carbone, qui est produit lors de la dégradation des carbonates pour le plâtre, et aussi à la production de cendres pour le blé paille [95]. D'après les résultats qui montrent la différence de perte de masse entre l'échantillon de plâtre pur et les échantillons ajoutés à la paille de blé, il est clair que les caractéristiques thermiques des composés sont affectées par l'ajout de paille de blé.

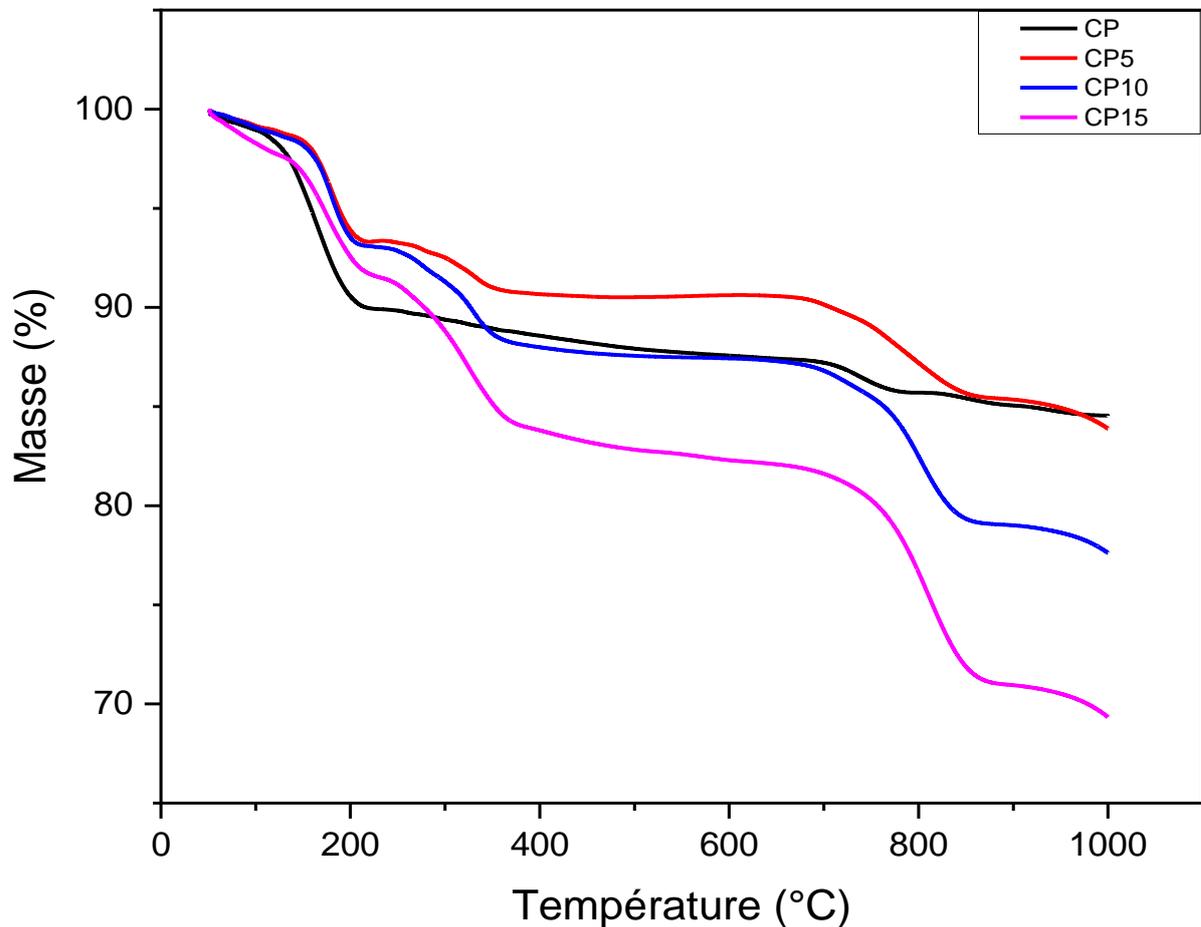


FIGURE IV.12 – Courbes ATG des différents échantillons.

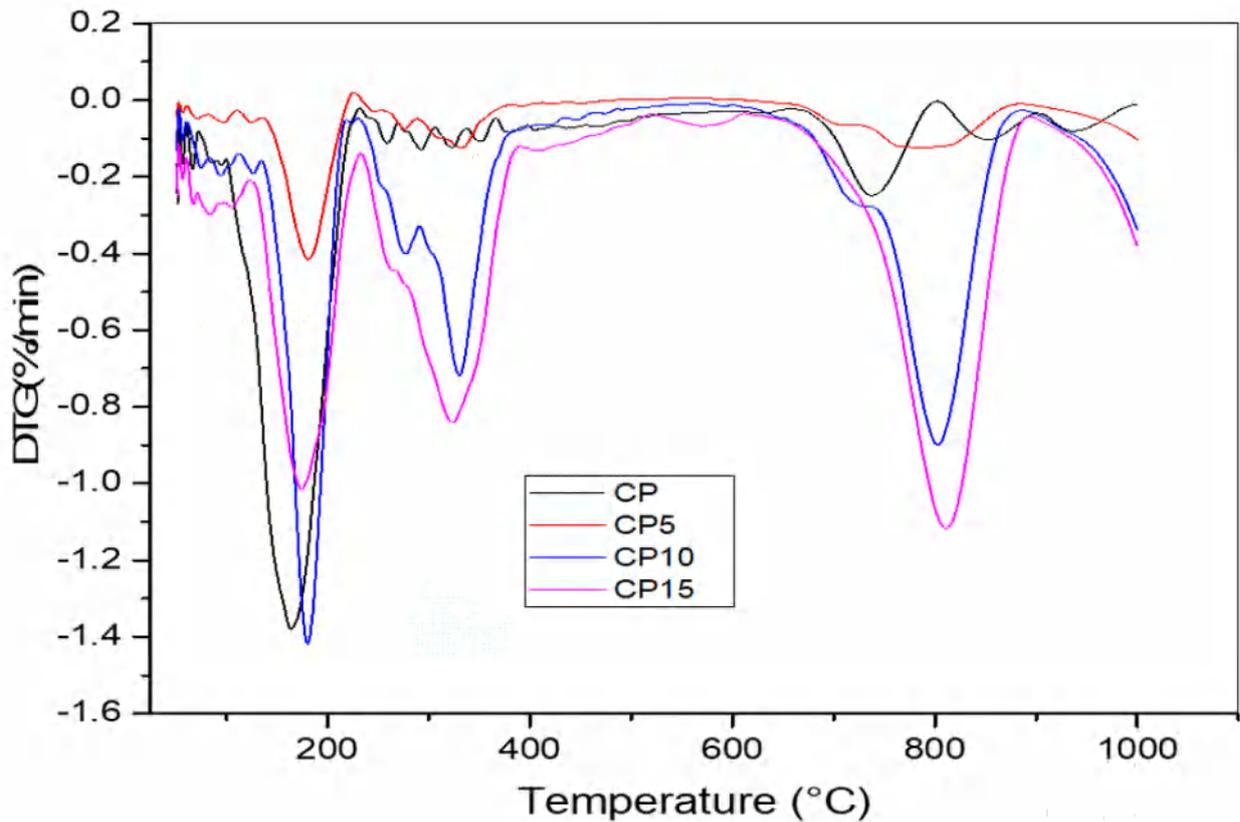


FIGURE IV.13 – DTG de tous les échantillons.

## IV.4 Thermophysical Propriétés

### IV.4.1 La densité apparente

D'après les résultats de la figure (IV.14), on peut voir que la densité apparente a une relation inverse avec les pourcentages de paille de blé ajoutés aux échantillons, où la densité apparente a diminué de  $1103,13 \text{ kg.m}^{-3}$  pour le plâtre pur à  $1043,75 \text{ kg.m}^{-3}$  pour l'échantillon contenant 15% de paille de blé. La légèreté de l'échantillon contenant 15 % de paille de blé était de 5,38 % par rapport au plâtre. Cela est dû aux pores créés par l'ajout de paille de blé ainsi qu'à la faible densité de la paille de blé [96]. De plus, étant donné un rapport pondéral spécifique, les volumes remplis par la paille de blé étaient nettement supérieurs à ceux occupés par le plâtre. En général, ces résultats montrent que l'augmentation de la quantité d'ajouts de paille de blé dans le mélange réduit la densité de la matrice de l'échantillon [97].

### IV.4.2 Conductivité thermique

La conductivité thermique  $k$  ( $\text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ) est un paramètre physique essentiel qui caractérise la capacité d'un matériau à transporter la chaleur, et aussi est l'une des caractéristiques les plus importantes des matériaux utilisés dans les murs des bâtiments. Plus le coefficient "k" est faible, moins la chaleur est conductrice à travers le matériau et plus sa capacité isolante est élevée. Nous définirons et comparerons dans ce paragraphe la conductivité thermique des matériaux biosourcés explorés dans ce travail. La variation de la conducti-



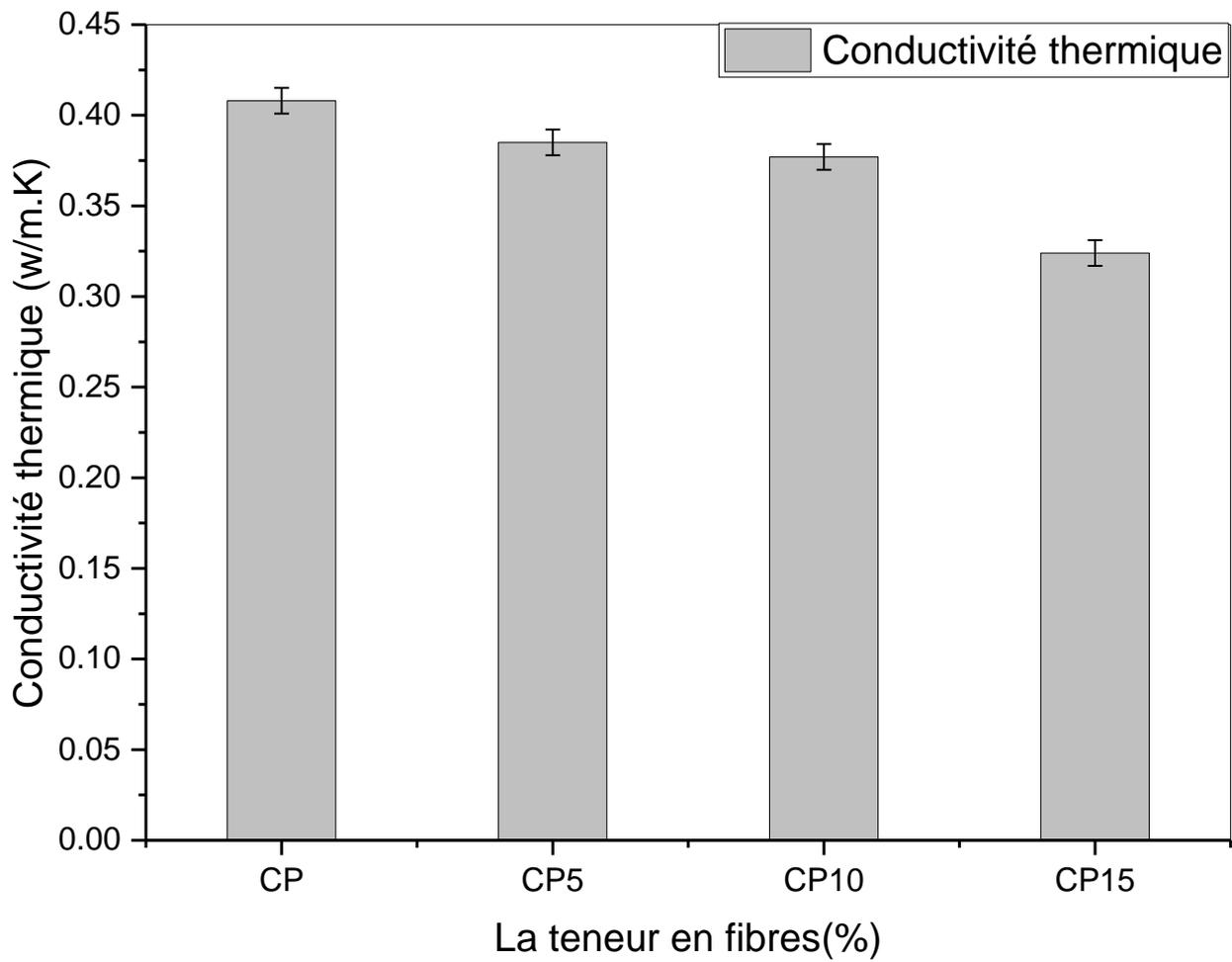


FIGURE IV.15 – Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres.

D'après ces résultats et les résultats trouvés précédemment par la microscopie électronique à balayage (MEB), l'augmentation de la porosité dans un composite induit une diminution de sa conductivité thermique. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par Rahmouni [100]. On peut conclure que l'ajout de fibres naturelles améliore les caractéristiques d'isolation des composites.

### IV.4.3 Décalage horaire

Les graphiques indiquent les changements de temporisation en termes d'énergie thermique et de diffusion thermique. Où l'épaisseur de l'échantillon a été adoptée à 5 cm. A travers les figures (IV.17) et (IV.18), comme des résultats comparables ont été révélés, il existe une relation inverse entre le décalage temporel et celui de l'énergie thermique et de la diffusion thermique, ce qui signifie que plus les valeurs de l'énergie thermique et de la diffusion thermique sont élevées, plus la valeur du décalage dans le temps [64, 63].

On a découvert dans le tableau (IV.2) que l'augmentation de la proportion de paille de blé dans les échantillons de plâtre entraînait une augmentation de la résistance thermique ainsi qu'une augmentation du décalage temporel des échantillons de plâtre; où, avec l'incorporation de 15% de paille de blé, il a conduit à une amélioration de 9,14% par rapport

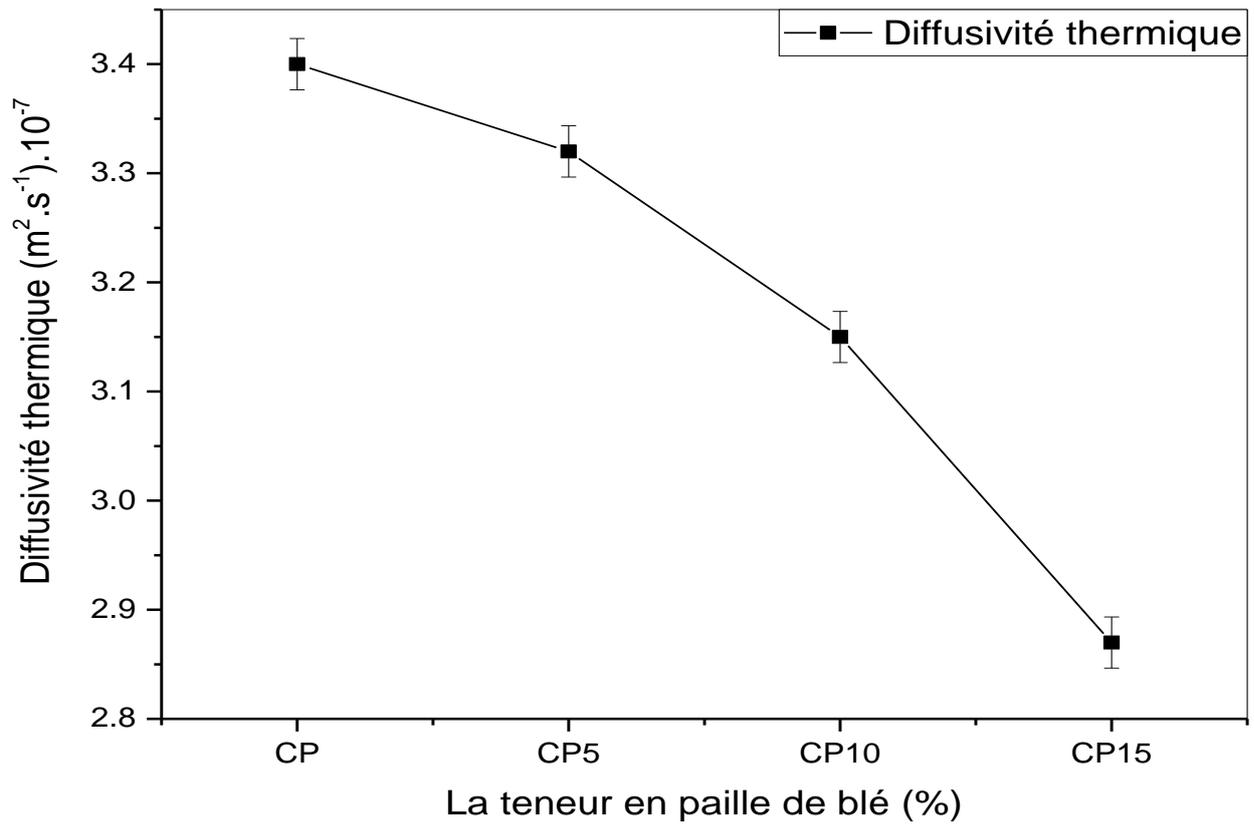


FIGURE IV.16 – Diffusion thermique en termes de teneur en fibres.

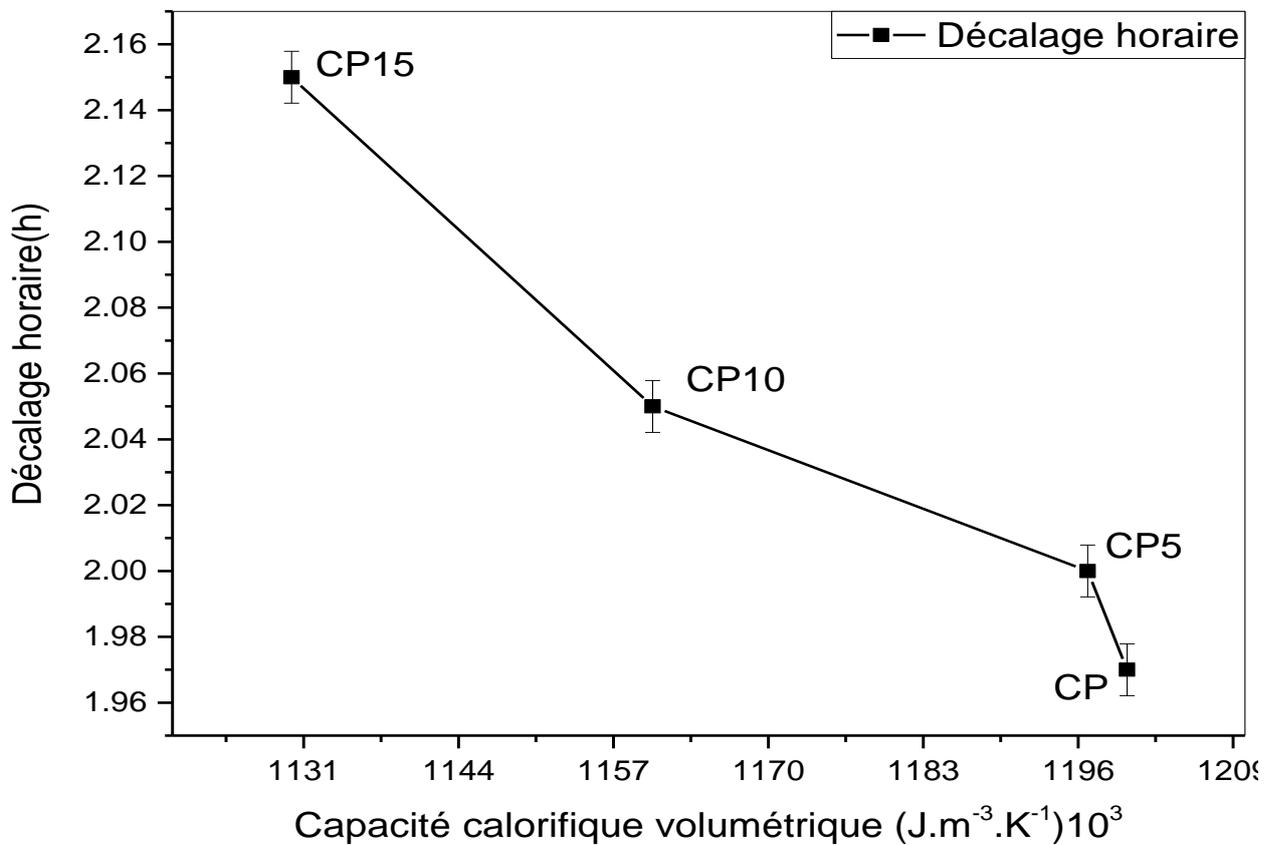


FIGURE IV.17 – Décalage en fonction de l'énergie thermique.

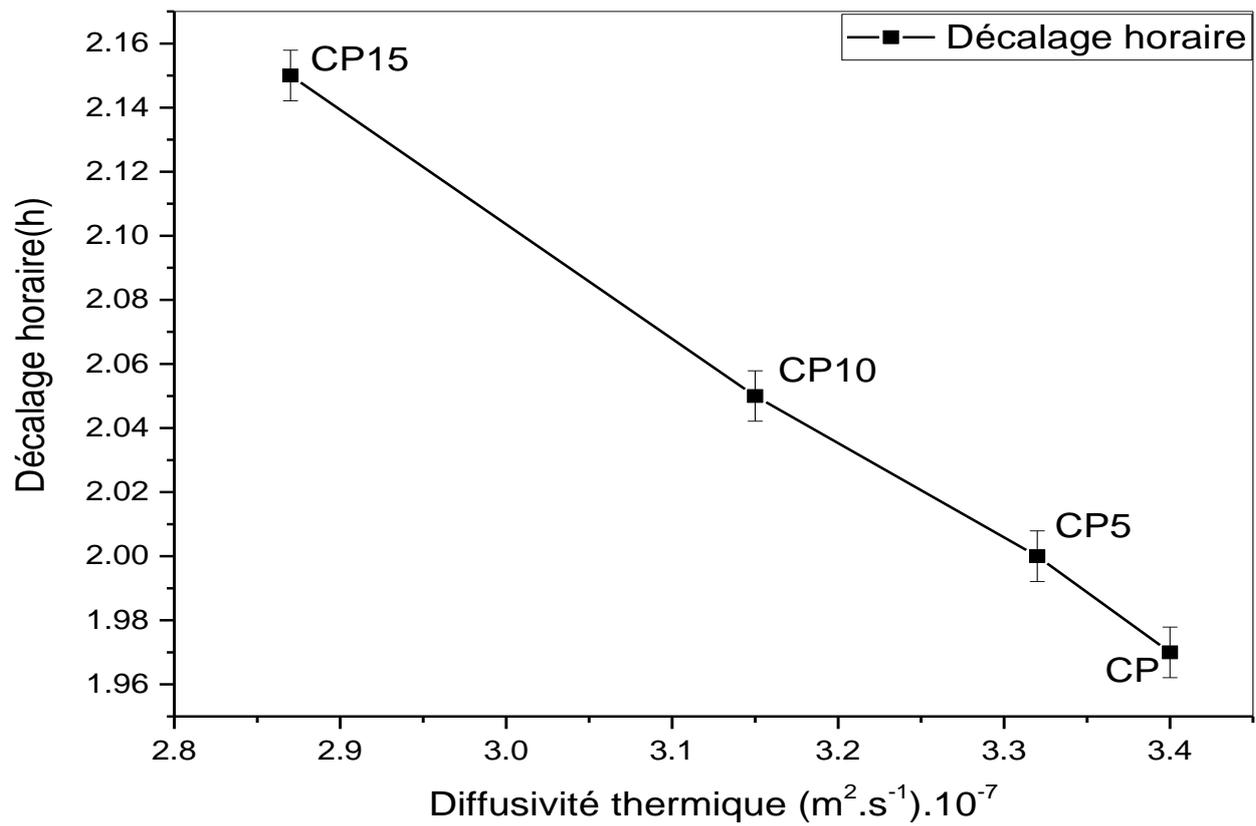


FIGURE IV.18 – Décalage temporel en fonction de la diffusivité thermique.

au plâtre. Comme pour la figure (IV.19), le décalage temporel augmente généralement avec l'augmentation de la résistance thermique. Autrement dit, il existe une relation directe entre le décalage temporel et la résistance thermique, et ces résultats montrent un comportement similaire à celui présenté dans[101, 102].

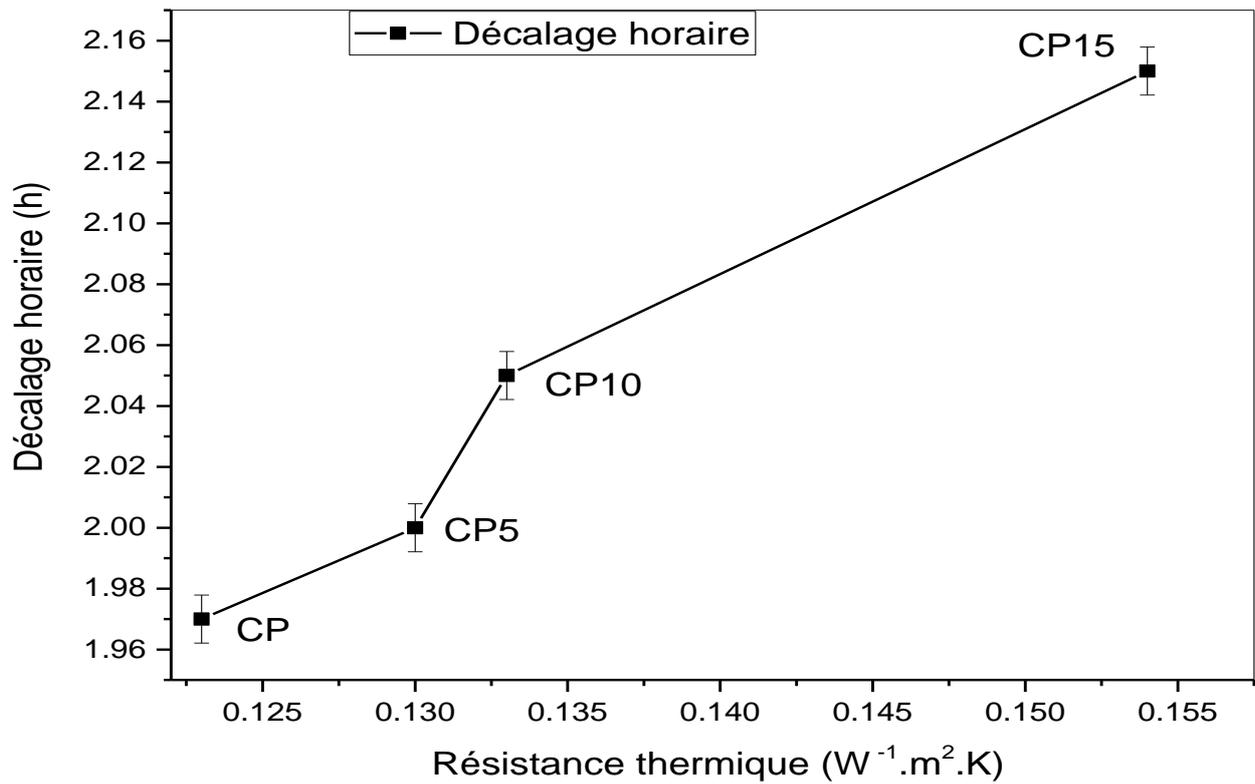


FIGURE IV.19 – Variation du décalage temporel en fonction de la résistance thermique des composites.

TABLE IV.2 – Propriétés thermiques des matériaux composites.

Samples	$\lambda$ $Wm^{-1}.K^{-1}$	$R_{th}$ $(W^{-1}.m^2.K)$	$\rho.C_p$ $Jm^{-3}.K^{-1}.10^3$	a $m^2.s^{-1}.10^{-7}$	Time lag (h)
CP	0.408	0.123	1200.1	3.4	1.97
CP5	0.385	0.13	1160.3	3.32	2
CP10	0.377	0.133	1196.8	3.15	2.05
CP15	0.324	0.154	1130.0	2.87	2.15

En revanche, l'épaisseur a un impact sur le décalage temporel. C'est à travers la figure (IV.20) que l'on voit l'impact de l'épaisseur sur le temps de latence des composés préparés, et comme on le voit, ce n'est pas surprenant car plus l'épaisseur de paroi s'épaissit, plus sa capacité de stockage de chaleur augmente, et cela peut s'expliquer par le fait que le mur, qui a une faible épaisseur, la vague de chaleur se propage de l'extérieur vers l'intérieur du mur sans aucun retard. De plus, si le mur est constitué de matériaux isolants à faible capacité calorifique et conductivité thermique, la valeur du décalage temporel augmente, ce qui est confirmé par [103], qui a étudié de tels cas, de sorte que les valeurs de décalage temporel sont faibles lorsque l'épaisseur est inférieure à 10 cm. Après cette épaisseur, les valeurs des retards commencent à augmenter. Selon les résultats, la résistance thermique n'est pas le seul facteur influençant le décalage temporel; il est également affecté par une interaction complexe entre la densité du matériau, la capacité thermique spécifique, l'épaisseur et la

conductivité thermique, ainsi que l'efficacité des matériaux d'isolation à retenir la chaleur. Cette découverte est cohérente avec les découvertes de [63, 102, 104], qui ont découvert que le décalage temporel d'un mur avec des configurations variées est impacté par les paramètres thermo-physiques du matériau, de l'épaisseur et de l'orientation du mur.

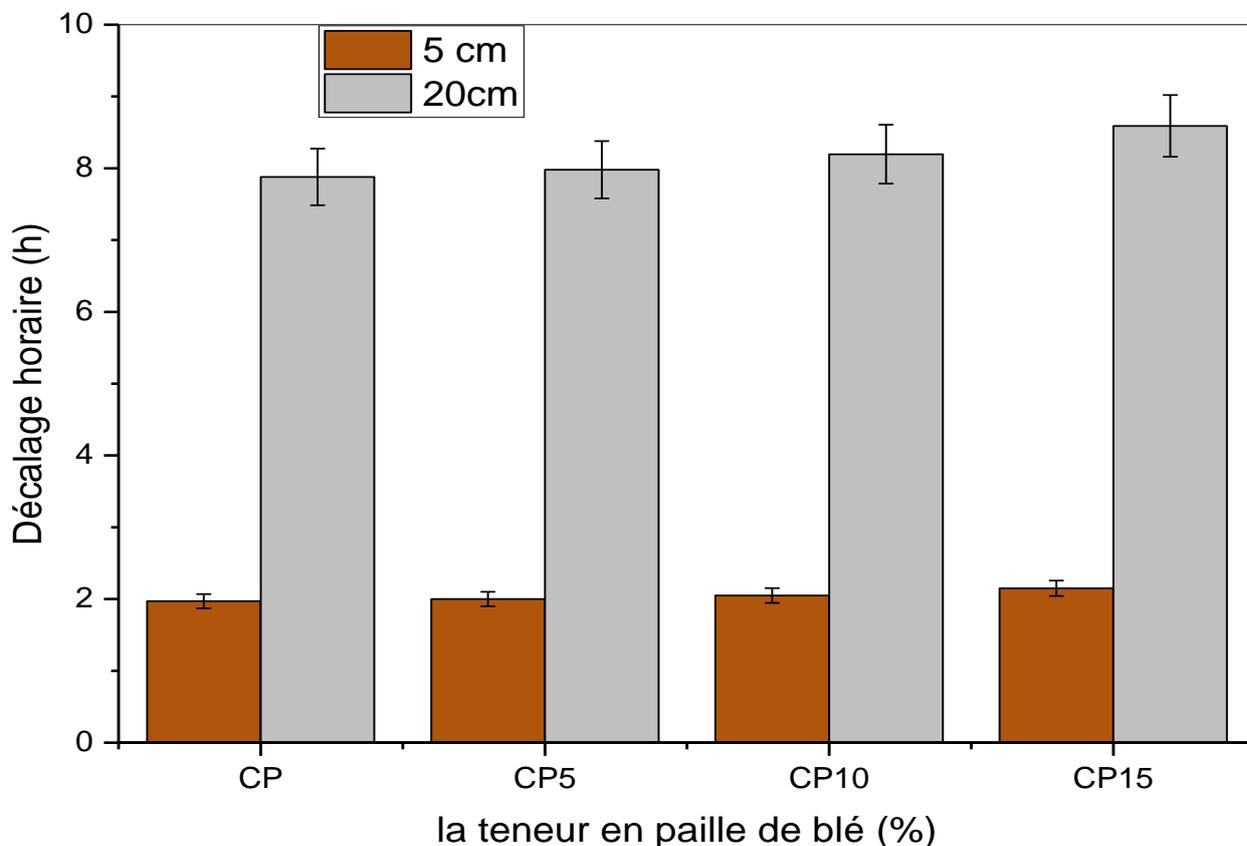


FIGURE IV.20 – variation du temps de latence en fonction de l'épaisseur.

#### IV.4.4 Économie d'énergie

A travers le tableau (IV.3) qui fournit des résultats pour certains composés dans lesquels des fibres naturelles sont incorporées et qui sont utilisés dans l'isolation thermique. D'après le tableau, on peut noter que dans cette étude, le plâtre contenant 15% de paille de blé présente de bonnes performances thermiques, c'est-à-dire une faible conductivité thermique et de meilleures performances en termes d'économies d'énergie par rapport au plâtre contenant 25% de paille de blé (base sèche) qui a été étudié par [96]. Et par une autre comparaison avec les résultats de [96], le composite de plâtre et de copeaux de bois a une faible conductivité thermique et des économies d'énergie (base sèche) de 19,5 % par rapport au plâtre pur. D'autre part, le composé de plâtre et 15% de paille de blé a montré une conductivité thermique supérieure à celle du plâtre et des copeaux de bois, et cela est dû à la proportion de fibres naturelles incorporées, alors qu'il a montré un pourcentage acceptable d'économies d'énergie avec 20,6% par rapport au plâtre, ce qui lui permet d'être proposé comme l'un des matériaux d'isolation thermique.

TABLE IV.3 – Le composite paille de blé/plâtre se compare à d’autres matériaux de construction en termes de conductivité thermique et d’économies d’énergie.

Matériaux	$\lambda$ ( $Wm^{-1}.K^{-1}$ )	Économie d’énergie %	Les références
net plâtre	0.408	0	Ce travail
Paille de blé/Plâtre (15%)	0.324	20.6	Ce travail
Copeaux de bois / plâtre (25%)	0.28	19.5	[96]
Fibre de blé/plâtre (25%)	0.33	4.3	[96]
Fibre d’orge/plâtre (25%)	0.29	18.8	[96]
Copeaux de bois/gypse (40%)	0.2	18.8	[97]

## IV.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté et discuté les propriétés physico-chimiques de différents composites à base de Ciment Portland et de fibres de palmier dattier. L’influence de la concentration des fibres sur ses propriétés a été discutée. Dans une première partie, les analyses des propriétés chimiques ont donné : L’analyse chimique par la méthode FTIR des matériaux biosourcés a montré qu’il n’y a aucun signe d’interaction inter-faciale entre la matrice et la fibre, ce qui explique que l’ajout des fibres n’a aucune influence sur la composition chimique du ciment.

- L’analyse de la microstructure des composites à base de plâtre et de fibres par diffraction des rayons X nous a montré que l’ajout des fibres n’influe pas sur la forme cristalline du plâtre.

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

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

- La calorimétrie différentielle à balayage et l’analyse thermogravimétrique nous ont révélés que la température de mise en œuvre du plâtre à base des fibres de paille de blé ne doit pas excéder 90°C.

- Les résultats de la conductivité thermique montrent une importante capacité d’isolation thermique du matériau préparé CP15, le matériau peut être utilisé dans le revêtement mural et considéré comme matériau isolant à faible coût.

- La densité diminue avec l’augmentation de la teneur en fibres dans les matériaux, révélant une relation inverse entre la densité et la teneur en fibres dans les matériaux.

# Conclusion Générale et perspectives

## Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse porte sur les performances thermiques des matériaux biosourcés d'origine végétale dans le but de les utiliser comme isolants thermiques dans le bâtiment. Nous avons étudié leur utilisation, en particulier dans les climats subtropicaux.

La recherche a été menée sur des fibres de paille de blé. Où Les fibres de paille de blé étaient employées en masse, c'est-à-dire sans liant chimique.

L'objectif est de fournir une application plus simple avec peu de transformation de produits bruts afin de rendre l'isolation accessible aux personnes aux revenus extrêmement faibles qui vivent dans un habitat de fortune ou habitat sommaire.

La ressource végétale utilisée dans nos travaux est considérée comme un déchet, et la récupération de cette matière renouvelable est gratuite en Algérie. Nous avons pu voir les caractéristiques physico-chimiques et morphologiques des fibres grâce aux procédures de caractérisation utilisées dans les expériences que nous avons faites.

Dans ce travail de recherche, la forte teneur en cellulose de la paille de blé lui confère une grande capacité d'absorption. Où L'analyse chimique de la méthode FTIR a révélé que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine constituent la fibre de la paille de blé. La nature amorphe de l'hémicellulose et de la lignine a été découverte par diffraction des rayons X. D'après les observations faites au microscope électronique à balayage (MEB), les fibres sont cylindriques et ont une forme irrégulière avec quelques fils, cellules et pores qui leur permettent de bien adhérer au plâtre. Les composites construits à partir de fibres de paille de blé ne peuvent pas être traités à des températures supérieures à 220°C.

La conductivité thermique est l'une des caractéristiques les plus importantes des matériaux utilisés dans les murs des bâtiments. il y a une diminution de la conductivité thermique à mesure que la teneur en paille de blé augmente. Elle diminue rapidement au fur et à mesure que la proportion de paille de blé augmente, jusqu'à atteindre 0,324 W/m.K pour 15 % de paille de blé, et le pourcentage de diminution est de 20,6 %. Les fibres naturelles, en général, provoquent une réduction de la densité et la formation de porosité dans les échantillons.

Le décalage horaire d'un mur aux configurations variées est influencé par les paramètres thermophysiques du matériau, de l'épaisseur et de l'orientation du mur. Il existe une relation inverse entre le décalage temporel et celui de l'énergie thermique et de la diffusion thermique. L'augmentation de la proportion de paille de blé dans les échantillons de plâtre a entraîné une augmentation de la résistance thermique ainsi qu'un décalage temporel accru.

Le plâtre contenant 15% de paille de blé présente de bonnes performances thermiques et de meilleures performances en termes d'économies d'énergie. Le composé de plâtre et de paille de blé a une faible conductivité thermique et des économies d'énergie de 20,6 % par rapport au plâtre pur. Cela est dû à la proportion de fibres naturelles incorporées dans le composé. Bien que les résultats soient importants et le modèle obtenu à partir du développement de nouveaux matériaux dans cette recherche, des recherches supplémentaires doivent encore être effectuées pour des caractéristiques plus spécifiques basées sur cette recherche. Voici les recommandations pour les travaux futurs :

En termes de perspective, nous voulons encourager la production de panneaux en fibres végétales car ils sont plus respectueux de l'environnement que les matériaux isolants classiques. Cela aidera à réduire ou même à éliminer complètement l'utilisation d'articles synthétiques. Afin d'appliquer des panneaux de fibres végétales directement sur les murs des bâtiments, nous devons développer un procédé pour leur fabrication qui ne nécessite pas de liants chimiques.

**1.** Développer un programme de recherche avec le même test expérimental qui peut être réalisé et développé en utilisant différentes fibres naturelles

**2.** Développer une enquête sur l'effet de la fibre sur la réponse thermique, la charge cyclique des matériaux composites.

**3.** Étudier les modèles de simulation pour prédire les propriétés mécaniques et les fissures avec la méthode des éléments finis.

**4.** Appliquer les résultats de la recherche menée sur les produits de matériaux de construction.

# Bibliographie

- [1] N. Amir, K. A. Z. Abidin, F. B. M. Shiri, Effects of fibre configuration on mechanical properties of banana fibre/pp/mapp natural fibre reinforced polymer composite, *Procedia engineering* 184 (2017) 573–580.
- [2] M. Kaboré, Enjeux de la simulation pour l'étude des performances énergétiques des bâtiments en afrique sub-saharienne, Ph.D. thesis, Université Grenoble Alpes (ComUE) (2015).
- [3] A. Aslani, A. Bakhtiar, M. H. Akbarzadeh, Energy-efficiency technologies in the building envelope : Life cycle and adaptation assessment, *Journal of Building Engineering* 21 (2019) 55–63.
- [4] M. Kapsalaki, V. Leal, M. Santamouris, A methodology for economic efficient design of net zero energy buildings, *Energy and Buildings* 55 (2012) 765–778.
- [5] M. Zafaranchi, Simulation and analysis of passive parameters of building in equest : A case study in istanbul, turkey, *International Journal of Energy and Environmental Engineering* 14 (10) (2020) 253–259.
- [6] F. Garde, D. Bentaleb, A. Bastide, E. Ottenwelter, E. Pothin, Réalisation d'un bâtiment à energie positive à l'ile de la réunion. de la phase programme a la 2 conception. 3.
- [7] I. Blom, L. Itard, A. Meijer, Environmental impact of building-related and user-related energy consumption in dwellings, *Building and Environment* 46 (8) (2011) 1657–1669.
- [8] S. Rosiek, F. J. Batlles, Renewable energy solutions for building cooling, heating and power system installed in an institutional building : Case study in southern spain, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 26 (2013) 147–168.
- [9] T. Recht, Étude de l'écoconception de maisons à énergie positive, Ph.D. thesis, Paris Sciences et Lettres (ComUE) (2016).
- [10] G. Montrose, Maîtrise de l'énergie dans les bâtiments en climat tropical humide : étude des matériaux biosourcés d'origine végétale pour l'efficacité énergétique et le confort thermique., Ph.D. thesis, Antilles (2021).
- [11] M. David, Meteorologie appliquee aux systemes energetiques, Ph.D. thesis, Université de La Réunion (2015).
- [12] S. Thiers, Bilans énergétiques et environnementaux de bâtiments à énergie positive, Ph.D. thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2008).

- [13] T. Joffroy, A. Misse, R. Celaire, L. Rakotomalala, Architecture bioclimatique et efficacité énergétique des bâtiments au sénégal (2017).
- [14] R. Angioletti, H. Desprez, Maîtrise de l'énergie dans les bâtiments-techniques, Techniques de l'ingénieurs.(cité page 74.).
- [15] F. Chlela, Développement d'une méthodologie de conception de bâtiments à basse consommation d'énergie, Ph.D. thesis, Université de La Rochelle (2008).
- [16] M. Viel, Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments, Ph.D. thesis, Université Rennes 1 (2018).
- [17] R. Lapisa, Étude du rafraîchissement passif de bâtiments commerciaux ou industriels, Ph.D. thesis, Université de La Rochelle (2015).
- [18] K. Charlet, Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques, Ph.D. thesis, Université de Caen/Basse-Normandie (2008).
- [19] M. K. Cherier, Etude théorique et expérimentale de l'isolation thermique intérieure d'une pièce d'un habitat dans la région de ghardaïa, Mémoire de Magister, Université d'Abou Bekr Belkaid, Tlemcen.
- [20] Y. Li, C. Liu, Techno-economic analysis for constructing solar photovoltaic projects on building envelopes, *Building and Environment* 127 (2018) 37–46.
- [21] C. Arkar, S. Domjan, S. Medved, Heat transfer in a lightweight extensive green roof under water-freezing conditions, *Energy and Buildings* 167 (2018) 187–199.
- [22] C. Xu, S. Li, K. Zou, Study of heat and moisture transfer in internal and external wall insulation configurations, *Journal of Building Engineering* 24 (2019) 100724.
- [23] S. P. Jean-Pierre Ndoutoum, Stéphane Pouffary, G. Delaboulaye, Guide du bâtiment durable en régions tropicales – tome 2 (2015) p. 132.
- [24] N. Mendes, F. Winkelmann, R. Lamberts, P. C. Philippi, Moisture effects on conduction loads, *Energy and buildings* 35 (7) (2003) 631–644.
- [25] N. Sotehi, Caractéristiques thermiques des parois des bâtiments et amélioration de l'isolation, Univ. Mentouri-Constantine.
- [26] D. Lelièvre, **Simulation numérique des transferts de chaleur et d'humidité dans une paroi.**  
URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01250778>
- [27] Y. Aït Oumeziane, Evaluation of the hygrothermal performance of a wall by numerical simulation : application to hemp concrete walls, PhD thesis, Université Européenne de Bretagne-Institut National des Sciences Appliquées de Rennes.
- [28] T. N. Ho Thi, Étude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco, Ph.D. thesis, École de technologie supérieure (2008).

- [29] F. Bennai, Étude des mécanismes de transferts couplés de chaleur et d'humidité dans les matériaux poreux de construction en régime insaturé, Ph.D. thesis, Université de La Rochelle ; Université Abderrahmane Mira-Bejaïa (Bejaïa, Algérie) (2017).
- [30] Y. Brouard, Caractérisation et optimisation d'un composite biosource pour l'habitat, Ph.D. thesis, école doctorale université de Tours (2018).
- [31] A. D. T. Le, Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (sous titre : simulation numérique et approche expérimentale), Ph.D. thesis, Université de Reims-Champagne Ardenne (2010).
- [32] R. H. Lumingkewas, Development of materials for construction with low environmental impact made with low content of cement and with natural fibers, Ph.D. thesis, Université de Bretagne Sud (2015).
- [33] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, M. Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers : 2000–2010, *Progress in polymer science* 37 (11) (2012) 1552–1596.
- [34] T. Heinze, A. Koschella, Carboxymethyl ethers of cellulose and starch—a review, in : *Macromolecular Symposia*, Vol. 223, Wiley Online Library, 2005, pp. 13–40.
- [35] J. Summerscales, N. P. Dissanayake, A. S. Virk, W. Hall, A review of bast fibres and their composites. part 1—fibres as reinforcements, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 41 (10) (2010) 1329–1335.
- [36] V. M. John, M. A. Cincotto, C. Sjöström, V. Agopyan, C. T. d. A. Oliveira, Durability of slag mortar reinforced with coconut fibre, *Cement and Concrete Composites* 27 (5) (2005) 565–574.
- [37] A. Mohanty, M. Misra, , G. Hinrichsen, Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites : An overview, *Macromolecular materials and Engineering* 276 (1) (2000) 1–24.
- [38] N. Bellel, T. Boufendi, Elaboration et caractérisation physico chimique des matériaux biosourcés., Ph.D. thesis, Université des Frères Mentouri Constantine 1 (2021).
- [39] B. Ismail, Contribution au développement et optimisation d'un système composite biosourcé-enduit de protection pour l'isolation thermique de bâtiment, Ph.D. thesis, Orléans (2020).
- [40] M. Bouasker, N. Belayachi, D. Hoxha, M. Al-Mukhtar, Physical characterization of natural straw fibers as aggregates for construction materials applications, *Materials* 7 (4) (2014) 3034–3048.
- [41] P. Adapa, L. Tabil, G. Schoenau, Compaction characteristics of barley, canola, oat and wheat straw, *Biosystems engineering* 104 (3) (2009) 335–344.
- [42] M. Pruteanu, Investigations regarding the thermal conductivity of straw, *Buletinul Institutului Politehnic din Iasi. Sectia Constructii, Arhitectura* 56 (3) (2010) 9.
- [43] F. Asdrubali, F. D'Alessandro, S. Schiavoni, A review of unconventional sustainable building insulation materials, *Sustainable Materials and Technologies* 4 (2015) 1–17.

- [44] S. Goodhew, R. Griffiths, Sustainable earth walls to meet the building regulations, *Energy and Buildings* 37 (5) (2005) 451–459.
- [45] M. D. Seck, Compréhension des mécanismes de séchage dans les matériaux de construction : cas du plâtre, Ph.D. thesis, Paris Est (2015).
- [46] J. Vignes, H. Essaddam, D. Daligand, Une vie de plâtre, *Bulletin de l'Union des Physiciens* 790 (1997) 145–164.
- [47] I. Principe, F. analyse infrarouge ftir, Remerciements 102.
- [48] A. Achour, Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales, Ph.D. thesis, Thèse de Doctorat, Université Aboubakr Belkaïd-Tlemcen, Algérie, 101 p (2017).
- [49] M. Akouche, Synthèse prébiotique de ribonucléotides sur des surfaces minérales, Ph.D. thesis, Paris 6 (2016).
- [50] M. Poirier, Fonctionnalisation et cristallographie de talcs synthétiques submicroniques.
- [51] G. Instrumentation, Analysis, scanning electron microscopu (sem), Disponible en la URL : [https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html) Almudena Chocho Cabrera Bibliografía.
- [52] H. Ismail, N. Rosnah, H. Rozman, Effects of various bonding systems on mechanical properties of oil palm fibre reinforced rubber composites, *European polymer journal* 33 (8) (1997) 1231–1238.
- [53] F. Agrebi, Étude des propriétés diélectriques, thermiques et vibrationnelles de matériaux nano-composites à base du caoutchouc naturel renforcés par des nano-renforts celluloses, Ph.D. thesis, Université de Picardie Jules Verne ; Université de Sfax (Tunisie) (2018).
- [54] C. M. Earnest, Compositional analysis by thermogravimetry, Vol. 997, ASTM International, 1988.
- [55] N. Zeggai, Etude thermophysique des copolymères réticulés à base de l'isobornylacrylate : Approche expérimentale et modélisation, Ph.D. thesis, Lille 1 (2018).
- [56] R. Richard, I. Shankland, A transient hot-wire method for measuring the thermal conductivity of gases and liquids, *International journal of thermophysics* 10 (3) (1989) 673–686.
- [57] J. Healy, J. De Groot, J. Kestin, The theory of the transient hot-wire method for measuring thermal conductivity, *Physica B+ c* 82 (2) (1976) 392–408.
- [58] L. Vozár, A computer-controlled apparatus for thermal conductivity measurement by the transient hot wire method, *Journal of thermal analysis* 46 (2) (1996) 495–505.
- [59] D. Salmon, Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates, including recent developments and sources of reference materials, *Measurement Science and Technology* 12 (12) (2001) R89.

- [60] Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials, *Measurement Science and technology* 21 (3) (2010) 035106.
- [61] D. Flynn, A radial-flow apparatus for determining the thermal conductivity of loose-fill insulations to high temperatures, *Journal of Research of the National Bureau of Standards-C. Engineering and Instrumentation* 67 (2).
- [62] A. S. Iyengar, A. R. Abramson, Comparative radial heat flow method for thermal conductivity measurement of liquids, *Journal of Heat Transfer* 131 (6).
- [63] H. Asan, Y. Sancaktar, Effects of wall's thermophysical properties on time lag and decrement factor, *energy and buildings* 28 (2) (1998) 159–166.
- [64] M. Chikhi, Young's modulus and thermophysical performances of bio-sourced materials based on date palm fibers, *Energy and Buildings* 129 (2016) 589–597.
- [65] S. Mounir, Y. Maaloufa, A. Khabbazi, et al., Thermal properties of the composite material clay/granular cork, *Construction and Building Materials* 70 (2014) 183–190.
- [66] A. Kaushik, M. Singh, Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from wheat straw using steam explosion coupled with high shear homogenization, *Carbohydrate research* 346 (1) (2011) 76–85.
- [67] M. Sain, S. Panthapulakkal, Bioprocess preparation of wheat straw fibers and their characterization, *Industrial crops and products* 23 (1) (2006) 1–8.
- [68] B. M. Cherian, L. A. Pothan, T. Nguyen-Chung, G. Mennig, M. Kottaisamy, S. Thomas, A novel method for the synthesis of cellulose nanofibril whiskers from banana fibers and characterization, *Journal of agricultural and food chemistry* 56 (14) (2008) 5617–5627.
- [69] X. Sun, F. Xu, R. Sun, P. Fowler, M. Baird, Characteristics of degraded cellulose obtained from steam-exploded wheat straw, *Carbohydrate research* 340 (1) (2005) 97–106.
- [70] A. Alemdar, M. Sain, Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues—wheat straw and soy hulls, *Bioresource technology* 99 (6) (2008) 1664–1671.
- [71] N. Cordeiro, C. P. Neto, J. Rocha, M. N. Belgacem, A. Gandini, The organosolv fractionation of cork components.
- [72] A. Kaushik, M. Singh, G. Verma, Green nanocomposites based on thermoplastic starch and steam exploded cellulose nanofibrils from wheat straw, *Carbohydrate Polymers* 82 (2) (2010) 337–345.
- [73] W. K. El-Zawawy, Blended graft copolymer of carboxymethyl cellulose and poly (vinyl alcohol) with banana fiber, *Journal of applied polymer science* 100 (3) (2006) 1842–1848.
- [74] B. Xiao, X. Sun, R. Sun, Chemical, structural, and thermal characterizations of alkali-soluble lignins and hemicelluloses, and cellulose from maize stems, rye straw, and rice straw, *Polymer degradation and stability* 74 (2) (2001) 307–319.

- [75] R. Sun, J. Tomkinson, Y. Wang, B. Xiao, Physico-chemical and structural characterization of hemicelluloses from wheat straw by alkaline peroxide extraction, *Polymer* 41 (7) (2000) 2647–2656.
- [76] H. Liu, H. He, X. Peng, B. Huang, J. Li, Three-dimensional printing of poly (lactic acid) bio-based composites with sugarcane bagasse fiber : Effect of printing orientation on tensile performance, *Polymers for Advanced Technologies* 30 (4) (2019) 910–922.
- [77] R. Liu, H. Yu, Y. Huang, Structure and morphology of cellulose in wheat straw, *Cellulose* 12 (1) (2005) 25–34.
- [78] S. Panthapulakkal, A. Zereshkian, M. Sain, Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites, *Bioresource technology* 97 (2) (2006) 265–272.
- [79] N. Ramezani, M. Sain, Thermal and physiochemical characterization of lignin extracted from wheat straw by organosolv process, *Journal of Polymers and the Environment* 26 (7) (2018) 3109–3116.
- [80] X. Yang, C. He, J. Liu, H. Diao, Influence on the physical properties of wheat straw via hydrothermal and chemical treatments, *BioResources* 11 (3) (2016) 7345–7354.
- [81] K. Lazdovica, V. Kampars, L. Liepina, M. Vilka, Comparative study on thermal pyrolysis of buckwheat and wheat straws by using tga-ftir and py-gc/ms methods, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 124 (2017) 1–15.
- [82] P. K. Mandal, T. K. Mandal, Anion water in gypsum ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) and hemihydrate ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ), *Cement and Concrete Research* 32 (2) (2002) 313–316.
- [83] A. Putnis, B. Winkler, L. Fernandez-Diaz, In situ ir spectroscopic and thermogravimetric study of the dehydration of gypsum, *Mineralogical Magazine* 54 (374) (1990) 123–128.
- [84] P. Prasad, V. K. Chaitanya, K. S. Prasad, D. N. Rao, Direct formation of the  $\gamma$ - $\text{CaSO}_4$  phase in dehydration process of gypsum : In situ ftir study, *American Mineralogist* 90 (4) (2005) 672–678.
- [85] Y. Liu, Raman, mid-ir, and nir spectroscopic study of calcium sulfates and mapping gypsum abundances in columbus crater, mars, *Planetary and Space Science* 163 (2018) 35–41.
- [86] S. S. Bartolomei, H. Wiebeck, Characterization of gypsum waste from civil construction to obtain polymer composites, in : *Materials Science Forum*, Vol. 958, Trans Tech Publ, 2019, pp. 47–51.
- [87] B. Ismail, N. Belayachi, D. Hoxha, Optimizing performance of insulation materials based on wheat straw, lime and gypsum plaster composites using natural additives, *Construction and Building Materials* 254 (2020) 118959.
- [88] H. Yang, R. Yan, H. Chen, D. H. Lee, C. Zheng, Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis, *Fuel* 86 (12-13) (2007) 1781–1788.

- [89] M. B. Mansour, C. A. Soukaina, B. Benhamou, S. B. Jabrallah, Thermal characterization of a tunisian gypsum plaster as construction material, *Energy Procedia* 42 (2013) 680–688.
- [90] D. Kontogeorgos, M. Founti, Gypsum board reaction kinetics at elevated temperatures, *Thermochimica Acta* 529 (2012) 6–13.
- [91] Z. Li, K. Xu, J. Wang, J. Zhang, X. Ma, J. Niu, Mechanism of degradation of the properties of recycled plaster mixed aluminate cement, *Advances in Materials Science and Engineering* 2020.
- [92] H. U. Lateef, M. Kazmi, A. N. Tabish, I. I. Cheema, M. I. Rashid, Effect of demineralization on physiochemical and thermal characteristics of wheat straw, *Energy Sources, Part A : Recovery, Utilization, and Environmental Effects* (2020) 1–10.
- [93] A. Bakolas, G. Biscontin, V. Contardi, E. Franceschi, A. Moropoulou, D. Palazzi, E. Zendri, Thermoanalytical research on traditional mortars in venice, *Thermochimica Acta* 269 (1995) 817–828.
- [94] M. Siddiqi, X.-m. Liu, H. Lateef, U. Rafique, S. Nawaz, Physiochemical and thermal analysis of diverse leaching reagents by demineralising raw wheat straw for clean energy production : Tga-ftir, *CHEMICAL ENGINEERING* 81.
- [95] S. Abidi, B. Nait-Ali, Y. Joliff, C. Favotto, Impact of perlite, vermiculite and cement on the thermal conductivity of a plaster composite material : Experimental and numerical approaches, *Composites Part B : Engineering* 68 (2015) 392–400.
- [96] T. Ashour, H. Wieland, H. Georg, F.-J. Bockisch, W. Wu, The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings, *Materials & Design* 31 (10) (2010) 4676–4685.
- [97] M. Morales-Conde, C. Rodríguez-Liñán, M. Pedreño-Rojas, Physical and mechanical properties of wood-gypsum composites from demolition material in rehabilitation works, *Construction and Building Materials* 114 (2016) 6–14.
- [98] M. Charai, H. Sghiouri, A. Mezhhab, M. Karkri, Thermal insulation potential of non-industrial hemp (moroccan cannabis sativa l.) fibers for green plaster-based building materials, *Journal of Cleaner Production* 292 (2021) 126064.
- [99] F. Barreca, C. Fichera, Use of olive stone as an additive in cement lime mortar to improve thermal insulation, *Energy and Buildings* 62 (2013) 507–513.
- [100] A. Rahmouni, Contribution à l'étude du comportement mécanique et acoustique des milieux hétérogènes et poreux : Application aux pierres calcarénites, Ph.D. thesis, Université Mohammed V-Rabat (2016).
- [101] S. A. Al-Sanea, M. Zedan, Improving thermal performance of building walls by optimizing insulation layer distribution and thickness for same thermal mass, *Applied Energy* 88 (9) (2011) 3113–3124.

- [102] K. J. Kontoleon, T. G. Theodosiou, K. G. Tsikaloudaki, The influence of concrete density and conductivity on walls' thermal inertia parameters under a variety of masonry and insulation placements, *Applied energy* 112 (2013) 325–337.
- [103] H. Asan, Numerical computation of time lags and decrement factors for different building materials, *building and environment* 41 (5) (2006) 615–620.
- [104] R. Alavez-Ramirez, F. Chiñas-Castillo, V. Morales-Dominguez, M. Ortiz-Guzman, J. Lara-Romero, Thermal lag and decrement factor of a coconut-ferrocement roofing system, *Construction and Building Materials* 55 (2014) 246–256.

# Résumés

# Résumé :

## **Elaboration, caractérisation physique et hygrothermique de composite Bio-sourcés dédiés à des applications d'enveloppe des bâtiments.**

Ce travail de thèse porte sur les performances thermiques des matériaux biosourcés d'origine végétale dans le but de les utiliser comme isolant thermique dans les bâtiments. Nous avons étudié leur utilisation, notamment dans les climats subtropicaux.

La recherche a été menée sur des fibres de paille de blé. Où les fibres de paille de blé étaient utilisées en vrac, c'est-à-dire sans liant chimique. L'objectif est de fournir une application plus simple avec peu de transformation de produits bruts afin de rendre l'isolation accessible aux personnes aux revenus extrêmement faibles qui vivent dans des logements de fortune ou rudimentaires.

La ressource végétale utilisée dans nos travaux est considérée comme un déchet, et la récupération de cette matière renouvelable est gratuite en Algérie. Nous avons pu voir les caractéristiques physico-chimiques et morphologiques des fibres grâce aux procédures de caractérisation utilisées dans les expériences que nous avons réalisées.

Dans ce travail de recherche, la forte teneur en cellulose de la paille de blé lui confère une grande capacité d'absorption. Où L'analyse chimique utilisant la méthode FTIR a révélé que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine constituent la fibre de la paille de blé. La nature amorphe de l'hémicellulose et de la lignine a été découverte par diffraction des rayons X.

D'après les observations faites au microscope électronique à balayage (MEB), les fibres sont cylindriques et ont une forme irrégulière avec quelques fils, alvéoles et pores qui leur permettent de bien adhérer au plâtre. Les composites construits à partir de fibres de paille de blé ne peuvent pas être traités à des températures supérieures à 220°C.

La conductivité thermique est l'une des caractéristiques les plus importantes des matériaux utilisés dans la construction

des murs. Il y a une diminution de la conductivité thermique à mesure que la teneur en paille de blé augmente. Elle décroît rapidement au fur et à mesure que la proportion de paille de blé augmente, jusqu'à atteindre 0,324 W/m.K pour 15 % de paille de blé, et le pourcentage de diminution est de 20,6 %. provoquent en général une diminution de la densité et la formation de porosité dans les échantillons.

La différence de temps d'un mur avec diverses configurations est influencée par les paramètres thermo-physiques du matériau, l'épaisseur et l'orientation du mur. Il existe une relation inverse entre le décalage temporel et celui de l'énergie thermique et de la diffusion thermique.

L'augmentation de la proportion de paille de blé dans les échantillons de plâtre a entraîné une augmentation de la résistance thermique ainsi qu'un décalage temporel accru.

Le plâtre contenant 15% de paille de blé présente de bonnes performances thermiques et de meilleures performances en termes d'économie d'énergie. Le composé de plâtre et de paille de blé a une faible conductivité thermique et des économies d'énergie de 20,6 % par rapport au plâtre pur. Cela est dû à la proportion de fibres naturelles incorporées dans le composé.

Bien que les résultats soient importants et le modèle obtenu à partir de l'enveloppement de nouveaux matériaux dans cette recherche, des recherches supplémentaires doivent encore être effectuées pour des caractéristiques plus spécifiques basées sur cette recherche. Voici les recommandations pour les travaux futurs :

En termes de perspective, nous souhaitons encourager la production de panneaux en fibres végétales car ils sont plus respectueux de l'environnement que les isolants classiques.

Cela aidera à réduire ou même à éliminer complètement l'utilisation d'articles synthétiques.

Afin d'appliquer des panneaux de fibres végétales directement sur les murs des bâtiments, nous devons envelopper un procédé pour leur fabrication qui ne nécessite pas de liants chimiques.

1. Développer un programme de recherche avec le même test expérimental pouvant être réalisé et enroulé avec différentes fibres naturelles

2. Développer une enquête sur l'effet de la fibre sur la réponse thermique, le chargement cyclique des matériaux composites.

Conclusion générale et perspectives

3. Étudier des modèles de simulation pour prédire les propriétés mécaniques et les fissures avec la méthode des éléments finis.

4. Appliquer les résultats des recherches menées sur les produits de matériaux de construction

## summary :

### **Development, physical and hygrothermal characterization of Bio-sourced composites dedicated to building envelope applications**

This thesis work focuses on the thermal performance of biosourced materials of plant origin with the aim of using them as thermal insulation in buildings. We have studied their use, particularly in subtropical climates.

The research was conducted on wheat straw fibers. Where Wheat straw fibers were used in bulk, that is to say without chemical binder. The objective is to provide a simpler application with little processing of raw products in order to make insulation accessible to people with extremely low incomes who live in makeshift or basic housing.

The plant resource used in our work is considered waste, and the recovery of this renewable material is free in Algeria. We were able to see the physico-chemical and morphological characteristics of the fibers thanks to the characterization procedures used in the experiments we carried out.

In this research work, the high cellulose content of wheat straw gives it a high absorption capacity. Where Chemical analysis using the FTIR method revealed that cellulose, hemicellulose and lignin make up the fiber of wheat straw. The amorphous nature of hemicellulose and lignin was discovered by X-ray diffraction.

According to observations made with a scanning electron microscope (SEM), the fibers are cylindrical and have an irregular shape with a few threads, cells and pores which allow them to adhere well to the plaster. Composites constructed from wheat straw fibers cannot be processed at temperatures above 220°C.

Thermal conductivity is one of the most important characteristics of materials used in building

walls. There is a decrease in thermal conductivity as the wheat straw content increases. It decreases rapidly as the proportion of wheat straw increases, until it reaches 0.324 W/m.K for 15% wheat straw, and the percentage decrease is 20.6%. in general, cause a reduction in density and the formation of porosity in the samples.

The time difference of a wall with various configurations is influenced by the thermo-physical parameters of the material, the thickness and the orientation of the wall. There is an inverse relationship between time lag and that of thermal energy and thermal diffusion.

Increasing the proportion of wheat straw in the plaster samples resulted in an increase in thermal resistance as well as an increased time lag.

Plaster containing 15% wheat straw has good thermal performance and better performance in terms of energy saving. The compound of plaster and wheat straw has low thermal conductivity and energy savings of 20.6% compared to pure plaster. This is due to the proportion of natural fibers incorporated into the compound.

Although the results are important and the model obtained from the envelopment of new materials in this research, further research still needs to be done

for more specific characteristics based on this research. Here are the recommendations for future work :

In terms of perspective, we want to encourage the production of vegetable fiber panels because they are more environmentally friendly than conventional insulating materials.

This will help reduce or even completely eliminate the use of synthetic items.

In order to apply plant fiber panels directly on the walls of buildings, we will have to develop a process for their manufacture that does not require chemical binders.

1. Develop a research program with the same experimental test that can be carried out and wrapped using different natural fibers

2. To develop an investigation on the effect of fiber on the thermal response, the cyclic loading of composite materials.

General Conclusion and perspectives

3. Study simulation models to predict mechanical properties and cracks with the finite element method.

4. Apply the results of research conducted on building materials products.

# ملخص

## التطوير والتوصيف الفيزيائي والحراري للمركبات ذات المصادر الحيوية المخصصة لبناء تطبيقات الأظرف

يركز هذا العمل على الأداء الحراري للمواد ذات المصادر الحيوية من أصل نباتي بهدف استخدامها كعزل حراري في المباني. لقد درسنا استخدامها ، لا سيما في المناخات شبه الاستوائية.

تم إجراء البحث على ألياف قش القمح. حيث تم استخدام ألياف قش القمح بكميات كبيرة ، أي بدون مواد رابطة كيميائية.

الهدف هو توفير تطبيق أبسط مع معالجة قليلة للمنتجات الخام من أجل جعل العزل في متناول الأشخاص ذوي الدخل المنخفض للغاية الذين يعيشون في مساكن مؤقتة أو أساسية .

يعتبر المورد النباتي المستخدم في عملنا نفايات ، واستعادة هذه المادة المتجددة مجانية في الجزائر. تمكنا من رؤية الخصائص الفيزيائية والكيميائية والمورفولوجية للألياف بفضل إجراءات التوصيف المستخدمة في التجارب التي أجريناها.

في هذا العمل البحثي ، يمنحه المحتوى العالي من السليلوز لقش القمح قدرة امتصاص عالية. حيث أظهر التحليل الكيميائي باستخدام طريقة FTIR أن السليلوز والهيميسليلوز واللجنين تشكل ألياف قش القمح. تم اكتشاف الطبيعة غير المتبلورة للهيميسليلوز واللجنين بواسطة حيود الأشعة السينية.

وفقاً للملاحظات التي تم إجراؤها باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ، تكون الألياف أسطوانية ولها شكل غير منظم مع عدد قليل من الخيوط والخلايا والمسام التي تسمح لها بالالتصاق جيداً بالجبس. لا يمكن معالجة المواد المركبة من ألياف قش القمح عند درجات حرارة تزيد عن 220 درجة مئوية .

تعتبر الموصلية الحرارية من أهم خصائص المواد المستخدمة في جدران المباني. هناك انخفاض في التوصيل الحراري مع زيادة محتوى قش القمح. تتناقص بسرعة مع زيادة نسبة قش القمح حتى تصل إلى 0.324 وات / م ك ل 15 قش قمح ونسبة النقص 20.6% بشكل عام يسبب انخفاض في الكثافة وتكون المسامية في العينات.

يتأثر الفارق الزمني للجدار ذي التكوينات المختلفة بالمعلمات الحرارية الفيزيائية للمادة ، وسمك الجدار واتجاهه. هناك علاقة عكسية بين الفاصل الزمني والطاقة الحرارية والانتشار الحراري .

أدت زيادة نسبة قش القمح في عينات الجص إلى زيادة المقاومة الحرارية بالإضافة إلى زيادة التأخير الزمني.

يحتوي الجص الذي يحتوي على 15% من قش القمح على أداء حراري جيد وأداء أفضل من حيث توفير الطاقة. يحتوي مركب الجص وقش القمح على الموصلية الحرارية المنخفضة وتوفير الطاقة بنسبة 20.6% مقارنةً بالجص النقي. هذا يرجع إلى نسبة الألياف الطبيعية المدمجة في المركب .

على الرغم من أهمية النتائج والنموذج الذي تم الحصول عليه من تغليف المواد الجديدة في هذا البحث لا يزال يتعين إجراء مزيد من البحث للحصول على خصائص أكثر تحديداً تستند إلى هذا البحث فيما يلي التوصيات للعمل المستقبلي من حيث المنظور ، نريد تشجيع إنتاج ألواح الألياف النباتية لأنها صديقة للبيئة أكثر من مواد العزل التقليدية.