

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE

Discipline : GENIE CIVIL

Spécialité : Sciences des matériaux

Présentée et soutenue publiquement par

Hamzé KARAKY

Le 27 novembre 2018

Elaboration et caractérisation d'un agro-matériau pulpe de betterave sucrière-amidon pour le bâtiment.

Thèse dirigée par **GUILLAUME POLIDORI**

Co-directeur : **CHADI MAALOUF et CHRISTOPHE BLIARD**

JURY

M. Patrick GLOUANNEC,	Professeur,	Université de Bretagne Sud,	Président, rapporteur
Mme Florence COLLET,	Maître de Conférences HDR,	Université de Rennes 1,	Rapporteur
Mme Camille MAGNIONT,	Maître de Conférences,	Université Toulouse III Paul Sabatier,	Examineur
M. Guillaume POLIDORI,	Professeur,	Université de Reims Champagne Ardenne,	Directeur de thèse
M. Chadi MAALOUF,	Maître de Conférences HDR,	Université de Reims Champagne Ardenne,	Co-directeur de thèse
M. Christophe BLIARD,	Chargé de Recherche HDR,	Université de Reims Champagne Ardenne,	Co-directeur de thèse
M. Thibaut VAISSIERE,	Responsable d'Exploitation,	Sucrerie Cristal Union,	Invité



Résumé

En réponse aux impacts environnementaux et aux grandes consommations énergétiques du bâtiment, l'utilisation de matériaux à faible énergie grise et de matériaux biosourcés recyclables est une solution prometteuse et cruciale.

L'objectif de cette thèse est d'élaborer, optimiser et caractériser un nouveau matériau biosourcé à base de pulpe de betterave (disponible localement et en grandes quantités) avec un liant à base d'amidon de pomme de terre.

La première partie de ce document est consacrée à l'étude physico-chimique de la pulpe de betterave et à la description des méthodes de fabrication et de séchage réalisées en vue d'obtenir un matériau de bonne qualité avec un minimum de déformation et de retrait.

La deuxième partie porte sur l'étude de la porosité et de la structure des pores par la méthode d'insertion de cyclohexane et par la porosimétrie par intrusion du mercure. Des formulations avec différents rapports massiques amidon/pulpes de betterave sont testées dans le but de mesurer l'impact de la porosité sur les comportements mécanique et acoustique du matériau. Le comportement mécanique a été évalué par la mesure de la résistance à la compression et à la flexion quatre points. Les résultats montrent que le composite élaboré est un matériau plus homogène et moins dispersé que d'autres agromatériaux et qu'il est capable de porter son propre poids.

Les propriétés hygrothermiques sont analysées dans la dernière partie. Les courbes d'isotherme de sorption sont des sigmoïdes de type II indépendantes de la formulation du matériau. En revanche, la perméabilité à la vapeur d'eau dépend de la teneur en liant du composite. Les valeurs de MBV montrent que le matériau élaboré est un excellent régulateur hygrique selon la classification du projet NordTest. La mesure de la conductivité thermique montre que le composite amidon-betterave est un bon isolant thermique. La perméabilité du composite de betterave, paramètre influençant sa pérennité, a été étudiée par un traitement de sa surface à l'huile de lin. Ce traitement est capable de réduire l'absorption d'eau du composite et d'empêcher l'attaque microbienne.

Mots-clés : Matériau biosourcé, pulpe de betterave, amidon, propriétés mécaniques, propriétés hygrothermiques, absorption acoustique, bâtiment.

Abstract

In response to environmental impacts and high energy consumption of building, the use of low grey energy materials and recyclable bio sourced materials is a promising and crucial solution.

The aim of this thesis is to develop, optimize and characterize a new bio-based material using beet pulp (locally available in large quantities) with a green binder which is potato starch.

The first part of this document is devoted to the physicochemical study of beet pulp and the description of the manufacturing and drying methods carried out in order to obtain a good quality material with a minimum deformation and shrinkage.

Then, the second part deals with the study of porosity and pore structure by the cyclohexane insertion method and mercury intrusion porosimetry. Formulations with different starch/beet pulp mass ratios are tested in order to investigate the impact of porosity on mechanical and acoustic behavior. The mechanical behavior was evaluated by measuring the compression and bending strength at four points. The results show that the composite is a more homogeneous and less dispersed material than other agro-materials and is able to carry its own weight.

Finally, the hygrothermal properties are analyzed as a function of starch/beet pulp mass ratio. The sorption isotherm curves are type II sigmoid and independent of the material density. However, the permeability to water vapor depends on the binder content of the composite. The MBV values show that the material is an excellent regulator according to the NordTest project classification. Thermal conductivity measurement shows that the starch-beet composite is a good thermal insulator. Composite durability is enhanced by treatment with linseed oil. This treatment is able to reduce the composite water absorption thus prevents microbial attacks.

Keywords: Bio sourced material, beet pulp, starch, mechanical properties, hygrothermal properties, acoustical absorption, building.

Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué au sein du GRESPI, Groupe de Recherche En Science Pour l'Ingénieur en collaboration avec l'ICMR, Institut de Chimie Moléculaire de Reims, de l'université de Reims Champagne Ardenne. Durant ces trois ans, je suis convaincu que la thèse est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail doctoral sans le soutien d'un grand nombre de personnes qui m'a permis de se progresser dans cette phase délicate.

Tout d'abord, je souhaite exprimer mes remerciements les plus respectueux aux membres du Jury qui ont accepté d'évaluer mon travail de thèse. Je voudrais remercier M. Patrick GLOUANNEC et Mme. Florence COLLET, de m'avoir fait l'honneur d'accepter de juger les travaux de ce mémoire. Je tiens également à remercier Mme Camille MAGNIONT d'avoir acceptée d'examiner ce travail.

En premier lieu, je tiens à remercier mon directeur de thèse, M. Guillaume POLIDORI, mes co-directeur Chadi MAALOUF et Christophe BLIARD, pour la confiance qu'ils m'ont accordée en acceptant d'encadrer ce travail doctoral, pour leurs multiples conseils et pour toutes les heures qu'ils ont consacrées à diriger cette recherche. Leur expertise, leur rigueur scientifique et leurs conseils pertinents m'ont permis d'avancer dans la bonne direction. Je les remercie également pour leur disponibilité tout au long de cette période. Je n'oublie pas les encouragements continuels et le grand professionnalisme de Guillaume et j'ai été extrêmement sensible aux qualités humaines d'écoute et de compréhension de Chadi et Christophe tout au long de ce travail doctoral.

Ensuite, je tiens à remercier le professeur Mohammed LACHI et les maîtres de conférence à l'université de Reims : M. Alexandre GACOIN, Mme Tala MOUSSA et M. Nadim EL WAKIL qui ont eu la gentillesse de me donner les aides et les conseils utiles. Je remercie chaleureusement le personnel et la direction du laboratoire du GRESPI et d'ICMR de m'avoir accueilli durant mes trois ans de thèse. Je pense en particulier à M. Patrick JUPILLAT, technicien du GRESPI qui n'a pas hésité de m'aider durant mon travail dans la halle de technologie.

Un grand merci s'adresse à mes collègues, Romain MILOTSKYI et Hassan KHALIL, pour les jolis moments ainsi que pour leur encouragement. J'ai pu compter sur votre présence pour dépasser beaucoup de moments difficiles.

Le plus grand merci s'adresse à mes parents, merci pour avoir fait de moi ce que je suis aujourd'hui, merci pour votre confiance en moi, merci pour votre encouragement, merci pour tous vos sacrifices pour moi. Il est impossible de trouver des mots pour exprimer à quel point je vous aime. Finalement, je n'oublie jamais les encouragements de mes frères surtout Hassan et la tendresse de mes sœurs Nahil et Zahraa. J'ai la chance de vous avoir dans ma vie.

Pour finir, un très grand merci à ma princesse Sarah ASFOUR d'être à mes côtés durant tous les moments difficiles de cette thèse. Merci de m'offrir ton sourire rempli de bonheur qui m'a permis d'oublier tous mes soucis et tous mes problèmes. Merci pour tous les plats délicieux que tu les as préparé pour moi. Merci pour ta grande patience avec moi, pour ton écoute et pour la confiance que tu me portes.

Je voudrais simplement te remercier d'exister et d'exister pour moi.

À ma mère...

À mon père...

À ma princesse...

«Le succès est un chemin que la patience et la persévérance rendent accessible.»

Pierre-Simon Ballanche

Sommaire

Introduction	i
Chapitre 1 : Etude bibliographique.....	1
1. Introduction	2
2. Consommation d'énergie et impacts environnementaux	3
2.1. Réchauffement climatique	3
2.2. Bilan énergétique	3
3. Réaction mondiale et nationale.	5
3.1. Négawatt	5
3.2. HQE	6
3.3. RT2012	6
3.4. Bâtiment passif.....	7
4. Agromatériaux actuels et leurs caractéristiques.	7
4.1. Chanvre (Canabis)	7
4.2. Roseaux.....	11
4.3. Bagasse de canne à sucre	12
4.4. Cattails (Typha).....	13
4.5. Epis de maïs	14
4.6. Tige de coton.....	14
4.7. Fibres des palmiers	15
4.8. Durian	16
4.9. Coques du riz	17
4.10. Feuilles d'ananas	18
4.11. Fibres de tournesol	19
5. Betterave sucrière (Beta vulgaris).....	20
5.1. Origine et Histoire de la betterave sucrière.....	20
5.2. Extraction du sucre	20
6. Pulpe de betterave	24
6.1. Composition chimique	24
6.2. Propriétés physico-chimiques	27
6.3. Domaines d'applications de la pulpe de betterave.....	28
7. Amidon de pomme de terre	37
7.1. Composition chimique	37
7.2. Les domaines d'applications.....	40

8.	Conclusion.....	40
Chapitre II : Caractérisation de la pulpe de betterave et élaboration du composite pulpe de betterave-amidon.....		
42		
1.	Introduction	43
2.	Matériaux	43
2.1.	Amidon de pomme de terre.....	43
2.2.	Pulpe de betterave extrudée	45
3.	Propriétés physiques de la pulpe de betterave.....	46
3.1.	Vue microscopique	46
3.2.	Analyse d'images	47
3.3.	Granulométrie	51
4.	Propriétés chimiques de la pulpe de betterave	52
4.1.	Composition chimique	52
4.2.	Calcination	53
4.3.	Composition minérale	55
5.	Elaboration du composite pulpe de betterave – amidon	57
5.1.	Préparation du mélange	57
5.2.	Séchage.....	61
6.	Conclusion.....	65
Chapitre III : Etude des propriétés physiques, mécaniques et acoustiques du composite amidon/pulpe de betterave		
66		
1.	Introduction	67
2.	Propriétés physiques.....	67
2.1.	Etude de la masse volumique apparente	67
2.2.	Etude de la porosité via les méthodes cyclohexane et MIP (Mercury Intrusion Porosimetry).	70
3.	Résultats et discussions	74
3.1.	Méthode du cyclohexane	74
3.2.	Méthode MIP	77
4.	Propriétés mécaniques.....	79
4.1.	Etude expérimentale.....	80
4.2.	Résultats et discussions.....	82
5.	Propriétés acoustiques	89
5.1.	Rappels sur les ondes sonores.....	89
5.2.	Absorption acoustique	92
5.3.	Le tube de Kundt.....	94

5.4. Résultats et discussions.....	97
6. Conclusions	100
Chapitre IV : Etude des propriétés hygrothermiques, traitement à l'huile de lin.....	102
1. Introduction	103
2. Matériel et méthodes expérimentales	103
2.1. Etude hygrique	104
2.2. Comportement thermique	109
3. Résultats et analyses.....	111
3.1. Comportement hygrique	111
3.2. Comportement thermique	121
4. Traitement avec de l'huile de lin.....	125
4.1. Matériel et méthodes.....	127
4.2. Résultats.....	129
5. Conclusions	132
Conclusions et perspectives	134
Références	138

Listes des Figures

Figure I.1: Production d'énergie primaire par énergie en Mtep [26]. (EnRt : Energies thermiques renouvelables).....	4
Figure I.2: Consommation finale d'énergie par secteur (corrigée des variations climatiques) [26].	4
Figure I.3: Consommation des ressources primaires dans le secteur résidentiel-tertiaire en terme d'énergie [26]. EnRt : Energies thermiques renouvelables.	5
Figure I.4: Triangle Négawatt.	5
Figure I.5: (a) Béton de chanvre classique ; (b) Chènevottes [34,35].....	8
Figure I.6: Panneaux de roseaux [46].....	11
Figure I.7: Canne à sucre (gauche), bagasse (droite).	12
Figure I.8: Panneaux de cattaills et un liant magnésite [57].....	14
Figure I.9: Epis de maïs [59].	14
Figure I.10: Variation de la conductivité thermique du matériau à base de tige de coton en fonction de la densité [61].	15
Figure I.11: Photo d'une palmier dattier [62]	16
Figure I.12: Plante du durian (gauche), et son fruit (droite).	17
Figure I.13: Panneau de coques de riz (gauche), et un autre de coquilles de noix de pécan broyée (droite) [78].	18
Figure I.14: Fibres de feuilles d'ananas [80].....	19
Figure I.15: Agromatériau de tournesol [82].	19
Figure I.16: Différentes étapes de l'extraction de sucre de la betterave sucrière.	23
Figure I.17: (a) Extraction du sucre à contre-courant ; (b) Cellule de betterave dont on extrait le sucre.....	23
Figure I.18: Pulpe de la betterave sucrière.	24
Figure I.19: (a) Différents composants de la pulpe de la betterave sucrière ; (b) Paroi cellulaire végétale [96].	25
Figure I.20: Structure d'acides poly-galacturoniques.	26
Figure I.21: Structure de la cellulose.	26
Figure I.22: Structure chimique de l'hémicellulose (en haut : glucuronoarabinoxylane, en bas : arabinane).	27
Figure I.23: (a) Observation au MEB de la surface extérieure d'un pellet du SICA de chevrières ; (b) Observation au MEB des paillettes de chevrières [95].	28
Figure I.24: (a) Composition de la pulpe de betterave et de la bagasse de la canne à sucre ; (b) Composition du papier produit avec et sans pulpe de betterave [51].....	29
Figure I.25: Composition du papier produit avec de la pulpe de betterave et des boues de carbonatation.	30
Figure I.26: Teneur en pectine dans les pulpes traitées et non traitées (gauche), influence des enzymes pectinolytiques sur l'extraction de la pectine (droite) [125].	32
Figure I.27: Schéma représentatif de l'extraction des polysaccharides de la pulpe de betterave sucrière [130].....	33
Figure I.28: (a) Photo de la SBP en poudre ; (b) Mèches extrudées, (c) Granulats ; (d) Echantillons moulés par injection ; (e) Représentation de l'extrudeuse à double vis [133].	34
Figure I.29: Grains d'amidon avec un grossissement x 280 [155].	38

Figure I.30: Comportement de l'amidon à la cuisson et au refroidissement [157].....	38
Figure I.31: (a) Structure de l'Amylose ; (b) Structure hélicoïdale du complexe Amylose-Iode [156].	39
Figure I.32: Structure de l'Amylopectine.	40
Figure II.1: Poudre d'amidon de pomme de terre.....	44
Figure II.2: Grains d'amidon de pomme de terre avec un agrandissement x 200	44
Figure II.3: (a) Betterave sucrière ; (b) Pulpe de betterave fraîche ; (c) Pulpe de betterave extrudée ; (d) Pulpe de betterave extrudée séchée.	45
Figure II.4: Microscope KEYENCE utilisé pour l'étude microscopique	46
Figure II.5: Vue microscopique de la pulpe de betterave sucrière.	47
Figure II.6: (a) Photo prise pour les pulpes ; (b) Dispositif expérimental.....	48
Figure II.7: Distribution de la longueur des agrégats	49
Figure II.8: Distribution de la largeur des agrégats.....	50
Figure II.9: Usages principaux des fibres selon leurs tailles [163].	50
Figure II.10: Tamiseuse à vibration Controlab.	51
Figure II.11: Courbe granulométrique de la pulpe de betterave extrudée.....	52
Figure II.12: Extracteur de Soxhlet utilisé pour l'extraction de la pulpe de betterave	53
Figure II.13: Four à moufle de modèle KL 05/11 utilisé pour calciner l'échantillon.....	55
Figure II.14: Spectrophotomètre d'absorption et d'émission atomique	56
Figure II.15: Liaison forte entre la pectine et les cations Ca^{2+}	56
Figure II.16: (a) Pulpe de betterave extrudée ; (b) Amidon de pomme de terre	57
Figure II.17: Représentation du comportement de la pulpe extrudée en présence d'eau	58
Figure II.18: Préparation du composite amidon-pulpe de betterave ; (a) Immersion de pulpes dans l'eau ; (b) Mélange de pulpe et de poudre d'amidon ; (c) Traitement de pulpes à l'autoclave ; (d) Coffrage du mélange ; (e) et (f) Séchage du composite.	59
Figure II.19: Système du compactage ; (a) Echantillons acoustiques ; (b) Echantillons de compression ; (c) Trois échantillons de flexion.	60
Figure II.20: Différents matériels utilisés pour le séchage des échantillons ; (a) Etuve ventilée ; (b) Etuve sous vide ; (c) Etuve classique ; (d) Enceinte climatique.	62
Figure II.21: Taux de rétractation des composites séchés avec les différentes méthodes.....	63
Figure II.22: Echantillons séchés par différentes méthodes ; (a,b et c) Etuve classique, (d) Etuve sous vide ; (e) Chambre climatique Binder MKF 700 ; (f) Lyophilisateur.....	64
Figure II.23: Images microscopiques du composite Amidon-Pulpe de betterave lyophilisé... ..	64
Figure III.1: (a) Système utilisé pour mesurer la masse volumique réelle ; (b) Système utilisé pour mesurer la masse volumique apparente.	69
Figure III.2: Système utilisé pour mesurer la porosité globale de la matière.....	70
Figure III.3: Diamètre des pores accessibles en fonction de la pression du mercure [41].....	72
Figure III.4: Porosimétrie Pascal 140 utilisé.	74
Figure III.5: Evolution de la masse volumique apparente du composite A/PB en fonction du rapport massique.	76
Figure III.6: Masse volumique et porosité totale du composite en fonction du rapport massique amidon/ pulpe de betterave (A/PB).	77
Figure III.7: Distribution des pores dans le composite.	78
Figure III.8: Dispositif expérimental du test de traction par flexion en quatre points.	81
Figure III.9: (a) Essai de compression ; (b) Caméra stéréoscopique Aramis utilisée pour l'essai de la compression.	82

Figure III.10: (a) Courbes contrainte-déplacement du vérin pour des différents rapports massiques A/PB ; (b) Variation de la résistance à la traction par flexion en fonction du rapport massique.	83
Figure III.11: (a) Courbes de déformation-contrainte de compression avec différents rapports massiques A/PB ; (b) Partie linéaire de la courbe déformation-contrainte.	84
Figure III.12: Evolution de la résistance maximale à la compression en fonction du rapport massique A/PB.	85
Figure III.13: (a) Module d'élasticité E calculé par ARAMIS et par le calcul classique ; (b) Module de Poisson ν	87
Figure III.14: Cartographies des déformations (déformation transversale et longitudinale) sous l'application des charges obtenues par les méthodes d'ARAMIS pour une contrainte $\sigma_{30\%} = \sigma_{\max} / 3$ pour des différentes formulations.	88
Figure III.15: Schéma représentatif du phénomène de réflexion d'une onde sonore incidente.	92
Figure III.16 : (a) Tube de Kundt pour les basses fréquences ; (b) Pour les hautes fréquences.	94
Figure III.17: Schéma représentant la mesure de l'absorption acoustique à l'aide de tube de Kundt.	96
Figure III.18: Dispositif des tests dans le tube de Kundt.	96
Figure III.19: Echantillon utilisé dans la mesure de l'absorption acoustique.	96
Figure III.20: Echantillons utilisés pour la mesure de l'absorption acoustique.	97
Figure III.21: Variation du coefficient d'absorption acoustique du composite de différentes formulations en fonction de la fréquence des ondes sonores appliquées.	98
Figure III.22: Coefficient d'absorption acoustique du composite betterave-Amidon en fonction de la teneur en eau.	100
Figure IV.1: (a) Échantillons dans la chambre climatique à 50 °C et 10% HR ; (b) Coupelle sèche utilisée pour la perméabilité à la vapeur d'eau.	105
Figure IV.2: (a) Echantillons utilisés pour la mesure de l'isotherme de sorption ; (b) Dimensions de l'échantillon.	107
Figure IV.3: Photographie des échantillons utilisés pour la mesure du MBV.	109
Figure IV.4: Mesure de conductivité thermique du composite.	110
Figure IV.5: (a) Milieu hétérogène supposé être un assemblage de sphères composites de différentes tailles ; (b) Géométrie de matériaux agricoles considérée comme milieu biphasé dans un milieu homogène.	111
Figure IV.6: Exemple de variation de masse en fonction du temps en coupelle sèche pour des échantillons du rapport massique A/PB (a) 0,1 ; (b) 0,2.	114
Figure IV.7: Exemple de variation de masse en fonction du temps en coupelle sèche pour des échantillons du rapport massique A/PB (c) 0,3 ; (d) 0,4.	115
Figure IV.8: Evolution de masse de l'échantillon de différentes formulations avec le changement de l'humidité relative.	116
Figure IV.9: (a) Isothermes de sorption de composites pour les quatre formulations et comparaison de données expérimentales avec les modèles (b) Merakeb ; (c) GAB ; (d) Van Genuchten.	117
Figure IV.10: Echantillons du composite ayant un rapport massique A/PB = 0,3 qui sont infectés par l'attaque microbienne à 92% HR.	118
Figure IV.11: Absorption d'humidité et libération du composite lors de variations cycliques de l'humidité relative dans la chambre climatique.	120

Figure IV.12: Classification des valeurs tampon hydrique (MBV) selon le projet Nordtest.	120
Figure IV.13: Evolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique du composite.	122
Figure IV.14: Evolution de la capacité thermique massique en fonction de la température..	123
Figure IV.15: (a) Formule générale de triglycérides ; (b) Formule générale de R ₁ , R ₂ et R ₃ dans le cas de l'huile de lin.	126
Figure IV.16: Sites réactifs dans la structure de l'huile de lin.	126
Figure IV.17: (a) Composite non traité ; (b) Composite traité avec l'huile de lin.	128
Figure IV.18: Schéma présentant le traitement fait en utilisant l'huile de lin.	129
Figure IV.19: (a) Pulpe non traitée ; (b) Pulpe traitée avec l'huile de lin.	129
Figure IV.20: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 0,5.	130
Figure IV.21: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 0,75.	131
Figure IV.22: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 1.	131
Figure IV.23: (a) Echantillon non traité ; (b) Echantillon traité avec huile de lin.	132
Figure IV.24: (a) Pulpe traitée avec l'huile de lin ; (b) Pulpe non traitée.	132

Liste des tableaux

Tableau I.1: Durée de vie des ressources d'énergie principales [25].	3
Tableau I.2: Propriétés mécaniques du composite chanvre-amidon [42].	10
Tableau I.3: Production et le rendement du bioéthanol en fonction des certaines matières primaires [141].	35
Tableau I.4: Caractéristiques principales des amidons de différentes origines botaniques [156].	38
Tableau II.1: Ouvertures de la tamiseuse.	51
Tableau II.2: Composants extraits de la pulpe de betterave.	53
Tableau II.3: Composition en matière organique et minérale.	54
Tableau II.4: Cations contenus dans la pulpe de betterave.	56
Tableau II.5: Rapports massiques A/PB étudiés.	60
Tableau III.1: Différentes masses volumiques mesurées en kg. m^{-3} .	74
Tableau III.2: Masse volumique apparente et absolue des différents agrégats.	75
Tableau III.3: Masse volumique et porosité du composite en fonction du rapport massique A/PB.	79
Tableau III.4: Iso-contrainte dans la direction des charges avec l'augmentation du rapport massique A/PB.	87
Tableau III.5: Différentes gammes de fréquences (cours acoustique).	89
Tableau III.6: Ordres de grandeurs des niveaux sonores.	90
Tableau III.7: Définition normalisée pour une octave et un tiers d'octave [1].	91
Tableau IV.1: Nombre et dimensions des échantillons utilisés pour chaque essai.	104
Tableau IV.2: Perméabilité et résistance à la vapeur d'eau de composites.	113
Tableau IV.3: Valeurs de paramètres pour les différents modèles d'isothermes de sorption.	118
Tableau IV.4: Valeurs de capacité tampon hydrique (MBV) du composite.	119
Tableau IV.5: Conductivités thermiques d'agromatériaux apparents λ_{exp} et de particules solides λ_s à 23 °C selon le schéma auto-cohérent.	124
Tableau IV.6: Propriétés thermiques du composite à 23 °C.	125

NOMENCLATURE

Certains symboles utilisés ne sont pas présentés dans la liste ci-dessous. Ils seront explicités dans le texte.

Symbole	Définition	Unité
A	Surface d'échange entre l'échantillon et la vapeur d'eau	m ²
a	Diffusivité thermique	m ² .s ⁻¹
b	Effusivité thermique	J. K ⁻¹ . m ⁻² . s ^{-1/2}
C _p	Chaleur thermique massique	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
D	Diffusivité thermique	m ² .s ⁻¹
d _a	Epaisseur de la couche d'air	m
E	Module de Young	MPa
e	Epaisseur de l'échantillon	m
G	Flux de vapeur d'eau	kg.s ⁻¹
g	Densité de flux de vapeur	kg.m ⁻² .s ⁻¹
HR	Humidité relative	%
m	Masse de l'échantillon pour une humidité relative (HR) donnée	g
m ₀	Masse de l'échantillon à l'état sec	g
MBV	Capacité de tampon d'humidité	g.m ⁻² .%.RH ⁻¹
n	Porosité	-
P _{sat}	Pression de saturation	Pa
P	Pression de mercure	Pa
r	Rayon des pores	mm
R	Taux de rétraction	%
u	Teneur en eau	g/g
W	Perméance à la vapeur d'eau	kg.m ⁻² .s ⁻¹ .Pa ⁻¹
W _c	Perméance à la vapeur d'eau corrigée	kg.m ⁻² .s ⁻¹ .Pa ⁻¹

Notations grecques

Symbole	Définition	Unité
α	Coefficient d'absorption acoustique	-
Δm	Variation de masse pendant un cycle	g
δ _v	Perméabilité à la vapeur d'eau	kg.m ⁻¹ .s ⁻¹ .Pa ⁻¹

\emptyset	Porosité totale	%
φ	Humidité relative	%
\emptyset	Diamètre de l'échantillon	mm
λ	Conductivité thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
ρ	Masse volumique du matériau	$kg.m^{-3}$
$\rho_{réelle}$	Masse volumique réelle de la pulpe	$kg.m^{-3}$
ε_{xx}	Déformation horizontale	%
ε_{yy}	Déformation verticale	%
ν	Coefficient de Poisson	-
σ	Contrainte	MPa
θ	Angle de contact entre le mercure et la phase solide	°
μ	Facteur de résistance à la vapeur d'eau	-

Indices

Notations

Signification

eff	Effective
s	Phase solide
app	Apparente sèche
abs	Absolue
c	Compression
t	Traction
i	Initiale
res	Restante
w	Eau
s	Saturée

Introduction

Le secteur du bâtiment est parmi les secteurs économiques les plus consommateurs en énergie. Il représente environ 40% de l'énergie mondiale globale, 25% de la consommation d'eau totale, et 40% des ressources entières, en plus d'être responsable de 20% des émissions de gaz à effet de serre [1,2]. Plus de la moitié d'émissions de CO₂ provient de la production des matériaux de construction et de la climatisation de bâtiment, provoquant des impacts environnementaux importants et une pollution de l'atmosphère. L'utilisation des matériaux d'isolation provenant de ressources minérales ou fossiles comme la laine de verre ou le polystyrène ne semble pas la meilleure solution puisque ce type de matériaux aboutit à l'épuisement des ressources et par conséquent, impose au secteur du bâtiment d'utiliser des matériaux d'isolation économiques et écologiques.

Dans cette perspective, le développement durable s'avère essentiel et indispensable. Il répond aux besoins des générations du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs [3]. Dans ce cadre, plusieurs réglementations (Négawatt, HQE, RT 2012...) visent à généraliser des bâtiments à basse consommation énergétique tout en abaissant l'empreinte du carbone à travers l'utilisation de matériaux généralement à faible énergie grise mais plus performants et plus durables comme les composites biosourcés. [4–13] . Ces matériaux sont renouvelables, biodégradables, économiques et ont de faibles impacts environnementaux. Différentes études ont déterminé les caractéristiques physiques (masse volumique, porosité), mécaniques et hygrothermiques (conductivité thermique, perméabilité à la vapeur d'eau, MBV, isotherme de sorption...) d'agromatériaux afin de déterminer leur potentiel pour isoler l'enveloppe du bâtiment [14–23].

A l'instar de ces matériaux, un matériau biosourcé à base de pulpe de betterave sucrière *beta vulgaris* combinée à un liant minéral à base de ciment a montré un potentiel intéressant pour isoler le bâtiment [24]. Dans la région Grand Est, ce type de matériau présente plusieurs atouts : la pulpe de betterave est un coproduit disponible localement (Champagne Ardenne) et en grandes quantités (8 millions tonnes/an). De plus l'énergie exigée pour extraire et produire cette pulpe est faible.

L'objectif de cette thèse est de développer des composites à base de la pulpe de betterave en substituant le ciment par une matrice végétale à base d'amidon de pomme de terre. Le choix de cette ressource offre une valorisation des déchets de la betterave sucrière autre que celle majoritairement utilisée pour l'alimentation des ruminants.

Le mémoire s'articule autour de quatre chapitres. Le premier présente une synthèse bibliographique permettant de situer le contexte et de fixer les objectifs de ce travail de thèse.

Le second chapitre porte sur une analyse physico-chimique de la pulpe de betterave extrudée séchée. Ses propriétés physiques seront également données (masse volumique, porosité, forme géométrique...). Nous développons également la conception et les méthodes de fabrication permettant d'avoir un composite de bonne qualité avec un minimum de retrait et de déformations.

Dans le chapitre suivant, nous nous intéressons aux propriétés physiques et mécaniques du composite. Dans un premier temps, nous présentons une étude de la porosité et de la taille des pores en fonction de la teneur en liant. Ensuite, l'impact de la porosité sur les déformations (coefficient de poisson) et la rigidité (module d'Young) du composite élaboré sera analysé en mesurant sa résistance à la compression et à la flexion quatre points. Ces études sont complétées par des mesures de l'absorption acoustique α pour différentes formulations et différentes humidités relatives du composite afin d'étudier son potentiel à être utilisé comme un absorbant acoustique dans le bâtiment.

Le dernier chapitre est dédié à la caractérisation hygrothermique des composites. Elle s'appuie sur la mesure des isothermes de sorption, de la valeur MBV, de la perméabilité à la vapeur d'eau, de la conductivité thermique et de la capacité thermique massique en fonction de la teneur en liant. Comme dans le cas des performances mécaniques, les résultats sont analysés au regard des différentes formulations. Des approches analytiques des isothermes de sorption seront étudiées (GAB, Merakeb et Van Genuchten). La conductivité thermique sera déterminée par une modélisation de type "homogénéisation autocohérente" (self-consistent scheme). Nous explorons à la fin de ce chapitre l'effet de deux traitements de la surface du composite à base d'huile de lin afin d'améliorer sa durabilité en réduisant son absorption d'eau.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale accompagnée de perspectives.

Introduction

Le secteur du bâtiment est parmi les secteurs économiques les plus consommateurs en énergie. Il représente environ 40% de l'énergie mondiale globale, 25% de la consommation d'eau totale, et 40% des ressources entières, en plus d'être responsable de 20% des émissions de gaz à effet de serre [1,2]. Plus de la moitié des émissions de CO₂ provient de la production des matériaux de construction et de la climatisation de bâtiments, provoquant des impacts environnementaux importants et une pollution de l'atmosphère. L'utilisation des matériaux d'isolation provenant de ressources minérales ou fossiles comme la laine de verre ou le polystyrène ne semble pas la meilleure solution puisque ce type de matériaux aboutit à l'épuisement des ressources et par conséquent, impose au secteur du bâtiment d'utiliser des matériaux d'isolation économiques et écologiques.

Dans cette perspective, le développement durable s'avère essentiel et indispensable. Il répond aux besoins des générations du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs [3]. Dans ce cadre, plusieurs réglementations (Négawatt, RT 2012...) visent à généraliser des bâtiments à basse consommation énergétique tout en abaissant l'empreinte du carbone à travers l'utilisation de matériaux généralement à faible énergie grise mais plus performants et plus durables comme les composites biosourcés [4–13]. Ces matériaux sont renouvelables, biodégradables, économiques et ont de faibles impacts environnementaux. Différentes études ont déterminé les caractéristiques physiques (masse volumique, porosité), mécaniques et hygrothermiques (conductivité thermique, perméabilité à la vapeur d'eau, MBV, isotherme de sorption...) d'agromatériaux afin de déterminer leur potentiel pour isoler l'enveloppe du bâtiment [14–23].

A l'instar de ces matériaux, un matériau biosourcé à base de pulpe de betterave sucrière *beta vulgaris* combinée à un liant minéral à base de ciment a montré un potentiel intéressant pour isoler le bâtiment [24]. Dans la région Grand Est, ce type de matériau présente plusieurs atouts : la pulpe de betterave est un coproduit disponible localement (Champagne Ardenne) et en grandes quantités (8 millions tonnes/an). De plus l'énergie exigée pour extraire et produire cette pulpe est faible.

L'objectif de cette thèse est de développer des composites à base de la pulpe de betterave en substituant le ciment par une matrice végétale à base d'amidon de pomme de terre. Le choix de

cette ressource offre une valorisation des déchets de la betterave sucrière autre que celle majoritairement utilisée pour l'alimentation des ruminants.

Le mémoire s'articule autour de quatre chapitres. Le premier présente une synthèse bibliographique permettant de situer le contexte et de fixer les objectifs de ce travail de thèse.

Le second chapitre porte sur une analyse physico-chimique de la pulpe de betterave extrudée séchée. Ses propriétés physiques seront également données (masse volumique, porosité, forme géométrique...). Nous développons également la conception et les méthodes de fabrication permettant d'avoir un composite de bonne qualité avec un minimum de retrait et de déformations.

Dans le chapitre suivant, nous nous intéressons aux propriétés physiques et mécaniques du composite. Dans un premier temps, nous présentons une étude de la porosité et de la taille des pores en fonction de la teneur en liant. Ensuite, l'impact de la porosité sur les déformations (coefficient de Poisson) et la rigidité (module d'Young) du composite élaboré sera analysé en mesurant sa résistance à la compression et à la flexion quatre points. Ces études sont complétées par des mesures de l'absorption acoustique α pour différentes formulations et différentes humidités relatives du composite afin d'étudier son potentiel à être utilisé comme un absorbant acoustique dans le bâtiment.

Le dernier chapitre est dédié à la caractérisation hygrothermique des composites. Elle s'appuie sur la mesure des isothermes de sorption, de la valeur MBV, de la perméabilité à la vapeur d'eau, de la conductivité thermique et de la capacité thermique massique en fonction de la teneur en liant. Comme dans le cas des performances mécaniques, les résultats sont analysés au regard des différentes formulations. Des approches analytiques des isothermes de sorption seront étudiées (GAB, Merakeb et Van Genuchten). La conductivité thermique sera déterminée par une modélisation de type "homogénéisation autocohérente" (self-consistent scheme). Nous explorons à la fin de ce chapitre l'effet de deux traitements de la surface du composite à base d'huile de lin afin d'améliorer sa durabilité en réduisant son absorption d'eau.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale accompagnée de perspectives.

Chapitre 1 : Etude bibliographique

1. Introduction

Actuellement, la consommation mondiale de l'énergie augmente chaque année de 2% en moyenne. La moitié de cette consommation est due à la fabrication des matériaux de constructions et aux équipements du bâtiment. Malheureusement, ces enjeux énergétiques ne sont pas seuls. Une grande partie de l'énergie consommée provoque des impacts environnementaux et entraîne des dégâts dangereux à la planète en émettant des grandes quantités de gaz CO₂. Face à tous ces impacts environnementaux et économiques, il convient de minimiser les consommations énergétiques dans le bâtiment en limitant le gaspillage d'énergie tout en améliorant sa performance énergétique. Dans ce cadre, différentes réglementations nationales et mondiales (Négawatt, RT 2012) ont incité à utiliser des matériaux issus de ressources naturelles et renouvelables. Récemment, des nouveaux matériaux appelés "biosourcés" sont introduits dans la construction de bâtiment. Ils sont des matériaux renouvelables, ont une faible énergie grise et génèrent de faibles impacts environnementaux.

Dans ce contexte, le premier chapitre montre, dans un premier temps, les impacts environnementaux résultant de la construction de bâtiments. Il développe le bilan énergétique en France montrant les problèmes qui menacent les ressources primaires, pour résumer ensuite la réaction nationale et mondiale face à tous les problèmes provoqués par la construction de bâtiments.

Dans un second temps, ce chapitre présente une étude bibliographique de différents biosourcés non conventionnels déjà étudiés et fabriqués, pour passer ensuite en revue l'histoire de la betterave sucrière, sa culture, sa récolte et ses utilisations actuelles sur le marché. Nous finissons par des généralités à propos de l'amidon de pomme de terre, qui permettent de mettre en exergue la composition, la structure et le comportement de ce liant végétal utilisé dans notre composite.

2. Consommation d'énergie et les impacts environnementaux

2.1. Réchauffement climatique

La température de la planète ne cesse d'augmenter avec le temps (+0,6 °C en 2012). Il est attendu que cette température va augmenter de 1,4 à 5,8 °C d'ici à 2100, ce qui nous conduira à un réchauffement climatique qui menacera notre existence sur le globe terrestre. En effet, le réchauffement climatique provoque la fonte des glaciers, des calottes polaires et des neiges éternelles et par suite l'élévation du niveau des mers et des océans et un changement du climat qui cause des vraies catastrophes [25].

2.2. Bilan énergétique

2.2.1. A l'échelle mondiale :

La consommation énergétique augmente fortement dans le monde. Elle a doublé durant la période 1970-2000, et doublera encore jusqu'en 2020. Notons que la production de l'énergie mondiale s'appuie principalement sur les ressources fossiles telles que le pétrole et le gaz (81 %). Le Tableau I.1 présente l'estimation de la durée de vie des ressources principales d'énergie [25].

Tableau I.1: Durée de vie des ressources d'énergie principales [25].

Ressources d'énergie	Durée de vie (ans)
Pétrole	50 à 100
Gaz	60 à 70
Uranium	< 25
Charbon	200

2.2.2. En France

La production d'énergie primaire française basée principalement sur la production nucléaire (81,5 %) a augmenté de 44 Mtep à 140 Mtep en un demi-siècle. En revanche, la production d'énergie primaire via le pétrole, le gaz et le charbon a diminué fortement [26]. La production d'énergie via

les ressources renouvelables, initialement constante, a augmenté depuis 2005 grâce à l'apparition de l'éolien, du photovoltaïque et des biocarburants (Figure I.1).

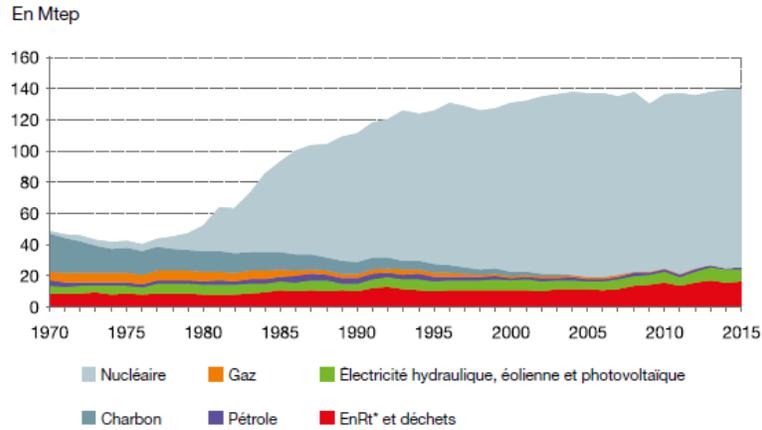


Figure I.1: Production d'énergie primaire par énergie en Mtep [26]. (EnRt : Energies thermiques renouvelables).

La Figure I.2 montre que le secteur résidentiel-tertiaire induit une consommation importante de l'énergie primaire française, qui a augmenté légèrement sur la période 1970 – 2015, de 41 % à 45 %. En 2015, la consommation de l'énergie s'est élevée jusqu'à 67 Mtep, en augmentant de 0,4 % par an. Notons que la consommation des énergies renouvelables par le secteur résidentiel-tertiaire a augmenté de 4 % chaque année depuis 2006 (voir Figure I.3).

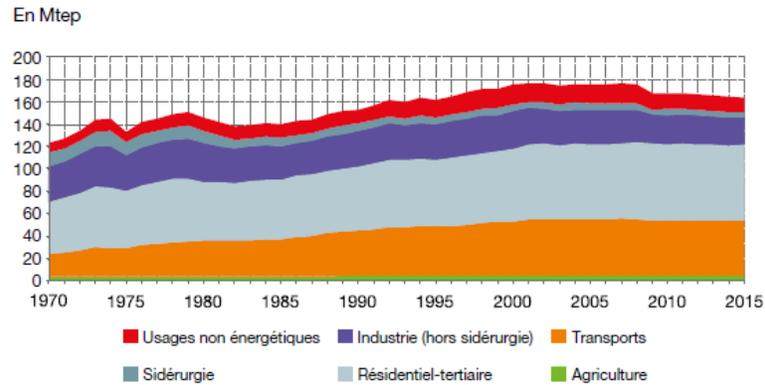


Figure I.2: Consommation finale d'énergie par secteur [26] (corrigée des variations climatiques).

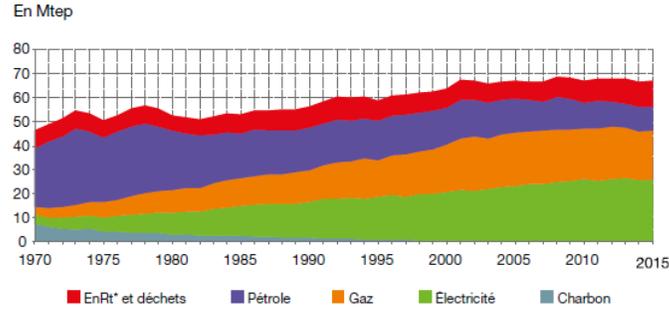


Figure I.3: Consommation des ressources primaires dans le secteur résidentiel-tertiaire en terme d'énergie [26]. EnRt: Energies thermiques renouvelables.

3. Réaction mondiale et nationale.

D'après ce qui précède, on se trouve devant deux problématiques importantes, tant à l'échelle mondiale que nationale : le réchauffement climatique et l'épuisement des ressources fossiles. Cette section présente les actions mondiale et nationale à mener, représentées par des réglementations diverses qui rationalisent la consommation énergétique dans les bâtiments.

3.1. Négawatt

Négawatt est une association américaine créée en 2001, ayant comme but de construire un plan énergétique dans l'avenir pour la construction des bâtiments [27,28]. Le principe de ce plan correspond à un triangle de trois facteurs : sobriété, efficacité, et ressources renouvelables (Figure I.4).

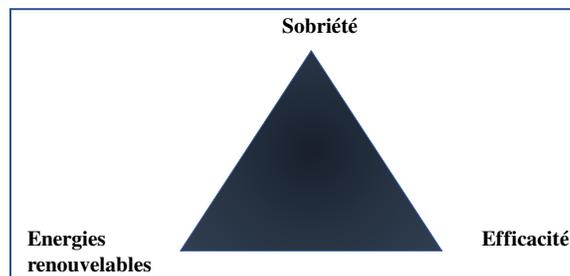


Figure I.4: Triangle Négawatt.

La sobriété est une utilisation intelligente de l'énergie, induisant une rationalisation de la consommation de l'énergie, en utilisant la quantité suffisante et satisfaisante à nos besoins, sans

gaspiller l'énergie en vain. L'efficacité consiste à améliorer le rendement des systèmes utilisés dans les bâtiments par une isolation parfaite de l'enveloppe du bâtiment par exemple. Le troisième facteur, énergie renouvelable, représente l'augmentation de l'utilisation des systèmes solaires dans le secteur résidentiel [27,28].

3.2. HQE

HQE est l'abréviation de Haute Qualité Environnementale. Elle est une notion environnementale française créée en 1990, contenant des cibles qui visent à réduire les impacts environnementaux extérieurs. Parmi ces cibles nous citons :

- La gestion de l'eau, l'énergie et des déchets d'activités.
- L'assurance du confort hygrothermique, acoustique, visuel et olfactif.
- L'assurance d'un meilleur sanitaire d'eau et d'air.
- L'optimisation du choix des produits et des matériaux utilisés.

3.3. RT2012

La réglementation thermique 2012, dite RT 2012, est faite dans le but de réduire la consommation énergétique des bâtiments, et diminuer les émissions de gaz à effet de serre. Cette réglementation détermine les exigences relatives à la performance énergétique des nouvelles constructions et incite à traiter les ponts thermiques et la perméabilité à l'air dans les bâtiments neufs.

La RT 2012 définit trois facteurs pour évaluer la performance énergétique des bâtiments : **Bbio**, **Cep** et **Tic**. **Bbio** représente les besoins de chauffage, de climatisation et d'éclairage, prenant en compte l'orientation et la disposition des fenêtres dans la maison pour profiter du soleil le plus possible en hiver, et une bonne isolation du bâtiment qui limite les déperditions de chaleur. **Cep** détermine les consommations énergétiques primaires annuelles par m² de surface réglementaire, liées au chauffage, à la climatisation, à l'éclairage, aux sanitaires et à l'eau chaude. **Tic** représente la température intérieure durant la période pleine de chaleur, afin d'obtenir un confort suffisant durant l'été sans utiliser de climatiseurs et éviter les surchauffes [29,30].

3.4. Bâtiment passif

Un bâtiment passif est un bâtiment qui profite de l'environnement extérieur pour s'éclairer et se chauffer sans utiliser aucun système de climatisation. Pour avoir un tel bâtiment, il faut une très bonne isolation de l'enveloppe en utilisant des matériaux isolants synthétisés ou des écomatériaux. Il est nécessaire aussi de penser aux fenêtres et à leurs dispositions pour faire pénétrer la chaleur et la lumière du soleil, munies de brise-soleils.

4. Agromatériaux actuels et leurs caractéristiques.

Toutes les réglementations encouragent une très bonne isolation de l'enveloppe des bâtiments via l'utilisation des écomatériaux.

Les matériaux usuellement utilisés dans la construction des bâtiments, dont les matériaux d'isolation comme le polystyrène, proviennent de ressources naturelles pétrochimiques et exigent beaucoup d'énergie lors de leur élaboration. Ces matériaux provoquent des impacts environnementaux dus à leur production et à la pénurie des ressources primaires non renouvelables comme les ressources fossiles.

Plusieurs recherches ont développé des matériaux naturels, renouvelables et durables, qui sont des matériaux écologiques, légers, présentant une bonne isolation hygrothermique et acoustique. Ce paragraphe rapporte l'élaboration d'agromatériaux avec différents liants organiques et minéraux, en présentant leurs performances mécanique et physique, et leurs caractéristiques hygrothermiques.

4.1. Chanvre (Cannabis)

Le chanvre est une plante annuelle bien cultivée dans l'hémisphère nord. Le chanvre est souvent utilisé pour fabriquer divers produits commercialisés, tels que des vêtements, des tissus, des produits cosmétiques ou des aliments pour animaux.

Le chanvre se compose de grains qui s'appellent chènevis, de fibres cellulosiques, et de chènevottes (voir Figure I.5b). Il est riche en cellulose (48%), ce qui lui assure une bonne résistance mécanique. Les chènevottes sont des granulats déformables, allongés et très poreux de masse

volumique très faible, ayant encouragé au début de XXI^{ème} siècle le développement de matériaux à base de chanvre avec différents liants minéraux et organiques[31].

4.1.1. Béton chanvre classique

Le composite à base de chanvre (Figure I.5a) est fabriqué avec un liant minéral à base de chaux aérienne et de liants hydrauliques tels que le ciment ou les chaux hydrauliques [10,32–36].

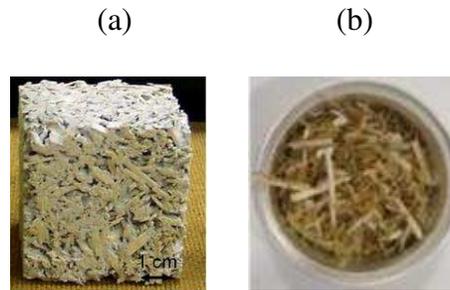


Figure I.5: (a) Béton de chanvre classique ; (b) chènevottes [33,34].

Le béton de chanvre est utilisé dans la construction des bâtiments, dans les toitures (200 à 250 kg. m⁻³), dans les murs (400 kg. m⁻³), et dans les sols (500 kg. m⁻³). Plusieurs travaux ont étudié ses propriétés hygrothermiques. Cerezo et al. [21] ont montré que le béton de chanvre dans les conditions ambiantes (23°C et 50% humidité relative) et sur une plage de masse volumique variant entre 300 et 600 kg. m⁻³, a une conductivité thermique comprise entre 0,07 et 0,2 W/m. K. Collet et al. [32] ont trouvé que la conductivité thermique du béton de chanvre ayant une masse volumique allant de 390 à 480 kg. m⁻³, varie entre 0,10 et 0,14 W/(m. K).

Tran Le et al. [10] ont trouvé que l'augmentation du dosage en liant du béton de chanvre réduit sa résistance thermique et améliore sa résistance mécanique, affaiblissant par conséquent son potentiel d'utilisation comme isolant thermique.

Plusieurs études acoustiques ont été menées sur le béton de chanvre classique [37,38], montrant que ce béton a une performance acoustique semblable à celle des matériaux utilisés pour l'isolation acoustique, en absorbant entre 50 et 90 % des ondes sonores incidentes [21,39,40].

4.1.2. Chanvre-amidon

Le composite amidon-chanvre est un agromatériau 100% végétal, à base de chènevottes de tailles différentes et d'un liant à base d'amidon de blé. Le et al. [16] ont travaillé sur l'élaboration de ce composite en étudiant ses propriétés mécaniques. Le défi était la compétition, entre le liant et les chènevottes, à absorber l'eau. Le et al. [16] ont optimisé la solution du liant à base d'amidon du blé, en mesurant la tension superficielle du liant et sa viscosité dynamique. Ils ont trouvé que la solution optimale du liant est celle qui a une tension superficielle de 50,5 N/m et une viscosité dynamique de 2,5 Pa. s, avec un rapport massique amidon/eau égal à 0,18.

Plusieurs travaux ont étudié la performance thermique et hygrique du composite amidon-chanvre, ainsi que ses propriétés mécaniques, en mesurant :

- La valeur tampon hydrique (MBV) qui représente la capacité du matériau à régulariser l'humidité de l'ambiance.
- La perméabilité à la vapeur d'eau.
- La conductivité thermique λ en W/K.m
- L'isotherme de sorption.
- La capacité thermique C_p .
- La résistance en compression σ_c , en traction par flexion σ_t , et en cisaillement τ .

Le et al. [15,16] ont trouvé une relation linéaire entre la masse volumique du composite chanvre-amidon et le rapport massique chanvre/amidon (H/S), suivant cette équation : $\rho = 1,56(H/S) + 180,7$. L'étude de Le et al. [16] affirme que le composite chanvre-amidon a une densité variant entre 158,9 et 170,8 kg.m⁻³, avec un rapport H/S compris entre 6 et 14. Bourdot et al. [41] ont étudié la porosité du composite pour différentes formulations. La porosité du composite chanvre -amidon est autour de 89%.

L'étude des propriétés mécaniques du composite chanvre-amidon consiste à préparer des échantillons cubiques 15x15x15 cm³ (essais de compression), et 10x10x40 cm³ (essais de flexion) compactés sous pression égale à 0,25 MPa. Les essais ont été faits à l'aide d'une machine Instron 8800, en utilisant comme vitesse constante 0,2 et 0,1 mm/s [16] et 0,1 et 0,05

mm/s [41,42] respectivement pour les essais de compression et les essais de flexion. Le module d'Young ou module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν ont été mesurés en utilisant le système optique ARAMIS muni de deux caméras stéréo (voir Figure I.6).

Le composite chanvre-amidon a une résistance à la compression σ_c comprise entre 0,4 MPa et 0,5 MPa, pour une densité variant entre 170,8 et 158,9 kg. m⁻³ [16], et un module de Young variant de 1,47 à 2,16 MPa. En revanche, Umurigirwa et al. [42] ont trouvé que σ_c est comprise entre 0,7 et 1,2 MPa. Bourdot et al. [41] ont trouvé les résultats suivants (Voir Tableau I.2).

Tableau I.2: Propriétés mécaniques du composite chanvre-amidon [41].

Sample	ρ_{amb} (kg/m ³)	σ_t (MPa)	σ_c (MPa)	E (MPa)	ν
HS8-1	182.8 ±0.6	0.08 ±0.001	0.57 ±0.03	2.14 ±0.04	0.13 ±0.03
HS8-2	188.3 ±0.9	0.11 ±0.002	0.63 ±0.02	2.47 ±0.06	0.19 ±0.01
HS10-1	182.0 ±0.3	0.08 ±0.002	0.57 ±0.02	2.04 ±0.06	0.11 ±0.01
HS10-2	187.9 ±0.4	0.10 ±0.002	0.60 ±0.01	2.33 ±0.03	0.16 ±0.00

En raison de la nature poreuse du matériau, les matériaux composites à base de chanvre et d'amidon constituent un bon matériau d'absorption acoustique pour les moyennes et hautes fréquences, avec une valeur d'environ 0,7. L'influence du rapport A/C sur le coefficient d'absorption est faible. Les résultats obtenus par les essais de Le et al. [15,16] montrent que les matériaux composites de chanvre d'amidon sont de bons matériaux d'isolation acoustique et peuvent également être incorporés dans la fabrication de murs insonorisés. Le composite chanvre-amidon absorbe entre 86 et 91% des ondes sonores ayant des hautes fréquences [42].

Concernant les propriétés thermiques, la conductivité thermique du composite chanvre-amidon varie entre 0,063 et 0,073 W/m. K. La conductivité thermique du chanvre-amidon a été mesurée par Umurigirwa et al. [43] par la méthode flux métrique, en respectant la norme ISO 8301 :1991. Ils ont trouvé que la conductivité thermique de ce composite est autour de 0,05 W/m. K pour une température 10 °C et 0 %HR ; cette valeur augmente avec l'augmentation de la température et de l'humidité.

La valeur tampon hydrique (MBV) est mesurée suivant le protocole de Nordtest. Le matériau chanvre-amidon a une valeur se situant entre 2,50 et 2,70 g/(%HR.m²), ce qui nous permet de positionner ce composite selon la classification de Rode [44] parmi les excellents régulateurs hygriques de l'ambiance [41,42]. Le traitement des chènevottes avec du NaOH suivi par celui de

l'agent de couplage silane augmente la valeur tampon hydrique du composite jusqu'à 3,49 g/(%HR.m²).

4.2. Roseaux

Les roseaux sont des plantes à tige creuse et rigide, normalement récoltées en hiver. Ils sont utilisés dans la construction des maisons depuis des décennies, sous forme de panneaux d'isolation thermique et acoustique (Figure I.6) appliqués soit à l'intérieur soit à l'extérieur. Fabriqués sans aucun produit chimique, ces panneaux sont compressés ensemble et tenus par un fil d'acier ou de nylon [45].

Le panneau de roseaux est un matériau de construction conventionnel utilisé dans les murs et les toitures, recouvert par un enduit. Les espaces creux remplis d'air à l'intérieur de chaque roseau et les couches d'air entre les roseaux fournissent un matériau qui s'appelle Hiss Reet Panel avec un très haut niveau de protection thermique et de réduction de bruit.



Figure I.6: Panneaux de roseaux [45].

La conductivité thermique de panneaux de roseaux est comprise entre 0,05 et 0,078 W/m. K [46], avec une densité égale à 190 kg. m⁻³.

Le coefficient d'absorption acoustique des roseaux a été étudié en détails par Chilekwa et al. [47] qui ont étudié aussi l'influence de la disposition des roseaux sur la performance acoustique des panneaux de roseaux en utilisant la méthode du tube de Kundt. Dans le cas où les roseaux ont été mis dans la direction orthogonale aux faisceaux des ondes sonores, le panneau de roseaux absorbe plus que 50% des ondes sonores. Oldham et al. [48] ont trouvé aussi que les matériaux poreux hétérogènes à base de roseaux alignés donnent une excellente absorbante acoustique pour les basses fréquences, en utilisant une chambre de réverbération. Une autre étude plus récente a analysé la performance acoustique des roseaux, en fonction de l'épaisseur des panneaux et a

confirmé que les panneaux des roseaux peuvent présenter un matériau durable et très économique parmi les isolants acoustiques [49].

4.3. Bagasse de canne à sucre

La bagasse est un co-produit principal de l'extraction du sucre de la canne à sucre (Figure I.7), et est souvent considérée comme un déchet. La bagasse est utilisée dans la fabrication des papiers grâce à sa teneur importante en cellulose (39%) [50].

Plusieurs équipes de recherche ont travaillé à l'élaboration des composites durables et innovants à base de bagasse.

Manohar et al. [51,52] ont étudié le potentiel d'utilisation de ces fibres naturelles biodégradables dans l'isolation thermique des bâtiments. La conductivité thermique apparente des échantillons a été mesurée en utilisant la méthode du flux métrique, avec une différence de température égale à 22 °C, et des températures moyennes différentes. Les échantillons, ayant une masse volumique variant entre 70 et 120 kg. m⁻³, ont une conductivité thermique comprise entre 0,046 et 0,054 W/m. K.



Figure I.7: Canne à sucre (gauche), Bagasse (droite).

Ces valeurs se situent dans la plage de 0,02 W/m. K à 0,06 W/m. K qui est normalement utilisée pour l'isolation thermique [51]. La conductivité thermique de panneaux isolants faits de coquilles de noix de coco et de bagasse a été mesurée selon la norme ISO 8301 montrant que ces deux types de panneaux isolants ont des valeurs de conductivité thermique allant de 0,046 à 0,068 W/m. K [53].

Kazem et al. [54] ont étudié les propriétés mécaniques et physiques, ainsi que l'absorption acoustique, de matériaux homogènes et multicouches à base de bagasse de canne à sucre.

L'absorption acoustique a été mesurée par la méthode du tube de Kundt. Cette étude a confirmé que l'absorption acoustique est influencée par le type de composite fabriqué. La meilleure performance acoustique a été trouvée pour les composites de masse volumique égale à 500 kg. m^{-3} élaborés sous forme de multicouches en utilisant un liant de Mélamine-Carbamide-Formaldéhyde, et pour les composites homogènes avec un liant à base de Carbamide-formaldéhyde de masse volumique égale à 400 kg/ m^3 . Dans les deux cas, l'absorption acoustique du composite dépasse 0,5 pour les fréquences supérieures à 1000 Hz.

4.4. Cattails (Typha)

Les cattails sont des plantes de genre Typha, qui sont considérées néfastes pour les autres plantations. Les cattails sont cultivés dans les zones tropicales du sud-est asiatique (Thaïlande, Malaysia, et Philippines), et dans les zones Nord-Américaines pacifiques. Les agromatériaux à base de cattails sont résistants aux moisissures et à l'humidité.

Luamkanchanaphan et al. [55] ont étudié les propriétés physiques, mécaniques et thermiques d'un agromatériau à base de feuilles étroites de cattails avec un liant à base de Diisocyanate de méthylène diphényle (MDI). Cette étude a montré que ce matériau a de bonnes propriétés mécaniques et physiques. La mesure de la conductivité thermique selon la norme ASTM C518, a montré que les panneaux de cattails-MDI ayant une densité variant entre 200 kg. m^{-3} et 400 kg. m^{-3} , présentent une conductivité thermique allant de $0,0438 \text{ W/m. K}$ à $0,0606 \text{ W/m. K}$.

L'institut Fraunhofer a étudié un matériau à base de cattails et d'un liant minéral à base de magnésite (Figure I.8). Ce composite a une basse conductivité thermique égale à $0,052 \text{ W/(m. K)}$. Il offre une excellente résistance contre l'ignifugation, et une bonne isolation acoustique et thermique. Il est relativement perméable, mais suffisamment serré afin de régulariser l'humidité relative du milieu dans la plupart des applications [56].



Figure I.8: Panneaux de cattaills et un liant magnésite [56].

4.5. Epis de maïs

L'épi de maïs est un déchet agricole de la plante de maïs (Figure I.9). Pinto et al. [57] ont découvert une technique de construction portugaise répandue aux XVIII et XIX siècles, réalisée en utilisant des épis de maïs et de la terre, comme matériau de remplissage.

La conductivité thermique mesurée par Pinto et al. [58,59] est égale à 0,101 W/m. K, est très élevée. Ce composite ne peut donc pas être un bon isolant thermique.



Figure I.9: Epis de maïs [58].

4.6. Tige de coton

La tige de coton est très riche en cellulose et en lignine, 46% et 26% respectivement, ce qui permet de fabriquer un matériau à base de tige de coton sans utiliser un liant chimique. Zhou et al. [60] ont étudié les propriétés mécaniques et thermiques du matériau à base de coton, en fonction de la teneur en eau et de sa densité. Les résultats montrent que pour un matériau de densité variant entre 150 et 450 kg. m⁻³, la conductivité thermique varie entre 0,059 et 0,082 W/m. K (Figure I.10).

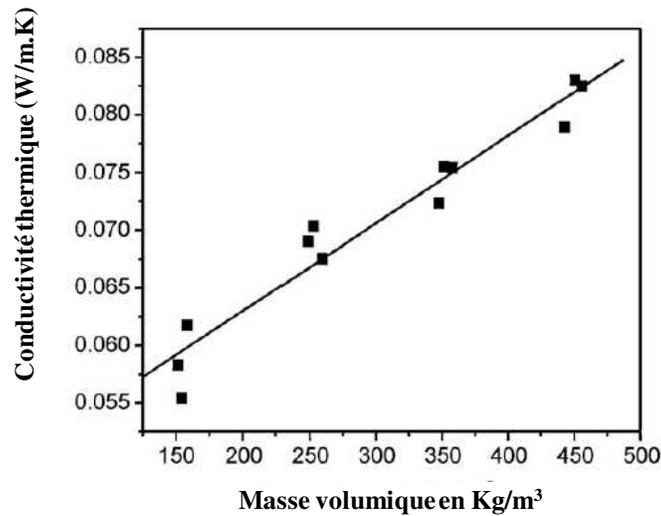


Figure I.10: Variation de la conductivité thermique du matériau à base de tige de coton en fonction de la densité [60].

4.7. Fibres des palmiers

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est bien cultivé dans les pays arides et semi-arides dans le monde. Ses fruits ont différentes couleurs, saveurs, douceurs, acidités et textures, et sont bien connus comme aliment de base (Figure I.11). Ils se composent d'un péricarpe charnu et de graines. Dans certains pays récoltant la date, les noyaux sont rejetés ou utilisés comme fourrage pour les animaux domestiques.

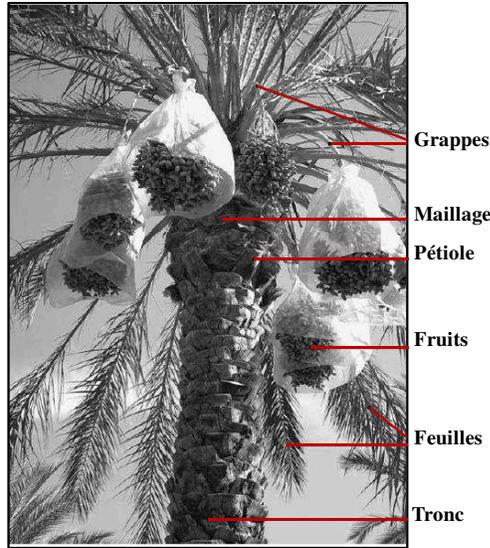


Figure I.11: Photo d'une palmier dattier [61].

Diverses études ont caractérisé des matériaux à base de fibres de palmiers. Khedari et al. [62] ont étudié la morphologie des fibres de palmiers et ses propriétés thermiques et chimiques. Ils ont une conductivité thermique très proche de celle des matériaux d'isolation thermique ($0,083\text{W/m. K}$) [61]. Les propriétés mécaniques, la conductivité thermique, et la diffusion de l'humidité des fibres de palmiers montrent leur potentiel comme matériau prometteur pour l'isolation des bâtiments [63–67].

En outre, plusieurs travaux ont étudié divers types de déchets des palmiers, en utilisant des liants à base de polymères dans une matrice polymère [68–70], ou avec du ciment, du sable et de l'eau, pour produire un matériau composite utile dans la construction moderne des bâtiments [62,71–73].

4.8. Durian

Ce fruit est cultivé dans le sud-est de l'Asie et principalement en Thaïlande (Figure I.12).



Figure I.12: Plante du durian (gauche), et son fruit (droite).

Khedari et al. [74,75] ont étudié les propriétés mécaniques et thermiques des panneaux à base de pulpe de durian. Ils ont étudié la performance énergétique et mécanique de ces panneaux en fonction de leur densité et de différents types de liants [76]. La formule optimale était celle où le composite avait une masse volumique égale à 428 kg. m^{-3} et une conductivité thermique égale à $0,064 \text{ W/(m. K)}$. La conductivité thermique, d'un matériau ayant 50% de pulpe de durian et une masse volumique égale à 330 kg. m^{-3} , mesurée par Khedari et al. [74] est de $0,0728 \text{ W/(m. K)}$.

4.9. Coques du riz

Le riz est le produit le plus cultivé dans le monde après la canne à sucre et le maïs, avec une production de plus de 700 millions tonnes par an. Par conséquent, une grande quantité de déchets de cette culture est produite, portant leur potentiel à être utilisés dans la fabrication de matériaux durables et renouvelables.

Yarbrough et al. [77] ont étudié la possibilité d'utiliser un matériau à base de coques de riz et de coquilles de noix de pécan écrasées (voir Figure I.13) qui sont deux déchets solides, comme isolant thermique de l'enveloppe du bâtiment. La conductivité thermique apparente à $24 \text{ }^\circ\text{C}$ varie entre $0,0464 \text{ W/m. K}$ et $0,0566 \text{ W/m. K}$; la plus petite valeur correspond à une masse volumique égale à 154 kg. m^{-3} .

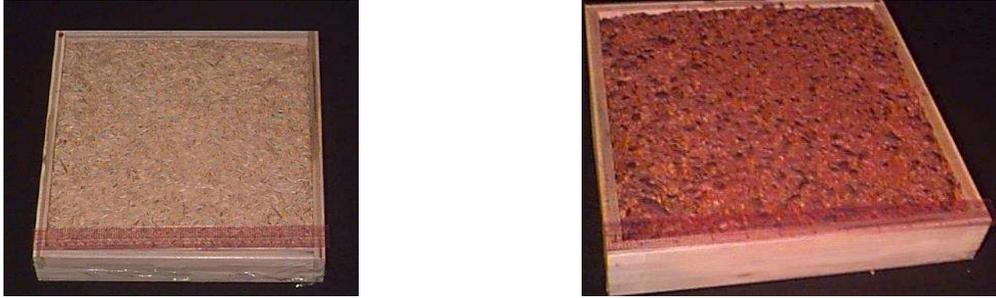


Figure I.13: Panneau de coques de riz (gauche), et un autre de coquilles de noix de pécan broyée (droite) [77].

H.S. Yang et al. [78] ont étudié la performance acoustique de différents types de matériaux à base de riz, en faisant varier la teneur en riz dans les composites. Le matériau contenant 10% de paille de riz était le meilleur absorbant pour les ondes sonores et les bruits.

4.10. Feuilles d'ananas

La fabrication des composites isolants à base de feuilles d'ananas (Figure I.14) est considérée comme une solution environnementale du recyclage des produits résiduels de la production de l'ananas.

Tangjuank [79] a étudié l'élaboration et la caractérisation d'un composite à base de feuilles d'ananas avec un liant formé par le latex de caoutchouc. Les résultats de cette étude ont montré que le composite de l'ananas présente une conductivité thermique très faible (0,035 W/m. K) avec une masse volumique égale à 210 kg. m⁻³ qui lui permet de remplacer les matériaux isolants synthétisés.

Kumfu et al. [80] ont étudié la performance thermique du même composite, selon l'American Society for Testing Materials standard. La conductivité thermique est égale à 0,057 W/m. K pour une masse volumique égale à 338 kg. m⁻³.



Figure I.14: *Fibres de feuilles d'ananas* [79].

4.11. Fibres de tournesol

Le tournesol est un produit bien cultivé dans le monde entier, grâce à une grande teneur d'huile dans ses grains. Vandenbossche et al. [81] ont étudié les propriétés thermiques et physiques d'un agromatériau à base de moelle du tournesol (Figure I.15). Il a une faible conductivité thermique (0,0378-0,0524 w/m. K) avec une faible masse volumique allant de 60 kg. m⁻³ à 80 kg. m⁻³.

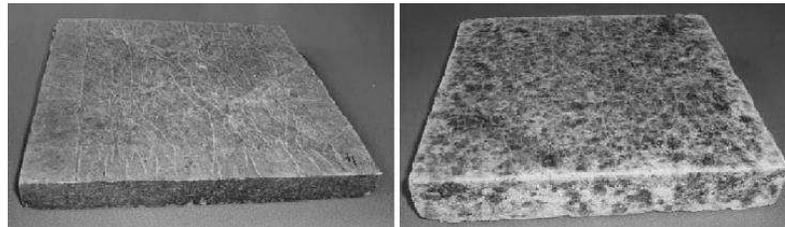


Figure I.15: Agromatériau de tournesol [81].

Une autre étude a testé l'influence de la pression du compactage sur ses propriétés thermiques et mécaniques. L'augmentation des conditions du moulage a augmenté la masse volumique du composite de 500 kg. m⁻³ à 858 kg. m⁻³, ainsi que sa résistance à la flexion et son module d'élasticité [13]; En revanche la conductivité thermique du composite a été améliorée en diminuant la densité du composite (0,0885 W/m. K) [82].

5. Betterave sucrière (*Beta vulgaris*)

5.1. Origine et Histoire de la betterave sucrière

La plante de betterave sucrière est une plante bisannuelle qui appartient au genre *Beta vulgaris* de la famille des chénopodiacées. La betterave est considérée comme une plante principale pour produire le sucre dans les pays tempérés, et comme une culture d'hiver dans les zones à climat plus chaud, depuis la deuxième guerre mondiale. Cette plante peut être cultivée sous des différents climats et divers sols, même dans les sols marginaux.

La plantation de la betterave s'étend sur 70 millions d'hectares à travers le monde (Etats Unis, Russie, Turquie et Pologne). L'Allemagne et la France (8 millions de tonnes en Champagne Ardennes) se situent dans les premiers rangs mondiaux des pays producteurs de sucre de betterave [83].

Avant le XVII^{ème} siècle, la canne à sucre était la seule source de la production de sucre de table [84]. En 1747 le chimiste allemand Maggraf a introduit une nouvelle source de sucre, en isolant la substance sucrée dans la betterave sucrière. A la fin du XVIII^{ème} siècle, son élève Achard a lancé l'étude de la plantation de la betterave et la production de sucre. Il a réussi de convaincre l'empereur Frédéric II de l'importance de son étude, pour ouvrir par la suite sa première usine implantée en Silésie au début du XIX^{ème} siècle. Au début du XIX^{ème} siècle, le blocus opposant la France a fermé tout le continent aux produits anglais, et par suite il a contribué à la pénurie du sucre de canne, ce qui a poussé Napoléon à inciter les français à cultiver des milliers d'hectares de betterave sucrière. A la fin du XIX^{ème} siècle, la betterave sucrière est entrée dans l'agriculture américaine par l'intermédiaire de son réseau de collèges agricoles, de stations expérimentales et d'extensions coopératives [85].

5.2. Extraction du sucre

Le saccharose est un sucre de saveur douce, extrait sous forme liquide de la racine de la betterave sucrière (*Beta vulgaris*), de la tige de la canne à sucre, des fruits et des légumes. Il est un diholoside formé d'une molécule de glucose et d'une molécule de fructose, liées entre elles par des liaisons α (1 \rightarrow 2) β . Sa formule est $C_{12}H_{22}O_{11}$, nommé α -D-glucopyranosyl-(1 \leftrightarrow 2) - β -D-fructofuranoside, couramment abrégé en Glc-Fru, et sa masse molaire est 342,3 g/mol [86]. Toutes les plantes vertes

peuvent produire le sucre (saccharose) via la photosynthèse, phénomène par lequel elles libèrent de l'énergie et de l'oxygène pour assurer leurs besoins alimentaires.

Le saccharose est disponible sous forme de poudre blanche grâce à des traitements de blanchiment et de cristallisation qui éliminent les vitamines et les sels minéraux. Il est souvent utilisé comme additif alimentaire dans le monde entier, et il est nommé parfois sucre de table. Le sucre est aussi utilisé comme conservateur, antioxydant, tensioactif dans les savons. Il est utilisé aussi dans la fabrication des savons, des encres et des produits cosmétiques [87,88].

La sucrerie est une usine qui produit le sucre ou le saccharose par extraction de la betterave sucrière ou de la canne à sucre en exécutant plusieurs étapes successives [89,90] comme le montre Figure I.16.

A la suite de la récolte, la betterave commence à consommer le sucre stocké dans sa racine, c'est pour cela qu'elle est traitée rapidement, car elle est périssable et biodégradable, entraînant un risque de fermentation et de difficulté d'extraction du sucre.

Dès la réception des betteraves en usine, les collets et les feuilles seront éliminés car ils présentent une composition très différente de celle des racines, et la betterave sera évaluée. Après, les betteraves passent par voie hydraulique au lavage, qui sert à séparer les pierres, le sable et tous les produits étrangers de la betterave sucrière, au moyen de trois dispositifs : un cylindre éboueur, un épierreur et un tapis balistique qui élimine les déchets adhérant aux betteraves comme les gravillons. Après le lavage, des couteaux entraînés par un grand disque découpent les racines en des petits morceaux appelés "cossettes".

A l'entrée de l'appareil, les cossettes circulent à contre-courant avec de l'eau chaude à 70-80 °C et le jus de sucre est extrait des cellules de la betterave par la diffusion des substances solubles de la matière première dans l'eau (Figure I.17a). Cette diffusion (Figure I.17b) obéit à la loi de Fick [89], pour donner à la sortie les pulpes de betterave qui sont transformées séparément en granulés pour l'alimentation du bétail et d'autres produits [91].

L'étape suivante est l'épuration du jus de diffusion, qui porte sur un traitement à la chaux suivi de deux carbonatations successives afin de précipiter l'excès de chaux. Le traitement à la chaux se fait en deux étapes, le premier est l'alcalinisation du jus de diffusion qui consiste à précipiter les acides, les matières azotés, les anions et les cations 2+ et 3+, et la deuxième porte sur un chaulage massif qui sert à dégrader les composés azotés et les sucres réducteurs. Suite au traitement à la chaux, le dioxyde de carbone barbote dans le jus et précipite la chaux selon la réaction suivante :



L'usine utilise l'énergie émise pour évaporer l'eau contenue dans le jus. Cette carbonatation se fait deux fois pour avoir un jus plus clair, et une pureté élevée (93%).

Après une deuxième filtration pour s'assurer que tous les matériaux non sucrés sont enlevés, le jus va dans un évaporateur à 6 chaudières autoalimentées. Une fois encore, le jus est bouilli sous vide et les cristaux commencent à se former. Le sucre restant et le mélange de sirop qui en résultent sont appelés masse cuite.

Après, la cristallisation est réalisée en trois étapes appelées « jets », « cristallisation », « malaxage et essorage ». L'eau chaude propre est utilisée pour laver le sucre, produisant des cristaux de sucre blanc pur. Suite à l'essorage de la masse cuite, on obtient la mélasse et des cristaux humides qui sont séchés avec de l'air chaud filtré dans un granulateur à tambour rotatif et le sucre séché passe sur des tamis qui séparent les différentes tailles de cristaux de sucre. Les produits sont ensuite emballés et expédiés aux épiceries et aux fabricants de produits alimentaires. La mélasse contient la moitié de son poids en sucre, et est utilisée comme un agent important dans la production d'antibiotiques, de levure de boulanger, d'alcool carburant, ainsi que de compléments alimentaires pour animaux [91].

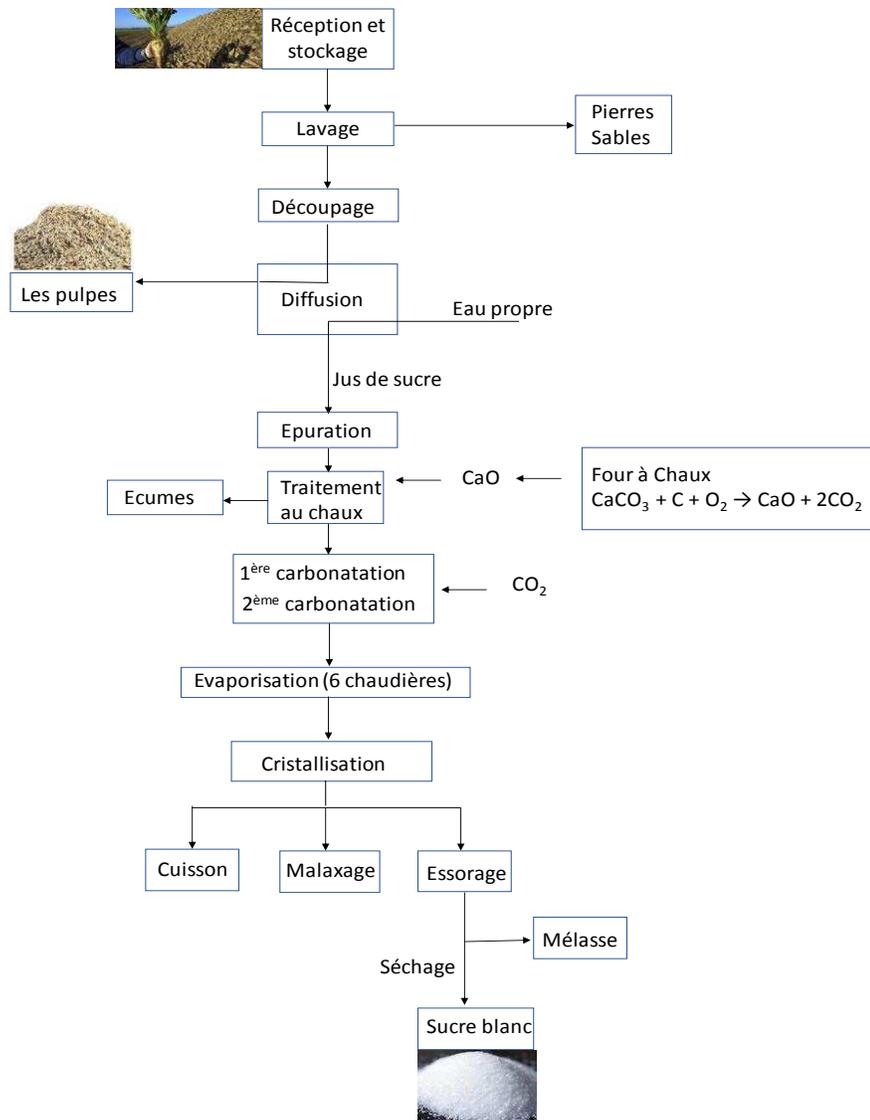


Figure I.16: Différentes étapes de l'extraction de sucre de la betterave sucrière.

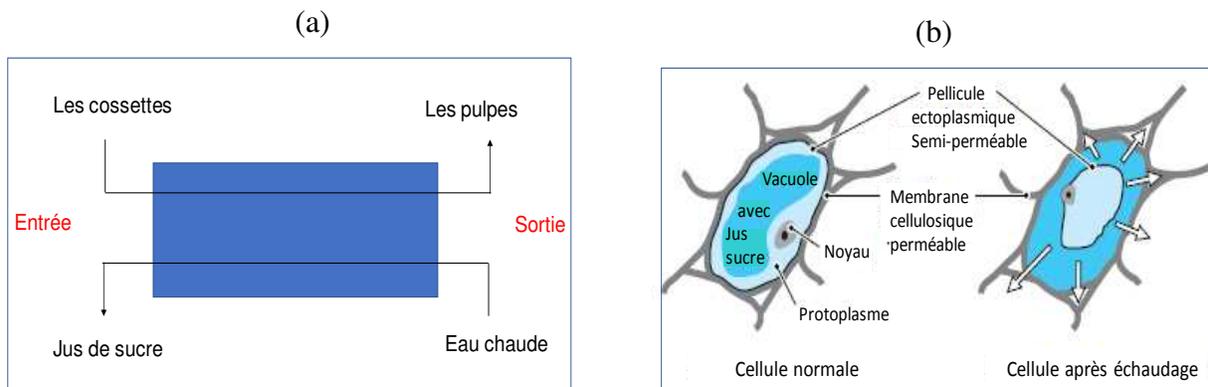


Figure I.17: (a) Extraction du sucre à contre-courant ; (b) Cellule de betterave dont on extrait le sucre.

6. Pulpe de betterave

La pulpe de la betterave est un coproduit de la betterave sucrière (Figure I.18). La pulpe constitue la partie insoluble restante après l'extraction du saccharose, et elle est très modifiable par des éléments extérieurs comme l'air, l'eau, les bactéries, les moisissures etc...

La pulpe de la betterave sucrière est considérée comme une excellente nourriture pour le bétail grâce à sa grande valeur nutritive et son excellente appétence. Elle existe sous deux formes différentes ; la pulpe fraîche, qui se présente sous forme de cossettes traitées à l'eau chaude en sucrerie, et la pulpe extrudée qui a subi des pressages mécaniques forts pour faire sortir le plus possible de jus de sucre [92–94].



Figure I.18: Pulpe de la betterave sucrière.

6.1. Composition chimique

La pulpe de la betterave sucrière contient des composants organiques (93%) et des composés minéraux (7%). Elle est principalement composée de cellulose, de pectine et d'hémicellulose (Figure I.19a) qui forment généralement la structure principale de la paroi cellulaire végétale (voir Figure I.19b).

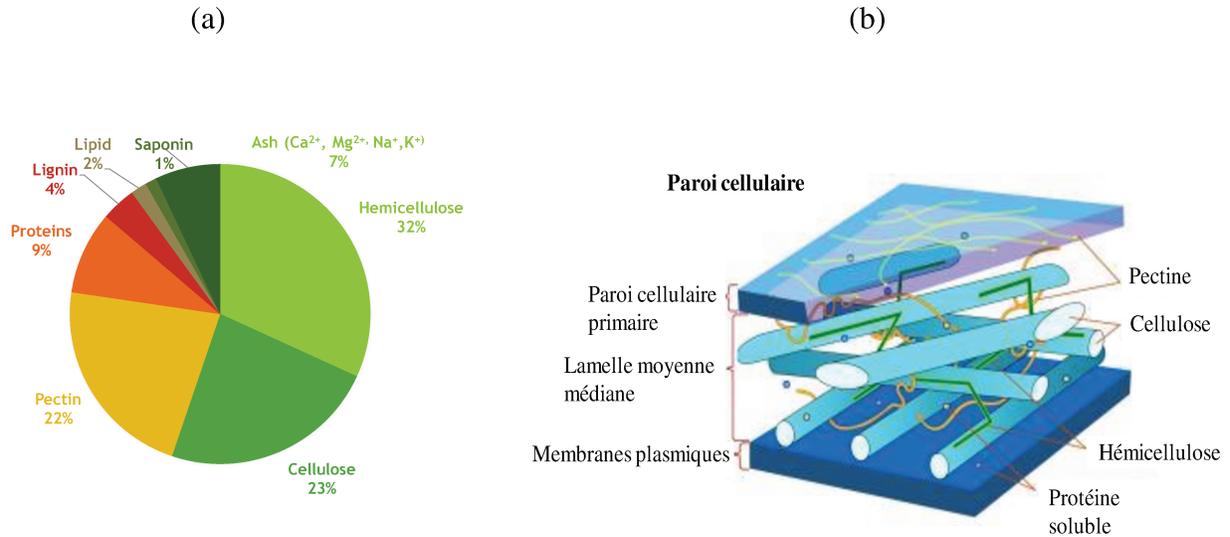


Figure I.19: (a) Différents composants de la pulpe de la betterave sucrière ; (b) Paroi cellulaire végétale [95].

6.1.1. Pectine

L'origine du mot pectine est pectos, un mot grec, qui veut dire compact ou coagulé. La pectine représente l'aspect gélifiant des fruits et des végétaux. Grâce à ses propriétés émulsifiantes, épaississantes et gélifiantes, la pectine est utilisée dans la production des aliments comme la fabrication des confitures.

Les pectines sont majoritairement composées de chaînes d'acides α -D- galacturoniques liées entre elles par des liaisons α (1→4) (Figure I.20), et elles contiennent des quantités faibles de β -L-rhamnose [94,96]. En outre, la pectine se trouve sous forme de composés pectiques donnant aux cellules végétales une grande capacité à absorber l'eau.

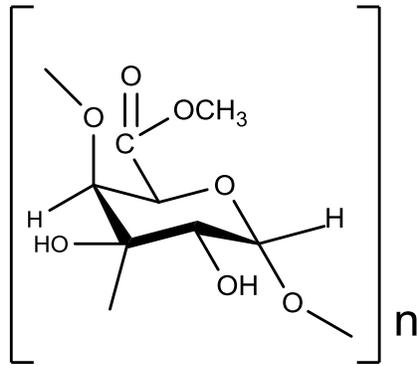


Figure I.20: Structure d'acides poly-galacturoniques.

La pectine est produite à partir de résidus séchés de marc de pomme (Nord et centre Europe), d'écorces d'agrumes (Etats unis, Brésil, sud Europe), de betterave sucrière (France, Allemagne...) [97,98] et de plusieurs types de fruits.

6.1.2. Cellulose

La cellulose est un glucide constitué d'une longue chaîne linéaire de molécules D-Glucose liées entre elles par des liaisons β -(1 \rightarrow 4) (voir Figure I.21). La cellulose représente la substance la plus abondante dans la nature, dont elle assure la rigidité des plantes et des végétaux. Elle n'est pas digérée par l'être humain, mais les herbivores et le bétail utilisent des enzymes produites par certaines bactéries de la flore intestinale pour digérer la cellulose [99,100].

La cellulose est le composant principal du bois, qui est l'élément essentiel de la combustion, et elle représentait donc autrefois, la première source d'énergie renouvelable. Actuellement, il existe de très nombreuses études et recherches sur la production de l'éthanol par fermentation directe de la cellulose.

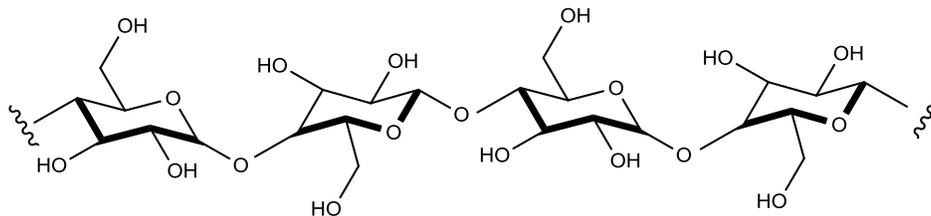


Figure I.21: Structure de la cellulose.

6.1.3. Hémicellulose

L'hémicellulose est un composé de la paroi cellulaire végétale. Elle est formée par plusieurs familles de polysaccharides liés avec la cellulose par des liaisons hydrogènes. L'hémicellulose est composée de longues chaînes d'oses, qui ont des structures complexes (exemple Figure I.22).

Les hémicelluloses ont une structure complexe et amorphe constituée de polysaccharides, principalement le xylose, l'arabinose, le galactose, le mannose, le fructose, le glucose et l'acide glucuronique, reliés entre eux par des liaisons $\beta(1\rightarrow4)$, pour former des chaînes ramifiées. En outre, l'hémicellulose est une substance soluble dans l'eau chaude qui peut s'hydrolyser dans une espèce acide [95,101–103].

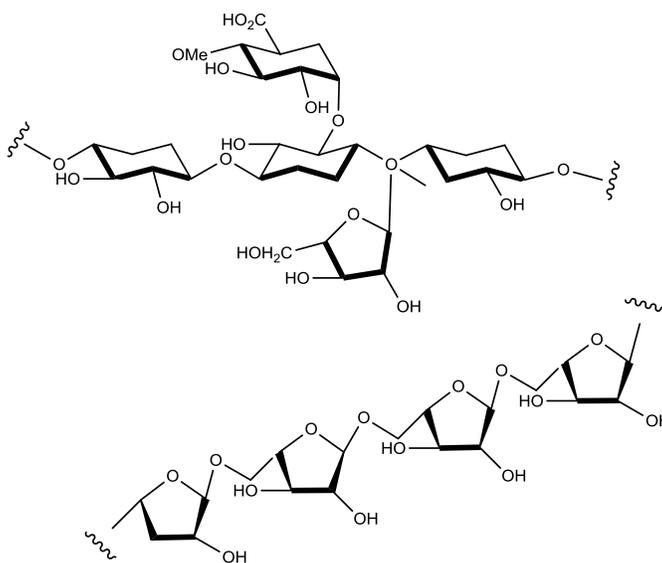


Figure I.22: Structure chimique de l'hémicellulose (en haut : glucuronoarabinoxylane, en bas : arabinane).

6.2. Propriétés physico-chimiques

6.2.1. Morphologie

La morphologie des agrégats influe sur les propriétés mécaniques du composite pulpe de betterave-Ciment, et peut modifier sa performance mécanique. Monreal et al. [94] ont étudié la morphologie des divers types de pulpes de la betterave sucrière d'origines différentes, en appliquant la microscopie électronique à balayage (MEB) et en utilisant l'analyse d'image.

Les pulpes extrudées sont des agrégats qui ont une forme cylindrique de 6 cm de longueur, ayant une surface lisse présentant quelques fissurations (voir Figure I.23). Quand elles se désagrègent, leur surface devient plus rigoureuse et irrégulière, ce qui améliore l'adhésion des pulpes avec le liant.

En appliquant l'analyse d'images, Monreal et al. [94] ont trouvé que la forme des pulpes de betteraves présente une répartition hétérogène de leurs dimensions (surface, périmètre), ces formes étant plus assimilées à des rectangles.

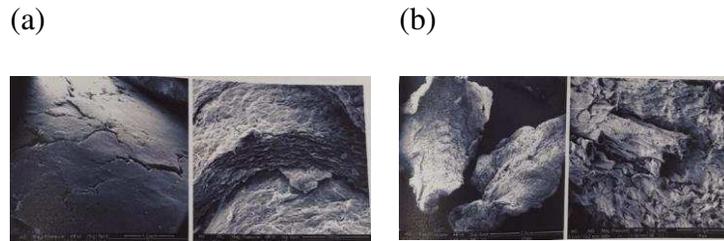


Figure I.23: (a) Observation au MEB de la surface extérieure d'un pellet du SICA de chevrières ; (b) Observation au MEB des paillettes de chevrières [94].

6.2.2. Absorbance d'eau

Monreal et al. [94] ont mesuré aussi l'absorbance d'eau $W_t\%$, de divers types de pulpes de betteraves, suivant cette équation : $W_t\% = 100 \times (M_t - M_0) / M_0$, où M_t et M_0 représentent la masse de l'échantillon à l'instant t et la masse initiale de l'échantillon respectivement. Ils ont trouvé que les pulpes de betteraves sucrières ont le pouvoir d'absorber entre 2.5 et 3.5 fois leurs masses. Cette grande absorbance d'eau aboutit à un gonflement également énorme (220 et 325%). Cette augmentation du volume des pulpes est due à la grande quantité d'eau absorbée. Le taux de gonflement des particules a été calculé suivant cette équation : $G\% = 100 \times (V_f - V_i) / V_i$, où V_f et V_i représentent le volume de l'échantillon à l'état final et à l'état initial respectivement.

6.3. Domaines d'applications de la pulpe de betterave

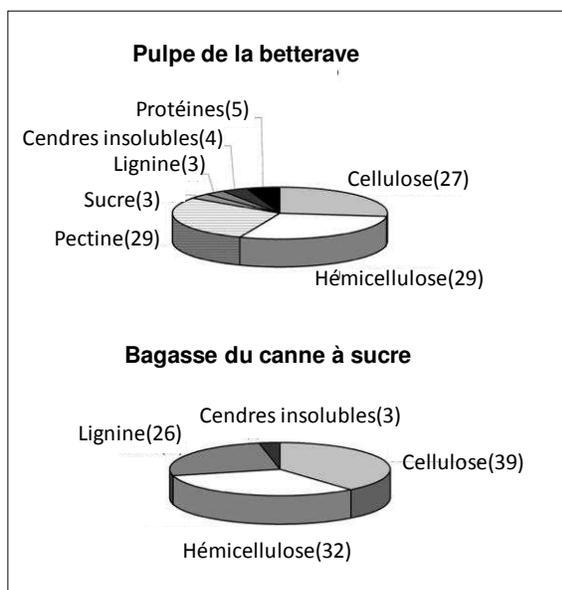
6.3.1. Fabrication du papier

Les problèmes environnementaux dus au processus de l'extraction du sucre de la pulpe de la betterave sucrière (*Beta vulgaris*) sont principalement liés à la grande production des pulpes, la consommation de grandes quantités de chaux, la production de la vinasse et la consommation

d'énergie et d'eau. Dans ce contexte, il est proposé d'utiliser la pulpe et les boues de la carbonatation pour fabriquer les papiers et utiliser la vinasse dans la fabrication des engrais [50].

Il est bien connu que le constituant principal du papier est la cellulose. Normalement la cellulose est extraite des arbres (1 kg de cellulose nécessite 7 kg d'arbres sans racine, feuilles et branches). Dans le but d'améliorer l'environnement, des matériaux alternatifs sont utilisés pour la fabrication des papiers comme la canne à sucre ou la pulpe de la betterave sucrière (*beta vulgaris*) (Figure I.24) [50,104,105].

(a)



(b)

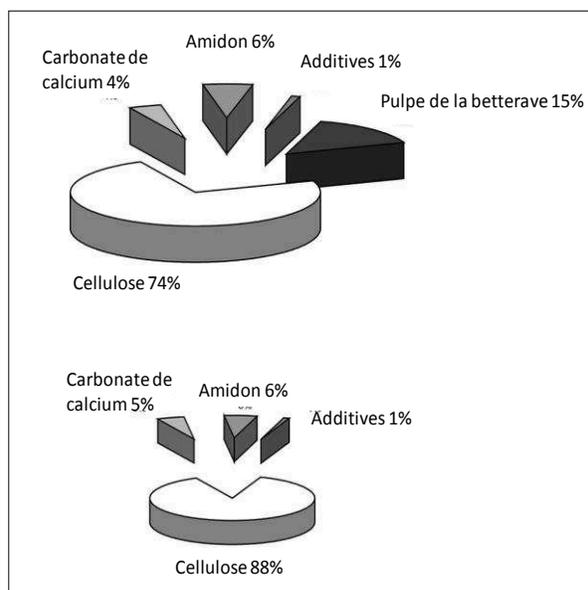


Figure I.24: (a) Composition de la pulpe de betterave et de la bagasse de la canne à sucre ; (b) Composition du papier produit avec et sans pulpe de betterave [50].

Les papiers fabriqués avec de la pulpe de betterave n'ont évidemment pas la même couleur blanche que ceux fabriqués avec de la cellulose pure ; ils sont utilisés normalement pour l'impression et les photocopies, bien que Champon et al. [106] aient réussi à améliorer à la fois leur blancheur (63,8% ISO), leur opacité et leurs propriétés mécaniques en les traitant avec du peroxyde d'hydrogène dans un milieu alcalin, suivi par un traitement d'ozonisation.

Un des produits principaux entrant dans la composition du papier, autre que la cellulose, est le carbonate de calcium, dépendant des différentes utilisations des papiers. Il peut atteindre 20% de

la composition entière du papier. La fabrication du papier génère aussi des problèmes environnementaux à cause de la consommation de chaux, d'où la nécessité de diminuer cette consommation dans les papeteries. Le papier est produit par la substitution complète du carbonate du calcium par les dépôts de la carbonatation [50,107]. Les dépôts de la carbonatation des pulpes de betterave sucrière ont été introduits dans la fabrication du papier, et le résultat a été positif en obtenant une bonne qualité de papier en utilisant 33% des déchets provenant des sucreries (cf. Figure I.25).

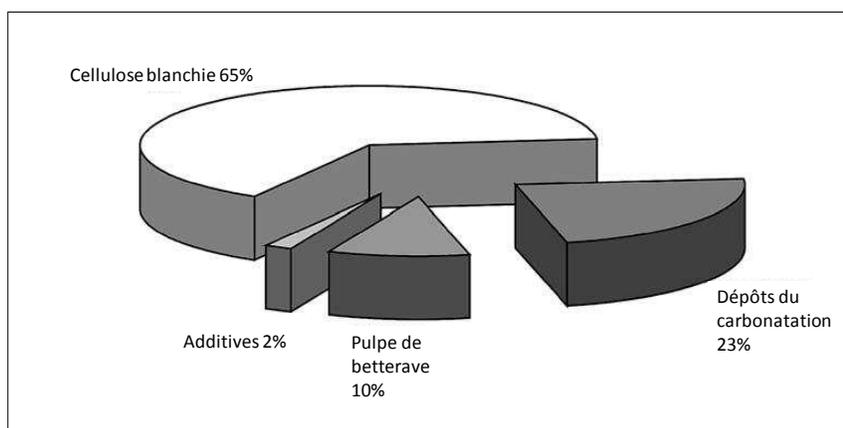


Figure I.25: Composition du papier produit avec de la pulpe de betterave et des boues de carbonatation.

6.3.2. Les ingrédients alimentaires

6.3.2.1. Bétail

La pulpe de betterave sucrière est souvent utilisée dans la production des aliments pour le bétail grâce à sa meilleure digestibilité et sa petite taille [108–110]. Teimouri [109] a étudié l'efficacité physique des régimes à base de pulpe de betteraves chez les vaches laitières, évaluée par les réponses de l'apport alimentaire, la digestibilité, l'activité mâchée et la production laitière [111].

Un autre sous-produit de l'extraction de sucre de la betterave sucrière entrant dans la fabrication de la nourriture des animaux est la mélasse de la betterave, qui est un liquide très visqueux qui contient plus de sa moitié en sucre. Meer et al. [112] ont étudié la digestibilité et la composition chimique des mélasses de la canne à sucre et de la betterave ; ils ont remarqué que la digestibilité de la mélasse était très élevée et que la mélasse ajoutée au foin augmentait la digestibilité des

matières organiques. Plusieurs études ont été faites pour mettre en exergue la composition et la digestibilité de la pulpe de la betterave sucrière et de la mélasse [113–115].

La fermentation de la mélasse donne naissance à un nouveau produit, "la vinasse de la mélasse" qui, grâce à sa richesse en matière azotée, et à son apport énergétique, présente des intérêts pour les ruminants. La vinasse de la mélasse pourrait même améliorer la valeur des fourrages pauvres tels que la paille et les foin [94].

6.3.2.2. Etres humains

Les fibres produites de la pulpe de betterave sucrière sont considérées comme un produit sécurisé selon Nordic sugar 2012 [94]. Elles sont produites par le séchage des pulpes de la betterave suivi d'un broyage mécanique. Les fibres de betterave ont la même composition chimique que celle de la pulpe de betterave : 26-32% hémicellulose, 22-24% cellulose, 7-8% protéines, et 18% pectine [116].

Tamimi et al. [117] ont travaillé sur l'extraction des protéines de la feuille de la betterave sucrière, à partir de deux jus, l'un contenant des protéines solubles et l'autre des protéines chloroplastiques insolubles.

Kunhel et al. [118] ont testé des traitements de la pulpe de la betterave sucrière, afin d'améliorer la digestion par les animaux des fibres betteravières. Ils ont trouvé que le prétraitement de la pulpe avec de l'eau et de l'acide sulfurique permet d'extraire plus de 80% des sucres et de la pectine stockés dans la pulpe.

Mohdaly et al. [119] ont étudié les propriétés antioxydantes de la pulpe de la betterave et de la pelure de la pomme de terre. Ils ont trouvé, parmi les solvants utilisés, que le méthanol a montré une plus grande capacité antioxydante chez la pulpe de betterave.

La génération de fonctionnalités prébiotiques à partir d'Arabinan, une enzyme biochimique qui se trouve largement dans la pulpe de la betterave sucrière, représente pour elle une valeur ajoutée significative [117].

Leontowicz et al. [120] ont étudié l'influence de la pulpe de betterave sucrière sur le niveau de cholestérol chez les rats. La fibre de la pulpe de betterave sucrière contient des propriétés

hypolipidémiques. L'effet hypolipidémie de la fibre peut être attribué aux parties hydrosolubles des fibres alimentaires.

6.3.3. Extraction de la pectine

La pectine (pêktós) est le principe gélatineux des végétaux. Elle se trouve largement dans différents genres de fruits et de légumes, tels que le citron, l'orange, la pomme et la betterave sucrière. Elle attribue, aux cellules végétales, leur capacité d'absorber une grande quantité d'eau, et donne leur texture, tandis que la cellulose assure la rigidité des végétaux [95]. La pectine extraite des fruits est souvent utilisée comme un agent de gélification pour produire la confiture [121]. La pectine est normalement constituée d'acides galacturoniques, de rhamnose et de sucres neutres tels que le galactose et l'arabinose. Les acides galacturoniques sont liés par des liaisons α (1-4) [122]. Les groupes d'acide acétique et férulique permettent de créer un réseau très fort pour former le gel, via la liaison des cations calcium Ca^{2+} , et les réticulations d'oxydation [123].

L'extraction de la pectine de la pulpe de betterave avec l'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA) a un rendement plus grand que celle avec de l'eau, ce rendement étant augmenté en utilisant des enzymes pectinolytique jusqu'à 95% (Figure I.26) [124].

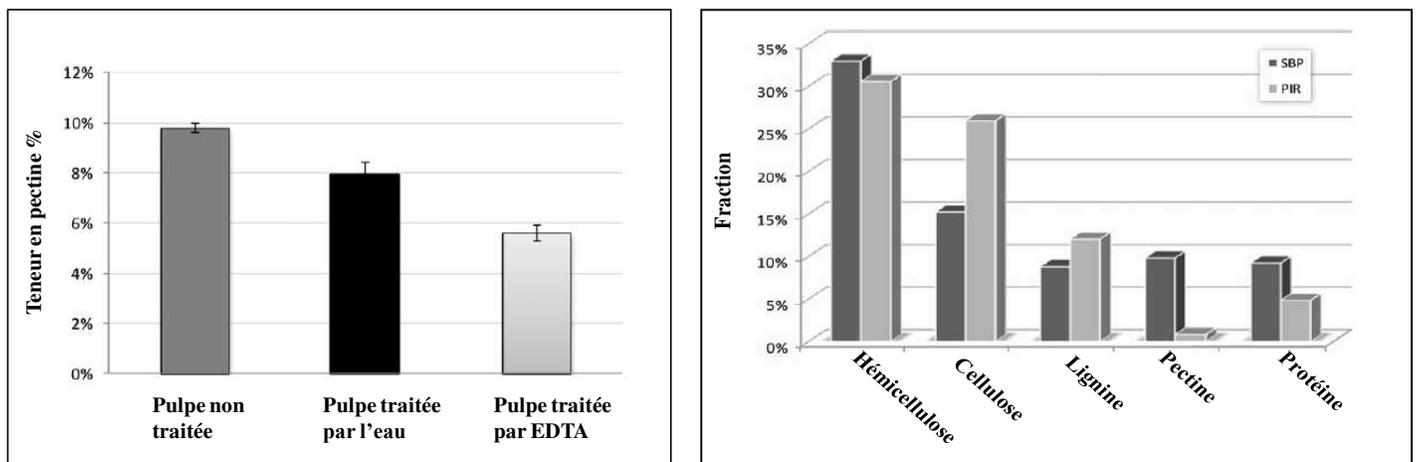


Figure I.26: Teneur en pectine dans les pulpes traitées et non traitées (gauche), influence des enzymes pectinolytiques sur l'extraction de la pectine (droite) [124].

Lv et al. [125] ont cherché les conditions optimales pour obtenir le rendement maximal de la pectine extraite de la pulpe de la betterave. Ils ont obtenu un rendement maximal de 24,45%, pour une extraction durant trois heures sous une température égale à 93,7 °C et un PH =1,21.

Les études faites par Fishman et al. [126] et Kirby et al. [127] ont montré que les protéines attachées à la pectine améliorent les propriétés de la betterave sucrière dans les émulsions [126]. Fishman et al. [128] ont étudié aussi l'extraction des polysaccharides solubles dans une solution alcaline (Figure I.27), intervenant dans la composition d'adhésifs, d'épaississants, de stabilisants, de formateurs de film, d'émulsifiants, et d'agent de suspension en cosmétique et pharmaceutique [129].

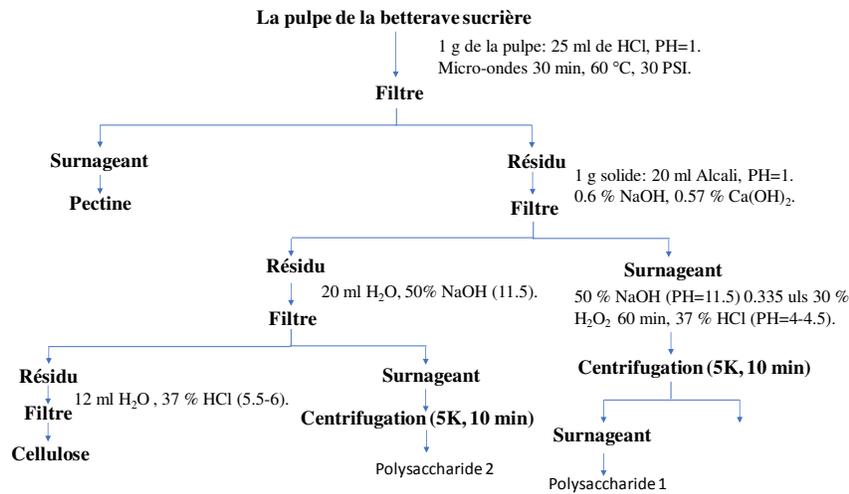


Figure I.27: Schéma représentatif de l'extraction des polysaccharides de la pulpe de betterave sucrière [129].

6.3.4. Matériaux et composites

Bon nombre de matériaux sont des composites synthétiques et des polymères qui proviennent de ressources pétrolières. Ce paragraphe présente les études réalisées sur les composites à base de pulpe de la betterave sucrière (PB), destinés à remplacer les composites synthétiques.

Liu et al. [130] ont produit des plastiques à base de pulpe de betterave en utilisant une extrudeuse bi-vis en présence d'eau et de glycérol (voir Figure I.28). Le compoundage de la pulpe fondue est favorisé par la pectine hydrosoluble existante dans la pulpe de betterave. Les composites plastifiés PB présentaient des propriétés mécaniques modérées qui étaient comparables à celles des autres

thermoplastiques naturels à base de polymères tels que l'amidon thermoplastique et la protéine de soja [131,132].

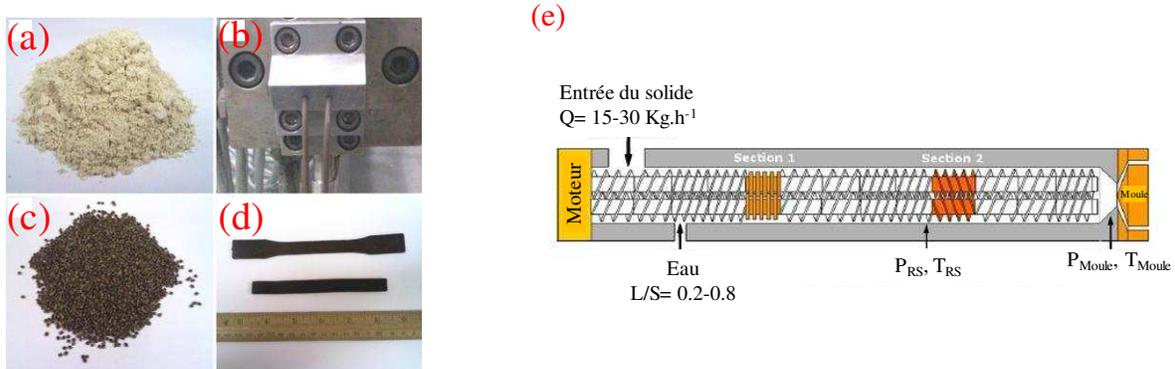


Figure I.28: (a) Photo de la PB en poudre ; (b) Mèches extrudées ; (c) Granulats ; (d) Echantillons moulés par injection ; (e) Représentation de l'extrudeuse à double vis [132].

Ces composites sont caractérisés comme des microfibrilles de cellulose suspendues dans une matrice de pectine. Une réaction d'oxypropylation a été effectuée en mettant en suspension la pulpe de betterave sucrière dans de l'oxyde de propylène en présence d'un catalyseur basique et en chauffant le mélange résultant sous pression, pour produire les éthers [133].

Chen et al. [134] ont élaboré un composite à base de pulpe de betterave sucrière avec un liant à base d'acide polylactique. Les propriétés mécaniques et thermiques ont été étudiées. Le Diisocyanate de diphenylméthane a amélioré les propriétés mécaniques de ce composite. Les propriétés de la tension mesurée ont été similaires aux autres plastiques [135].

La pectine, extraite de PB, est également utilisée dans les matériaux d'emballages plastiques [136,137]. Dans certains cas, la pectine peut être utilisée pour protéger les ingrédients actifs du choc thermique lors du traitement en couches minces pour l'emballage alimentaire [138].

6.3.5. Source d'énergie renouvelable

Les biocarburants tels que les alcools et les éthers représentent une source d'énergie renouvelable et écologique, à condition qu'ils soient produits dans des conditions énergétiques performantes.

L'éthanol utilisé en France dans le transport provient de la betterave sucrière et du blé. La betterave contient du saccharose (C₁₂O₁₁H₂₂), qui peut subir une fermentation selon la réaction suivante pour produire l'éthanol (C₂H₅OH) [139] :



La betterave sucrière a un meilleur rendement en bioéthanol que les autres matières premières utilisées (voir Tableau I.3).

Tableau I.3: Production et rendement du bioéthanol en fonction des certaines matières premières [140].

Tableau 3 – Production et rendement du bioéthanol [7]			
Matières premières	Quantité de matière première (t/t d'éthanol)	Rendement de matière première (t/ha)	Rendement en éthanol (t d'éthanol/ha)
Blé	3,24 à 3,53	7,77	2,2 à 2,4
Maïs	2,59 à 2,93	8,8	3 à 3,4
Betterave (1)	11,7 à 12,8	79,4	6,2 à 6,8
Canne à sucre (2)	0,07	87	6,1
Lignocellulose (3)	6,25	10	1,6

(1) valeurs exprimées avec un taux moyen en sucre de 18 % en masse.
(2) valeurs exprimées avec un taux moyen en sucre de 14,5 % en masse.
(3) par prétraitements et hydrolyse enzymatique, la production dépend de la teneur en cellulose qui peut varier de 33 à 50 %.

La vinasse de betterave sucrière, résidu de la production d'éthanol, contient de la bétaine (15%) qui est utilisée comme tensioactif amphotère dans les produits de soins personnels. Notons que la bétaine et les polyphénols peuvent être récupérés à l'aide de résines échangeuses d'ions [140,141].

6.3.6. Fabrication de produits chimiques

Les combustibles renouvelables et durables sont dérivés des sources biologiques. Ils ont ouvert l'horizon à l'utilisation complète de la biomasse qui peut se reproduire sans énergie solaire [142]. En général, les herbes lignocellulosiques ou les plantes ligneuses recueillent la plus grande attention des développements technologiques, pour récolter des sucres fermentescibles pour la conversion, à une large gamme, de produits chimiques de plate-forme, tels que l'éthanol. La faible teneur en lignine et la haute digestibilité de ses hydrates de carbone font de la pulpe de betterave sucrière (PBS) une matière première utilisée dans les bioraffineries. La fermentation nécessite la rupture de la paroi cellulaire et de ses composants comme, dans le cas de la pulpe de betterave

(PB), la pectine et la cellulose. L'utilisation de différents traitements enzymatiques affecte le rendement en sucre fermenté de la PB [118,143].

Bonnin et al. [144] ont extrait de la cellobiose de la pulpe de betterave sucrière afin d'étudier son effet favorisant sur la production de la vanilline par la bioconversion du champignon filamenteux *Pycnoporus cinnabarinus*. L'acide oxalique est produit, avec un rendement égal à 75%, à partir de la pulpe betteravière [145]. Le déshydraté de Galactitol et le myo-inositol ont d'abord été isolés du sirop de betterave sucrière en 1965 et sont utilisés dans des applications protéomiques et pharmaceutiques [146].

6.3.7. Elimination des polluants

La pollution des sources d'eau par les substances toxiques est un problème permanent de l'environnement et de la santé. L'utilisation de matériaux agricoles présente certains avantages par rapport aux matériaux classiques synthétisés, comme leur faible coût, la régénération des biosorbants et la récupération potentielle des métaux lourds [147–149].

Le biochar est produit en utilisant des températures élevées pour brûler la biomasse en ne gardant que le carbone (carbonisation). Yao et al. [150] ont montré que le Biochar améliorerait la fertilité des sols et leur capacité à retenir l'eau, et séquestre le carbone. Biochar a également un potentiel en tant qu'absorbant peu coûteux car il montre une grande capacité à retenir les métaux lourds. À l'aide d'une pyrolyse lente (600 °C), le résidu de betterave à sucre a été carbonisé et a démontré sa capacité à capturer des phosphates.

En utilisant une pyrolyse à haute température (500-700 °C), le carbone activé a été produit en utilisant de la bagasse de betterave sucrière activée par $ZnCl_2$ [151], ce qui a permis d'éliminer les nitrates de l'eau. Une autre technique à faible énergie convertit les lignocelluloses en carbone par la déshydratation de l'acide sulfurique. Altundogan et al. [152] ont montré qu'elles absorbent des métaux lourds, en particulier Cr (VI). La pulpe de betterave sucrière carbonisée est aussi utilisée pour décolorer les sirops de sucre [153].

7. Amidon de pomme de terre

7.1. Composition chimique

L'amidon est une substance glucidique d'origine végétale, composée des chaînes longues et ramifiées d'anhydro-glucose $C_6H_{10}O_5$ dans la conformation chaise la plus stable. Il représente la source de stockage d'énergie des végétaux. L'amidon est présent dans une grande partie des matières premières agricoles telles que les céréales (blé, maïs, et riz), les tubercules ou les racines (pomme de terre, Manioc) et les légumineuses (Pois) comme le montre la Figure I.29 [154–156].

Dans la nature, l'amidon se présente sous forme de granules 1 à 100 μm de diamètre moyen. Cette taille varie selon son origine botanique. Il contient aussi des composés mineurs (lipides, protéine, éléments minéraux) en quantités variables. Ces granules, à température ambiante, sont capables d'absorber de façon réversible une petite quantité d'eau qui interagit avec les molécules amidon par liaison hydrogène, conduisant à un léger gonflement de ces grains (voir Figure I.30). À température élevée supérieure à 60 °C et en présence d'eau en excès, les grains d'amidon subissent une rupture de liaison hydrogène entre les chaînes amylose et amylopectine. Par conséquent, un gonflement irréversible de ces granules se forme jusqu'à éclatement de la structure granulaire et libération totale des macromolécules d'amidon.

Les unités D-Glucose sont liées entre elles par des liaisons α (1→4) (95% à 96%), et par des liaisons α (1→6) (4% à 5%). L'amidon est composé de deux homopolymères de structures différentes : l'amylose qui représente des chaînes linéaires et l'amylopectine qui représente des chaînes ramifiées. La teneur en amylose et en amylopectine varie selon l'origine botanique de l'amidon (voir Tableau I.4).

Tableau I.4: Caractéristiques principales des amidons de différentes origines botaniques [155].

Origine botanique	Forme	Diamètre (µm)	Humidité à 66 % HR et 20 °C	Amylose (%)	Amylopectine (%)	Type
Céréales						
Blé	lenticulaire, rond	2 à 38	13	24 à 26	76 à 74	A
Maïs	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	24 à 28	76 à 72	A
Maïs cireux	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	< 1	> 99	A
Amylomais	sphérique déformé	4 à 22	13	70	30	B
Riz	polyédrique	3 à 8	13	17	73	A
Légumineuses						
Pois	réniforme	5 à 10	13	35	65	A
Tubercules						
Pomme de terre	ellipsoïdale	15 à 100	18	23	77	B
Manioc	rond, tronqué	5 à 35	13	17	83	A

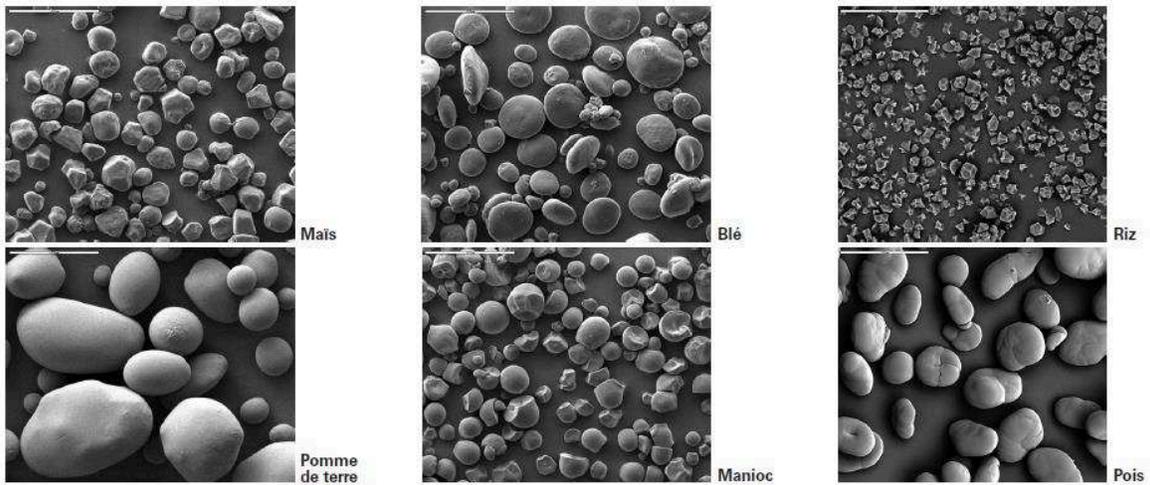


Figure I.29: Grains d'amidon avec un grossissement x280 [154].

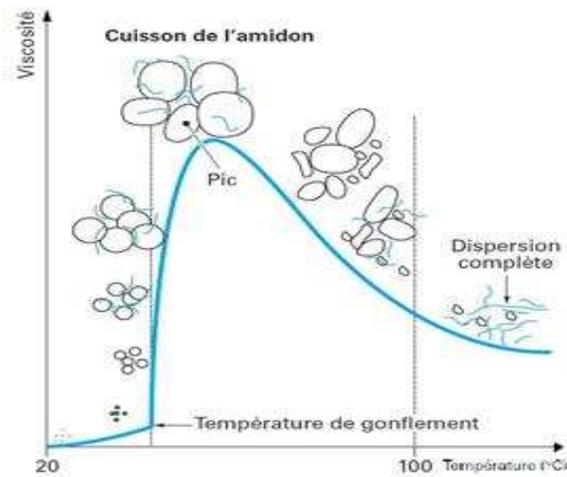


Figure I.30: Comportement de l'amidon à la cuisson et au refroidissement [156].

7.1.1. Amylose

L'Amylose est un homopolymère composé de chaînes linéaires de D-Glucose liées entre elles par des liaisons α (1 \rightarrow 4) (voir Figure I.31a). Les Amyloses peuvent réagir avec des composés organiques et minéraux comme l'iode, les acides gras libres, les lipides mono acylés et certaines molécules aromatiques, pour former des chaînes complexes. Dans ces dernières, l'Amylose se trouve dans une structuration hélicoïdale avec 6 unités de Glucose par tour. Dans le cas de l'iode, l'Amylose produit une couleur bleue, qui permet de déterminer la teneur de l'amidon en Amylose (voir Figure I.31b). En outre, les solutions d'Amylose ne sont pas très stables, à cause des liaisons hydrogènes intramoléculaires, qui peuvent aboutir à une cristallisation par entassement.

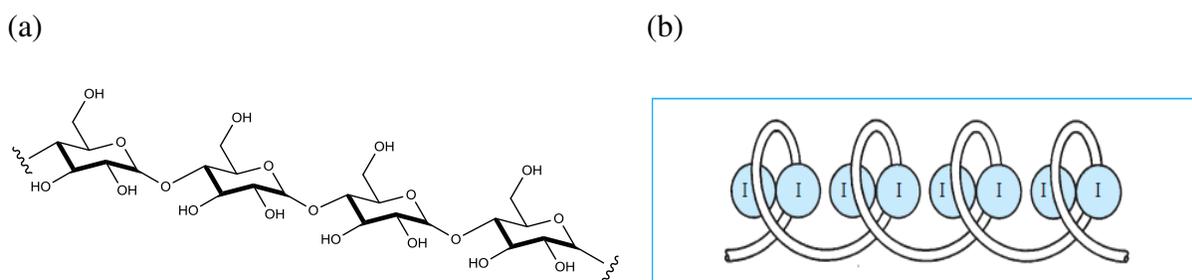


Figure I.31: (a) Structure de l'Amylose ; (b) Structure hélicoïdale du complexe Amylose-Iode [155].

7.1.2. Amylopectine

L'Amylopectine est le constituant principal de l'amidon (70%), et au contraire de l'Amylose, l'Amylopectine est composée de multiples courtes chaînes de D-Glucose, ramifiées et liées entre elles par des liaisons α (1 \rightarrow 6) (voir Figure I.32). L'Amylopectine a une faible capacité à se lier à l'iode, donnant une coloration variant entre le rouge et le violet. Il existe trois types des chaînes : les chaînes courtes (S short), les chaînes longues (L long), et les chaînes de degré de polymérisation supérieur à 60. En outre, les Amylopectines organisées en lamelles cristallines apportent la cristallinité de l'amidon [154–156].

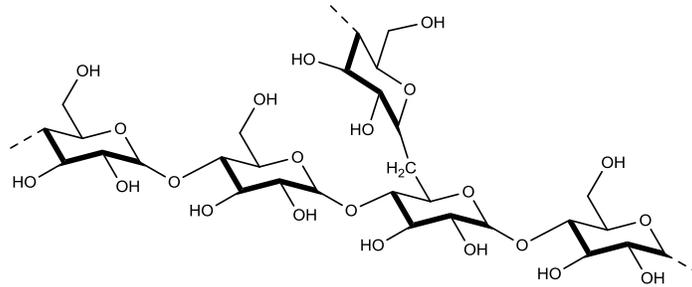


Figure I.32: Structure de l'Amylopectine.

7.2. Les domaines d'applications

L'amidon est un produit nutritionnel abondant, renouvelable, peu coûteux et très utilisé dans l'agroalimentaire à travers la production de boissons, confiseries et viennoiseries. L'amidon peut subir des fermentations, pour contribuer à la production du bio fuel comme par exemple le bioéthanol. L'amidon est utilisé aussi pour fabriquer les colles des papiers, les traitements de surface, la formulation de colles, l'encapsulation de produits pharmaceutiques, les cosmétiques, la papeterie et les matières plastiques biodégradables.

L'amidon de pomme de terre peut subir plusieurs modifications physiques, physico-chimiques, et biologiques, pour lui conférer de nouvelles propriétés et résoudre certains problèmes de dissolution qui défavorisent son utilisation [154–156].

8. Conclusion

Ce premier chapitre a dressé le bilan énergétique mondial et national par secteur. Le secteur résidentiel consomme des quantités importantes d'énergie et de ressources primaires. L'utilisation des matériaux composites à base végétale semble une solution efficace et cruciale pour cette problématique. Ce type de matériaux légers est capable de réduire les impacts environnementaux en réduisant les émissions de CO₂ dans le bâtiment.

De plus, ce chapitre a mis en lumière la fabrication et la caractérisation des différents composites lignocellulosiques fabriqués et utilisés dans le bâtiment. Les études hygrothermiques présentent des résultats positifs et encouragent l'utilisation des bio-composites dans le bâtiment comme un isolant thermique et acoustique. Le composite le plus connu en France est le composite chanvre-amidon. Il présente une bonne performance hygrothermique qui lui offre le pouvoir d'être utilisé comme un isolant hygrothermique de l'enveloppe du bâtiment des panneaux légers.

La betterave sucrière est bien cultivée en France et surtout dans la région Champagne Ardenne (33,8 millions de tonnes en 2016). Les pulpes de betterave sucrière sont des coproduits de la sucrerie qui sont majoritairement utilisées pour produire des aliments pour les animaux. L'élaboration des composites à base de pulpe de betterave vise à ajouter une valeur à cette dernière en l'utilisant dans le domaine de l'isolation du bâtiment. Parmi ces composites, on cite le béton de la pulpe de betterave sucrière fabriqué avec un liant minéral à base de ciment. Mais l'utilisation des liants minéraux comme le ciment provoque des impacts environnementaux. Le but de cette étude est de remplacer la matrice minérale par une matrice organique végétale à base d'amidon de pomme de terre, afin de fabriquer un composite 100% végétal biodégradable et renouvelable. L'amidon est utilisé majoritairement dans la fabrication de papiers ; il est capable de coller les fibres cellulosiques entre elles et il est utilisé récemment dans la production de bio-composites qui sont bien commercialisés en France. L'amidon présente un seul inconvénient au niveau de sa dissolution, il exige de l'eau chaude (50 °C) pour être utilisé comme un liant. Par ailleurs, de nouvelles études s'intéressent à modifier les propriétés de l'amidon par extrusion pour qu'il soit soluble dans l'eau froide. Le chapitre suivant va porter dans sa première partie sur l'étude des propriétés physico-chimiques de la pulpe de betterave qui peuvent influencer l'adhésion du composite et son comportement mécanique, et dans une deuxième partie, sur les méthodes de préparation et au matériel utilisés pour l'élaboration d'un nouveau agromatériau à base de pulpe de betterave et d'amidon de pomme de terre.

Chapitre II : Caractérisation de la pulpe de betterave et élaboration du composite pulpe de betterave-amidon

1. Introduction

Ce chapitre présente une étude des propriétés physico-chimiques de la pulpe de betterave sucrière extrudée ainsi que l'élaboration d'un agromatériau à base de pulpe de betterave extrudée et d'amidon de pomme de terre.

La morphologie de la surface des pulpes de betterave sucrière a été visualisée en prenant plusieurs photos microscopiques, les dimensions des agrégats étant évaluées en appliquant l'analyse d'images d'une part et en effectuant un tamisage de différentes mailles d'autre part. Une nouvelle méthode de mesure a été utilisée afin d'étudier la porosité des pulpes, qui représente une caractéristique essentielle influant sur les performances hygrothermique et mécanique du composite.

Ensuite, la fabrication du composite amidon-pulpe de betterave a été étudiée en réalisant plusieurs méthodes de malaxage et de séchage afin d'avoir la meilleure préparation du composite permettant d'élaborer un matériau avec une surface plate et parfaite. La densité et la porosité du composite ont été évaluées en fonction du rapport massique amidon/pulpe de betterave ($\frac{A}{PB}$) variant entre 0,1 et 0,4.

2. Matériaux

Les matériaux utilisés dans ce projet ont été fournis par les entreprises CRISTAL UNION (Pomacle, route de Bazancourt, France) pour la pulpe de betterave et ROQUETTE (Lestrem, France) pour l'amidon de pomme de terre.

2.1. Amidon de pomme de terre

L'amidon est souvent utilisé comme un agent collant dans la fabrication des papiers [156]. L'amidon du blé a été utilisé, d'après la bibliographie, pour élaborer des composites biosourcés ; il peut coller les particules entre elles et assurer la transmission des forces de cisaillement entre les fibres. La première utilisation de l'amidon dans ce domaine remonte à la découverte d'amidon de riz dans la construction de la Grande Muraille de Chine [15,16,41,42,157].

Dans cette thèse, nous utilisons l'amidon de pomme de terre (voir Figure II.1 et Figure II.2) en raison de son degré de polymérisation élevé, lui conférant de bonnes propriétés mécaniques et une meilleure viscosité dynamique du liant [158].



Figure II.1: Poudre d'amidon de pomme de terre.

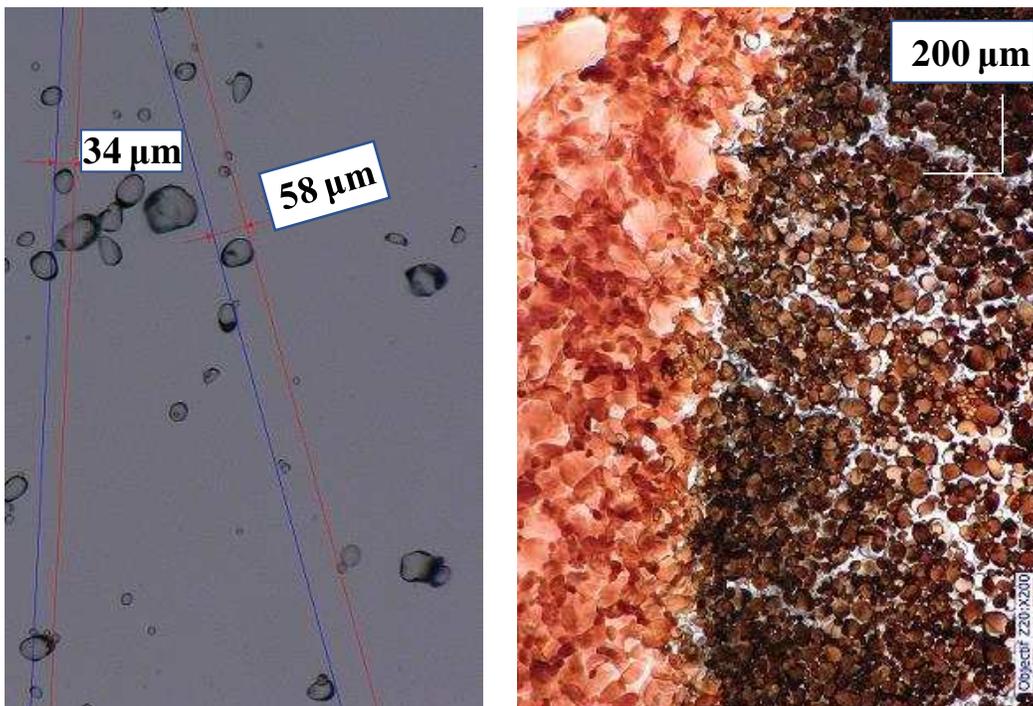


Figure II.2: Grains d'amidon de pomme de terre avec un agrandissement x200.

2.2. Pulpe de betterave extrudée

Les pulpes de betteraves à sucre (Figure II.3) ont été fournies par l'usine Cristal Union (Pomacle route de Bazancourt, France). Dans l'usine, les betteraves propres émergent du lavoir et tombent dans le coupeur dont les couteaux, entraînés par un disque de grand diamètre, coupent les racines en morceaux fins et rigides appelés cossettes [159,160]. Après extraction du sucre, les pulpes sont généralement pressées à 20-30% de matière sèche, et sont appelées pulpes surpressées. Pour assurer une bonne conservation dans le laboratoire, les pulpes fraîches sont déshydratées par lyophilisation avant utilisation. Dans le procédé industriel, les pulpes sont séchées à une humidité de 18% et agglomérées sous la forme de pellets séchés de 8-10 mm de diamètre. La pulpe de betterave à sucre est comprimée mécaniquement à une température élevée pour produire la pulpe de betterave sucrière extrudée, qui sert d'alimentation au bétail. Les pulpes extrudées sont composées principalement de pectine, de cellulose et d'hémicellulose [161].

Dans la partie suivante, une étude détaillée de la pulpe de betterave sucrière est présentée. Seront étudiés : la morphologie de la surface, l'analyse d'images, le tamisage et la composition chimique de la pulpe avant d'élaborer les composites.



Figure II.3: (a) Betterave sucrière ; (b) Pulpe de betterave fraîche ; (c) Pulpe de betterave extrudée ; (d) Pulpe de betterave extrudée séchée.

3. Propriétés physiques de la pulpe de betterave

3.1. Vue microscopique

La morphologie de la pulpe de betterave influence l'adhérence des agrégats avec la matrice, ainsi que les propriétés mécaniques des composites élaborés. Elle a été étudiée par microscopie optique (x100) et par traitement d'images en appliquant un logiciel d'analyse d'images.

Un microscope KEYENCE (voir Figure) avec divers agrandissements (x30 et x100) permet de visualiser les particules de la pulpe à l'état microscopique. Il est équipé d'une caméra qui permet de capturer des photos microscopiques à analyser.

Les pulpes extrudées ont une forme caverneuse et une surface irrégulière et rugueuse qui permet d'assurer une bonne adhérence avec le liant (Figure II.5).

Les cavités remplies d'air dans les pulpes augmentent la porosité du composite à élaborer ce qui permet de fabriquer un composite très léger avec des bonnes performances hygrothermique et acoustique.

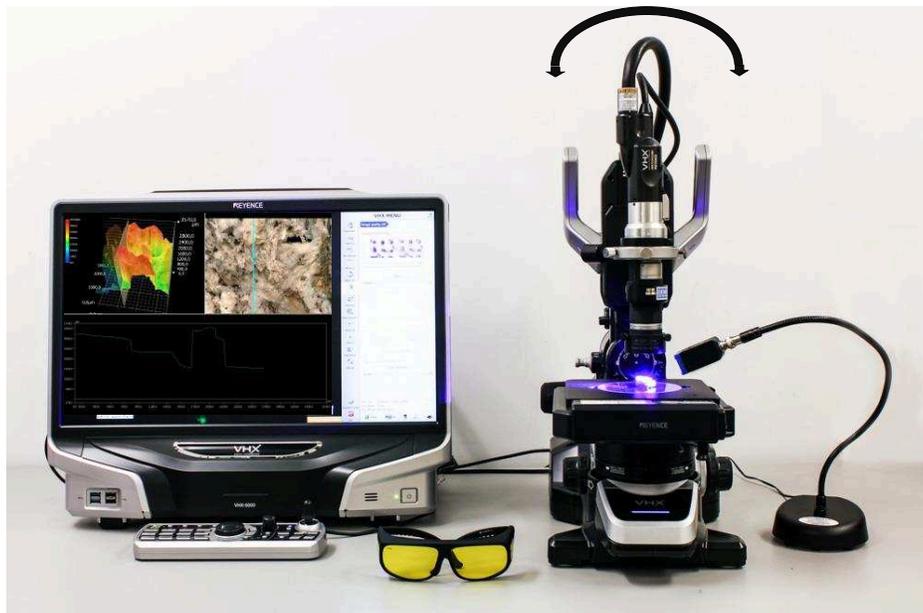


Figure II.4: Microscope KEYENCE utilisé pour l'étude microscopique.

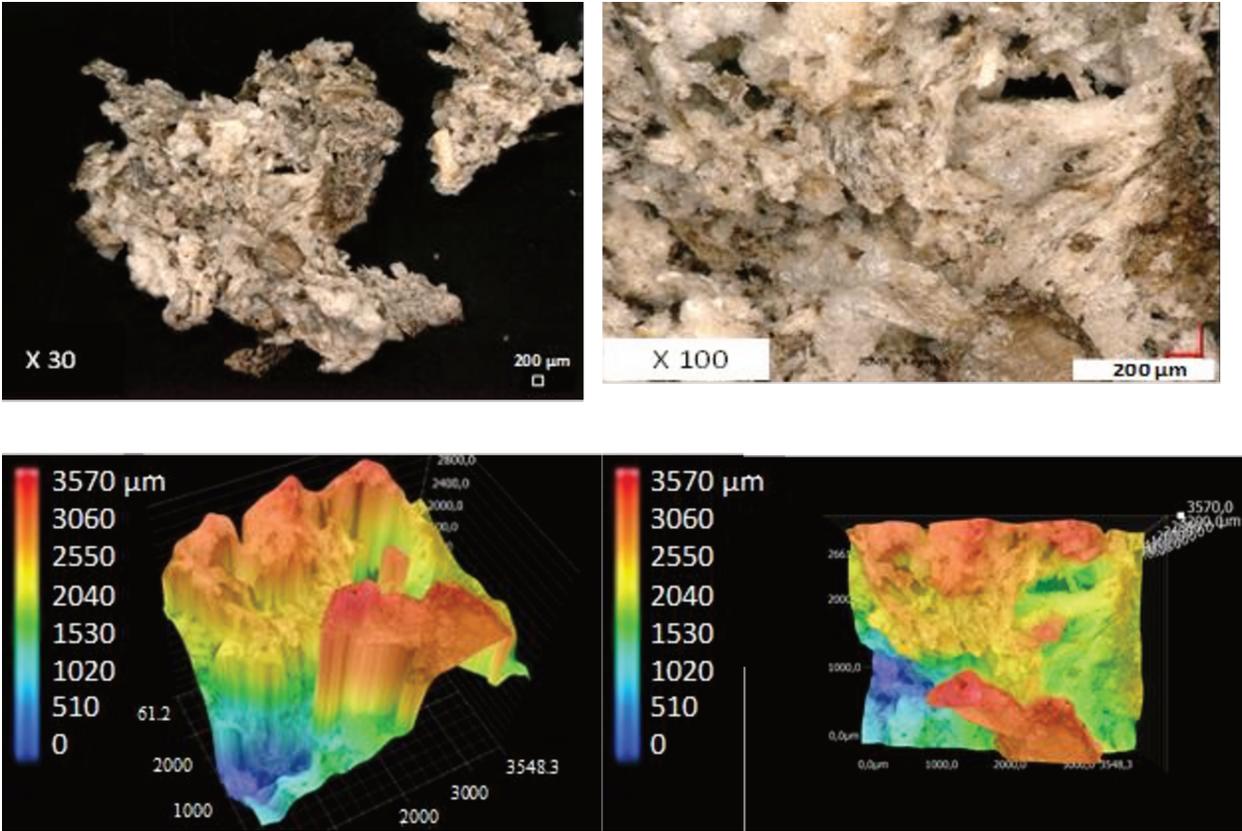


Figure II.5: Vue microscopique de la pulpe de betterave sucrière.

3.2. Analyse d'images

ImageJ est un programme du domaine public Java, de traitement et d'analyse d'images, pensé par l'institut NIH image pour le Macintosh. Il fonctionne soit sous forme d'applet en ligne, soit avec une application téléchargeable. Il peut afficher, analyser, modifier, traiter, enregistrer et imprimer des images 2, 16, et 32-bit. Il peut lire toute image ayant le format TIFF, GIF, JPEG, BMP, DICOM, ou FITS.

ImageJ peut calculer la surface et la valeur en pixels d'une sélection définie par l'utilisateur. Il peut aussi mesurer des distances et des angles. Il fait des transformations géométriques comme la rotation, le réglage de l'échelle, les fluctuations. L'image peut être agrandie jusqu'à 32 :1 et dézoomée jusqu'à 1 :32. En plus toutes les fonctions de traitement et d'analyse sont disponibles en tout facteur d'agrandissement. ImageJ supporte plusieurs fenêtres simultanément limitées seulement par sa mémoire disponible. ImageJ est développé sur Mac OSX utilisant son éditeur intégré et compilateur Java, l'éditeur BBEdit

et l'outil de construction Ant. Le code source est librement disponible. L'auteur, Wayne Rasband (wsr@nih.gov), est un bénévole de l'Institut national de santé mentale de Bethesda, Maryland, USA.

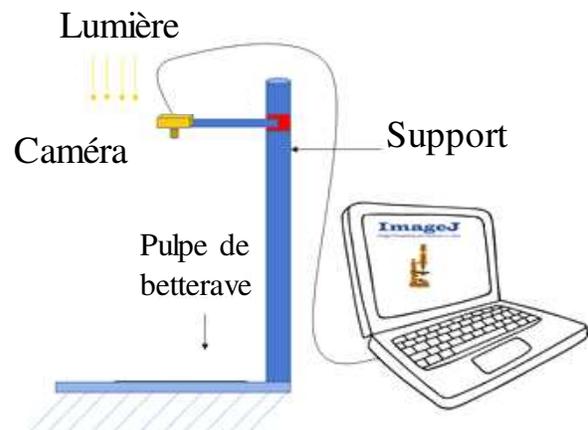
Le logiciel d'analyse informatique (Image J National Institutes of Health) permet de traiter et d'analyser des images macroscopiques simples extraites de la pulpe de la betterave (Figure II.6a) et de déterminer les caractéristiques géométriques des morceaux individuels de la pulpe centimétrique et de modéliser des formes géométriques régulières telles que le rectangle et l'ellipse. Le dispositif expérimental comprend (Figure II.6b) :

- Une caméra SALSUNG à 16 MPa munie d'une mémoire 4 GB.
- Un écran à haute résolution de 2560 x 1440 pixels pour le traitement des images en noir et blanc sur 256 niveaux de gris (0 est noir et 255 est blanc).
- Un ordinateur qui applique le logiciel ImageJ.
- Un support qui fournit à la caméra un plan parallèle à la planche plane, sur laquelle les morceaux de pulpe ont été étalés.

Plus de 2000 particules ont été dispersées de telle manière qu'elles ne se touchent pas. L'image résultante a été traitée et analysée à l'aide de ImageJ.



(a)



(b)

Figure II.6: (a) Photo prise pour les pulpes ; (b) Dispositif expérimental.

En vue macroscopique, le logiciel a permis de calculer les surfaces et les périmètres de chaque pulpe, les longueurs et les largeurs des agrégats (Figure II.7 et Figure II.8), ainsi que les axes majeur et mineur de l'ellipse assimilée à chaque particule. Les surfaces et les périmètres des formes géométriques ont été calculés, ainsi que l'erreur quadratique de chaque paramètre. La surface et le périmètre moyens sont de $7,9 \text{ mm}^2$ et $11,37 \text{ mm}$ respectivement. Le meilleur modèle calculé pour la forme de la pulpe était la forme rectangulaire.

La partie majeure des pulpes de betterave extrudées a une longueur et une largeur comprises entre 0,5 et 5 mm et la partie mineure a une longueur variant entre 6 et 15 mm. La taille ou les dimensions des agrégats sont nécessaires pour prédire leur usage dans les bétons, les isolants, les panneaux etc... (Figure II.9). On peut remarquer que la pulpe de betterave sucrière se situe dans la zone granulats cm-mm, offrant la possibilité de fabriquer des bétons, des isolants ou des panneaux des particules.

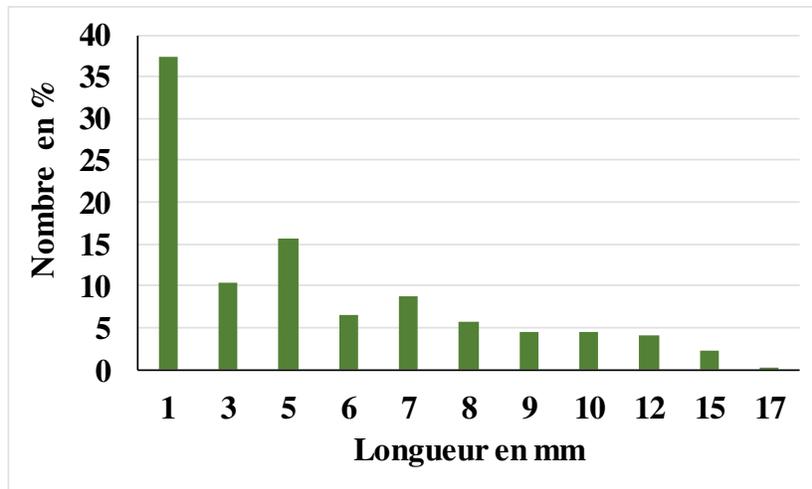


Figure II.7: Distribution de la longueur des agrégats.

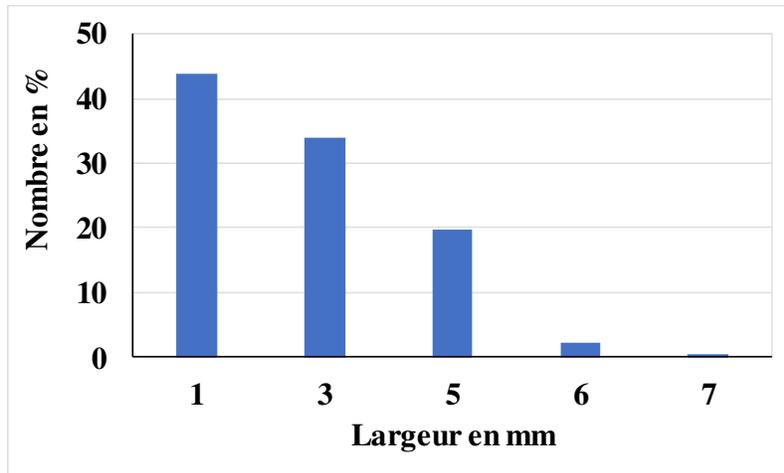


Figure II.8: Distribution de la largeur des agrégats.

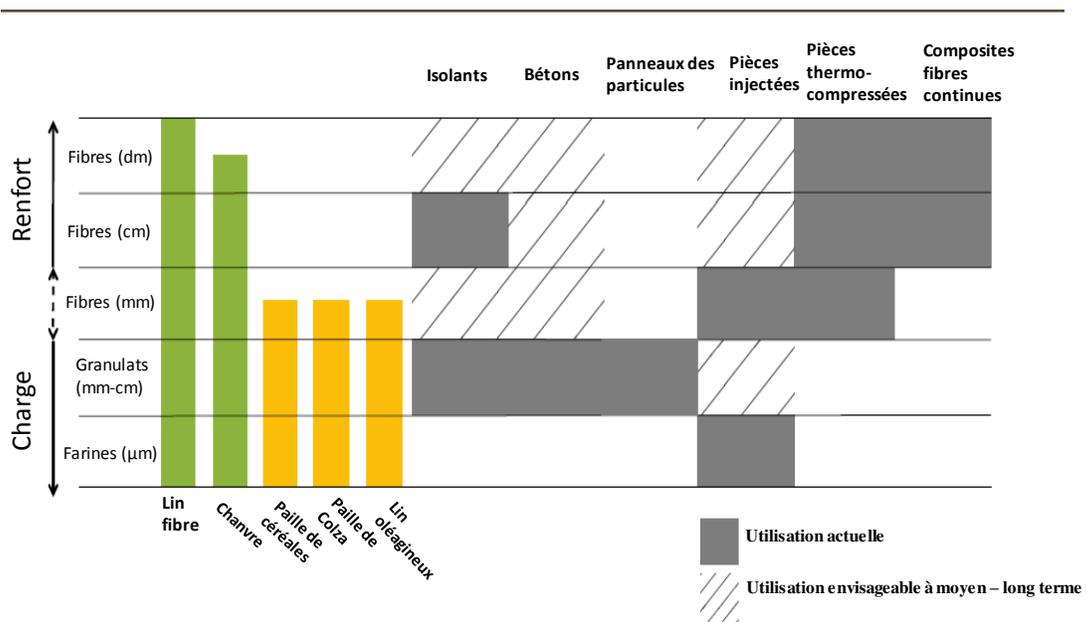


Figure II.9: Usages principaux des fibres selon leurs tailles [162].

3.3. Granulométrie

Les pulpes ont été tamisées avec une tamiseuse vibrante (Controlab) (Figure II.10) pour analyser leur distribution granulométrique. Les tailles de tamis utilisées sont indiquées dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Ouvertures de la tamiseuse.

Dimensions du tamis en mm
0,125
0,250
0,500
1
2
4
5,6
8



Figure II.10: Tamiseuse à vibration Controlab.

Après tamisage, les agrégats retenus dans chaque tamis ont été pesés et les masses cumulées sont ensuite calculées avec leurs pourcentages massiques. La courbe granulométrique est tracée en représentant en ordonnées les pourcentages massiques cumulés en fonction de la taille des tamis en échelle logarithmique (Figure II.11).

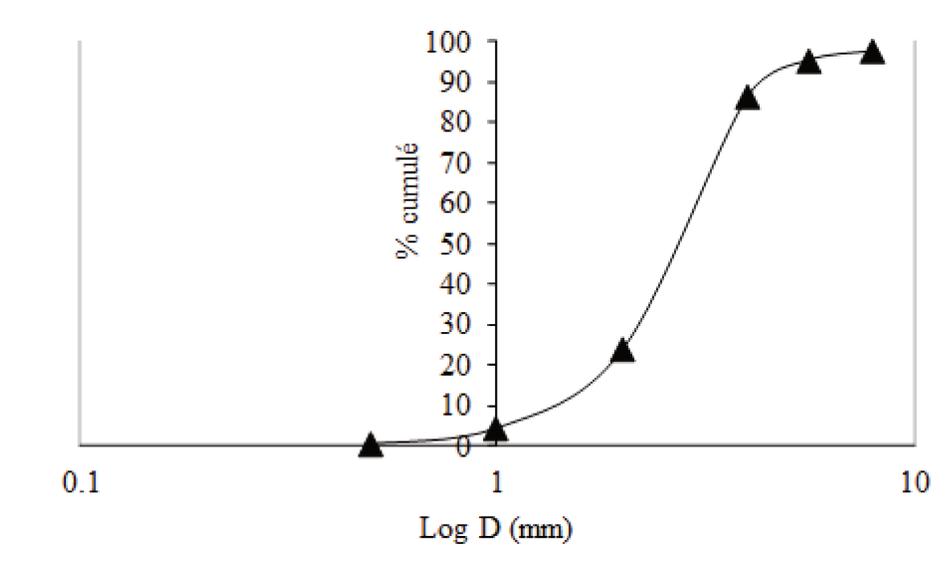


Figure II.11: Courbe granulométrique de la pulpe de betterave extrudée.

4. Propriétés chimiques de la pulpe de betterave

4.1. Composition chimique

L'extraction séquentielle avec des solvants de polarité croissante permet d'éliminer sélectivement les composants de polarité croissante dans la pulpe de betterave. Une extraction hiérarchique a été effectuée sur des pulpes fraîches lyophilisées, de telle sorte que le solvant n'affecte pas la structure ou la composition du reste de la pulpe. Les extractions ont été effectuées avec le cyclohexane, l'éthanol, l'eau chaude et froide, et l'oxalate d'ammonium.

Des échantillons de 5g de pulpe de betterave extrudée lyophilisée ont été pesés et placés dans un sac en papier filtrant dans un extracteur Soxhlet (Figure II.12) puis soumis à une série d'extractions avec différents solvants, à reflux, pendant un minimum de vingt cycles. L'extrait a été concentré par évaporation du solvant correspondant en utilisant l'évaporateur rotatif. Le résidu a été analysé par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) pour identifier sa structure moléculaire.

L'extraction de la pulpe de la betterave avec divers solvants a permis d'obtenir 37% de la masse totale de pulpe de betterave, qui contient le saccharose, les lipides, les graisses, certains sucres, et la pectine. La pulpe contient 16,46% de saccharose, ce qui correspond bien à la bibliographie [159].

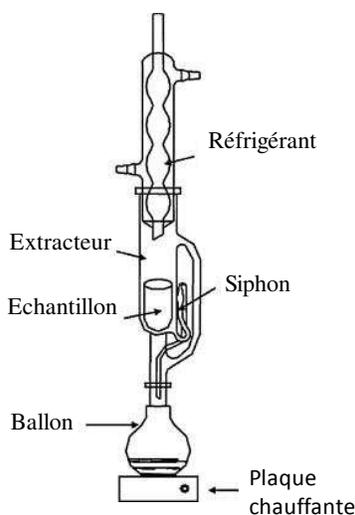


Figure II.12: Extracteur de Soxhlet utilisé pour l'extraction de la pulpe de betterave.

Suite à la série d'extractions faites pour les pulpes de betterave, des spectres RMN ont été faits pour l'extrait de chaque solvant afin d'identifier le composant. La RMN est l'outil d'analyse actuellement le plus utilisé en chimie organique. Elle est utilisée dans plusieurs domaines ; physique, chimie (sciences des matériaux, chimie inorganique...) et en biochimie. Cette technique permet d'obtenir des informations qualitatives ou quantitatives sur l'échantillon analysé. Les noyaux les plus souvent étudiés sont l'hydrogène ^1H et le carbone ^{13}C qui présentent un spin nucléaire non nul et égal à $\frac{1}{2}$.

La teneur en saccharose a été déterminée en utilisant la méthode de Dubois [163]. La pectine a été extraite suivant le protocole de Phatak [164]. Le Tableau II.2 montre le pourcentage des composants principaux extraits de la pulpe de betterave extrudée.

Tableau II.2 : Composants extraits de la pulpe de betterave.

Saccharose (%)	Pectines (%)	Matière grasse (%)	Polysaccharides (%)
16,46	16,39	1,21	3,02

4.2. Calcination

La cendre qui représente le taux des minéraux, a été évaluée par incinération de l'échantillon suivant le procédé de Micard et al [165]. Dix échantillons de 5 g ont été incinérés dans un four à

moufle de modèle KL 05/11 (voir Figure II.13) à 550 °C pendant 8 heures, puis à 900 °C pendant une heure.

Le taux des minéraux en pourcentage a été calculé suivant l'équation II.1:

$$\% \text{ matière minérale} = \frac{m_{res}}{m_i} \times 100 \quad (\text{II.1})$$

Où m_{res} représente la masse de la cendre restante après l'incinération de l'échantillon, et m_i représente la masse de la matière initiale.

Le Tableau II.3 montre le taux de minéraux et le taux d'organiques contenus dans la pulpe de betterave fraîche, la pulpe extrudée et le chanvre. La pulpe extrudée subit un pressage mécanique qui lui donne la forme des petits pellets et élimine une partie des matières inorganiques hydrosolubles, ce qui explique la différence en teneur en matières organiques entre les deux types de pulpe de betterave. A titre d'exemple, la différence en teneur des matières organiques entre la pulpe de betterave et le chanvre correspond à la différence en teneur de la cellulose, le chanvre contenant plus de cellulose que la pulpe de betterave.

Tableau II.3 : Composition en matière organique et minérale.

	% matières minérales	% matières organiques
Pulpe de betterave extrudée	4,59 ± 0,17	95,41 ± 0,17
Pulpe de betterave fraîche	7,01 ± 0,15	92,99 ± 0,15
Chènevottes	2,03 ± 0,67	97,97 ± 0,67



Figure II.13: Four à moufle de modèle KL 05/11 utilisé pour calciner l'échantillon.

4.3. Composition minérale

Dans un cation métallique, les électrons possèdent des niveaux énergétiques quantifiés. Toute variation d'énergie correspond au passage d'un électron d'un niveau énergétique à un niveau supérieur. Une absorption d'énergie correspond au passage d'électrons d'un état fondamental à un état excité instable. Une émission correspond à la transition inverse c'est-à-dire d'un état excité instable à un état fondamental de basse énergie. La plupart des cations est susceptible d'être excitée par une flamme. Sous l'effet d'une flamme d'un brûleur à gaz, les électrons sont emmenés à un niveau énergétique élevé. Le nombre d'électrons adsorbés ou photons émis est proportionnel à la concentration de l'échantillon (Figure II.14).

Des solutions étalons de NaCl, KCl, MgCl₂, et CaCl₂ ont été préparées afin de tracer la courbe d'étalonnage qui nous permet de mesurer la concentration des cations contenus dans les cendres. Par ailleurs, des solutions contenant les cendres obtenues par calcination ont été préparées en pesant 10 mg de cendre, et 1 ml HCl concentré et 5 ml d'eau. La solution a été filtrée dans une fiole de 100 ml et complétée au trait de jauge avec de l'eau filtrée.



Figure II.14: Spectrophotomètre d'absorption et d'émission atomique.

Tableau II.4 : Cations contenus dans la pulpe de betterave.

Pulpe de betterave	[K ⁺] en mg/L	[Ca ²⁺] en mg/L	[Na ⁺] en mg/L	[Mg ²⁺] en mg/L
Extrudée	19,37	47,84	1,79	8,54
Fraîche	19,96	23,53	1,79	10,80

On peut noter que la pulpe de betterave contient principalement des ions potassium et calcium (voir Tableau II.4) et qu'il n'y a pas une grande différence dans la composition des deux types de pulpe à l'exception de la teneur en ions calcium. La betterave pousse dans un sol riche en potassium ce qui explique la teneur importante des ions de potassium K⁺. Quant à la teneur en ions Ca²⁺, elle est due aux traitements exécutés dans l'industrie avec l'eau de chaux. Une forte liaison entre les cations Ca²⁺ et la pectine offre une bonne adhésion au mélange (voir Figure II.15).

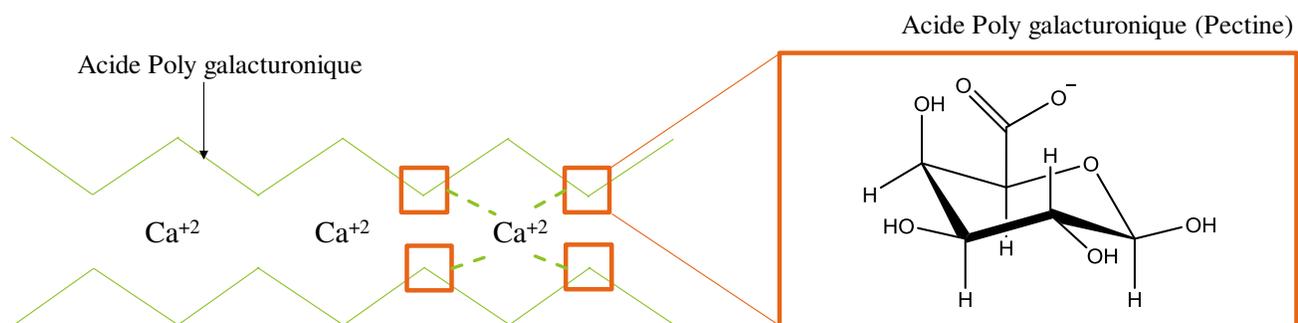


Figure II.15: Liaison forte entre la pectine et les cations Ca²⁺.

5. Elaboration du composite pulpe de betterave – amidon

L'amidon et les pulpes de betterave sucrière sont des matières hydrophiles grâce à leur grande capacité à stoker les molécules d'eau dans leur structure. Ceci induit une compétition entre ces deux éléments pour absorber l'eau du mélange avec pour risque l'obtention d'un liant avec des grains d'amidon non dissous et un mélange de pulpes mouillées. Plusieurs travaux ont proposé de préparer le liant à part, avec une viscosité dynamique et une tension superficielle optimales [42]. Dans notre cas, cette solution n'était pas assez efficace, du fait que les pulpes sont très hydrophiles et absorbent énormément d'eau, ce qui provoque des gradients hydriques importants tout autour de l'échantillon lors du séchage, et par suite provoque des déformations dimensionnelles importantes. Pour cette raison, nous exposons une nouvelle méthode de préparation, qui n'exige pas l'ajout d'eau au mélange, et plusieurs méthodes de séchage du mélange.

Le mode opératoire de l'élaboration du composite amidon – pulpe de betterave porte sur deux parties principales : la préparation du mélange pulpe-amidon et le séchage.

5.1. Préparation du mélange

La Figure II.16 montre les pulpes et l'amidon qui sont utilisés pour l'élaboration de notre composite. Pour éviter la compétition d'eau entre les pulpes de betterave et les grains d'amidon, les pulpes extrudées ont été imbibées d'eau distillée pour assurer la saturation avec un rapport massique Eau / pulpe = 3,5. Ce rapport massique est obtenu par Monreal et al. [166]. Une fois l'eau absorbée par les pulpes, elles se gonflent énormément (Figure II.17) et perdent leur rigidité en formant une pâte molle, à l'inverse des chènevottes.

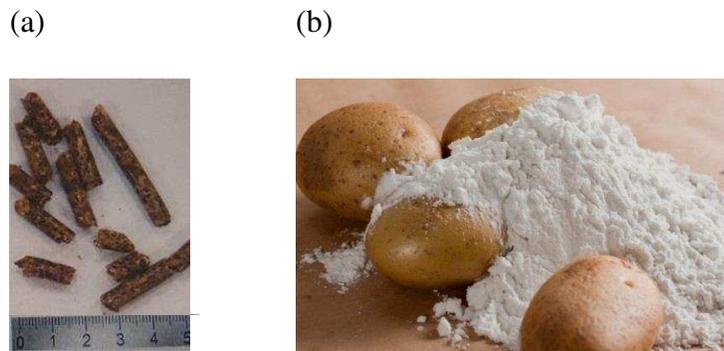


Figure II.16: (a) Pulpe de betterave extrudée ; (b) Amidon de pomme de terre.

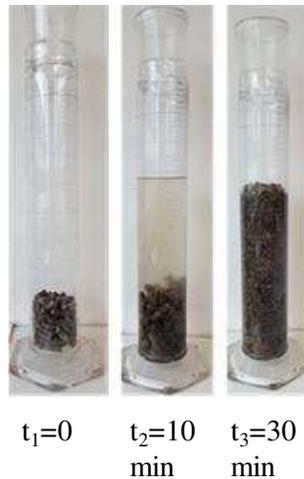


Figure II.17: Représentation du comportement de la pulpe extrudée en présence d'eau.

Une nouvelle méthode de préparation a été utilisée dans cette partie. Elle n'exige aucun excès d'eau et est simple à réaliser. Nous la résumons avec les étapes suivantes (Figure II.18) :

- ❖ Immerger les pellets de betterave dans un bassin d'eau pendant deux heures pour qu'ils absorbent de l'eau jusqu'à leur saturation (350%) (Figure II.18a).
- ❖ Mélanger les pulpes mouillées saturées avec la poudre d'amidon de pomme de terre pendant 10 minutes jusqu'à la disparition de la couleur d'amidon (Figure II.18b).
- ❖ Introduire le mélange dans un autoclave, pour faire éclater les grains d'amidon sous pression de la vapeur d'eau (2 mbar) et à une température de 120 °C pendant 30 min (Figure II.18c).
- ❖ Couler le mélange dans des coffres en bois. Des papiers sulfurisés sont mis dans les coffres pour faciliter le décoffrage de l'échantillon (Figure II.18d). Le mélange de pulpe de betterave-amidon obtenu est ensuite compacté sous une pression de 0,044 MPa dans des moules de différentes dimensions pour les essais réalisés (voir Figure II.19).
- ❖ Mettre le coffre au congélateur après le compactage.
- ❖ Sécher l'échantillon (la partie du séchage est bien développée dans le paragraphe suivant) (voir Figure II.18e).

Les moules séchés sont placés dans une enceinte à 50 °C et 10% d'humidité relative, pour perdre l'excès d'eau jusqu'à la stabilisation de leur masse entre 5 et 7 jours. Le Tableau II.5 montre les rapports massiques amidon/pulpe de betterave étudiés.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

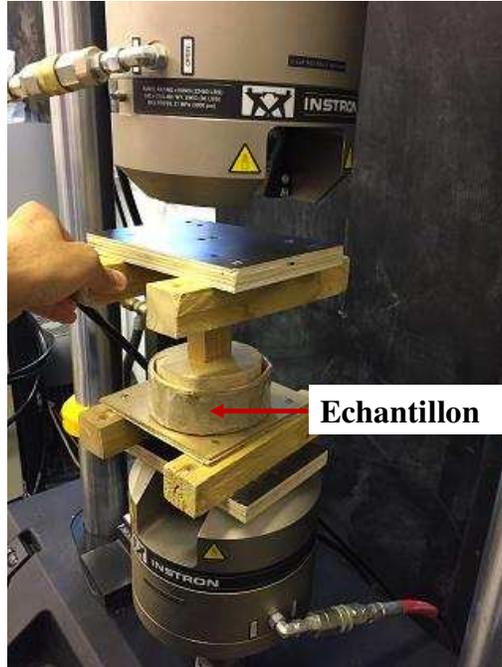


(f)

Figure II.18: Préparation du composite amidon-pulpe de betterave. (a) Immersion de pulpes dans l'eau ; (b) Mélange de pulpe et de poudre d'amidon ; (c) Traitement de pulpes à l'autoclave ; (d) Coffrage du mélange ; (e) et (f) Séchage du composite.

Tableau II.5: Rapports massiques A/PB étudiés.

A/PB	0,1	0,2	0,3	0,4
------	-----	-----	-----	-----



(a)

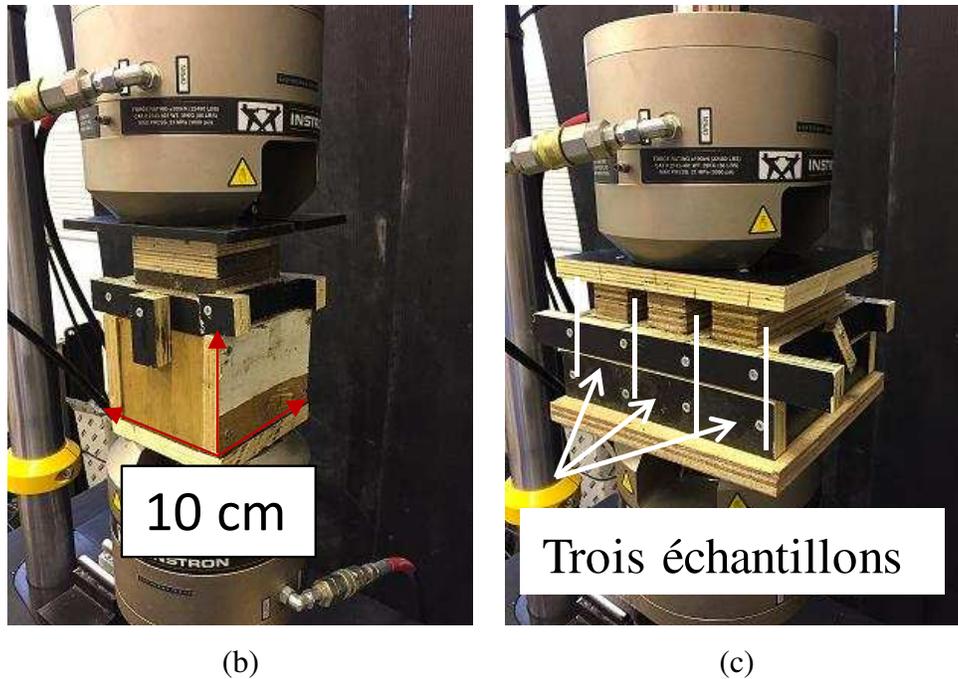


Figure II.19: Système du compactage (a) Echantillons acoustiques ; (b) Echantillons de compression ; (c) Trois échantillons de flexion.

5.2. Séchage

D'après la littérature, le séchage des composites végétaux a été réalisé dans une enceinte climatique à 50 °C et 10% HR [42]. Pour notre projet, les deux matériaux sont très hydrophiles, ce qui provoque des problèmes de séchage du composite.

Le séchage des composites pulpe – amidon a été étudié en réalisant plusieurs méthodes de séchage : l'étuve ventilée à 40 °C, l'étuve sous vide à 40 °C, l'étuve classique à 40 et 100 °C, la chambre climatique 50 °C et 10% HR, et le lyophilisateur (respectivement Figure II.20 a, b, c et d).

La méthode de séchage a été optimisée en étudiant le taux de retrait et la qualité de la surface du composite. Le taux de rétractation est calculé pour chaque méthode de séchage, suivant cette équation II.2 :

$$R (\%) = \frac{(V_i - V_f)}{V_i} \times 100 \quad (\text{II.2})$$

R représente le pourcentage du taux de rétractation, V_i et V_f sont le volume initial et final de l'échantillon respectivement.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figure II.20: Différents matériels utilisés pour le séchage des échantillons ; (a) Etuve ventilée ; (b) Etuve sous vide ; (c) Etuve classique ; (d) Enceinte climatique.

Le séchage des échantillons avec les étuves classiques présente un retrait important (35 %) avec des déformations dimensionnelles importantes et des macro fissures (voir Figure II.21), ce qui induit donc une mauvaise qualité de surface. En revanche, le séchage par lyophilisation présente le plus petit taux de rétractation (8%), avec une bonne qualité de surface sans aucune déformation

dimensionnelle et aucune fissure (voir Figure II.22). La surface du composite présente des pores(voir Figure II.23) qui lui donnent le potentiel d’être utilisé comme un isolant acoustique dans le bâtiment. Cette méthode de séchage consiste à congeler le mélange pulpe – amidon et à faire sublimer la glace en vapeur d’eau qui sera aspirée et piégée par des pompes.

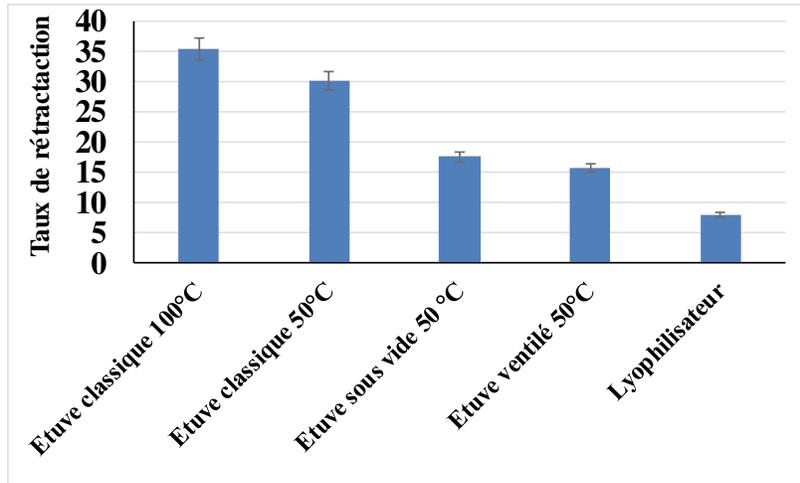


Figure II.21: Taux de rétraction des composites séchés avec les différentes méthodes.



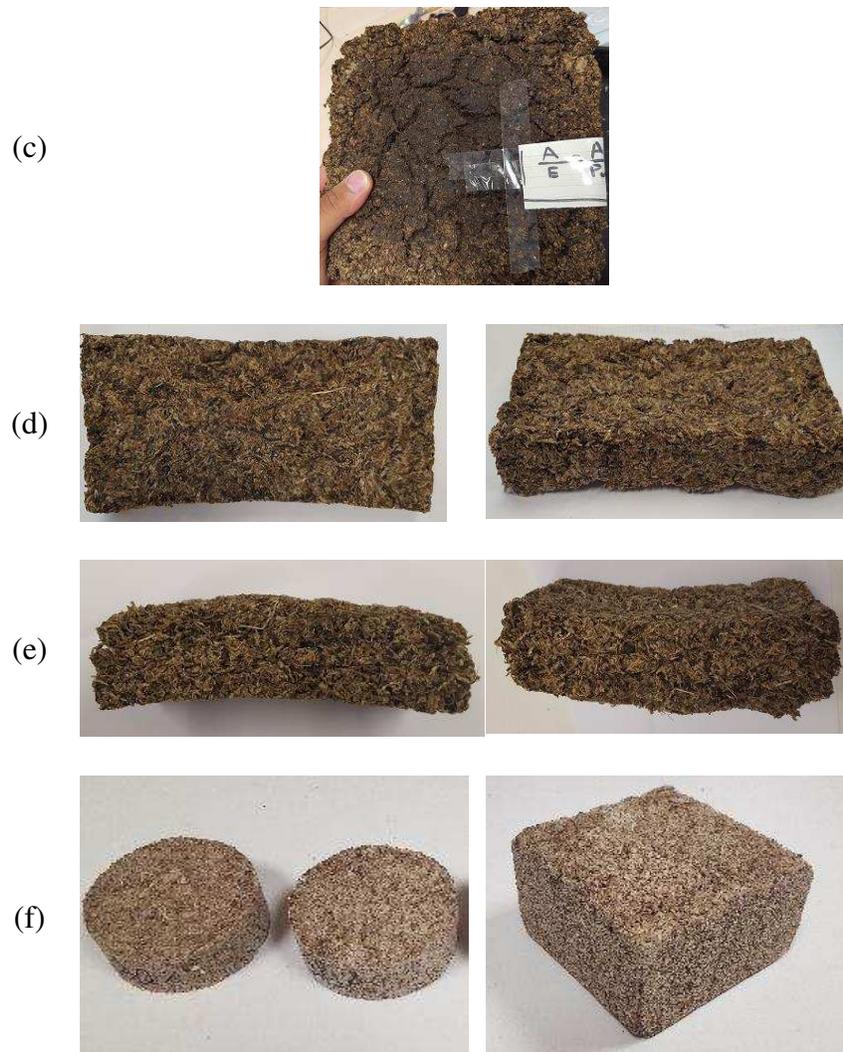
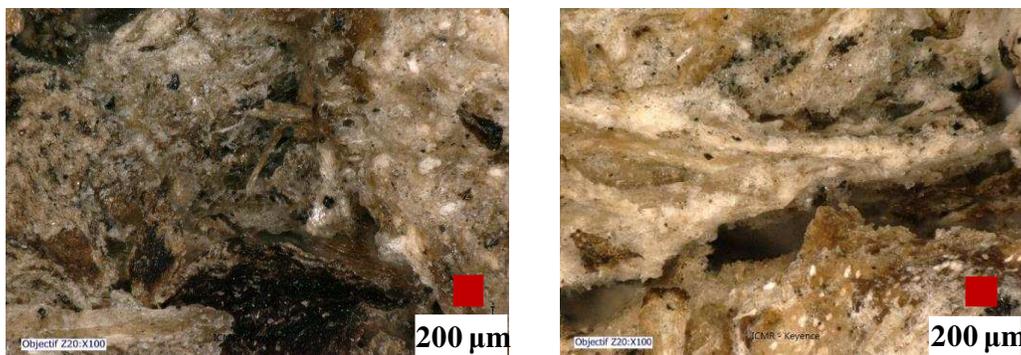


Figure II.22: Echantillons séchés par différentes méthodes ; (a,b et c) Etuve classique ; (d) Etuve sous vide ; (e) Chambre climatique Binder MKF 700 ; (f) Lyophilisateur.



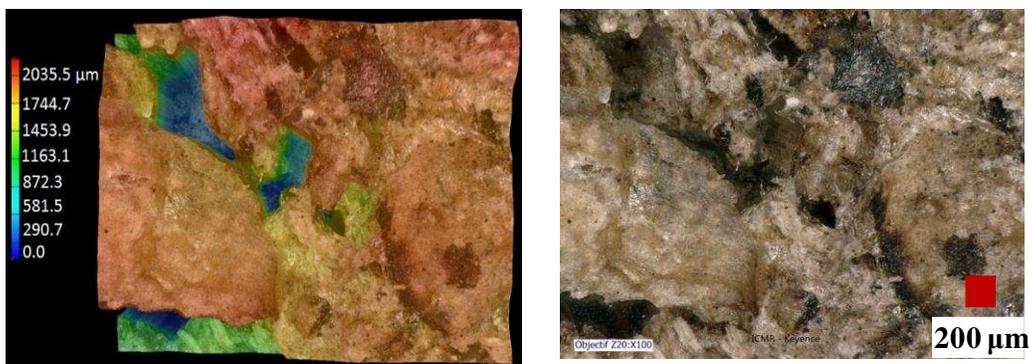


Figure II.23 : Images microscopiques du composite Amidon-Pulpe de betterave lyophilisé.

6. Conclusion

La vue microscopique de la pulpe de betterave extrudée permet de visualiser sa surface rugueuse, ainsi que les différents pores existants, paramètres permettant d'assurer une bonne adhésion entre les pulpes et le liant à base d'amidon de pomme de terre. La pulpe de betterave extrudée est très hydrophile, absorbant énormément d'eau pour atteindre sa saturation avec un gonflement important. La taille dominante de la pulpe de betterave est comprise entre 2 et 4 mm, ce qui permet l'utilisation des pulpes de betterave extrudées dans la fabrication des isolants et des panneaux de particules. Dans le cas où les agrégats utilisés sont de petite taille, le mélange sera plus homogène et plus adhérent.

La partie organique de la pulpe de betterave se compose majoritairement de pectine, cellulose, hémicellulose et la partie minérale principalement de cations Ca^{2+} , ce qui permet d'avoir une forte liaison entre l'acide galacturonique existant dans la pectine et les cations Ca^{2+} ; par suite, la rigidité de la matrice du composite betterave-amidon sera améliorée.

Plusieurs méthodes de séchage ont été testées dans ce chapitre en utilisant divers matériels pour optimiser ce séchage afin d'obtenir un matériau rigide avec des fissures minimales et un retrait faible. Le composite a été fabriqué à l'aide d'un autoclave et séché à l'aide d'un lyophilisateur. La méthode de séchage par lyophilisation semble coûteuse, elle consomme plus d'énergie que les autres outils. Mais comme le lyophilisateur réalise un séchage très lent en aspirant l'eau vaporisée, il n'y aura pas de gradients hydriques au voisinage de l'échantillon, ce qui permet d'avoir de bons résultats. L'idéal est donc de réaliser le séchage d'échantillons en plusieurs étapes et avec une cinétique lente pour éviter l'apparition de fissures superficielles.

Après le choix de méthodes de fabrication du matériau, des échantillons de différentes formulations ont été fabriqués en variant le rapport massique amidon/pulpe de betterave (A/PB) afin d'étudier l'influence de ces formulations sur les propriétés mécanique, physiques et hygrothermique du composite dans le chapitre suivant.

Chapitre III : Etude des propriétés physiques, mécaniques et acoustiques du composite amidon/pulpe de betterave

1. Introduction

Dans ce chapitre, les essais sont réalisés pour quatre formulations avec des rapports massiques amidon /pulpe de betterave (A/PB) différents (0,1, 0,2, 0,3 et 0,4). Les nombreuses compositions élaborées dans le chapitre II montrent que les matériaux dans ces rapports massiques, offrent une bonne tenue mécanique avec une faible déformation dimensionnelle (< 8%).

Dans la première partie, la structure interne du composite a été étudiée en déterminant ses propriétés physiques telles que la porosité globale et la structure des pores. Deux méthodes de mesure sont développées : la méthode d'insertion de cyclohexane et la méthode de la porosimétrie par intrusion de mercure (MIP).

Dans la deuxième partie, les propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression et à la traction par flexion sont aussi étudiées en fonction du rapport massique A/PB afin d'évaluer l'élasticité et la rigidité du composite produit. Les modules d'Young E et les coefficients de poisson ν sont calculés pour chaque composition en utilisant une caméra stéréoscopique Aramis.

La troisième partie de ce chapitre porte sur la mesure de l'absorption acoustique du composite en fonction de la fréquence des ondes sonores incidentes. Le rapport massique A/PB et la teneur en humidité du composite sont étudiés.

2. Propriétés physiques

2.1. Etude de la masse volumique apparente

La connaissance de la masse volumique apparente des agrégats est importante pour la fabrication des composites. La masse volumique est généralement définie comme la masse du volume unitaire d'un matériau. Dans le cas d'un milieu granulaire, la masse volumique apparente est obtenue suivant l'équation (III.1) :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (\text{III.1})$$

Avec ρ : la masse volumique des agrégats en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

m : la masse des agrégats en kg.

V : le volume occupé par les agrégats en m^3 .

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'une fiole jaugée de volume 250 ml pour avoir des mesures plus précises. Les pulpes ont été versées dans le récipient jusqu'au volume souhaité et sans aucun compactage (voir Figure III.1a). La masse volumique apparente mesurée est donnée par l'équation (III.2) :

$$\rho = \frac{m_p}{V_T} \quad (\text{III.2})$$

avec m_p la masse de la pulpe de betterave en kg et V_T le volume total du récipient en m^3 .

Cette masse volumique ne représente pas la masse volumique apparente réelle de la pulpe séchée, car le volume mesuré contient de l'air interstitiel. La masse volumique de la pulpe séchée, doit être représentée par l'équation (III.3) :

$$\rho = \frac{m_p}{(V_T - V_a)} \quad (\text{III.3})$$

avec V_a le volume de l'air qui entoure les agrégats.

Une mesure de la masse volumique réelle de pulpe a été effectuée en utilisant du sable avec des grains de taille inférieure à 250 μm , ce qui élimine les vides entourant les pulpes de betteraves dans le récipient [24]. Une fiole jaugée de volume 250 ml a été remplie avec du sable et une masse donnée de pulpe séchée m_p (voir Figure III.1b).

Le système a été bien tassé manuellement en frappant doucement le haut du flacon pendant le remplissage, puis en utilisant un vibreur vortex (Heidolph Top-Mix 94323) jusqu'à l'obtention d'un volume donné. Le système a ensuite été pesé avec une balance d'une précision de 10^{-3} g. Le volume des agrégats est égal à la différence entre le volume du ballon (250 cm^3) et le volume du sable. Le volume du sable ajouté est exprimé dans l'équation (III.4) :

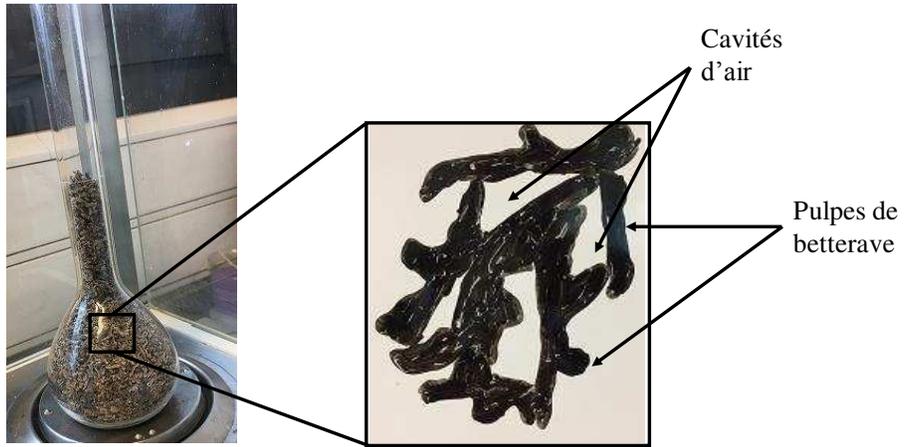
$$V = \frac{(m_T - m_p)}{\rho_{\text{sable}}} \quad (\text{III.4})$$

Avec m_T : la masse totale du système en kg.

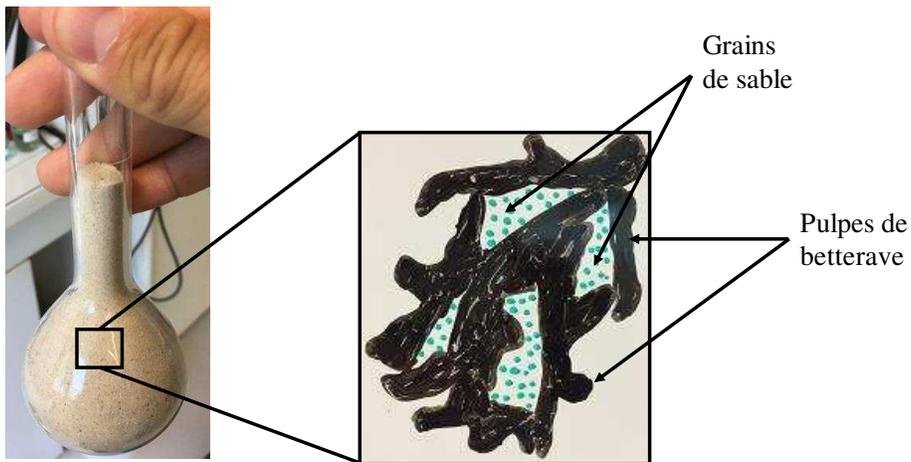
ρ_{sable} : la masse volumique du sable.

Ainsi, le volume de pulpe devient égal à $V_T - (m_T - m_p) / \rho_{\text{sable}}$ et par conséquent la masse volumique réelle de la pulpe est donnée par l'équation (III.5) :

$$\rho_{réelle} = \frac{m_p}{V_T - (m_T - m_p) / \rho_{sable}} \quad (III.5)$$



(a)



(b)

Figure III.1: (a) Système utilisé pour mesurer la masse volumique réelle ; (b) Système utilisé pour mesurer la masse volumique apparente.

2.2. Etude de la porosité via les méthodes cyclohexane et MIP (Mercury Intrusion Porosimetry).

2.2.1. Méthode par insertion de Cyclohexane

La porosité du matériau est définie comme le rapport entre le volume des vides et le volume total du composite. La masse volumique réelle de pulpes ne représente pas la masse volumique absolue de la matière lors de la mesure au sable, car le sable ne peut pénétrer dans les cavités d'air à l'intérieur de chaque particule. Pour cette raison une autre mesure a été faite dans un pycnomètre en utilisant du cyclohexane selon une méthode mise au point dans notre laboratoire [41,167]. Un échantillon de pulpe de betterave broyée et sèche est mis dans un pycnomètre. Le cyclohexane est ajouté jusqu'à la moitié du pycnomètre. Le cyclohexane est un solvant non-polaire et n'affecte pas la composition ni la masse de pulpe. Le système subit 6 cycles d'ébullition (30 minutes) et de refroidissement (10 minutes) (voir Figure III.2). Durant ces cycles, l'air s'échappe de l'intérieur de la pulpe en quittant ses pores, et le cyclohexane vient le remplacer lors du refroidissement. Pendant le 6ème cycle, le système est maintenu sous atmosphère d'argon pour éviter l'humidité. A température ambiante (20 °C), le pycnomètre a été rempli jusqu'en haut et bouché par le bouchon en s'assurant qu'aucune bulle n'était piégée à l'intérieur de verre.

Le système a ensuite été pesé avec une précision de 10^{-3} g. La masse volumique absolue est calculée selon l'équation (III.6).

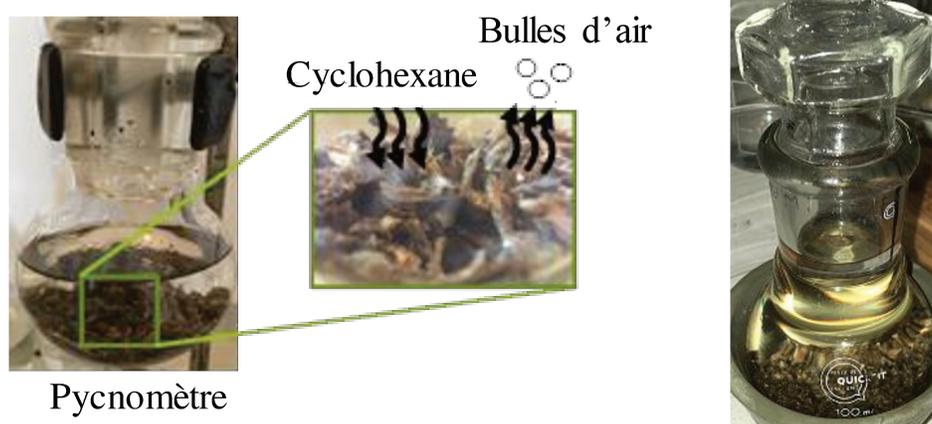


Figure III.2: Système utilisé pour mesurer la porosité globale de la matière.

$$\rho_{\text{absolue}} = \frac{M_1 \times \rho_{\text{cyclohexane}}}{M_1 - (M_2 - M_3)} \quad (\text{III.6})$$

Avec $\rho_{\text{cyclohexane}}$: masse volumique du cyclohexane.

M_1 : masse des agrégats secs.

M_2 : masse du pycnomètre contenant du cyclohexane et les agrégats saturés.

M_3 : masse du pycnomètre contenant seulement du cyclohexane.

Des précautions ont été prises pour éviter l'accumulation d'humidité résiduelle éventuelle dans le système de reflux. Chaque mesure a été réalisée au moins 3 fois pour être considérée comme représentative.

La porosité totale \emptyset en pourcentage peut être calculée par l'équation (III.7) où ρ_{app} est la masse volumique apparente en kg. m^{-3} et ρ_{absolue} représente la masse volumique absolue en kg. m^{-3} .

$$\emptyset = \left(1 - \frac{\rho_{\text{app}}}{\rho_{\text{absolue}}}\right) \times 100 \quad (\text{III.7})$$

2.2.2. Méthode MIP

Dans cette partie, la porosité accessible et la structure des pores ont été mesurées afin d'étudier leurs effets sur les différentes propriétés du composite.

La porosimétrie par intrusion de mercure (MIP) a été couramment utilisée pour mesurer la porosité totale et la distribution de la taille de pores [41,167,168]. Le principe est basé sur la pénétration du mercure dans les pores de l'échantillon. Les pores sont modélisés comme des canaux cylindriques et le test de pression est lié à leur rayon (r) par l'équation de Washburn (III.8) :

$$r = \frac{2\sigma\cos\theta}{P} \quad (\text{III.8})$$

Où θ est l'angle de contact entre le mercure et la phase solide, σ la tension de surface de l'air-mercure et P est la pression appliquée. L'angle de contact de l'échantillon de mercure est de 140° et la tension superficielle du mercure est d'environ $0,48 \text{ N/m}$. Trois échantillons ont été testés pour

chaque composition afin de s'assurer que le comportement d'intrusion du mercure (distribution de la taille de pores) soit identique. L'échantillon utilisé pour cette mesure a été séché dans une étuve à 50 °C pendant plusieurs heures. Le mercure ne peut pas pénétrer spontanément dans les pores du composite à cause de forces capillaires résultantes de la tension superficielle du mercure. La machine utilisée pour cette mesure applique donc une pression supérieure à la force capillaire. Cette pression augmente progressivement avec le temps, pour faire pénétrer le mercure dans les pores du composite (intrusion). Pour finir, la pression diminue progressivement et l'échantillon rejette le mercure (extrusion).

La résistance du composite poreux et la pression appliquée sur ce dernier, déterminent les gammes de taille de pores accessibles. Une pression variant entre 0,004 MPa et 400 MPa est capable de détecter une gamme de pores comprise entre 315 μm et 0,003 μm respectivement (Figure III.3) [40].

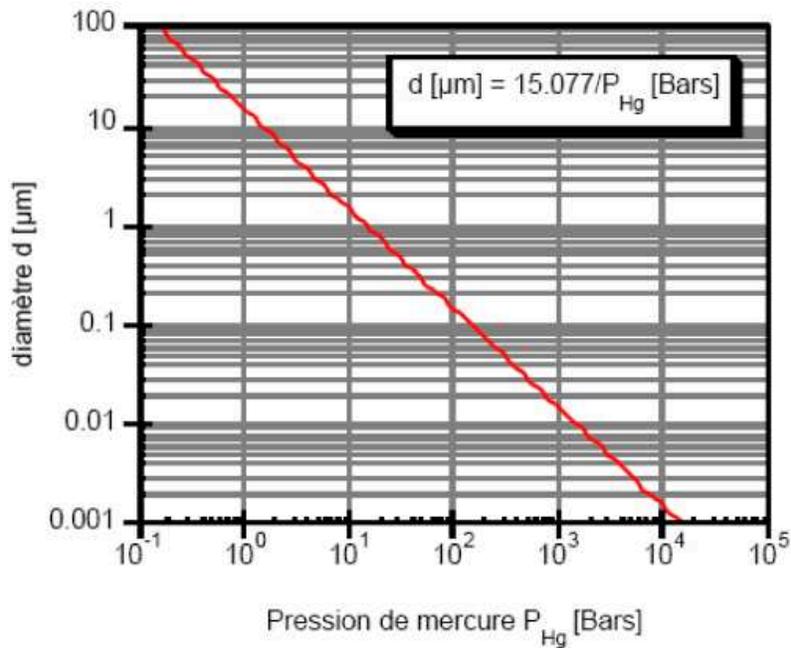


Figure III.3: Diamètre des pores accessibles en fonction de la pression du mercure [40].

Le volume de mercure injecté a été mesuré à chaque pas et la machine détermine le volume apparent de l'échantillon lors de la première injection. Après la série d'injections de mercure, le volume des pores est considéré égal au volume de mercure ayant pénétré dans l'échantillon. Cet

essai est capable de mesurer la porosité finale et le diamètre des pores en fonction de plusieurs paramètres qui sont calculés grâce aux équations (III.9) et (III.10) :

$$\rho_{matrice\ solide} = \frac{m_{\text{échantillon}}}{V_{\text{échantillon}} - V_{\text{pores\ accessible}}} \quad (\text{III.9})$$

$$V_{\text{normalisé des pores\ accessibles}} = \frac{V_{\text{pores\ accessibles}}}{V_{\text{échantillon}}} \quad (\text{III.10})$$

Les courbes de la distribution des pores accessibles dans le matériau poreux peuvent être représentées : soit sous la forme de la distribution de θ ($\theta = V_{\text{pores}}/V_{\text{total}}$) en fonction du diamètre des pores, soit sous la forme de la distribution du volume de mercure (injecté à chaque palier) en fonction de la pression correspondant au diamètre des pores i et $i+1$.

La caractérisation de la structure des pores de l'agromatériau A/PB a été réalisée à l'aide d'une porosimétrie d'intrusion de mercure, en utilisant un porosimètre Thermo scientifique série Pascal 140 (3-1000 μm) pour déterminer la distribution des macroporosités. A chaque mesure, un échantillon du composite de betterave-amidon de masse donnée a été placé dans le dilatomètre. Une petite masse de graisse a été mise tout autour du couvercle du dilatomètre afin d'assurer une bonne fermeture de ce dernier avant de démarrer la mesure (voir Figure III.4).

Dans cette partie, la porosité et la structure des pores accessibles du composite ont été étudiées en fonction du rapport massique A/PB. Des échantillons de quatre rapports massiques A/PB différents (A/PB= 0,1 ; 0,2 ; 0,3 et 0,4) ont été fabriqués et préparés pour cette mesure. Avant de démarrer l'essai, les échantillons ont été séchés dans une chambre climatique à 50 °C pendant une semaine.

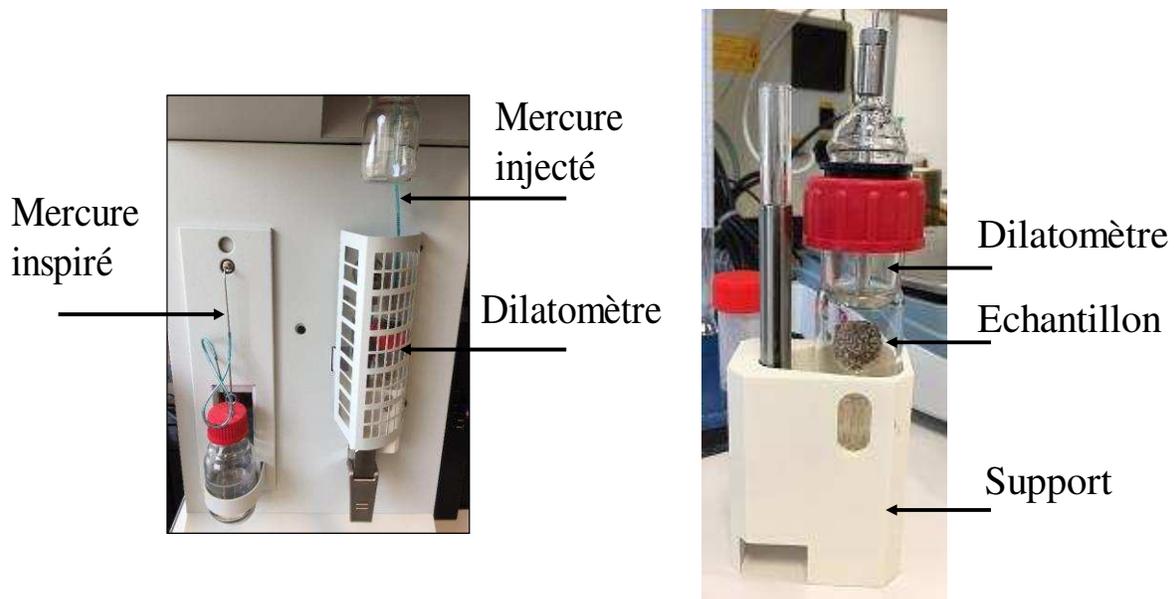


Figure III.4: Porosimétrie Pascal 140 utilisé.

3. Résultats et discussions

3.1. Méthode du cyclohexane

Le Tableau III.1 montre les différentes masses volumiques de pulpe de betterave extrudée mesurées en kg.m^{-3} . On remarque l'augmentation de la masse qui est due à l'élimination d'une partie du volume des vides de pulpe à chaque mesure.

Tableau III.1: Différentes masses volumiques mesurées en kg. m^{-3} .

ρ_{app}	$\rho_{\text{réelle}}$	ρ_{absolue}
194,46	568,36	1073,4

Selon l'équation (III.5), nous avons calculé pour comparaison la porosité de la pulpe extrudée séchée et celle des chènevottes de chanvre de deux tailles différentes (Tableau III.2). Les particules de chanvre mesurées dans le Tableau II.2 sont plus poreuses que la pulpe de betterave extrudée en

raison de la structure poreuse des fibres. De plus, les pulpes extrudées ont été comprimées mécaniquement ce qui réduit leur porosité.

Les masses volumiques apparentes et les masses volumiques absolues de pulpe de betterave et des chènevottes ont été mesurées avant et après l'extrusion.

Dans les deux cas, la pulpe de betterave extrudée apparaît plus dense, probablement en raison de la forte compression pendant le processus d'extrusion. La chènevotte contient plus de cellulose que la pulpe de betterave ce qui peut expliquer une masse volumique absolue des chènevottes supérieure à celle de pulpe de betterave [169]. Les chènevottes ont une porosité proche de 90% tandis que les pulpes de betterave ont une porosité de 85 %. La structure interne de la chènevotte est donc plus poreuse que la structure interne de la pulpe de betterave.

Tableau III.2: Masse volumique apparente et absolue des différents agrégats.

Agrégats	ρ_{app} (kg. m ⁻³)	ρ_{abs} (kg. m ⁻³)	Porosité (%)
Pulpe de betterave fraîche	134 ± 6,7	911,61 ± 45,6	85,30
Pulpe de betterave extrudée	194 ± 7,9	1073,38 ± 53,7	81,93
Chènevotte 5 mm	135 ± 6,75	1271 ± 63,5	91,35
Chènevotte 20 mm	110 ± 5,5	1266 ± 63,3	89,34

La Figure III.5 montre la variation de la masse volumique apparente du matériau composite complètement séché dans la chambre climatique à 50 °C et 10% HR, en fonction du rapport massique A/PB. On peut observer que la masse volumique du matériau composite augmente linéairement avec l'augmentation du rapport massique A/PB. La masse volumique apparente varie de 271,4 kg.m⁻³ à 360 kg.m⁻³. Notons que la masse volumique apparente moyenne du béton ciment-pulpe de betterave est comprise entre 570 kg. m⁻³ et 770 kg. m⁻³ [14]. Pour un rapport massique A/PB variant entre 0,1 et 0,4, la masse volumique apparente des échantillons peut être exprimée par l'équation (III.11) avec un coefficient de corrélation $R^2 = 0,99$.

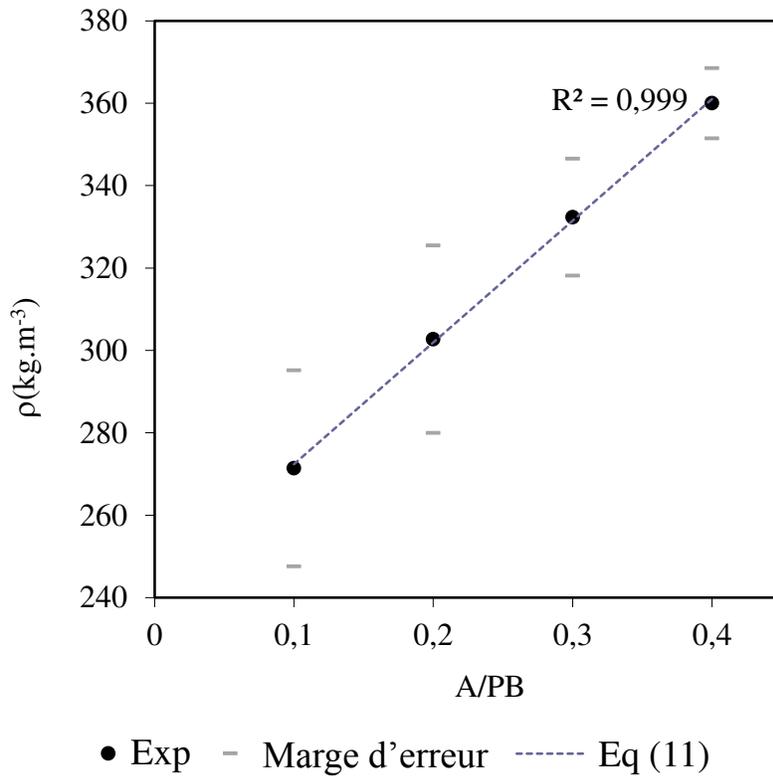


Figure III.5: Evolution de la masse volumique apparente du composite A/PB en fonction du rapport massique.

$$\rho = 295,42 \times \left(\frac{A}{BP}\right) + 242,8 \quad (\text{III.11})$$

Les résultats de la masse volumique et de la porosité sont montrés dans la Figure III.6. La masse volumique absolue et la masse volumique apparente augmentent avec le rapport A/PB. Cependant, la porosité du composite diminue linéairement. En effet, l'échantillon ayant la plus faible quantité d'amidon (A/PB = 0,1) a la porosité la plus élevée (79,75%) et la plus faible masse volumique absolue ($\rho_{\text{abs}} = 1222 \text{ kg.m}^{-3}$). La porosité totale est comprise entre 70,60% et 79,75% et la diminution du rapport A/PB semble augmenter la porosité totale. L'influence de l'amidon est cohérente avec les résultats obtenus par Rahim et al. [20] et Bourdot et al [3]. La présence de gel d'amidon augmente la masse volumique apparente et diminue la porosité totale en remplissant l'espace inter-particulaire entre les particules de pulpe et en remplissant ou scellant les pores. Par conséquent, le composite contiendrait des pores fermés et ouverts plus ou moins accessibles.

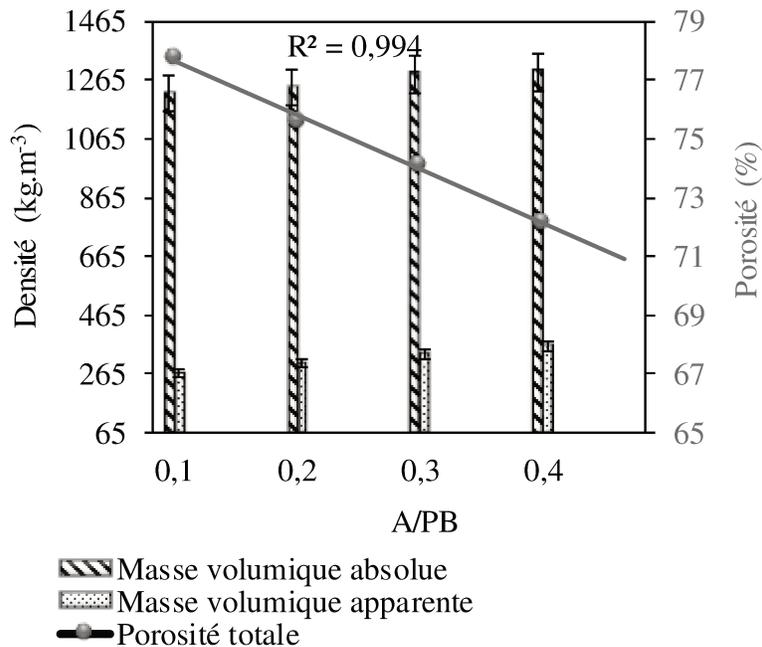


Figure III.6: Masse volumique et porosité totale du composite en fonction du rapport massique amidon/ pulpe de betterave (A/PB).

3.2. Méthode MIP

La porosimétrie MIP a été utilisée pour mesurer la porosité accessible qui influence les propriétés des agromatériaux en particulier les propriétés hygroscopiques. Plusieurs échantillons de trois formulations différentes sont étudiés avec trois rapports massiques différents (A/PB = 0,1, 0,2 et 0,4).

D'après la Figure III.7 on distingue trois groupes principaux de pores :

- Le premier contient les pores de diamètre inférieur à 30 μm et correspond aux pores existants dans les pulpes de betterave.
- Le deuxième contient les pores de diamètre compris entre 30 μm et 400 μm et correspond aux espaces entre les pulpes.
- Le dernier groupe comprend les pores de diamètre supérieur à 400 μm et correspond aux pores macroscopiques.

Dans le premier groupe, le volume des pores diminue avec l'augmentation du rapport massique A/PB. On remarque aussi un pic pour un diamètre de 5,5 μm et seulement pour la formulation A/PB = 0,1. Cela permet de conclure que cette taille de diamètre correspond à la taille des pores existants dans les pulpes de betterave. En augmentant la quantité d'amidon, le liant recouvre les pulpes de betterave et bouche les pores de ces dernières.

Dans le deuxième groupe, on remarque que le volume des pores le plus élevé est celui enregistré dans le composite du rapport massique A/PB = 0,4. Cela montre que les pores détectés dans ce groupe représentent les pores résultant du séchage de l'amidon.

Dans le dernier groupe, le volume le plus petit a été obtenu pour le rapport A/PB = 0,4. On constate que le pic de la courbe de la formulation (A/PB = 0,4) est décalé vers des pores de taille comprise entre 30 μm et 400 μm . L'augmentation de la teneur en liant réduit les espaces entre les pulpes de betterave.

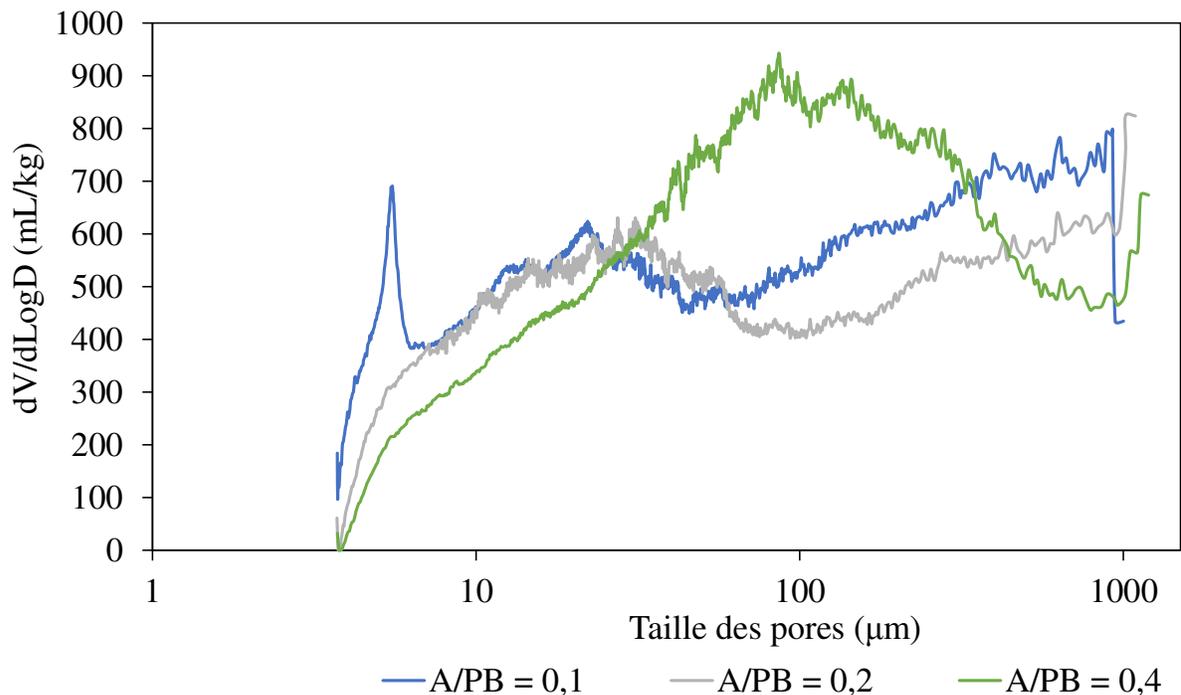


Figure III.7: Distribution des pores dans le composite.

Le Tableau III.3 montre l'analyse de la mesure de la porosité sous la pression du mercure. Il convient de noter que la porosité accessible du matériau amidon-betterave est liée à la teneur en liant en raison de la nature poreuse du gel d'amidon ce qui est en corrélation avec les résultats obtenus avec la méthode du pycnomètre. L'échantillon avec un rapport massique A/PB = 0,1 est le plus poreux avec une porosité totale 66 %. La porosité du composite diminue avec l'augmentation du rapport massique A/PB pour atteindre une valeur autour de 60 %.

La masse volumique absolue diminue de 1431 kg. m⁻³ à 1066,5 kg. m⁻³ quand le rapport A/PB augmente de 0,1 à 0,4. La masse absolue de la troisième formulation (A/PB = 0,3) est plus petite que les autres (791,5 kg .m⁻³) même si la porosité affiche une valeur de 59 %. On constate que la présence de gel d'amidon de pomme de terre augmente la masse volumique apparente et diminue la porosité totale en remplissant les pores inter-particulaires entre les agrégats. Cela peut s'expliquer par la création de pores fermés entre les agrégats et le gel. On peut donc remarquer que les agromatériaux sont composés d'une porosité fermée et ouverte plus ou moins accessible.

Tableau III.3: Masse volumique et porosité du composite A/PB en fonction du rapport massique A/PB.

A/PB	$\rho_{\text{apparente}}$ (kg. m ⁻³)	ρ_{absolue} (kg. m ⁻³)	Porosité (Hg) %	Porosité (Cyclohexane) %
0,1	247,52	1066,5	66,04	79,75
0,2	339,47	1210,9	59,08	72,63
0,3	372,98	791,5	59,07	70,97
0,4	380,28	1431	60,24	70,60

4. Propriétés mécaniques

L'étude des propriétés mécaniques permet d'évaluer la rigidité et l'élasticité des matériaux pour les applications dans les bâtiments. Ces matériaux peuvent être placés dans la toiture, dans les murs ou dans les planchers en fonction de leurs propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression et à la traction. Les composites biosourcés de composition 100 % végétale sont

normalement utilisés comme un élément isolant dans les bâtiments et ils ne sont pas porteurs. Par exemple la résistance maximale à la compression et à la traction par flexion du béton chanvre-amidon sont respectivement 0,57 MPa et 0,08 MPa pour un rapport massique amidon/chanvre égal à 0,1 [15,41]. Dans cette partie, nous étudions les propriétés mécaniques (résistance à la compression, résistance à la flexion, module d'Young E et coefficient du Poisson) du composite betterave-amidon en fonction d'un rapport massique A/PB variant entre 0,1 et 0,4.

Pour cet essai, une série d'échantillons (12 échantillons cubiques 10 x 10 x 10 cm³ et 12 échantillons prismatiques 16 x 4 x 4 cm³) ont été préparés en faisant varier le rapport massique amidon / pulpe de betterave extrudée (A/PB) (A/PB= 0,1 ; 0,2 ; 0,3 et 0,4). Les échantillons ont été réalisés selon la procédure d'élaboration du composite expliquée dans le chapitre précédent. Les échantillons cubiques et prismatiques ont été tous compactés avec la même pression 44 kPa en utilisant la machine de fatigue INSTRON 8801.

4.1. Etude expérimentale

4.1.1. Etude de la résistance à la traction par flexion

L'essai de flexion quatre points (voir Figure III.8) a été enregistré en utilisant une machine Instron 8801 avec une vitesse constante de 0,1 mm/s. Pour cette mesure nous avons utilisé les échantillons prismatiques 16 x 4 x 4 cm³. Le test de flexion a été effectué dans le sens du compactage de l'échantillon. La résistance à la traction par flexion a été déterminée en utilisant l'équation de Navier (III.12) :

$$\sigma_t = \frac{M_f \times y}{I} \quad (\text{III.12})$$

Avec $M_f = (F_{\max} / 2) \times a$, F_{\max} : la charge maximale, a: distance entre l'appui et la force appliquée, y : distance de l'axe neutre aux fibres extrêmes telle que $y = h/2$, h: la hauteur de l'échantillon, I: le moment quadratique de l'échantillon $I = b \times h^3 / 12$ et b: l'épaisseur de l'échantillon (voir Figure III.8).

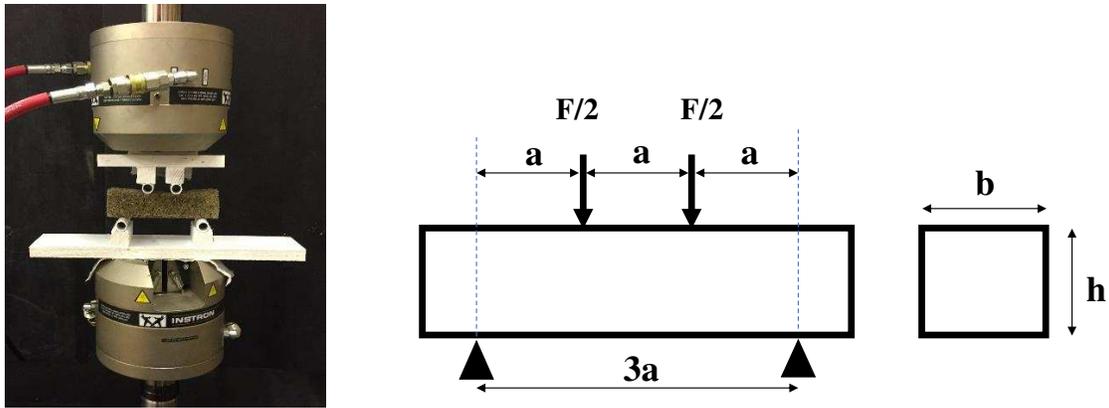


Figure III.8: Dispositif expérimental du test de traction par flexion en quatre points.

4.1.2. Etude de la résistance à la compression

L'essai de compression (voir Figure III.9a) a été enregistré en utilisant la machine Instron 8801 avec une vitesse constante de 0,2 mm/s. Pour cette mesure nous avons utilisé les échantillons cubiques $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$. Le test de compression a été effectué dans le sens du compactage de l'échantillon.

Les déformations relatives transversales et longitudinales respectivement (ϵ_{xx} , ϵ_{yy}) ont été déterminées en utilisant le système optique Aramis (voir Figure III.9b). Ce système est un système optique de haute performance qui détermine à la fois le déplacement et la déformation de l'échantillon pendant le chargement par des méthodes de corrélation d'images numériques [15,41]. Une caméra stéréo ARAMIS a été connectée de façon rigide pour mesurer les champs de déplacement et les déformations 2D d'une paire d'images correspondant à plusieurs instants de déformation d'échantillons. Avant la mesure, tous les échantillons ont été placés à la même distance de la caméra (34 cm) pour obtenir une image nette. Le module d'élasticité (E) et le coefficient de Poisson (ν) ont été calculés en utilisant les équations (III.13) et (III.14) où σ_c est la résistance à la compression, ϵ_{yy} est la déformation relative longitudinale et ϵ_{xx} est la déformation relative transversale.

$$E = \frac{\sigma_c}{\epsilon_{yy}} \quad (\text{III.13})$$

$$\vartheta = -\frac{\varepsilon_{xx}}{\varepsilon_{yy}} \quad (\text{III.14})$$

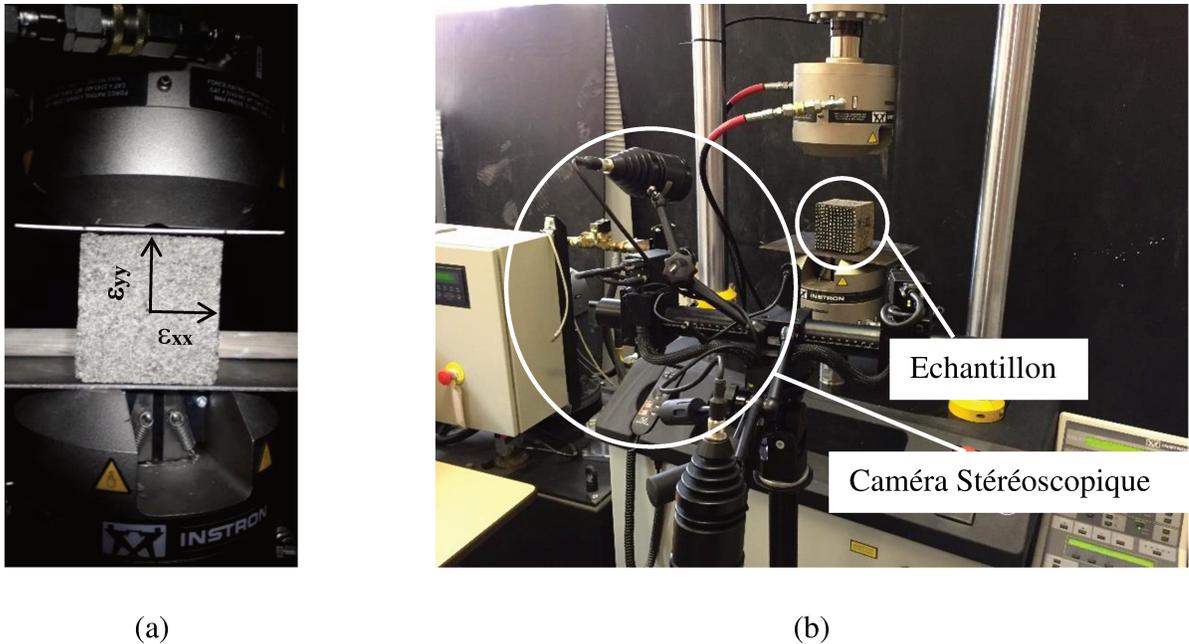


Figure III.9: (a) Essai de compression ; (b) Caméra stéréoscopique Aramis utilisée pour l'essai de la compression.

4.2. Résultats et discussions

4.2.1. Résistance à la traction

La Figure III.10 montre que la résistance maximale à la traction augmente de 0,11 MPa à 0,21 MPa lorsque la teneur en amidon augmente. Ces valeurs sont supérieures à celles mesurées sur les composites amidon-chanvre 0,08-0,11 MPa [41]. Ces résultats confirment que lorsque les particules utilisées sont plus fines (pulpes de betterave), elles sont mieux recouvertes par le liant d'amidon pendant la fabrication du matériau. Par conséquent, les composites A/PB montrent une résistance à la traction plus grande que celle des composites amidon-chanvre [39].

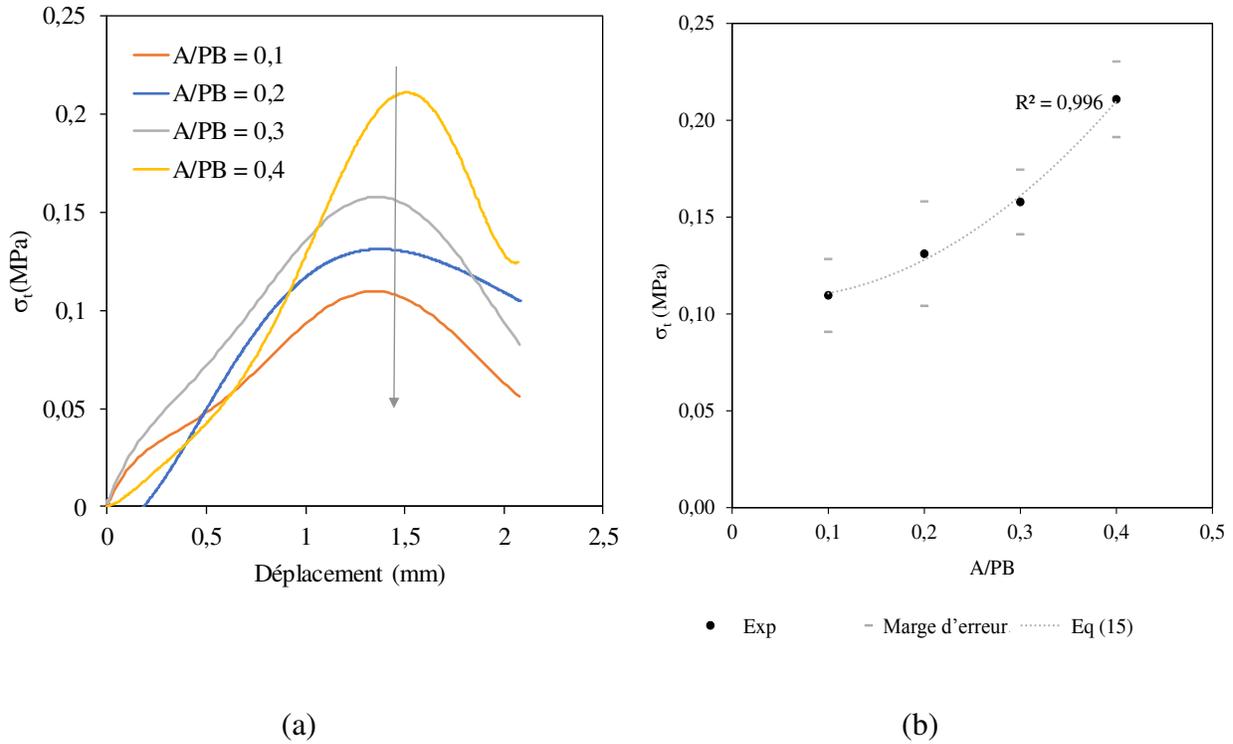


Figure III.10: (a) Courbes contrainte-déplacement du vérin pour des différents rapports massiques A/PB ; (b) Variation de la résistance à la traction par flexion en fonction du rapport massique.

La résistance à la traction du composite A/PB (σ_t) peut être approchée en fonction du rapport massique A/PB par l'équation (III.15).

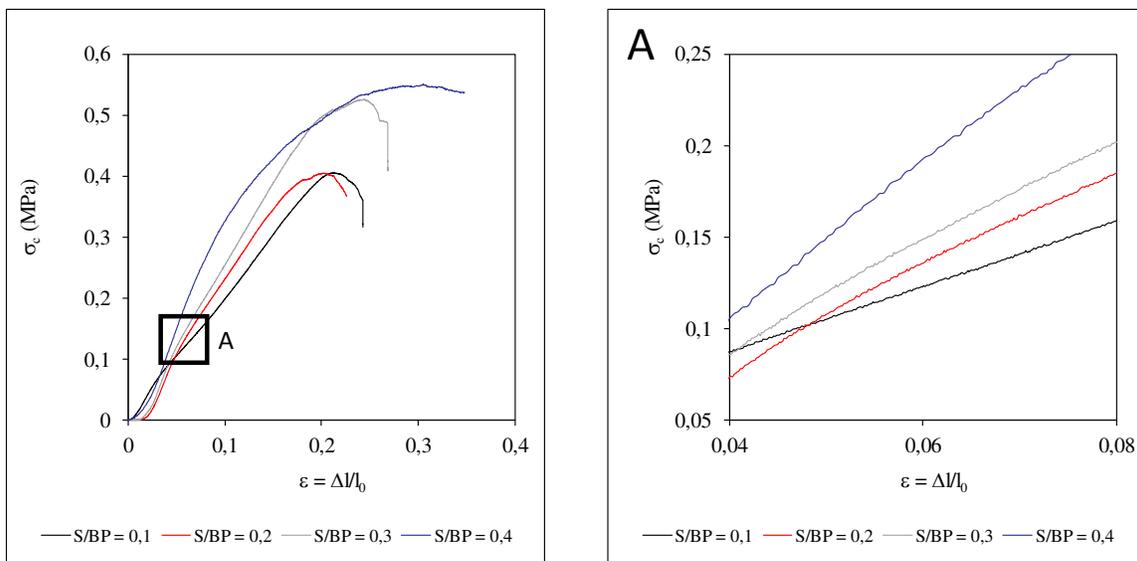
$$\sigma_t = 0,79 \times \left(\frac{A}{PB}\right)^2 - 0,06 \times \left(\frac{A}{PB}\right) + 0,11 \quad (\text{III.15})$$

4.2.2. Résistance à la compression

La variation de la résistance à la compression des échantillons susmentionnés est représentée en fonction des déformations longitudinales dans la Figure III.11a. Pour une déformation relative longitudinale de 10% et pour un rapport massique A/PB variant entre 0,1 et 0,4, la contrainte correspondante varie de 48% à 62% de la contrainte maximale. Cela permet de dire que l'échantillon ayant le rapport massique A/PB = 0,1 est plus élastique et plus déformable que les

autres formulations. La résistance maximale à la compression a été obtenue pour une déformation longitudinale ε comprise entre 22% et 27%. La résistance à la compression du composite A/PB augmente de 0,37 MPa à 0,52 MPa quand le rapport massique A/PB augmente de 0,1 à 0,4 puisque le liant à base d'amidon remplit les espaces entre les pulpes de betterave et assure une rigidité plus grande (voir Figure III.12). La résistance maximale à la compression du composite A/PB peut être approchée par l'équation (III.16). Pour le composite amidon-chanvre, la résistance moyenne à la compression pour un rapport massique amidon/chanvre = 0,1 est autour de 0,57 MPa [15,16,41]. Cette résistance est plus grande que celle du composite A/PB pour un même rapport massique (0,37 MPa) puisque les chènevottes présentent une rigidité plus élevée que celle de la pulpe de betterave.

Il semble important d'indiquer que la résistance à la compression du composite augmente avec l'augmentation de la quantité du liant (amidon) puisque ce dernier est capable de s'étaler sur les pulpes de betterave et par suite d'offrir au composite sa rigidité et son homogénéité. En revanche, l'influence de la variation de la masse volumique sur la résistance à la compression des composites amidon-chanvre n'est pas significative [15,16,41].



(a) Courbes de déformation-contrainte de compression avec différents rapports massiques A/PB ; (b) Partie linéaire de la courbe déformation-contrainte.

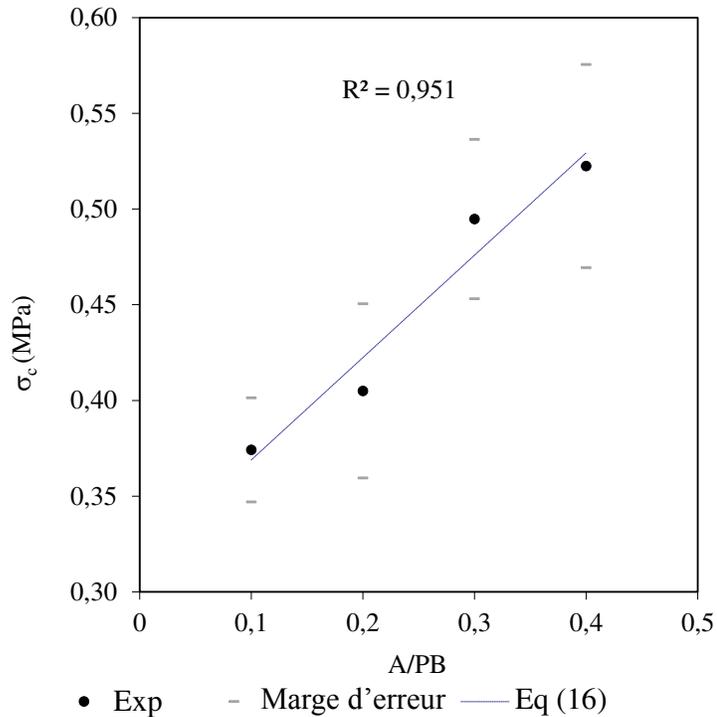


Figure III.12: Evolution de la résistance maximale à la compression en fonction du rapport massique A/PB.

$$\sigma_c = 0,54 \times \left(\frac{A}{PB}\right) + 0,32 \quad (\text{III.16})$$

4.2.3. Etude du module d'Young et du coefficient de Poisson

La Figure III.13a montre la courbe du module d'élasticité en fonction du rapport massique A/PB mesurée par un test de compression. Le module d'élasticité moyen du composite A/PB est compris entre 2,06 MPa et 3,17 MPa. On peut voir que le module d'élasticité augmente lorsque le rapport massique A/PB augmente de 0,1 à 0,4. Le module d'élasticité moyen de composites amidon-chanvre varie entre 1,63 et 2,04 MPa. Les composites A/PB ont donc une rigidité supérieure à celle de composites amidon-chanvre. Cela peut s'expliquer par le fait que la pulpe de betterave est plus fine, et ainsi mieux enduite par le liant lors de la fabrication [15,16].

Le module d'Young E a été calculé avec une deuxième méthode en appliquant les méthodes d'analyses d'images Aramis Caméra Stéréo. Le logiciel ARAMIS permet de calculer les

déformations verticales et horizontales (ε_{xx} , ε_{yy}). Le module d'Young E est obtenu selon l'équation (III.17) :

$$E = \frac{\sigma_{30}}{\varepsilon_{yy}} \quad (\text{III.17})$$

Avec $\sigma_{30} = \frac{\sigma_{max}}{3}$, σ_{max} la résistance maximale à la compression et ε_{yy} la déformation correspondante à σ_{30} .

La moyenne de déformations ε_{yy} a été calculée en excluant les 10 % de valeurs les plus grandes et les 10 % de valeurs les plus petites. Le graphique de la Figure III.13a montre le faible écart entre les résultats obtenus par les deux méthodes de calculs.

L'élasticité du module E peut être exprimée en fonction du rapport de masse A/PB dans l'équation approchée (III.18). Le coefficient de Poisson moyen des échantillons étudiés est représenté sur la Figure III.13b. Les résultats montrent que le coefficient de Poisson augmente linéairement avec le rapport massique A/PB de 0,11 à 0,18. Ceci peut s'expliquer partiellement par la diminution de la porosité du composite. L'augmentation de la quantité d'amidon est capable de remplir les pores existant dans le composite et de diminuer sa porosité, par conséquent, cette augmentation améliore l'homogénéité du composite. Les ratios moyens de coefficient de Poisson mesurés sont comparables à ceux de composites amidon-chanvre [15,16,41]. La relation entre le coefficient de Poisson et le rapport massique A/PB est linéaire et peut être approchée par l'équation (III.19).

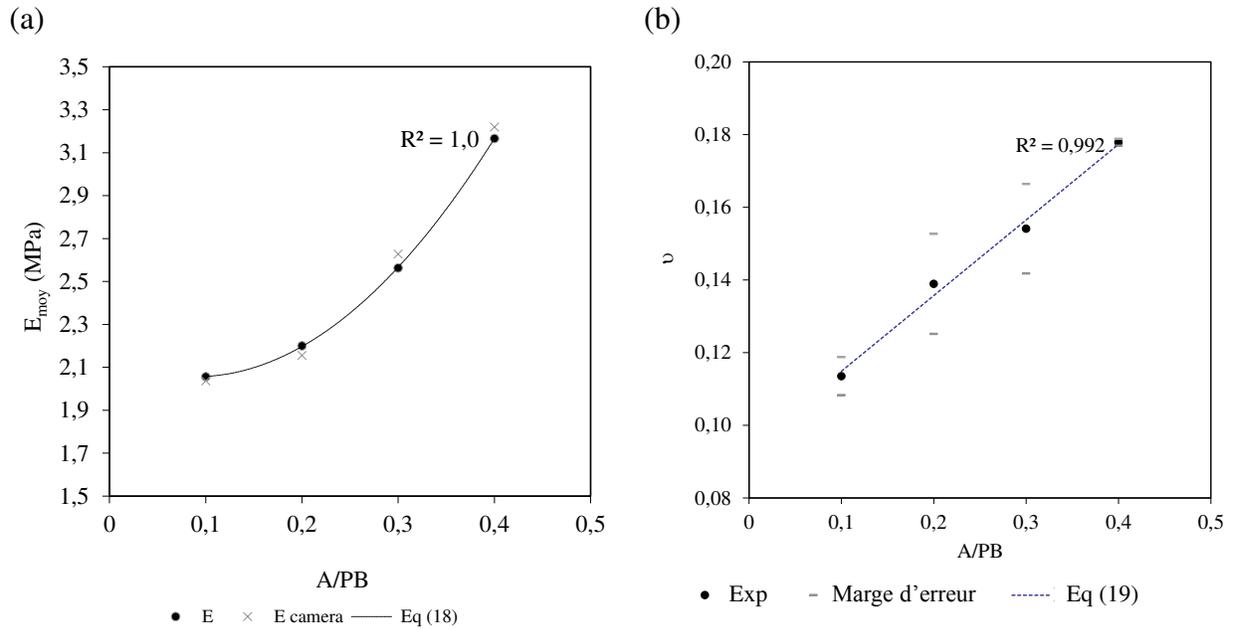


Figure III.13: (a) Module d'élasticité E calculé par ARAMIS et par le calcul classique ; (b) Module de Poisson ν .

Tableau III.4: Iso-contrainte dans la direction des charges avec l'augmentation du rapport massique A/PB .

Echantillons A/PB	ϵ_{max} (%)	ϵ_{min} (%)	$\epsilon_{max} - \epsilon_{min}$ (%)
0,1	-6,813	-1,879	-4,93
0,2	-7,182	-1,960	-5,22
0,3	-7,085	-1,665	-5,42
0,4	-7,557	-1,767	-5,79

$$E = 11,5 \times \left(\frac{A}{BP}\right)^2 - 2,06 \times \left(\frac{A}{BP}\right) + 2,15 \quad (\text{III.18})$$

$$\nu = 0,21 \times \left(\frac{A}{BP}\right) + 0,09 \quad (\text{III.19})$$

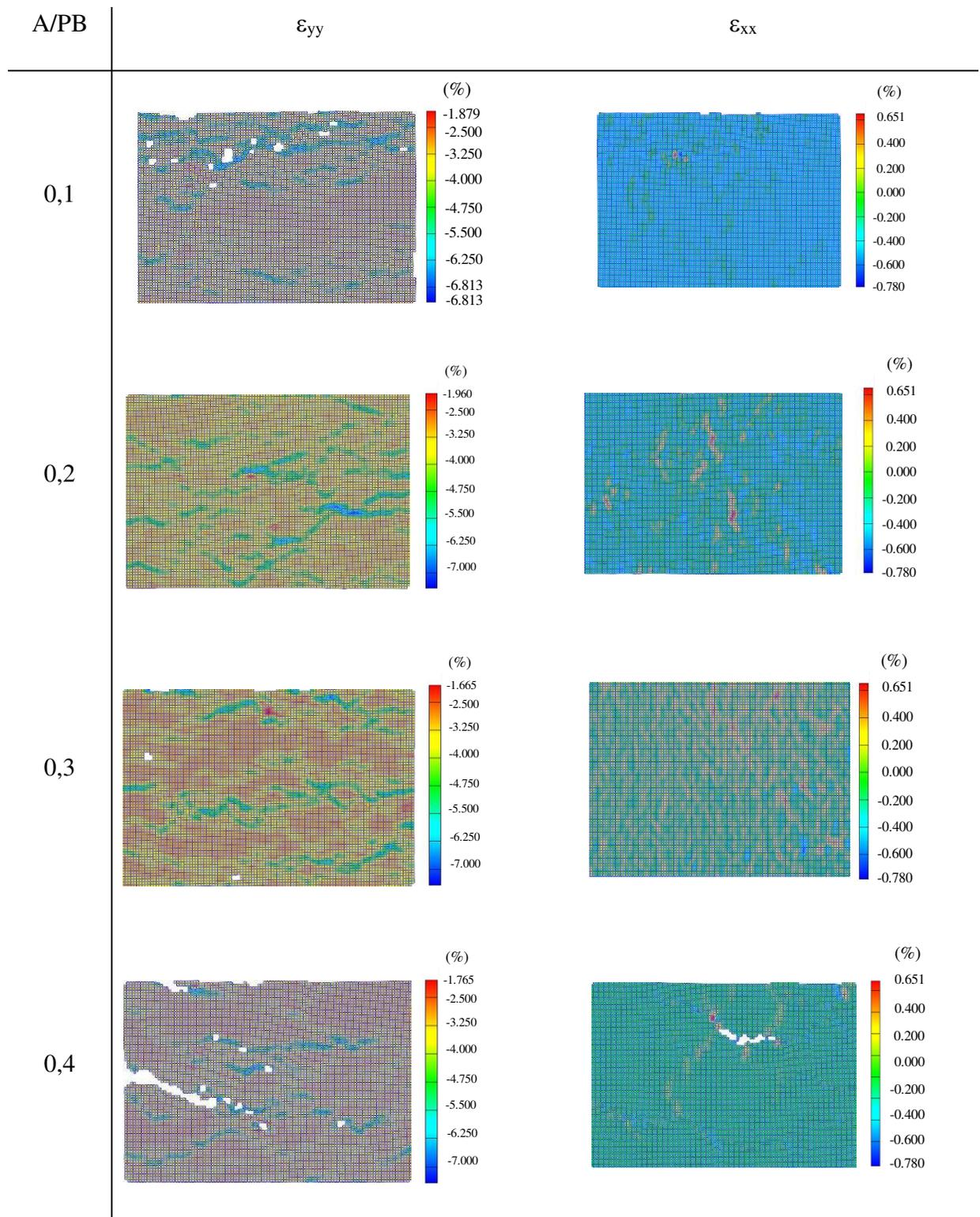


Figure III.14: Cartographies des déformations (déformation transversale et longitudinale) sous l'application des charges obtenues par les méthodes d'ARAMIS pour une contrainte $\sigma_{30\%} = \sigma_{\max} / 3$ pour différentes formulations.

La méthode d'Aramis utilisée permet d'étudier la distribution de déformations longitudinales et transversales (ϵ_{xx} et ϵ_{yy}). La Figure III.14 montre les cartographies typiques de déformations pour plusieurs échantillons étudiés avec un rapport massique A/PB différent pour $\sigma = \sigma_{\max} / 3$. La valeur iso-contrainte ($\epsilon_{\max} - \epsilon_{\min}$) était plus importante dans l'échantillon contenant une quantité plus grande d'amidon (A/PB = 0,4) (voir Tableau III.4). On peut voir que la contrainte iso tend à augmenter lorsque le rapport massique A/PB augmente de 0,1 à 0,4. Il semble intéressant d'indiquer que l'iso-contrainte du composite Amidon-PB est inférieure à celle de l'amidon-chanvre [41], ce qui peut confirmer que lorsque les particules utilisées dans les matériaux composites sont plus fines, les particules (Pulpes de betterave) sont distribuées dans toutes les directions du composite et le composite est plus homogène.

5. Propriétés acoustiques

5.1. Rappels sur les ondes sonores

Le son est une vibration qui se propage dans un milieu matériel tel que les fluides (eau, air...) et les solides, provoquant une modification de la pression et un mouvement vibratoire du milieu. En équilibre thermodynamique le milieu atmosphérique a une température $T = 20^\circ\text{C}$ et une pression $P_0 = 1,013 \cdot 10^5$ Pa. Les vibrations sonores entraînent une variation légère de la pression atmosphérique, pour avoir une pression $P = P_0 + P(t)$. L'oreille humaine est sensible seulement à une variation $P(t)$ qui ne dépasse pas une dizaine de Pa. La pression est indépendante de l'énergie du son émis, elle n'est donc pas suffisante pour caractériser une onde sonore. Pour cela, le terme intensité acoustique a été introduit, qui représente l'énergie sonore en W/m^2 .

Le son se propage avec une vitesse c_0 qui dépend des caractéristiques du milieu. Dans l'air, la vitesse du son varie principalement avec la température : $c_0 = 20,05T^{0,5}$ avec T en Kelvin. La fréquence du son est exprimée en Hertz (Hz). Le Tableau III.5 montre les différentes gammes de fréquences.

Tableau III.5: Différentes gammes de fréquences (cours acoustique).

< 20 Hz	20 à 50 Hz	500 à 20000 Hz	20000 Hz	> 20000 Hz
Infrasons	Basses	Médiums	Aigus	Ultrasons

On a plusieurs classes de son en fonction de sa fréquence : le son pur, le son périodique, le son non périodique et les bruits. Les bruits sont divisés en deux types : le bruit blanc qui possède la même énergie pour toutes les fréquences, et le bruit rose qui possède la même énergie par bande de fréquence. La longueur d'onde sonore (λ) exprimée en mètre, dépend de la fréquence et de la célérité du son : $\lambda = c_0 / f$.

En 1920 les ingénieurs du labo Bell ont introduit un nouveau terme Bel noté B, qui représente une mesure de rapport de deux valeurs. Le niveau de pression acoustique est exprimé en dB sous forme : $L_p = 10 \text{Log} (P_{\text{eff}}^2 / P_0^2)$ où P_0 représente la pression de référence égale à 20 μPa qui correspond à un niveau d'audition 0 dB à une fréquence 1000 Hz. On distingue plusieurs niveaux sonores en dB (voir Tableau III.6).

Tableau III.6: Ordres de grandeurs des niveaux sonores.

Niveau en dB	Sensation sonore	Exemples
0	Silence inhabituel	Seuil d'audibilité
10	Très calme	Studio d'enregistrement
20	Très calme	Jardin calme
30	Jugé calme si on est actif	Bibliothèque
40	Jugé calme si on est actif	Bureau tranquille
50	Modéré	Bureau
60	Gênant (pour un travail intellectuel)	Parole normale à 1 m
70	Assez fort	Rue passagère
80	Fort	Hall de gare
90	Seuil lésionnel si 8 heures par jour	Atelier de mécanique
100-120	Désagréable	Presse, marteau piqueur

130-140	Douleur	Réacteur d'avion
>140	Déchirure du tympan possible	Fusée

La connaissance du niveau acoustique des bruits en fonction de différentes fréquences audibles n'est pas suffisante, il faut analyser précisément la composition spectrale du bruit, soit en bandes fines ($\Delta f = \text{constante}$), soit en bandes larges par octave ou tiers octave ($\Delta f / f = \text{constante}$). Chaque phénomène étudié nécessite un type d'analyse différent de l'autre, par exemple les sons harmoniques sont normalement analysés en bandes fines, en revanche les bruits sont analysés en bandes larges. Dans le domaine du bâtiment, on s'intéresse aux fréquences allant de 100 à 4000 Hz. Le Tableau III.7 montre les fréquences correspondant à une octave et à un tiers d'octave.

Tableau III.7: Définition normalisée pour une octave et un tiers d'octave [1].

	Fréquences (Hz)																	
1/3 d'octave	100	125	160	200	250	315	400	500	630	800	1000	1250	1600	2000	2500	3150	4000	5000
Octave	125		250			500			1000			2000			4000			

La plupart des habitants considère que le bruit est l'élément le plus gênant parmi les nuisances en milieu urbain. L'agence française de normalisation définit le bruit comme tout phénomène acoustique provoquant une sensation désagréable ou gênante. Dans ce cadre, de nombreuses études visent à réduire les nuisances sonores dans des différents domaines ; Ferroviaire, automobile, aéronautique, militaire, médicale et bâtiments. Dans le domaine du bâtiment des matériaux isolants acoustiques à base minérale (laine de roche, polystyrène...) et à base végétale (béton de chanvre) sont utilisés.

5.2. Absorption acoustique

La rencontre d'une onde sonore incidente d'énergie E_i avec une paroi, produit une onde réfléchissante d'énergie E_R , se propageant dans une autre direction, accompagnée d'une partie transmise E_t à travers cette paroi. Le bilan énergétique s'écrit selon l'équation (III.20):

$$E_i = E_R + E_t \quad (\text{III.20})$$

En général, une onde sonore qui se propage dans l'air perd de l'énergie soit à cause de la viscosité et de la température de l'air, soit lors du contact avec un obstacle. Il y aura une partie transmise à travers l'obstacle. Cette transmission provoque un amortissement de l'onde sonore qui aboutit à une perte d'énergie appelée souvent énergie absorbée par le matériau.

Dans le cas où la paroi représente un matériau poreux, qui peut dissiper une partie de l'énergie incidente, on introduira une absorption acoustique E_a (voir Figure III.15), et le bilan énergétique s'écrit suivant l'équation (III.21) :

$$E_i = E_R + E_t + E_a \quad (\text{III.21})$$

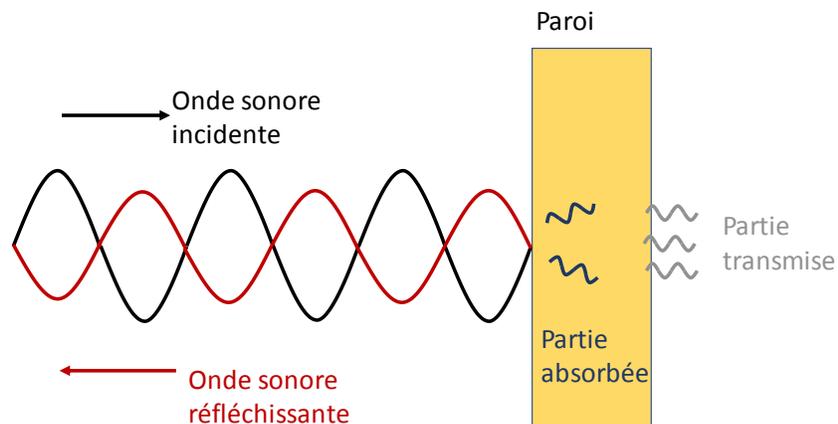


Figure III.15: Schéma représentatif du phénomène de réflexion d'une onde sonore incidente.

Le but de l'isolation acoustique dans les bâtiments est de limiter la propagation des ondes sonores de part et d'autre d'une paroi. Pour empêcher la transmission des ondes sonores, il est utile de

choisir des matériaux à forte inertie pour que l'onde incidente ne puisse pas les mettre en mouvement, ce qu'on appelle effet de masse. La correction acoustique consiste à limiter les ondes réfléchies sur la surface d'une paroi, qui interfèrent avec les ondes incidentes et gênent par exemple l'intelligibilité du discours dans la pièce.

Les matériaux poreux, tels que le béton de chanvre, ont une masse volumique très faible (450 kg.m⁻³ pour le béton de chanvre classique), ce qui lui permet de vibrer sous l'effet des ondes incidentes, et par conséquent de transmettre une partie importante des ondes sonores. En revanche ce type de matériau a un grand pouvoir à absorber l'énergie sonore, ce qui permet d'augmenter E_a et diminuer l'énergie réfléchie E_r .

En négligeant l'énergie transmise, le bilan énergétique se réécrit sous la forme suivante (équation III.22 & III.23) :

$$E_a + E_R = E_i \quad (\text{III.22})$$

$$\frac{E_a}{E_i} + \frac{E_R}{E_i} = 1 \quad (\text{III.23})$$

On définit le coefficient de réflexion R et le coefficient d'absorption α selon l'équation (III.24) :

$$R = \frac{E_R}{E_i} \quad ; \quad \alpha = \frac{E_a}{E_i} \quad (\text{III.24})$$

Le coefficient d'absorption acoustique α est défini comme le rapport d'énergie absorbée par le matériau étudié sur l'énergie incidente. Il varie de 0 à 1. Pour $\alpha = 0$ le matériau testé est complètement réfléchissant, et pour $\alpha = 1$ le matériau est complètement absorbant. Le coefficient d'absorption dépend de la fréquence du faisceau incident. Un matériau peut avoir une absorption différente selon la fréquence ou bande de fréquence. C'est pour cela que l'analyse de la mesure d'absorption acoustique se fait souvent en fonction de différentes bandes de fréquences allant de 100 Hz jusqu'à 4000 Hz (analyse spectrale par tiers d'octave). α peut être mesuré soit à l'aide d'un appareil qui s'appelle tube de Kundt, soit dans une chambre réverbérante [42].

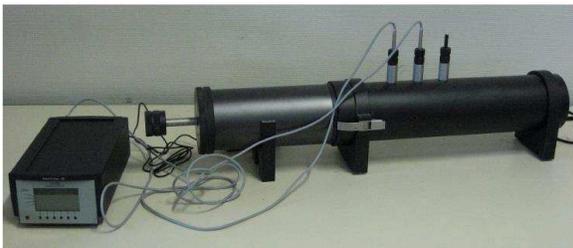
5.3. Le tube de Kundt

Le tube de Kundt de type BK 4206 (tube à deux microphones fixes) a été utilisé dans cette partie pour mesurer le coefficient d'absorption acoustique α . Cet appareil est constitué d'un tube cylindrique muni de deux microphones $\frac{1}{4}$ de pouce BK type 4187, un amplificateur de puissance BK 2706 et un analyseur OROS. Pour les mesures de l'absorption acoustique du composite betterave-amidon, nous disposons de deux tubes de dimensions différentes permettant de changer les gammes de fréquences utilisées :

- Tube de Kundt de grand diamètre \varnothing 100 mm (Figure III.16 a) :
 - Gamme de fréquence : 50 Hz-1,6 kHz
 - Distance entre les deux microphones : 50 mm
 - Distance entre la surface du matériau et le microphone le plus proche de l'échantillon : 100 mm.

- Tube de Kundt de grand diamètre \varnothing 29 mm (Figure III.16b) :
 - Gamme de fréquence : 500 Hz-6,4 kHz
 - Distance entre les deux microphones : 20 mm
 - Distance entre la surface du matériau et le microphone le plus proche de l'échantillon : 35 mm.

(a)



(b)



Figure III.16 : (a) Tube de Kundt pour les basses fréquences ; (b) Pour les hautes fréquences.

Le tube de Kundt est capable de mesurer l'absorption acoustique ainsi que l'impédance de surface de matériaux suivant la Norme NF EN ISO 10534-2. La Figure III.16 montre le dispositif utilisé pour cet essai qui contient deux microphones espacés d'une distance s variant selon le tube utilisé,

un haut-parleur fixé à l'extrémité du tube, et l'échantillon placé à l'autre extrémité du tube. A l'aide du générateur de l'analyseur et de l'amplificateur de puissance, le haut-parleur produit des signaux sonores qui tombent à la surface de l'échantillon (voir Figure III.17 et Figure III.18). Les deux microphones captent les pressions acoustiques réfléchissantes et incidentes. Le principe de la mesure de l'absorption acoustique est donc basé sur l'étude de la fonction transfert H entre les deux signaux captés par ces deux microphones.

Pour cette mesure, l'effet du rapport massique amidon/pulpe de betterave sur l'absorption acoustique du composite a été étudié. Dans ce but, quatre formulations de rapport massique différent ont été faites ($A/PB = 0,1 ; 0,2 ; 0,3$ et $0,4$), et quatre échantillons pour chaque formule ont été fabriqués. Les échantillons comme le montre la Figure III.19 ont la forme de disques de deux différents diamètres $\varnothing 29$ mm et $\varnothing 100$ mm. Une machine de traction INSTRON 8801 a été utilisée pour compacter les échantillons à un niveau de compactage sous une pression de 44 kPa afin d'avoir une même masse volumique et réaliser les essais avec une bonne précision. Les échantillons utilisés pour réaliser cette mesure ont été séchés dans une chambre climatique à 50 °C et à 10% HR (voir Figure III.20).

Chaque éprouvette de matériau est testée avec deux gammes d'échantillonnages de fréquences successives. Une première série de mesures a été faite avec des ondes sonores à hautes fréquences (petit tube) et une deuxième mesure a été réalisée en utilisant des ondes sonores à basses fréquences. Ce double échantillonnage permet d'augmenter la précision de résultats.

Dans cette partie l'effet de deux paramètres sur le comportement acoustique du composite a été étudié : la teneur en eau et la teneur en liant. Le premier paramètre a été étudié en mettant les échantillons testés dans une chambre climatique sous une température constante (23 °C) et à des humidités relatives différentes (10 % HR, 50 % HR et 75 % HR).

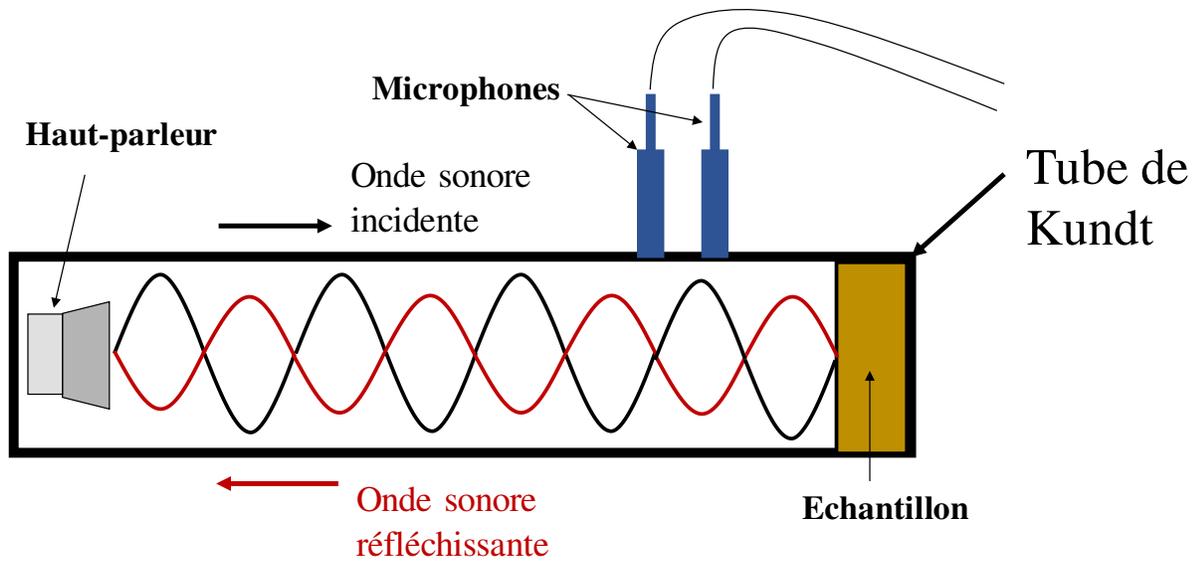


Figure III.17: Schéma représentant la mesure de l'absorption acoustique à l'aide d'un tube de Kundt.

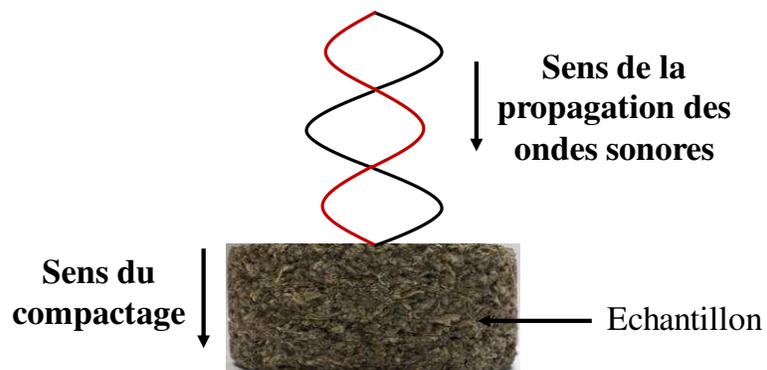


Figure III.18: Dispositif des tests dans le tube de Kundt.

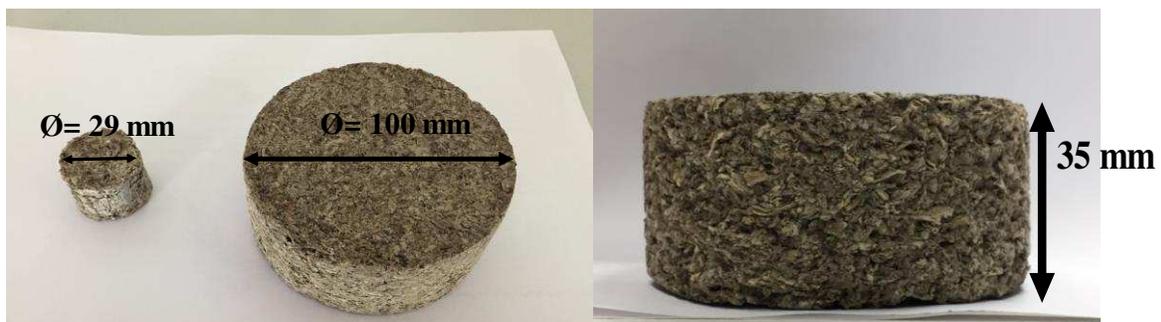


Figure III.19: Echantillon utilisé dans la mesure de l'absorption acoustique.



Figure III.20: Echantillons utilisés pour la mesure de l'absorption acoustique.

5.4. Résultats et discussions

Plusieurs études ont été faites pour évaluer la performance acoustique de bio-composites tels que le béton de chanvre-amidon, chanvre-ciment, et amidon-dates palmier [15,42,170]. Gourlay et al. [23] ont évalué l'absorption acoustique du béton de chanvre en utilisant un tube de Kundt. Ils ont étudié l'influence de la teneur en eau sur la performance acoustique de bétons de chanvre. Les résultats ont montré que les propriétés acoustiques des bétons de chanvre ne sont pas significativement affectées par la teneur en eau car l'eau liquide décante préférentiellement les intra-particules, alors que la dissipation acoustique n'est liée qu'aux macropores inter-particulaires. Cependant, l'humidité dans le matériau crée un léger gonflement de particules, qui est visible à travers une augmentation de la rigidité du béton de chanvre ainsi qu'une diminution de la porosité [23].

Dans cette étude, quatre formulations avec différents rapports massiques A/PB (0,1, 0,2, 0,3 et 0,4) ont été utilisées sous différentes humidités relatives (10% HR, 50% HR et 75% HR) pour étudier l'influence de la porosité et de l'humidité relative sur la performance acoustique du composite. La Figure III.21 montre des courbes représentant le coefficient d'absorption acoustique moyen du composite A/PB en fonction de la fréquence sonore (100-4000 Hz) pour les quatre formulations. Le coefficient d'absorption acoustique augmente avec l'augmentation de la fréquence, ce qui vérifie que les matériaux poreux sont capables d'absorber les ondes sonores de petites longueurs d'onde λ . On peut remarquer que la porosité du composite a une influence significative sur le comportement acoustique du composite, l'absorption acoustique diminue avec la diminution de la

porosité pour toutes les fréquences, ce qui permet de conclure que le liant à base d'amidon remplit les pores dans le composite et diminue par conséquent la capacité du composite à dissiper les ondes sonores incidentes.

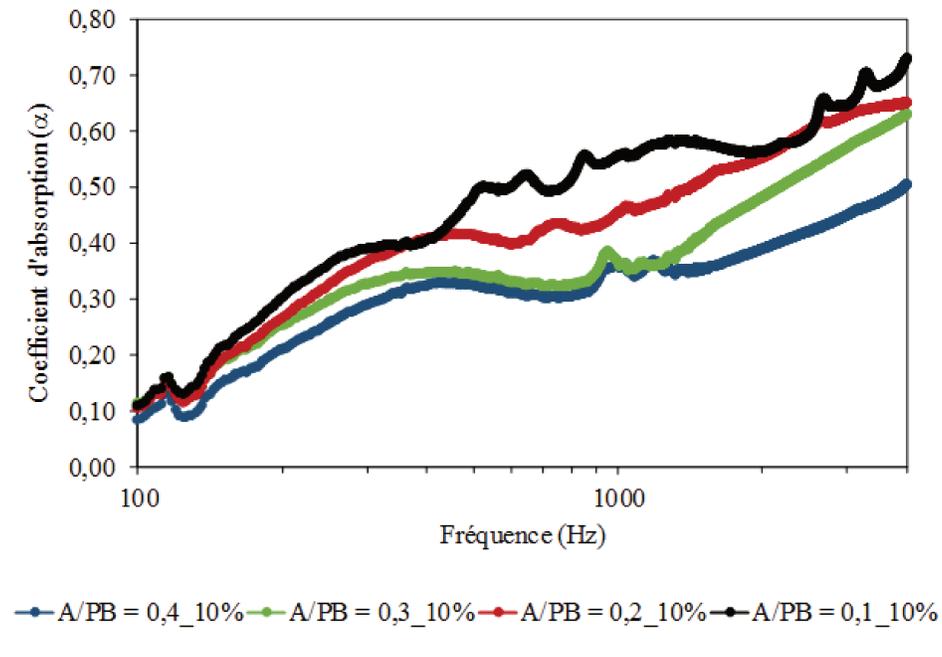


Figure III.21: Variation du coefficient d'absorption acoustique du composite de différentes formulations en fonction de la fréquence des ondes sonores appliquées.

Le coefficient d'absorption acoustique le plus élevé enregistré pour le composite A/PB est autour de 0,72 à une fréquence égale à 4000 Hz pour le rapport massique A/PB égal à 0,1. Pour les fréquences moyennes, le coefficient d'absorption acoustique diminue jusqu'à 0,6.

Les valeurs d'absorption sont supérieures à 0,50 pour la formulation A/PB =0,1, ces valeurs sont élevées en comparaison d'autres matériaux de construction et s'expliquent par la forte perméabilité et la porosité ouverte du matériau. Le béton cellulaire est un matériau très poreux (80% de vides) et malgré cela son absorption acoustique est limitée à 0,4. Les autres matériaux de construction utilisés comme les briques, le contre-plaqué et le plâtre ont une très faible absorption acoustique (< 0,1).

L'histogramme apparent de la Figure III.22 représente la variation du coefficient d'absorption acoustique α du composite A/PB pour un rapport massique A/PB égal à 0,3, stabilisé à une température de 23 °C et à des humidités relatives différentes (10% HR, 50% HR et 75% HR). Il est à noter que, pour la gamme de fréquences de 1000–4000 Hz, le coefficient d'absorption acoustique a diminué lorsque l'humidité relative a augmenté de 10% HR à 75% HR. Cela est dû au fait que la teneur en humidité du composite augmente en raison de l'augmentation de l'humidité relative dans la chambre climatique ; les gouttes d'eau bouchent les micropores, entraînant une réduction de la porosité, réduisant ainsi la capacité du composite à absorber ou à amortir les signaux sonores incidents de petite longueur d'onde (haute fréquence). Pour les fréquences moyennes, le composite soumis à une humidité relative de 50% a montré une meilleure performance acoustique, ce qui signifie que le composite A/PB fonctionne mieux dans les conditions ambiantes que dans d'autres conditions. Aux basses fréquences, le comportement acoustique du composite était inversé, le coefficient d'absorption acoustique augmentant avec l'humidité relative. Ceci suggère qu'à une humidité élevée (75% HR), le liant existant dans les macropores est plastifié et capable de vibrer pour amortir les ondes sonores de grande longueur d'onde (basses fréquences).

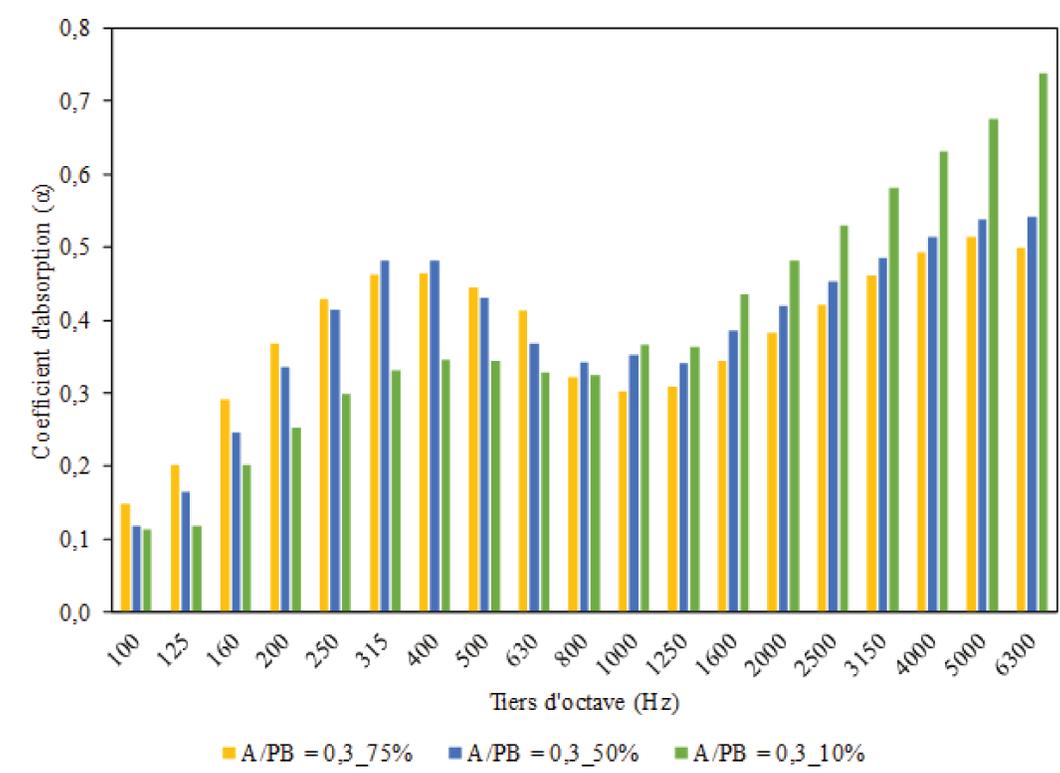


Figure III.22: Coefficient d'absorption acoustique du composite betterave-Amidon en fonction de la teneur en eau.

6. Conclusions

La masse volumique apparente de la pulpe de betterave extrudée est de 194 kg.m^{-3} et sa masse volumique absolue est de $1073,4 \text{ kg.m}^{-3}$ ce qui permet de conclure que la pulpe de betterave utilisée est très poreuse. La mesure des masses volumiques est en corrélation avec la vue microscopique qui montre une surface rugueuse et caverneuse de la pulpe utilisée. La porosité totale mesurée par la méthode d'insertion de cyclohexane et par la méthode Mercury Intrusion Porosimetry (MIP) est respectivement de $81,93 \%$ et de 63% , ce qui permet de dire que le cyclohexane a pu pénétrer par condensation un nombre plus grand de micropores que le mercure.

Le composite betterave-amidon a une masse volumique apparente variant entre 270 kg.m^{-3} et 360 kg.m^{-3} , ce qui est à comparer à la masse volumique apparente du béton betterave-ciment qui est comprise entre 570 kg.m^{-3} et 770 kg.m^{-3} . La porosité du composite betterave-amidon diminue avec la diminution de la masse de pulpe utilisée dans la fabrication du composite de 79% à 70% selon la méthode d'insertion de cyclohexane.

L'étude de la structure de pores du composite A/PB faite par la méthode MIP a détecté des pores de diamètre allant de 3 μm jusqu'au 1000 μm . Cette étude a montré que le liant est capable de couvrir la pulpe de betterave et boucher les pores. Le liant a réduit aussi les espaces entre les pulpes en créant des pores de diamètre compris entre 30 μm et 400 μm .

La résistance du composite à la traction par flexion σ_f augmente de 0,11 MPa à 0,21 MPa quand le rapport massique A/PB augmente de 0,1 à 0,4. L'ajout d'amidon dans le mélange du composite amidon-betterave favorise sa rigidité et améliore son homogénéité. La résistance à la compression σ_c augmente également de 0,37 MPa à 0,52 MPa avec l'augmentation de la teneur en amidon, ce qui nous permet de conclure que la rigidité du composite augmente avec réduction de la porosité du composite. Le module d'Young E du composite varie de 2 MPa à 3,17 MPa et le coefficient de Poisson ν augmente linéairement avec l'augmentation de la teneur en liant tout en restant inférieur à 0,18. Le composite amidon-betterave possède une élasticité et une homogénéité plus élevées que celles du composite amidon-chanvre pour un rapport amidon/agrégats égal à 0,1, puisque les pulpes de betterave utilisées dans la fabrication du composite sont de tailles plus petites (2 mm) ce qui offre une bonne adhésion entre le liant et les agrégats.

La performance acoustique du composite a été étudiée du point de vue expérimental au cours de cette thèse. L'objectif était de déterminer si le composite présentait la possibilité d'être utilisé comme un isolant acoustique. Ainsi, la valeur d'absorption acoustique a été étudiée pour différentes formulations de composite. Cette valeur est élevée par rapport à d'autres matériaux de construction ce qui favorise l'utilisation du composite dans l'isolation acoustique du bâtiment. Les résultats montrent que l'absorption acoustique du composite amidon-betterave dépend de la fréquence, de la teneur en liant et de l'humidité relative.

L'étude mécanique et acoustique du composite amidon-betterave montre que parmi les quatre formulations testées :

- l'échantillon A/PB = 0,4 a la meilleure performance mécanique,
- l'échantillon A/PB = 0,1 a la meilleure absorption acoustique et il est le plus léger.

Il n'est pas possible de définir une formulation du composite amidon-betterave idéale en mécanique et en acoustique. Le choix de la composition du matériau amidon-betterave dépend du type d'utilisation, du type de bâtiment et des conditions de l'environnement.

Chapitre IV : Etude des propriétés hygrothermiques, traitement à l'huile de lin

1. Introduction

Ce chapitre porte dans sa première partie sur l'étude des propriétés hygriques et thermiques du composite produit en fonction de la teneur en liant (amidon). Il vise à déterminer le comportement thermique du composite à l'état sec à travers la mesure de la conductivité thermique et de la capacité calorifique et le calcul de l'inertie thermique (effusivité et diffusivité thermique). Les résultats expérimentaux de la conductivité thermique sont complétés par une approche analytique. Il présente aussi les caractéristiques hygriques du composite à travers la mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau, de l'isotherme de sorption et de la capacité tampon hydrique MBV. Ensuite, les modèles GAB, Merakeb et Van Genuchten sont ajustés aux résultats expérimentaux.

Afin d'améliorer la durabilité du composite élaboré, deux traitements ont été testés : le premier consiste à traiter la surface du composite (après son élaboration) avec de l'huile de lin pour greffer une couche hydrophobe à la surface du composite et le deuxième concerne une polymérisation des pulpes de betterave avec l'huile de lin sous l'effet de la chaleur avant la fabrication du composite. Ces deux traitements et leur influence sur l'isotherme de sorption font l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

Tout d'abord nous présentons le matériel, les méthodes expérimentales et les échantillons utilisés. Ensuite, les résultats sont présentés et analysés.

2. Matériel et méthodes expérimentales

La préparation du mélange amidon-pulpe de betterave suivie par le moulage et le séchage des échantillons a été effectuée en respectant le protocole détaillé dans le chapitre II. Pour l'étude des propriétés hygrothermiques, les quatre formulations de rapports massiques A/PB variant de 0,1 à 0,4 élaborées précédemment sont utilisées. Le Tableau IV.1 montre la taille et le nombre d'échantillons utilisés pour chaque essai. Le nombre d'échantillons est fixé en respectant les Normes NF en vigueur de chaque essai.

Tableau IV.1: Nombre et dimensions des échantillons utilisés pour chaque essai.

Mesure	Dimensions des échantillons	Nombre d'échantillons par formulation
Perméabilité à la vapeur d'eau	Ø= 93 mm, ép.20 mm	5
Isotherme de sorption	Ø= 100 mm, ép.40 mm	4
MBV	Ø= 100 mm, ép.40 mm	4
Conductivité thermique λ	100 × 100 × 100 mm	3
Chaleur massique C_p	Ø= 14 mm, ép.700 mm	3

2.1. Etude hygrique

2.1.1. Perméabilité à la vapeur d'eau

La perméabilité à la vapeur d'eau δ_v ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) représente la capacité de la vapeur d'eau à traverser le matériau sous la pression d'un flux de vapeur. La mesure a été effectuée selon la norme NF EN ISO 12572 [171], en utilisant la méthode de la coupelle sèche [42,167]. Le principe de cet essai consiste à exposer un échantillon du composite d'épaisseur e à un flux de vapeur d'eau constant et unidimensionnel sous une température constante. Avant de commencer la mesure, l'échantillon a été séché dans une chambre climatique à 50 °C et 10% d'humidité relative (voir Figure IV.1a) pour que sa masse se stabilise c'est-à-dire jusqu'à ce que trois pesées successives ne varient pas plus que de 5%. Après la stabilisation de la masse, la surface latérale de l'échantillon est rendue imperméable à la vapeur par une colle étanche et un papier adhésif pour assurer un transfert monodimensionnel, puis scellée sur la coupelle contenant le gel de silice, créant une ambiance de 0% HR dans la coupelle (voir Figure IV.1b). L'ensemble échantillon-coupelle a été placé dans une chambre climatique Binder MKF 720 réglée à 50% HR et à 23 °C. La mesure est réalisée avec une vitesse d'air égale à 0,5 m/s. Les dimensions de chaque échantillon ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse de précision 0,01 mm.

Les essais ont été effectués sur cinq échantillons bruts. Un suivi de la variation de la masse a été effectué par des pesées de l'assemblage coupelle-échantillon toutes les 48 heures, à l'aide d'une balance avec une précision de 1 mg. Les pesées ont été effectuées jusqu'à l'obtention, pour chaque assemblage, de six points de mesure successifs situés sur une droite. La Figure IV.1b montre l'ensemble coupelle-échantillon placé dans l'enceinte climatique.

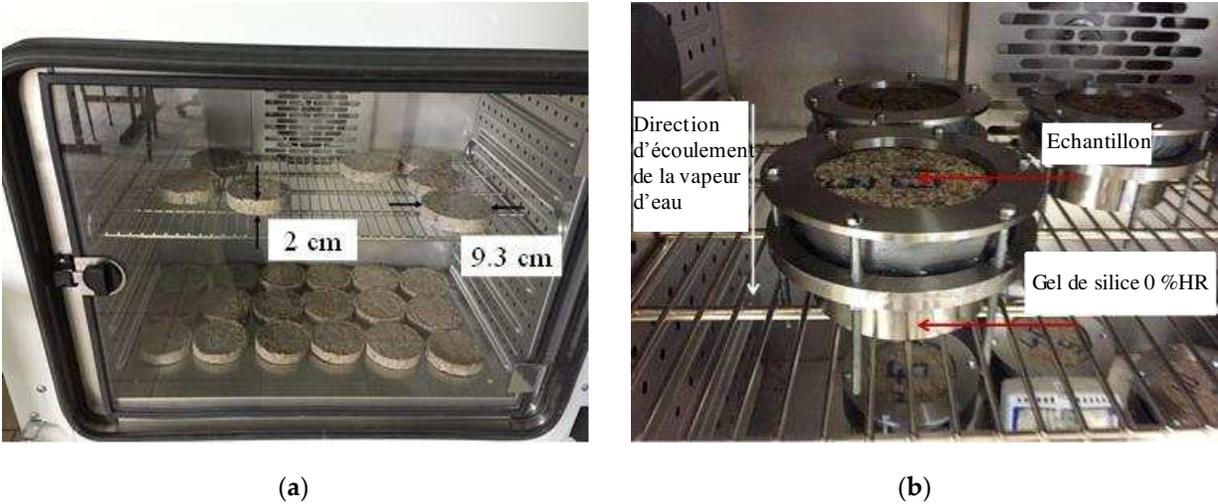


Figure IV.1: (a) Échantillons dans la chambre climatique à 50 °C et 10% HR ; (b) Coupelle sèche utilisée pour la perméabilité à la vapeur d'eau.

2.1.2. Isotherme de sorption

La mesure de l'isotherme de sorption a été réalisée conformément à la norme NF EN ISO 12571 (2001) [157,167,172]. Elle est déterminée par paliers successifs d'humidité relative ambiante croissante et à une température de 23°C. Cinq atmosphères différentes sont imposées à l'aide d'une chambre climatique (20%, 40%, 60%, 80%, 92% HR). Pour chaque palier d'humidité relative, un suivi massique est réalisé au cours du temps. Les teneurs en eau u correspondantes sont calculées pour chaque échantillon suivant l'équation (IV.1) :

$$u = \frac{m_i - m_0}{m_0} = \frac{m_w}{m_0} \quad (\text{IV.1})$$

où m_0 (kg) est la masse de l'échantillon à l'état sec, m_i (kg) est la masse de l'échantillon à une humidité relative donnée et m_w (kg) est la masse de la vapeur d'eau absorbée par l'échantillon. La teneur en eau d'une formulation correspond à la valeur moyenne des quatre échantillons. Ceci

permet de tracer la courbe de sorption représentant la variation de la teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative de l'air ambiant à une température constante de 23 °C [38]. Quatre échantillons cylindriques de 10 cm de diamètre et de 4 cm d'épaisseur par mélange ont été préparés (Figure IV.2). Ils ont été séchés dans une chambre climatique Binder MKF 720 pendant sept jours à 50 °C et 10% d'humidité relative. Les échantillons sont ensuite placés à des humidités relatives différentes. À chaque niveau d'humidité, les mesures ont été effectuées jusqu'à ce que la variation pour trois lectures de masse successives devienne inférieure à 1% de la masse totale. Les résultats expérimentaux ont ensuite été exprimés analytiquement à l'aide des trois modèles : GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) [173], Merakeb [174] et Van Genuchten [175].

- Le modèle GAB décrit le comportement en phase d'adsorption polymoléculaire. Le domaine d'humidités relatives correspondant peut atteindre 95 % HR [176] . La teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative ambiante est donnée par l'équation (IV.2) :

$$W = \frac{W_m \times C_G \times K \times \varphi}{(1 - K \times \varphi)(1 - K \times \varphi + C_G \times K \times \varphi)} \quad (\text{IV.2})$$

W : teneur en eau massique du matériau [g/g],

W_m : teneur en eau moléculaire [g/g], c'est-à-dire la teneur en eau nécessaire pour recouvrir d'une couche de molécules d'eau la surface de l'adsorbat,

C_G et K : paramètres sans dimension pour le modèle GAB liés à la chaleur de sorption dans la région monocouche et multicouche,

φ : humidité relative.

- Le modèle Merakeb est dérivé d'un équilibre thermodynamique entre l'eau libre et sa pression de vapeur saturée, et est généralisé pour la phase aqueuse liée. Il s'écrit selon l'équation (IV.3) :

$$\ln\left(\frac{u}{u_s}\right) = a \times \ln(\varphi) \times e^{b\varphi} \quad (\text{IV.3})$$

u : teneur en eau massique du matériau [g/g],

u_s : teneur en humidité saturante en masse [g/g],

a et b : paramètres thermodynamiques intrinsèques du modèle de Merakeb.

- Le modèle de Van Genuchten s'écrit :

$$u = u_s \times \left(1 + \left| \frac{\alpha_T \times 8,314 \times 296 \times \ln(\varphi)}{0,018 \times 9,81} \right|^{\eta_T \left(-1 + \frac{1}{\eta_T} \right)} \right) \quad (IV.4)$$

α_T et η_T : constantes caractéristiques du modèle VG.

Les données expérimentales ont été corrélées avec la méthode des moindres carrés. Pour estimer la variabilité attribuée à chaque modèle, le coefficient de corrélation (R^2) a été calculé. L'écart moyen E et l'erreur quadratique moyenne (RMSE) ont également été évalués. Ces critères ont permis de juger de la qualité de l'ajustement de résultats expérimentaux par rapport au modèle. Ils sont définis respectivement dans les équations (IV.5) et (IV.6).



Figure IV.2: (a) Echantillons utilisés pour la mesure de l'isotherme de sorption ; (b) Dimensions de l'échantillon.

$$E = \frac{100}{N} \times \sum_{i=1}^n \frac{|m_e^i - m_p^i|}{m_e^i} \quad (IV.5)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_e^i - m_p^i)^2}{N}} \quad (IV.6)$$

où m_e est la mesure expérimentale, m_p est la valeur calculée à l'aide du modèle et N est le nombre total de valeurs expérimentales. L'ajustement entre les valeurs expérimentales et analytiques est considéré comme correct lorsque l'écart relatif moyen ne dépasse pas 10%. La qualité de l'ajustement est inversement proportionnelle aux valeurs E et RMSE.

2.1.3. Capacité tampon hydrique MBV

MBV représente la capacité du composite à réguler l'humidité relative d'un milieu. Le protocole Nordtest définit les variations cycliques de l'humidité relative après stabilisation, entre des valeurs élevées (75%) et faibles (33%) pendant 8 heures et 16 heures, respectivement [6,20,41,157,177]. Quatre échantillons cylindriques de 10 cm de diamètre et de 4 cm d'épaisseur (voir Figure IV.3) ont été testés pour chaque formule. Les bords et les faces arrière des échantillons ont été scellés avec du ruban adhésif étanche. Les échantillons ont été stabilisés à 23 °C et 50% HR dans une chambre climatique et pesés jusqu'à ce qu'ils atteignent l'équilibre. Pendant une exposition périodique, les échantillons ont été pesés cinq fois pendant la phase d'adsorption et deux fois pendant la phase de désorption. Cet essai est réalisé avec une vitesse d'air égale à 0,5 m/s. Lorsque la variation de masse entre trois jours consécutifs est devenue inférieure à 5%, l'expérience a été arrêtée et la capacité tampon hydrique MBV a été calculée à l'aide de l'équation (IV.7) :

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \times (RH_{sup} - RH_{inf})} \quad (IV.7)$$

avec A (m^2) est la surface de l'échantillon en contact avec l'air. HR_{sup} et HR_{inf} représentent respectivement l'humidité relative élevée (75% HR) et l'humidité relative faible (33% HR) et Δm représente la variation de masse pendant la phase d'adsorption (g).



Figure IV.3: Photographie des échantillons utilisés pour la mesure du MBV.

2.2. Comportement thermique

2.2.1. Etude expérimentale

2.2.1.1. Conductivité thermique

La conductivité thermique du composite a été mesurée en utilisant la sonde ISOMET 2114 Applied Precision (Isomet 2114, Aventech, Buc, France) [178]. Le flux de chaleur a été généré en chauffant une résistance électrique insérée dans un trou de l'échantillon pour fournir un contact thermique direct avec l'échantillon. L'évaluation de la conductivité thermique est basée sur les mesures de température effectuées périodiquement en fonction du temps. Les échantillons cubiques testés ont été séchés dans une chambre climatique (Binder MKF 720) à 50 °C et 10% HR. Avant la mesure, les échantillons séchés ont été refroidis et stabilisés à 23 °C et 10% HR puis couverts pendant le test pour empêcher l'absorption d'humidité (voir Figure IV.4).

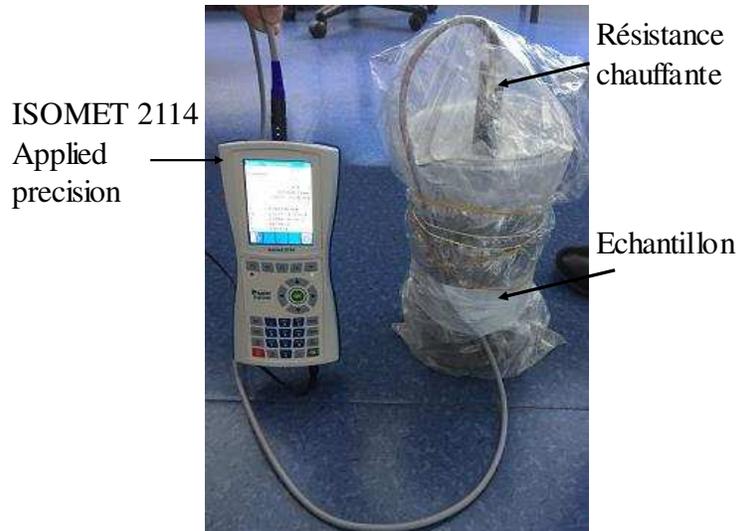


Figure IV.4: Mesure de conductivité thermique du composite.

2.2.1.2. Capacité thermique massique

La capacité calorifique du composite a été mesurée à l'aide d'un calorimètre C80 Calvet de Setaram Instrumentation. Pour cette mesure, une rampe de température a été appliquée à deux cavités entourées de thermopiles Tian-Calvet. Ces thermopiles mesuraient plus précisément le flux de chaleur à travers les cellules. Seul un cycle vierge et un cycle d'échantillonnage sont requis dans cette configuration. Pendant la mesure, l'échantillon sec a été placé dans une cellule fermée pour stabilisation à 22 °C et une rampe de température a été réglée de 10 °C à 50 °C. Six échantillons ont été testés.

2.2.2. Etude théorique : modélisation de la conductivité thermique par l'approche autocohérente

En ce qui concerne la conductivité thermique théorique, elle a été évaluée en utilisant le modèle auto-cohérent avec deux phases [17,18]. Le milieu hétérogène, à inclusions sphériques, est supposé être un assemblage de sphères composites de différentes tailles (Figure IV.5). Pour un milieu à deux phases et c'est le cas du composite produit, une sphère de rayon R_a (air) est intégrée dans une coque sphérique concentrique de rayon externe R_{solide} (phase solide). Cette sphère composite est noyée dans un milieu homogène et équivalent isotrope (Figure IV.5b).

La conductivité thermique effective, λ_{eff} , a été déterminée en fonction des conductivités thermiques de la phase solide et de l'air, en utilisant l'équation (IV.8), où n est la porosité totale, λ_a est la conductivité thermique de l'air et λ_s est la conductivité thermique en phase solide.

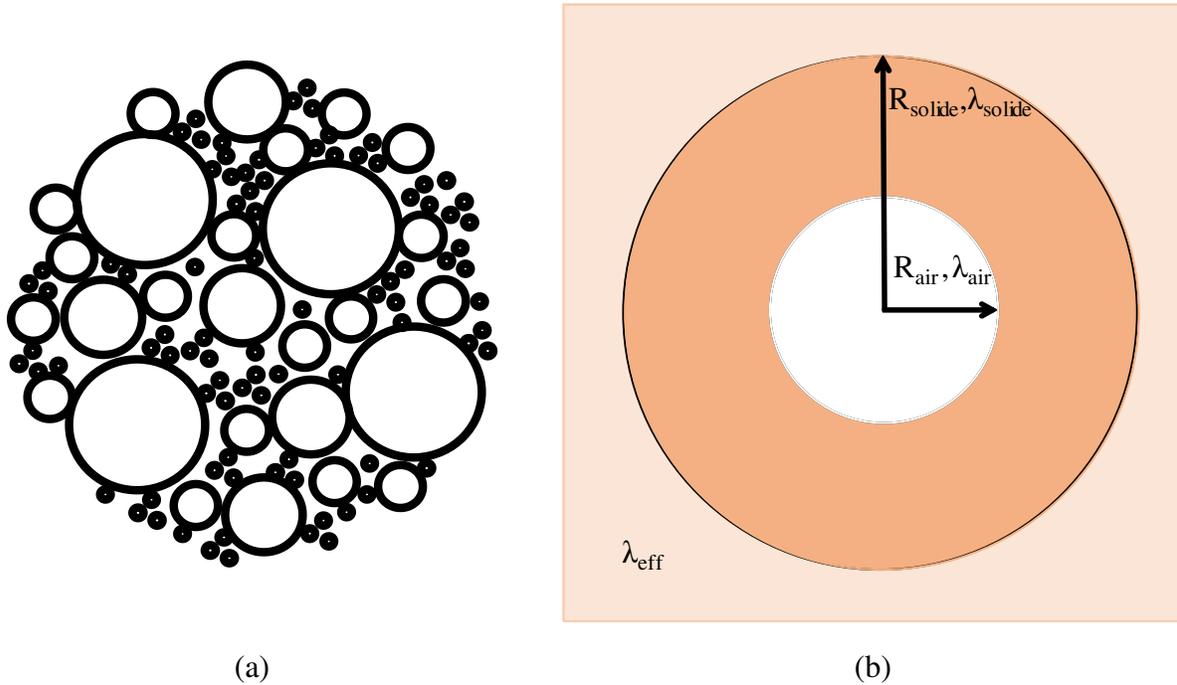


Figure IV.5: (a) Milieu hétérogène supposé être un assemblage de sphères composites de différentes tailles ; (b) Géométrie de matériaux agricoles considérée comme milieu biphasé dans un milieu homogène.

$$\lambda_{eff} = \lambda_s \times \left(1 + \frac{n}{\left(\frac{1-n}{3}\right) + \frac{1}{(\lambda_a/\lambda_s - 1)}} \right) \quad (IV.8)$$

3. Résultats et analyses

3.1. Comportement hygrique

3.1.1. La perméabilité à la vapeur d'eau

Les mesures de la perméabilité à la vapeur d'eau selon la méthode de la coupelle sèche fournissent des renseignements sur le comportement du matériau quand le transfert d'humidité est dominé par la diffusion de vapeur. Le flux de vapeur qui traverse le matériau est obtenu à partir de pesées de

l'ensemble coupelle-échantillon. En régime permanent, le flux de vapeur d'eau à travers l'éprouvette G (kg. s⁻¹) est représenté par la pente de la droite de régression entre la masse de l'assemblage d'essai et le temps, éliminant la phase initiale non linéaire de l'essai (voir Figure IV.6 et Figure IV.7). Ainsi la densité de flux (ou débit de transmission) de la vapeur g (kg.m⁻². s⁻¹) est calculée par la formule de l'équation (IV.9), où A (m²) est la surface de l'éprouvette exposée.

$$g = \frac{G}{A} \quad (\text{IV.9})$$

$$W = \frac{G}{A \times \Delta P_v} \quad (\text{IV.10})$$

$$P_{sat} = \varphi \times 610,5 \times e^{\frac{17,269 \times \theta}{237,3 + \theta}} \quad (\text{IV.11})$$

$$W_c = \frac{1}{\frac{A \times \Delta P_v}{G} - \frac{d_a}{\delta_a}} \quad (\text{IV.12})$$

La perméance à la vapeur d'eau W (kg.m⁻². s⁻¹. Pa⁻¹) est calculée par la formule de l'équation (IV.10). La pression de la vapeur saturante P_{sat} (Pa) sur chaque face de l'éprouvette est calculée en fonction de la température θ (°C) et l'humidité relative φ (%) suivant la formule de l'équation (IV.11). Ceci permet de calculer la différence de pression ΔP_v.

Une correction de la résistance de la couche d'air dans la coupelle de mesure nous permet d'obtenir la valeur de la perméance corrigée W_c (kg.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) représentée par la formule de l'équation (IV.12) où d_a(m) est l'épaisseur de la couche d'air tandis que δ_a représente la perméabilité à la vapeur d'eau de l'air égale à 2×10⁻¹⁰ kg.m⁻¹.s⁻¹.Pa⁻¹.

Le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ et δ_v sont respectivement donnés dans les équations (IV.13) et (IV.14).

$$\delta_v = W_c \times e \quad (\text{IV.13})$$

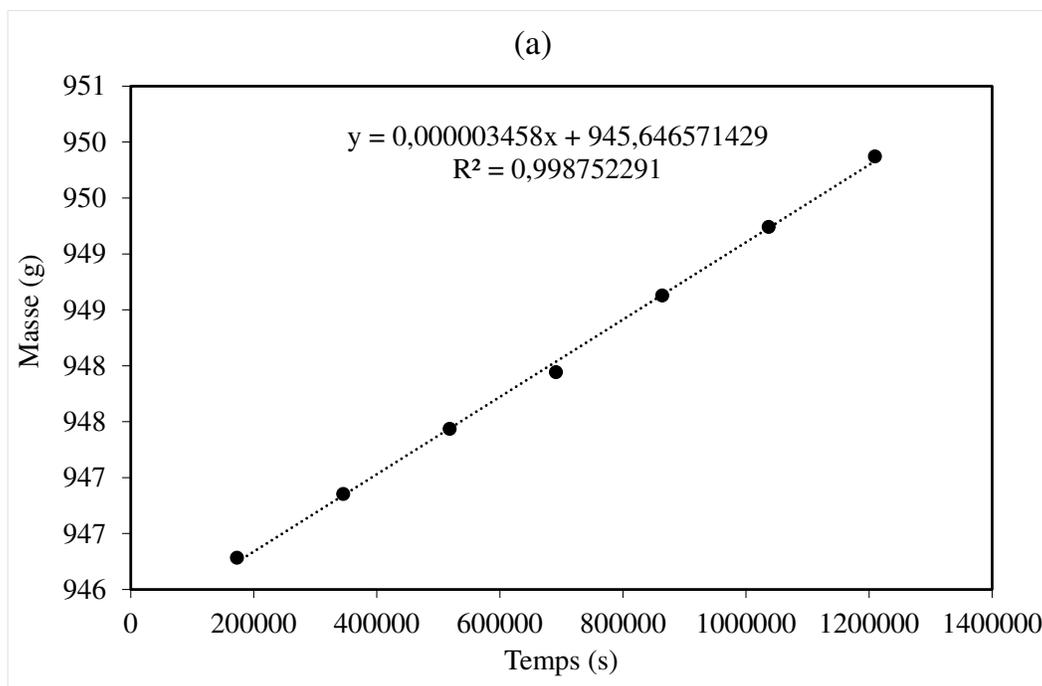
$$\mu = \frac{\delta_a}{\delta_v} \quad (\text{IV.14})$$

Les résultats de la perméabilité à la vapeur d'eau sont présentés dans le Tableau IV.2. L'augmentation de la quantité de liant diminue la perméabilité à la vapeur d'eau du composite. La

perméabilité du composite dépend principalement de sa masse volumique [167] ; plus le matériau est lourd, moins il est poreux et perméable à la vapeur d'eau. L'échantillon avec le rapport de masse A/PB de 0,1 est le plus léger et par conséquent, il présente la perméabilité à la vapeur la plus élevée. De plus, la perméabilité à la vapeur d'eau du composite amidon-betterave ($8,90 \times 10^{-12} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) est inférieure à celle des composites chanvre-amidon ($1,7\text{--}6,2 \times 10^{-11} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) [33] et à celle du composite Typha-argile ($2,83\text{--}6,15 \times 10^{-11} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) [2]. Ceci est attribué à la petite taille des pulpes (2–4 mm), qui fournit un composite plus homogène et moins poreux que les autres.

Tableau IV.2: Perméabilité et résistance à la vapeur de composites.

Rapport massique (A/PB)	$\delta_v \times 10^{-12} \text{ (kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}\text{)}$	μ
0,1	$9,12 \pm 0,229$	$21,93 \pm 0,55$
0,2	$7,92 \pm 0,173$	$25,27 \pm 0,54$
0,3	$7,49 \pm 0,155$	$26,71 \pm 0,56$
0,4	$6,98 \pm 0,246$	$28,67 \pm 1.02$



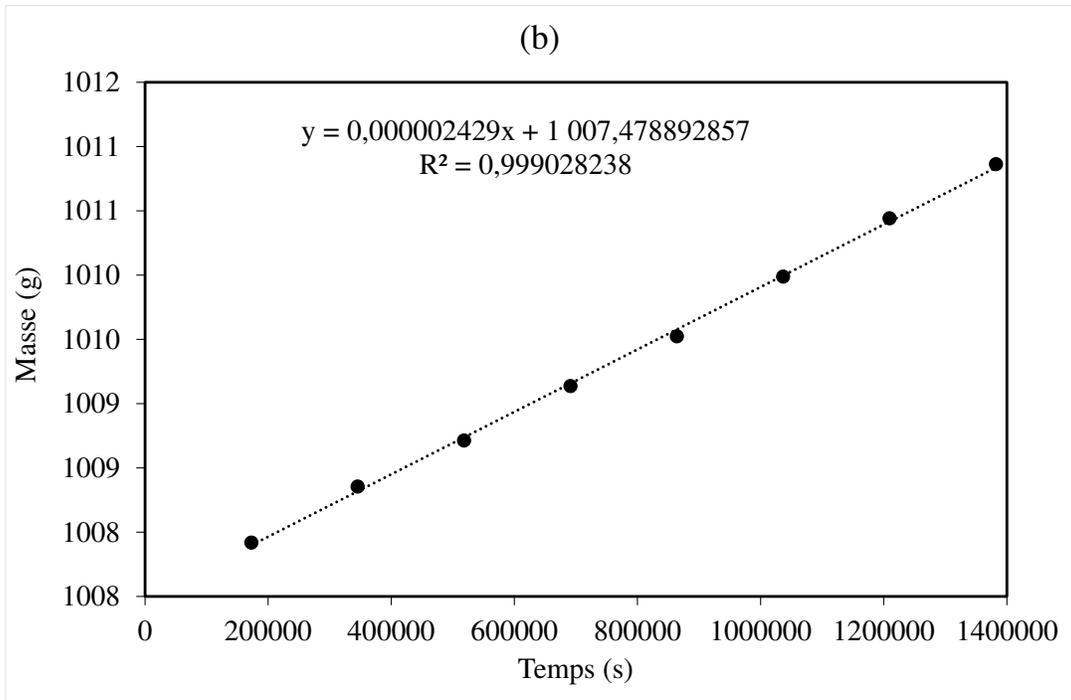
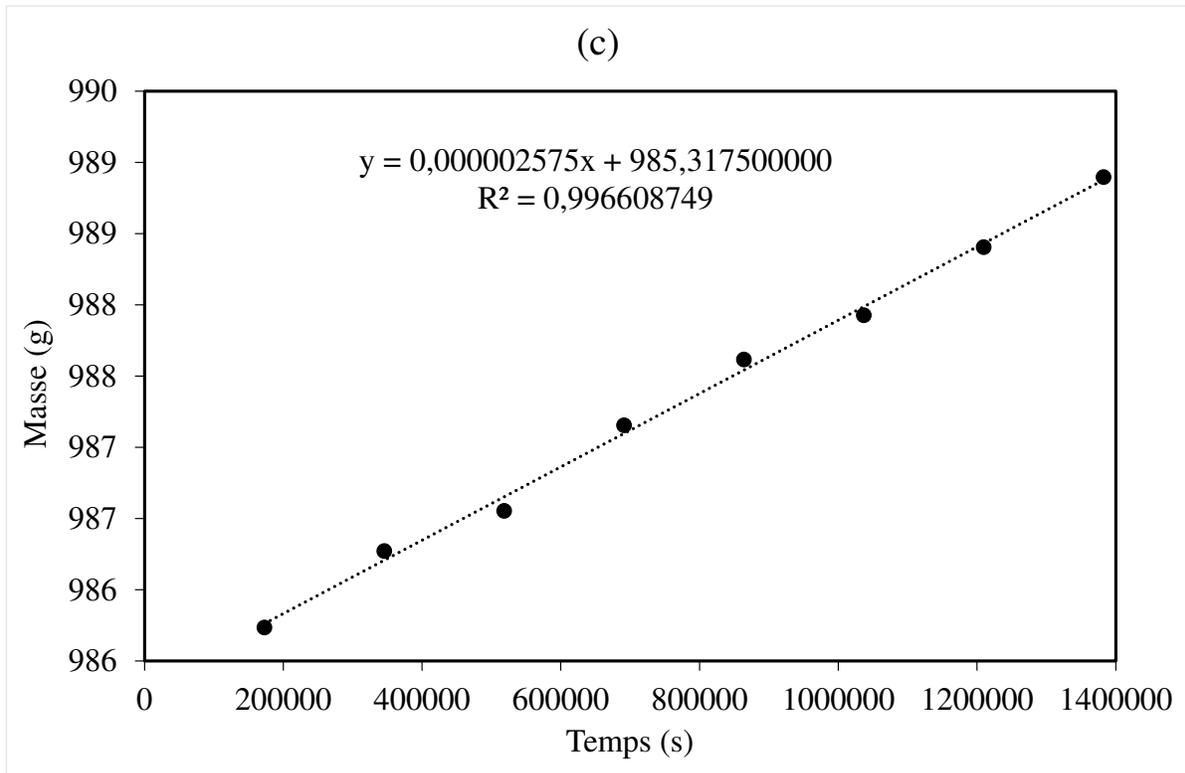


Figure IV.6: Exemple de variation de masse en fonction du temps en coupelle sèche pour des échantillons de rapport massique A/PB (a) 0,1 ; (b) 0,2.



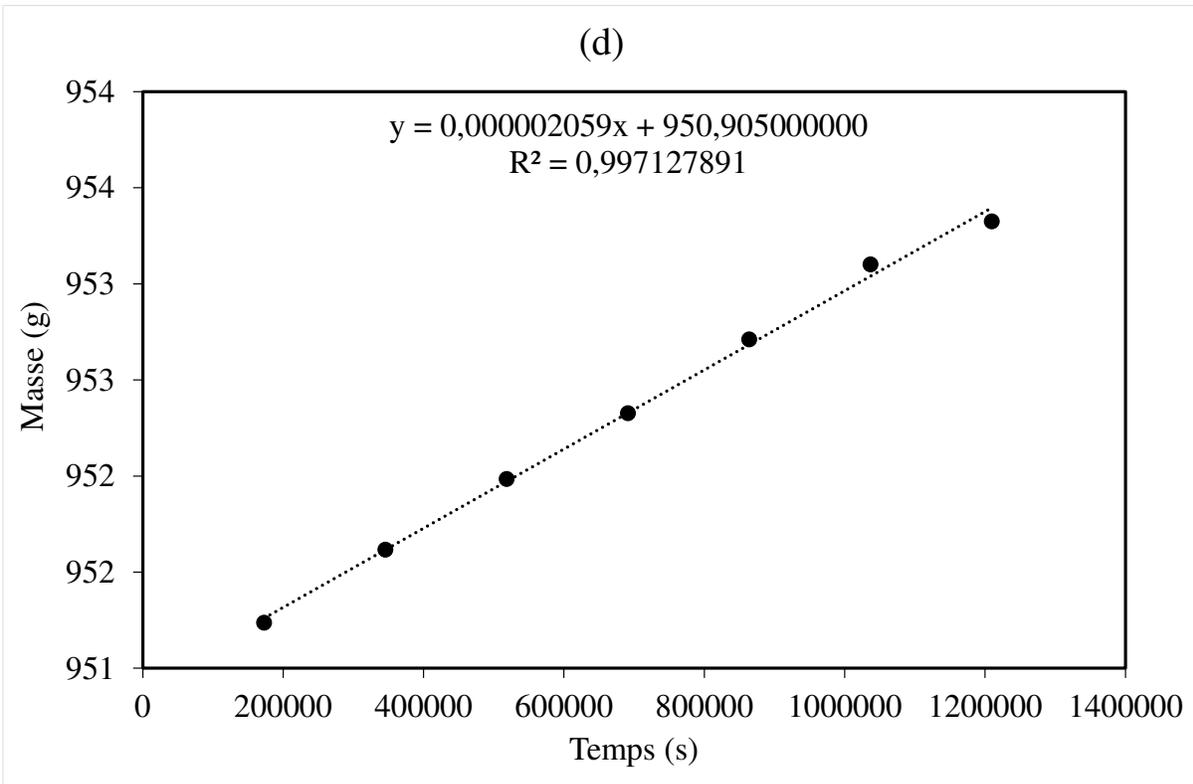


Figure IV.7: Exemple de variation de masse en fonction du temps en coupelle sèche pour des échantillons du rapport massique A/PB (c) 0,3 ; (d) 0,4.

3.1.2. Isotherme de sorption

La Figure IV.8 présente l'évolution de la teneur en eau moyenne en fonction du temps pour les différentes formulations et pour différents paliers d'humidité relative.

La Figure IV.9a montre les courbes d'isotherme de sorption des quatre formulations étudiées. Pour les différentes formulations, pour chaque humidité relative, la teneur en eau u varie de façon importante dans les 48 heures suivant le changement d'humidité relative, puis le phénomène ralentit jusqu'à l'équilibre. Pour des humidités relatives ambiantes inférieures ou égales à 80% HR, les temps de stabilisation sont courts : entre 10 et 15 jours quelle que soit la formulation.

Sous une humidité relative de 92% et après la stabilisation du poids des échantillons, le composite a commencé à se dégrader. Il a été remarqué l'apparition de champignons et de microorganismes à la surface de l'échantillon (voir Figure IV.10).

Ces courbes décrivent l'équilibre entre l'humidité relative et la teneur en humidité des échantillons à 23 °C et présentent une forme de courbe typique des matériaux cellulosiques [179,180]. Les échantillons présentent le même comportement indépendamment du rapport de masse A/PB. Les résultats de sorption sont comparables à ceux de Bourdot et al. [41]. Ils ont étudié l'isotherme de sorption du composite chanvre-amidon en fonction de la teneur en amidon et de la taille de chènevottes et ils ont trouvé que les courbes de sorption sont similaires. La Figure IV.9b – d compare les valeurs expérimentales correspondant aux valeurs théoriques des modèles GAB [173], Merakeb [174] et Van Genuchten [175]. Les modèles mathématiques GAB, Merakeb et Van Genuchten sont exprimés respectivement dans les équations (IV.11, IV.12, IV.13).

Le Tableau IV.3 montre les paramètres du modèle utilisés pour ajuster l'isotherme de sorption à 23 °C pour les différentes formulations. Pour les modèles GAB et Merakeb, les valeurs E sont inférieures à 10 et les coefficients de corrélation pour tous les modèles utilisés sont proches de 1. Ainsi, les modèles GAB et Merakeb sont considérés comme appropriés [181].

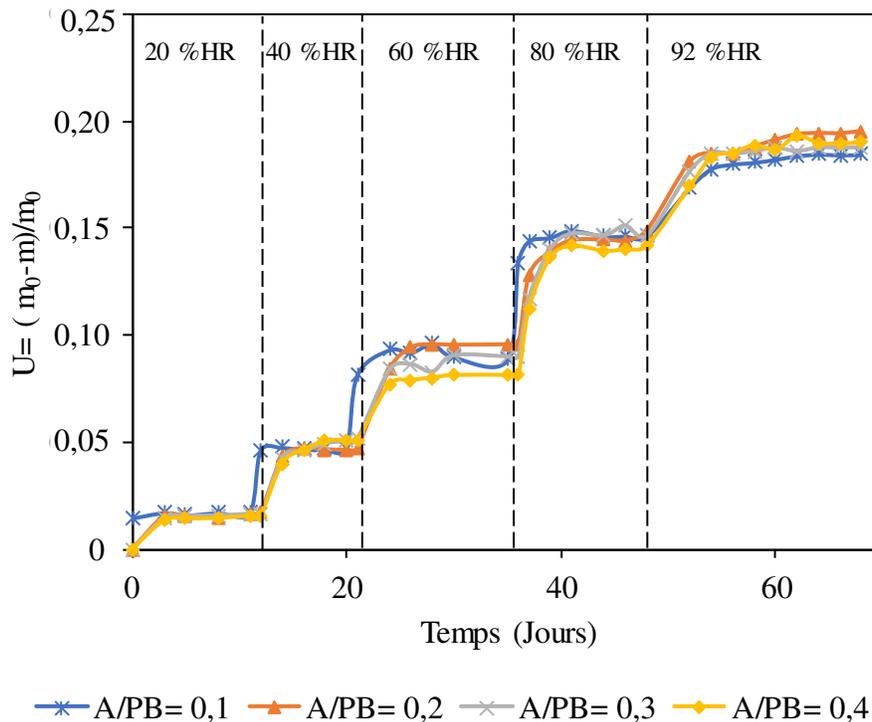
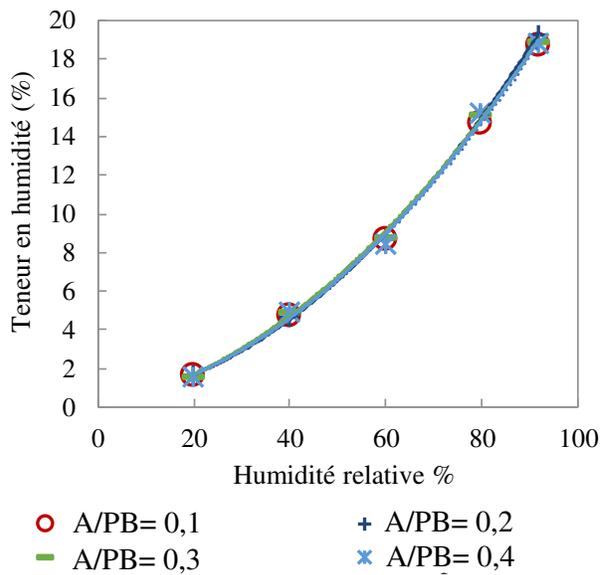
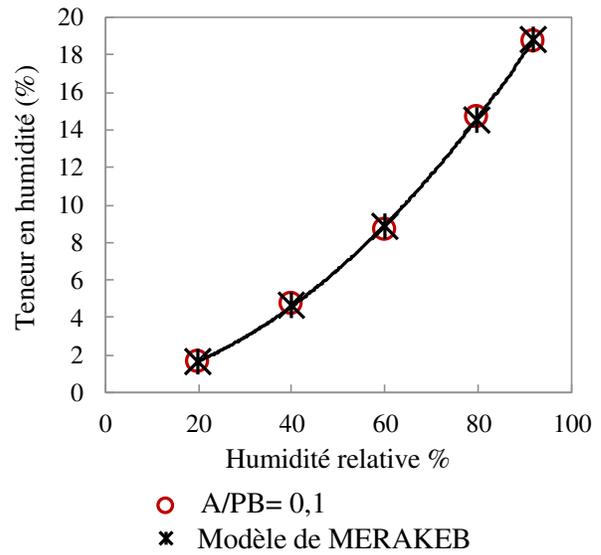


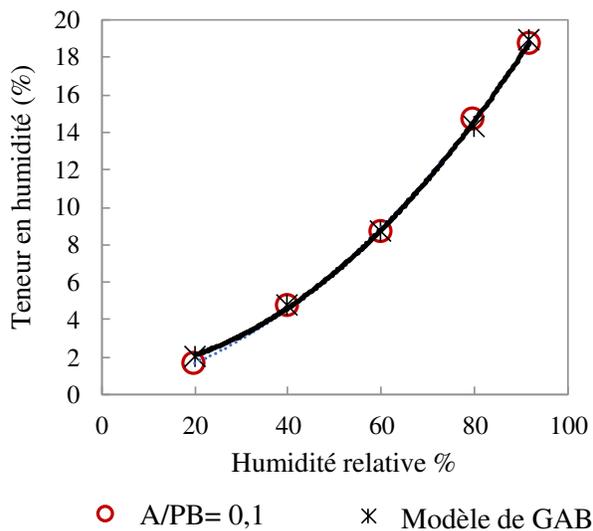
Figure IV.8: Evolution de la masse de l'échantillon de différentes formulations avec le changement de l'humidité relative.



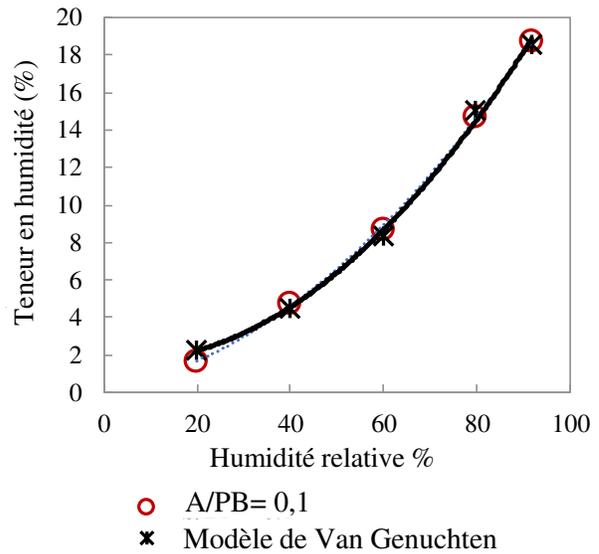
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV.9: (a) Isothermes de sorption de composites pour les quatre formulations et comparaison de données expérimentales avec les modèles ; (b) Merakeb ; (c) GAB ;(d) Van Genuchten.

Tableau IV.3: Valeurs de paramètres pour les *différents modèles d'isothermes de sorption*.

Modèle	Paramètres	Echantillon A/PB = 0,1
Merakeb	A	1,5425
	B	0,2410
	u_s	0,2211
	E (%)	1,1689
	R^2	0,9998
	RMSE	0.1114
GAB	W_m	2,2848
	C_G	0,0938
	K	0,4024
	E (%)	5,5864
	R^2	0,9994
	RMSE	0,2484
Van Genuchten (VG)	u_s	0,1921
	η_T	2,2379
	α_T	0,0002
	E (%)	10,4050
	R^2	0,9982
	RMSE	0,3936

a , b : paramètres thermodynamiques intrinsèques du modèle de Merakeb, u_s : teneur en humidité saturante en masse, C_G and K : paramètres sans dimension pour le modèle GAB liés à la chaleur de sorption dans la région monocouche et multicouche, η_T and α_T : constantes caractéristiques du modèle VG.



Figure IV.10: Echantillons du composite ayant un rapport massique A/PB = 0,3 qui sont infectés par l'attaque microbienne à 92% HR.

3.1.3. Capacité tampon hydrique (MBV)

La Figure IV.11 présente la variation de la masse du composite pour les formulations A/PB = 0,3 et 0,4 lorsque l'humidité relative varie entre 33% et 75% à 23 °C. Les autres formulations ont un comportement similaire et donc, leur courbe n'est pas tracée. La Figure IV.11 montre également la capacité du composite à absorber l'humidité à 75% d'humidité relative et à l'évacuer à 33%. Pour les trois derniers cycles, la variation de masse des échantillons semble être stabilisée. Les résultats présentés dans le Tableau IV.4 montrent clairement que le composite peut être classé comme un excellent régulateur de l'humidité relative de l'environnement ($MBV > 2 \text{ g.m}^{-2}.\%HR^{-1}$) selon la classification proposée par Rode (voir Figure IV.12) [44]. Les échantillons présentent des valeurs de MBV comprises entre 2,6 et 2,8 $\text{g. m}^{-2}.\% RH^{-1}$, comparables aux valeurs de MBV des composites chanvre – amidon [41]. On peut observer que la variation de MBV en fonction du rapport de masse A/PB est linéaire et peut être présentée par l'équation (IV.15). L'augmentation de la masse de l'amidon tend à augmenter légèrement la valeur de la MBV. Les échantillons contenant plus d'amidon ont la valeur de MBV la plus élevée, environ 2,80 $\text{g. m}^{-2}.\% HR^{-1}$.

Tableau IV.4: Valeurs de capacité tampon hydrique (MBV) du composite.

Echantillon A/PB	MBV ($\text{g. m}^{-2}.\% RH^{-1}$)	Ecart type
0,1	2,62	0,060
0,2	2,68	0,065
0,3	2,72	0,080
0,4	2,80	0,090

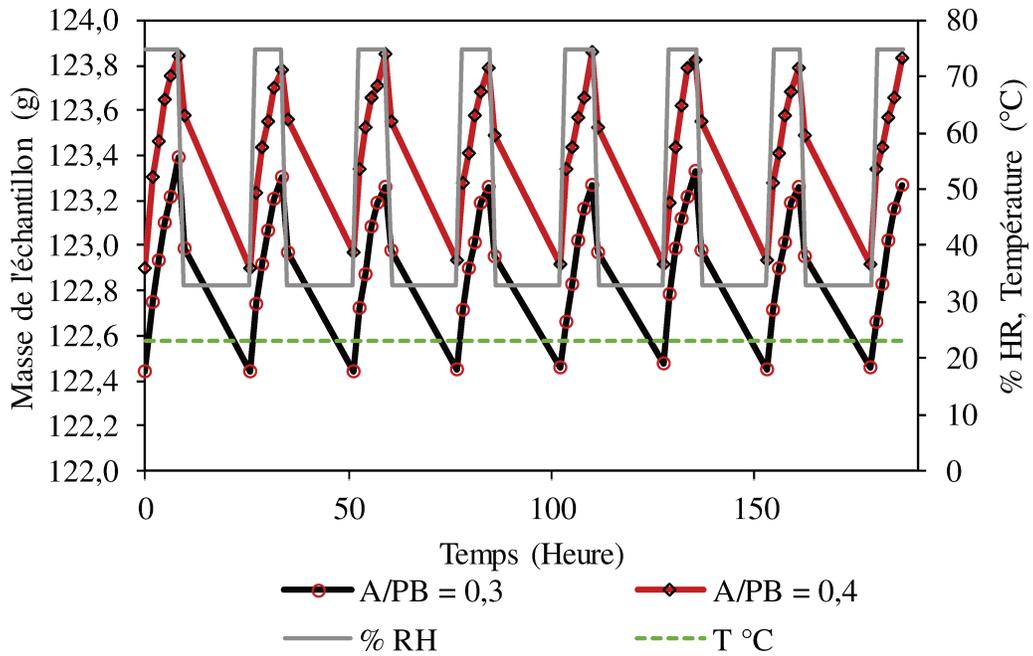


Figure IV.11: Absorption d'humidité et libération du composite lors de variations cycliques de l'humidité relative dans la chambre climatique.

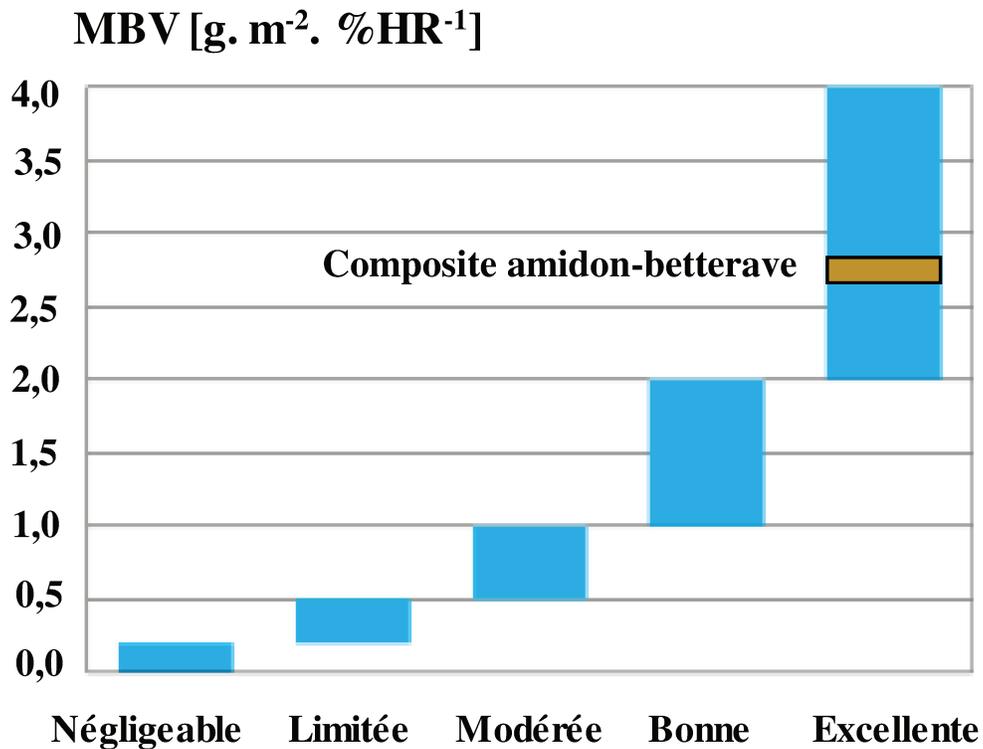


Figure IV.12: Classification des valeurs tampon hydrique (MBV) selon le projet Nordtest.

$$MBV = 0,63 \times \left(\frac{A}{PB} \right) + 2,55 \quad (IV.15)$$

Ces résultats s'appliquent à un matériau brut sans enduit et devraient diminuer lorsque des revêtements sont appliqués sur la surface du matériau afin d'améliorer sa durabilité. Mazhoud et al. [182] ont mesuré le MBV de différentes compositions d'enduit à base du chanvre et de chaux. Ils ont trouvé que l'enduit chanvre-chaux a une MBV plus petite que celle des composite du chanvre. En plus, Latif et al. [183] ont étudié l'influence de l'enduit chanvre-chaux sous différents assemblages sur les valeurs du MBV du composite. Ils ont constaté des réductions significatives du MBV (de 3,47 à 1,07 g. m⁻². % HR⁻¹) pour les différents assemblages faits.

3.2. Comportement thermique

3.2.1. Résultats expérimentaux

3.2.1.1. Conductivité thermique

Les résultats montrent que la conductivité thermique λ augmente linéairement de 0,069 W. m⁻¹. K⁻¹ à 0,075 W. m⁻¹. K⁻¹ lorsque le rapport de masse A/PB augmente de 0,1 à 0,4 (voir Figure IV.13). L'augmentation de la quantité d'amidon diminue la porosité du composite en remplissant les pores, donc la conductivité thermique augmente. La conductivité thermique λ peut être exprimée en fonction du rapport de masse A/PB selon l'équation (IV.16).

La conductivité thermique du composite A/PB est comparable à celle du composite chanvre-amidon (entre 0,063 W. m⁻¹. K⁻¹ et 0,100 W. m⁻¹. K⁻¹) [41,167] et plus faible que d'autres composites tels que le chanvre-argile (0,085 W.m⁻¹.K⁻¹ pour 385 kg. m⁻³) et le béton de liège (0,19 à 0,54 W. m⁻¹. K⁻¹) [6,20]. Les résultats montrent le potentiel du composite A/PB à conserver la chaleur à l'intérieur du bâtiment en hiver et le frais en été.

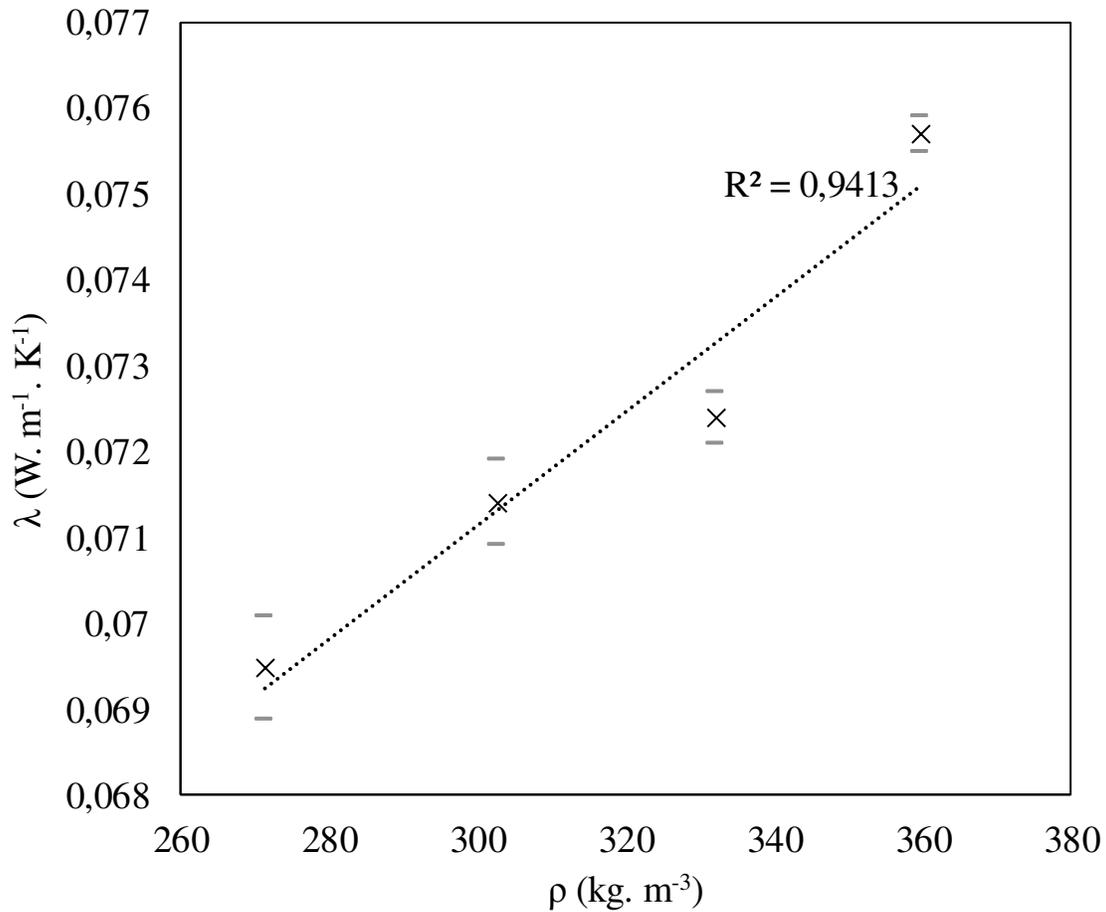


Figure IV.13: Evolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique du composite.

$$\lambda = 0,0197 \times \frac{A}{PB} + 0,0673 \quad (\text{IV.16})$$

3.2.1.2. Capacité thermique massique

La capacité thermique massique augmente quand la température augmente de 25 °C à 45 °C pour les quatre formulations testées. Elle diminue légèrement avec l'augmentation du rapport massique A/PB (voir Figure IV.14). Selon la loi des masses pour la capacité thermique massique, l'amidon et la pulpe de betterave ont presque la même capacité thermique massique.

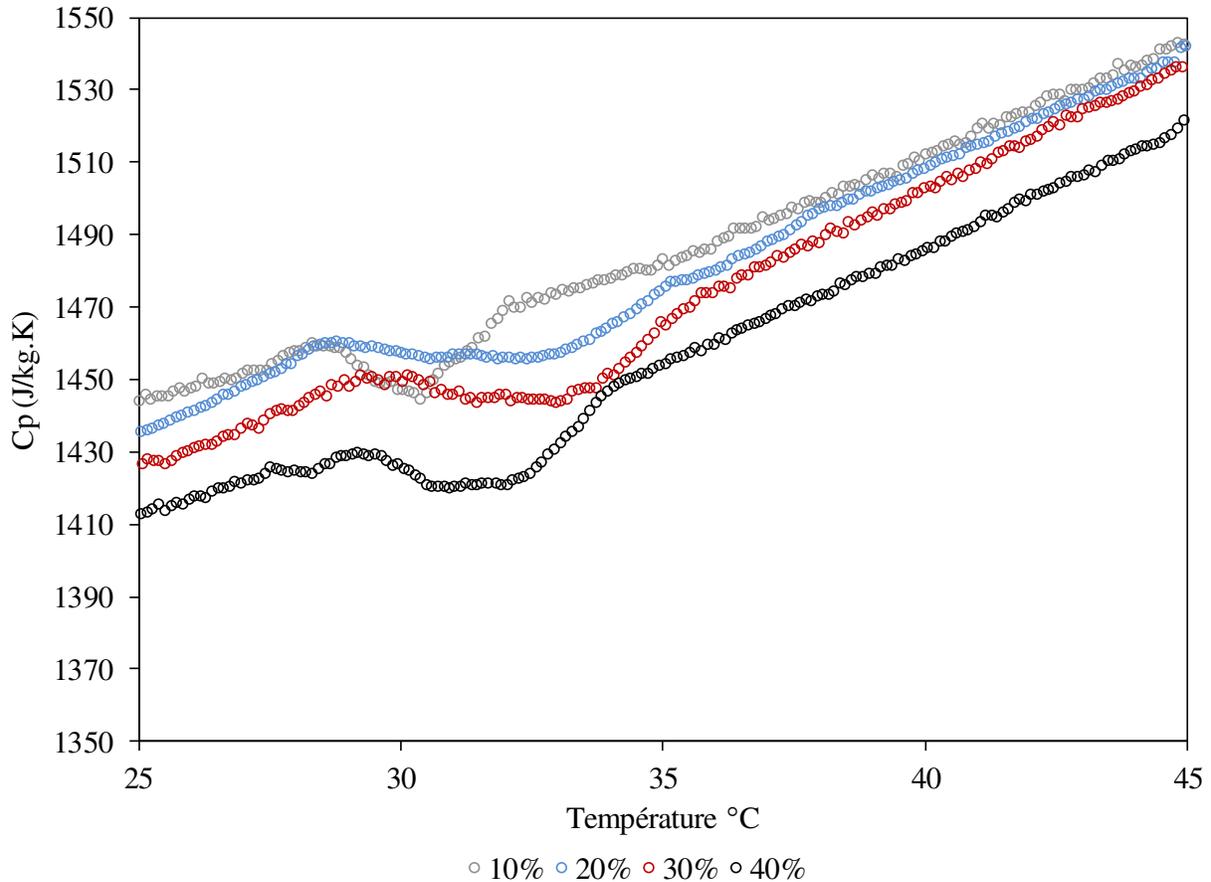


Figure IV.14: Evolution de la capacité thermique massique en fonction de la température.

3.2.2. Résultats théoriques

3.2.2.1. Modélisation de la conductivité thermique

Le schéma auto-cohérent a été appliqué pour estimer les conductivités thermiques de la pulpe de betterave et de solides λ_s dans les agro composites avec un modèle à deux phases à partir de conductivités thermiques mesurées par la sonde Isomet et des densités absolues et porosités totales mesurées par la méthode au cyclohexane. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV.5. Les conductivités thermiques solides de composites varient entre $0,26 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,30 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ alors que celle de pulpe de betterave était $0,3151 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, valeur qui est supérieure à celle du gel d'amidon ($\lambda_s = 0,2314 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Par conséquent, l'augmentation de la conductivité thermique du composite est due à la diminution de la porosité du composite résultant du remplissage des macropores.

Tableau IV.5: Conductivités *thermiques d'agromatériaux apparents* λ_{exp} et de particules solides λ_s à 23 °C selon le schéma auto-cohérent.

Echantillon	λ_{exp} (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	n	λ_s
A/PB = 0,1	0,069	0,7779	0,299
A/PB = 0,2	0,071	0,7559	0,283
A/PB = 0,3	0,072	0,7413	0,272
A/PB = 0,4	0,075	0,7216	0,267
Pulpe de betterave	0,062	0,8193	0,315
Gel d'amidon	0,140	0,3857	0,241

3.2.2.2. Inertie thermique

La diffusivité thermique a est une quantité physique qui caractérise la capacité d'un matériau à transmettre un signal de température d'un point à un autre point du matériau. Elle est calculée en utilisant l'équation (IV.17), où ρ_{app} est la densité apparente (kg. m⁻³) et C_p est la capacité calorifique (J. K⁻¹. kg⁻¹).

L'effusivité thermique (J. K⁻¹. m². s^{-1/2}) b représente la capacité du composite à échanger de l'énergie thermique avec son environnement. Elle est donnée par l'équation (IV.18):

$$a = \frac{\lambda}{\rho_{app} \times C_p} \quad (IV.17)$$

$$b = \sqrt{\lambda \times \rho_{app} \times C_p} \quad (IV.18)$$

L'effusivité thermique et la diffusivité sont fortement liées à la teneur en liant (amidon). L'effusivité thermique du composite augmente de 165,50 J·K⁻¹·m²·s^{-1/2} à 196,76 J·K⁻¹·m²·s^{-1/2} quand le rapport massique A/PB augmente de 0,1 à 0,4. En revanche la diffusivité thermique du composite diminue de $1,76 \times 10^{-7}$ à $1,48 \times 10^{-7}$ m²·s⁻¹. Cela permet de dire que l'ajout de quantités d'amidon (A) plus élevées dans la formulation du composite A/PB rend ce dernier plus apte à absorber la chaleur et plus lent à transmettre la chaleur d'un milieu à un autre (Tableau IV.6) [41].

A une température de 23 °C et pour un rapport massique égal à 0,1, le composite amidon-chanvre présente une effusivité thermique ($107 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1/2}$) plus petite que celle du composite amidon-betterave. Ce dernier peut être utilisé dans les parois extérieures du bâtiment pour atténuer l'impact des rayonnements solaires.

Tableau IV.6: Propriétés thermiques du composite à 23 °C.

Composites	λ ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	a ($\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$)	b ($\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1/2}$)
A/PB = 0,1	$0,069 \pm 0,0006$	$1,76 \pm 0,058 \times 10^{-7}$	$165,50 \pm 3,6$
A/PB = 0,2	$0,071 \pm 0,0005$	$1,63 \pm 0,0713 \times 10^{-7}$	$176,79 \pm 3,8$
A/PB = 0,3	$0,072 \pm 0,0003$	$1,52 \pm 0,052 \times 10^{-7}$	$185,58 \pm 3,5$
A/PB = 0,4	$0,075 \pm 0,0002$	$1,48 \pm 0,042 \times 10^{-7}$	$196,76 \pm 5,7$
Amidon/chanvre = 0,1	0,063-0,073	$3,51 \times 10^{-7}$	107,0

4. Traitement avec d'huile de lin

Le composite amidon-pulpe de betterave est un matériau hydrophile et biodégradable. Cela incite à penser à la durabilité de ce composite au cours du temps. Il a été remarqué dans la partie « Isotherme de sorption » que les microorganismes et les champignons ont attaqué le composite à une humidité élevée de 92% HR.

Les huiles végétales sont composées de triesters entre le glycérol et différents acides gras. La Figure IV.15a présente la formule générale de triglycérides où R1, R2 et R3 sont les chaînes d'acide gras dont le nombre d'atomes de carbone varie généralement entre 14 et 22 (le plus souvent C₁₈) et le nombre de doubles liaisons éthyléniques est le plus souvent compris entre 0 et 3. L'utilisation d'huiles végétales est déterminée par la composition d'acides gras [184]. L'huile de palme, de maïs, de lin, de tournesol et de ricin sont les plus intéressantes pour préparer les précurseurs de polymères et de lubrifiants grâce aux longues chaînes d'acides gras.

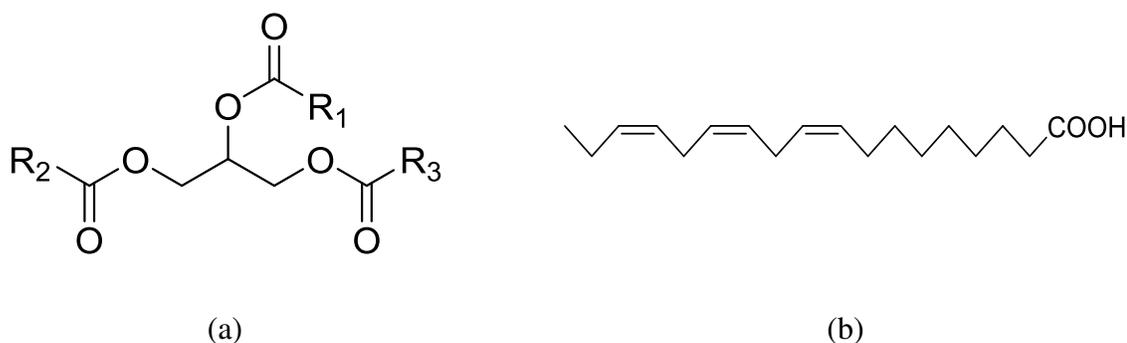


Figure IV.15: (a) Formule générale de triglycérides ; (b) Formule générale de R₁, R₂ et R₃ dans le cas de l'huile de lin.

La Figure IV.15b présente la formule d'acides gras présents dans l'huile de lin. Selon la nature d'acides gras constituant les triglycérides, plusieurs sites réactifs sont susceptibles de modification chimique (voir Figure IV.16) :

- 1) la fonction ester,
- 2) la double liaison éthylénique,
- 3) un hydroxyle ou un cycle oxyrane.

La diversité de ces sites permet une grande variété de modifications possibles de ces molécules en vue de les rendre réactives. Dans cette partie, nous précisons le matériel et les méthodes utilisés pour réaliser les deux traitements.

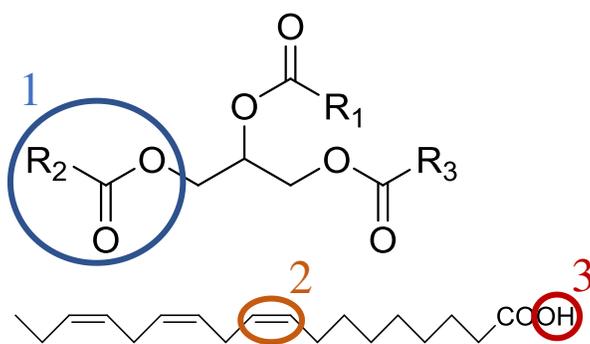


Figure IV.16: Sites réactifs dans la structure de l'huile de lin.

Monreal et al. [166] ont réduit l'absorbance d'eau de différents types de pulpe de betterave en les traitant avec de l'huile de lin avant la fabrication du composite. Le traitement consiste à faire polymériser l'huile de lin avec les pulpes utilisées au four à 50 °C pour une durée optimale égale

à trois semaines, pour un rapport massique PB/huile de lin égal à 1. Cette étude nous a inspirés à traiter la surface du composite fabriqué avec l'huile de lin, en greffant une couche hydrophobe à la surface du composite. Cette couche permet de réduire l'absorption d'humidité et par la suite ralentir l'attaque microbienne et obtenir un composite plus durable.

Dans cette section, nous détaillons la méthode et le matériel utilisés pour ce traitement. Ensuite, nous présentons les résultats du traitement en mesurant les isothermes de sorption des échantillons traités et non traités.

4.1. Matériel et méthodes

Les échantillons utilisés pour ce traitement ont la forme d'un disque de diamètre $\varnothing = 100$ mm et d'épaisseur égale à 40 mm. Trois formules différentes ont été utilisées pour le premier traitement (à savoir pour les rapports massiques A/PB= 0,5 ; 0,7 et 1). Chaque échantillon a été découpé à l'aide d'une scie en deux parties identiques, l'une a été traitée et l'autre a été gardée comme un échantillon témoin (voir Figure IV.17).

Le traitement consiste tout d'abord à faire dissoudre l'huile de lin dans le cyclohexane afin d'avoir une solution non visqueuse permettant de pénétrer dans l'échantillon. Ensuite, il faut immerger l'échantillon dans cette solution pendant 30 min à une température ambiante (23 °C). Après l'immersion, l'échantillon est séché sous le ventilateur puis irradié sous faisceaux d'électron par un accélérateur à haute énergie de 10 MeV, 20 kW avec un débit de dose d'environ 15 kGy. s⁻¹ avec une fréquence pulsée de 500 Hz (IONISOS, à Chaumesnil) [185,186]. Les échantillons ont été irradiés avec une dose égale à 25 kGy. L'irradiation électronique sert à créer des radicaux à la surface du composite et par conséquent elle permet d'avoir de liaisons covalentes simples entre le composite et la couche d'huile utilisée (voir Figure IV.18). A la fin du traitement, les échantillons ont été lavés avec du cyclohexane pour éliminer l'huile libre.

Le but de ce traitement est d'empêcher l'attaque microbienne dans le composite, en greffant une couche hydrophobe à la surface du composite capable d'empêcher ou de ralentir l'absorption d'eau du composite. Afin d'évaluer ce traitement, des courbes d'isotherme de sorption d'échantillons traités et non traités ont été tracées selon la description expliquée dans la partie 2.2.

Les échantillons traités et non traités ont été placés dans une chambre climatique sous une température égale à 23 °C et une humidité relative de 92 %HR pendant deux mois pour visualiser le comportement microbiologique de la surface de deux types d'échantillons.

Le deuxième traitement a été effectué sur les pulpes de betterave avant la fabrication du composite (voir Figure IV.19). Ce traitement consiste à mélanger les pulpes de betterave avec l'huile de lin liquide avec un rapport massique pulpe/huile de lin égal à 1 [166], après le mélange a été mis au four à une température constante égale à 50 °C pendant sept jours. L'échantillon fabriqué après ce traitement est très fragile et il s'effrite vite. Pour cela l'impact du traitement a été évalué seulement sur la pulpe et non sur le composite.



(a)



(b)

Figure IV.17: (a) Composite non traité ; (b) Composite traité avec l'huile de lin.

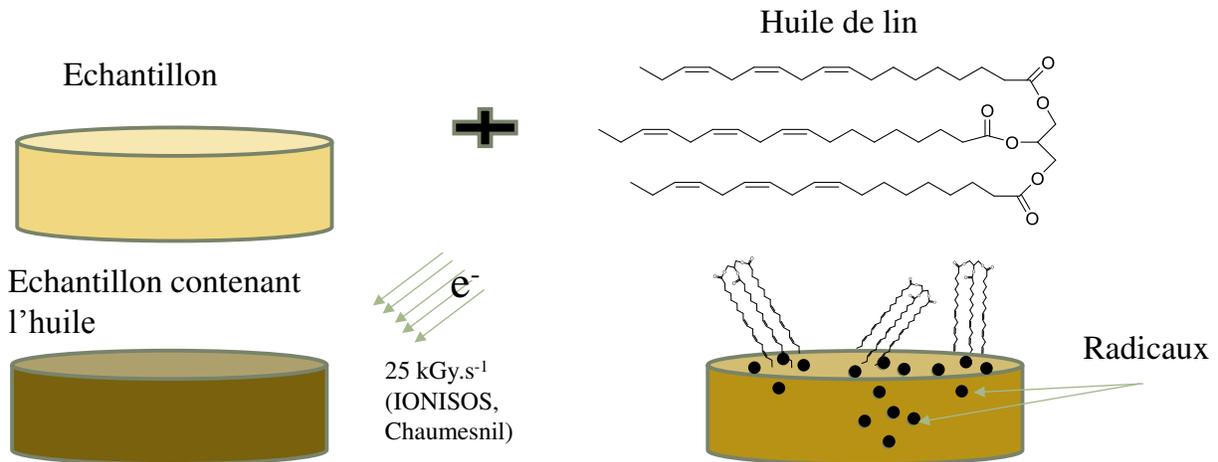


Figure IV.18: Schéma présentant le traitement fait en utilisant l'huile de lin.



Figure IV.19: (a) Pulpe non traitée ; (b) Pulpe traitée avec l'huile de lin.

4.2. Résultats

Les courbes d'isotherme de sorption tracées (Figure IV.20, Figure IV.21 et Figure IV.22) montrent une réduction significative au niveau de l'absorption d'eau. Les résultats obtenus confirment l'hypothèse proposée dans le paragraphe précédent, à savoir que le traitement effectué avec les huiles végétales sur le composite a greffé une couche hydrophobe à la surface du composite réduisant l'absorption d'humidité. La Figure IV.23 montre l'état de deux échantillons l'un traité et l'autre non traité, mis dans une enceinte climatique sous température ambiante et une humidité égale à 92% pendant deux mois. On a remarqué qu'une contamination de couleur verte est apparue seulement à la surface de l'échantillon non traité alors que les échantillons traités sont restés

inertes. Cela veut dire que le traitement a ralenti ou a bloqué l'attaque microbienne. La Figure IV.24 montre deux échantillons de pulpe de betterave, l'un traité selon le deuxième traitement et l'autre non traité. On peut noter la coloration en vert de l'échantillon non traité qui confirme l'attaque microbienne de la pulpe de betterave.

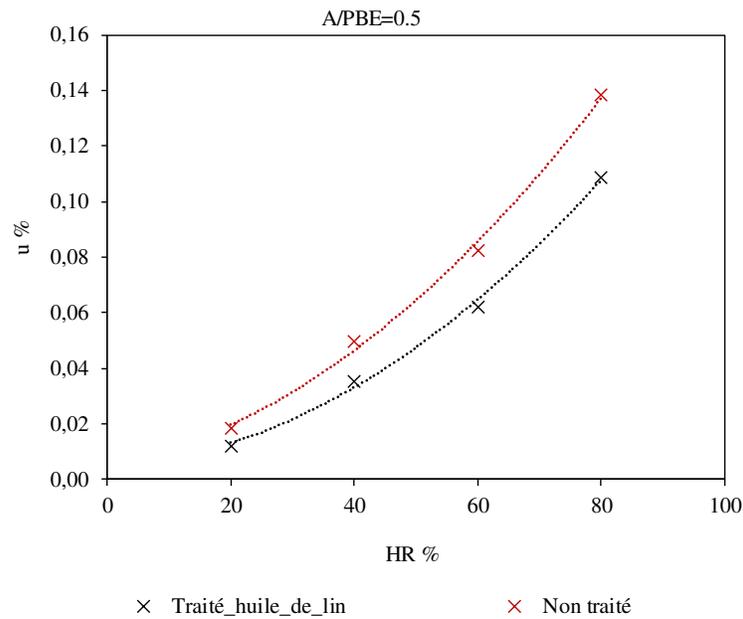


Figure IV.20: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 0,5.

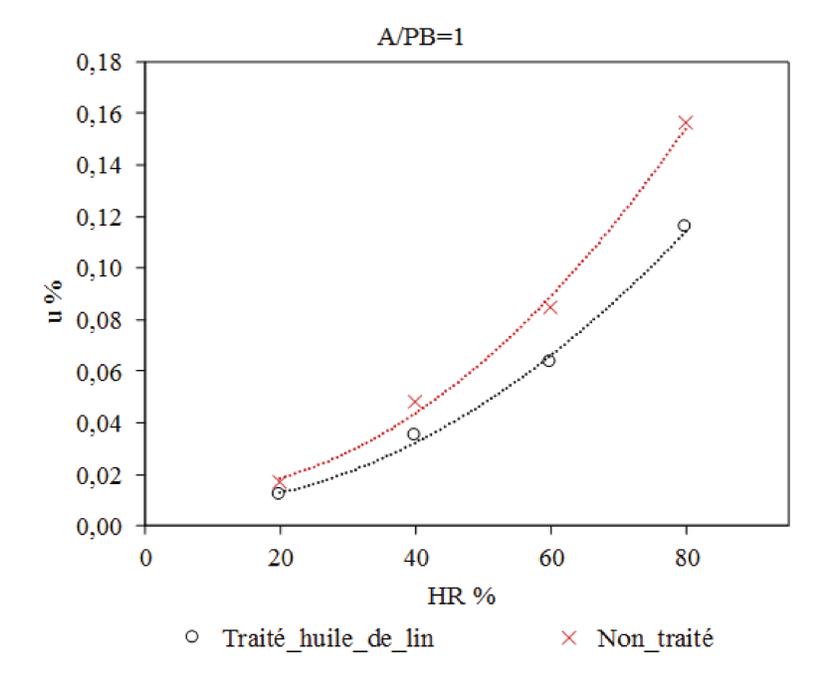


Figure IV.21: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 0,75.

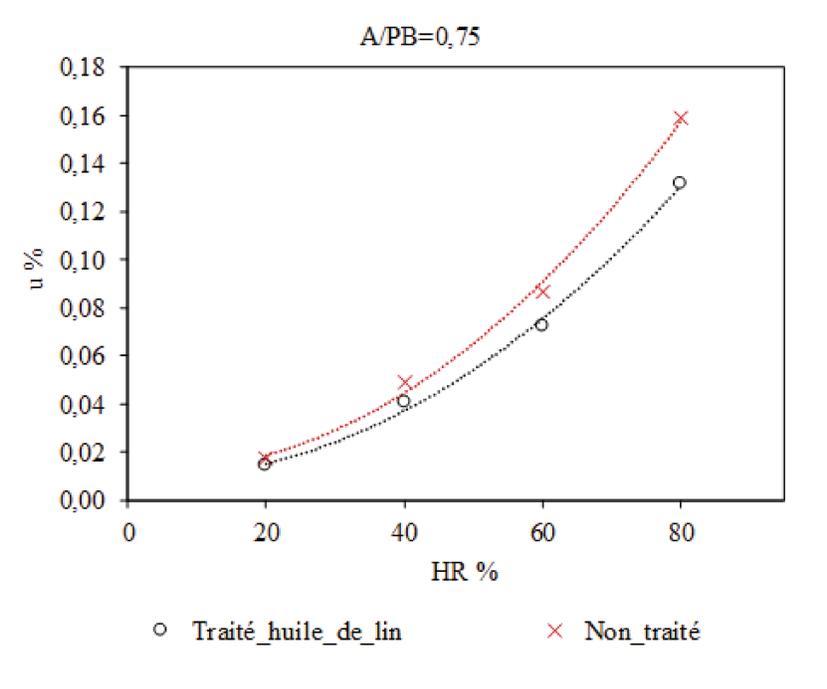


Figure IV.22: Isotherme de sorption pour des échantillons ayant un rapport massique A/PB = 1.



(a)

(b)

Figure IV.23: (a) Echantillon non traité ; (b) Echantillon traité avec huile de lin.



(a)

(b)

Figure IV.24: (a) Pulpe traitée avec l'huile de lin ; (b) Pulpe non traitée.

5. Conclusions

Ce chapitre dresse les caractéristiques hygrothermiques du composite amidon-betterave en fonction de la teneur en liant pour deux types de traitement avec de l'huile de lin sur le composite élaboré et sur les pulpes de betterave avant l'élaboration.

Les valeurs de perméabilité à la vapeur d'eau sont comprises entre $6,98 \times 10^{-12} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ et $9,12 \times 10^{-12} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$. La perméabilité à la vapeur d'eau diminue avec l'augmentation du rapport massique amidon/pulpe de betterave (A/PB).

Les courbes d'isotherme de sorption du composite sont similaires pour les différentes formulations. Elles semblent avoir la même forme, classées comme type II selon l'IUPAC. Les modèles mathématiques GAB et Merakeb sont optimaux pour adapter les isothermes de sorption du composite amidon-betterave. Ce type de courbes caractérise les matériaux mésopores et macropores et il est typique pour les matériaux lignocellulosiques.

Les valeurs de capacité tampon hydrique (MBV) sont rangées entre $2,62 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \% \text{ RH}^{-1}$ et $2,80 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \% \text{ RH}^{-1}$. Elles sont supérieures à $2 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \% \text{ RH}^{-1}$ ce qui permet de classer le composite amidon-betterave parmi les excellents régulateurs hydriques selon le projet NordTest.

La conductivité thermique du composite à l'état sec varie entre $0,069 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et $0,075 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. L'étude montre que la conductivité thermique dépend principalement de la masse volumique du composite et de la teneur en liant. L'ajout du liant remplit les macropores et par suite diminue la porosité du composite.

Sous une humidité relative très élevée (92 % HR) à une température ambiante (23 °C), on constate la dégradation du composite et le développement de champignons à sa surface. Le traitement avec l'huile de lin sous radiations ionisantes semble une solution efficace. L'huile de lin contient de longues chaînes d'acides gras avec des doubles liaisons (C=C) permettant de greffer une couche hydrophobe à la surface du composite. Les résultats montrent une réduction significative de l'absorption d'eau à une température égale à 23 °C. Le traitement de pulpe de betterave avec l'huile de lin permet de la protéger contre l'attaque microbienne.

Conclusions et perspectives

L'objectif de ce travail était d'élaborer, optimiser et caractériser un nouveau matériau composite, 100% végétal, à base de pulpe de betterave sucrière avec un liant d'amidon de pomme de terre, en analysant l'impact de la teneur en liant sur son comportement mécanique, acoustique et hygrothermique.

Dans le premier chapitre, une étude bibliographique a été présentée permettant de mettre en évidence la nécessité d'améliorer les performances énergétiques du bâtiment afin de réduire les consommations énergétiques et les émissions des gaz à effet de serre. L'utilisation des matériaux biosourcés dans la construction du bâtiment est une solution prometteuse et intéressante pour ce problème. Ils sont capables d'une part d'isoler l'enveloppe du bâtiment et d'autre part de diminuer l'empreinte de carbone par séquestration de celui-ci. Après avoir présenté les différents agromatériaux non conventionnels, on s'est intéressé à l'élaboration d'un nouveau composite pulpe de betterave-amidon basé sur une ressource disponible en grandes quantités dans notre région (Grand Est).

Dans le deuxième chapitre, nous avons étudié premièrement la composition chimique de la pulpe de betterave. Elle est principalement constituée de la pectine et de cations calcium. Ces deux constituants sont capables de créer entre eux une forte liaison ionique. L'étude physique a montré une surface rugueuse, une faible masse volumique (194 kg.m^{-3}), une grande porosité (82%) et une petite taille (2-4 mm) de la pulpe de betterave, ce qui permet d'obtenir un composite rigide et homogène. Deuxièmement, nous avons présenté la méthode et la conception de la fabrication du composite. Plusieurs méthodes de séchage ont été testées. La fabrication des composites suit le même protocole pour toutes les formulations : mouillage de la pulpe de betterave, malaxage de la pulpe avec de la poudre d'amidon, éclatement des grains d'amidon dans une autoclave et séchage du mélange par lyophilisation. Cette méthodologie permet d'avoir un composite de bonne qualité avec un minimum de déformation dimensionnelle (< 8%). Des échantillons de différents rapports massiques amidon/pulpe de betterave ($A/PB= 0,1, 0,2, 0,3$ et $0,4$) sont testés pour étudier le lien entre la teneur en liant et le comportement du composite. Les échantillons de toutes les formulations sont compactés sous une pression de 44 kPa.

Dans le troisième chapitre, nous avons étudié dans la première partie l'évolution de la porosité et de la taille des pores du composite en fonction du rapport massique A/PB en appliquant la porosimétrie par insertion du cyclohexane et par intrusion de mercure, respectivement. Les

résultats ont montré que le liant d'amidon est capable de recouvrir les pulpes et de réduire les espaces entre elles ce qui diminue la porosité totale du composite de 78% à 72%. Dans la deuxième partie, nous avons étudié l'impact de la teneur en liant (A/PB) sur le comportement mécanique du composite. Les caractérisations mécaniques réalisées sur les composites permettent les constats suivants :

- Le comportement en compression varie en fonction du rapport massique amidon/betterave. Pour un faible dosage en amidon le composite est plus poreux et plus fragile. La résistance maximale (0,52 MPa) du composite est obtenue pour le rapport massique A/PB = 0,4 ce qui lui permet de porter son propre poids.
- Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν augmentent avec l'augmentation du rapport massique A/PB. Le liant d'amidon améliore l'homogénéité du composite en réduisant les espaces entre les pulpes.
- Sous une sollicitation donnée, la dispersion des contraintes pariétales du composite amidon-betterave (5%) est faible par comparaison aux autres composites biosourcés. Ce qui montre que le composite de betterave est mécaniquement plus homogène.
- La résistance maximale à la traction par flexion augmente avec l'augmentation du rapport massique A/PB pour atteindre une valeur de 0,21 MPa ce qui a montré que le liant améliore la rigidité du composite.

Dans la dernière partie, nous avons étudié le potentiel du composite à être utilisé comme un isolant acoustique dans le bâtiment. Le coefficient d'absorption acoustique α a été mesuré en fonction de la fréquence pour les quatre formulations. Les résultats ont montré que le composite amidon-betterave possède une absorption acoustique élevée par rapport aux autres matériaux de construction ce qui favorise l'utilisation de ce composite dans l'isolation acoustique de bâtiment. L'augmentation du rapport massique A/PB favorise l'absorption des ondes sonores de hautes fréquences (600-4000 Hz) à l'état sec (10% HR). Plus la porosité du composite augmente, plus sa capacité à amortir les ondes sonores dans les macropores est grande. En revanche, l'augmentation de l'humidité relative conduit à une réduction de l'absorption acoustique du composite. La pulpe de betterave est hydrophile et gonfle en présence d'humidité, ce qui permet de réduire les pores du composite et diminuer son absorption acoustique.

Dans le dernier chapitre, nous avons analysé le comportement hygrothermique en fonction du rapport massique A/PB, ce qui nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Les courbes d'isotherme de sorption obtenues sont des sigmoïdes de type II. Quelle que soit la formulation, les teneurs en eau sont comparables. Les modèles de GAB et de Merakeb sont cohérents avec les mesures expérimentales de l'isotherme de sorption (Erreur <10%).
- Les valeurs MBV obtenues montrent que les composites sont classés comme excellents régulateurs hygriques ($MBV = 2,62 \text{ à } 2,80 \text{ g.m}^{-2}.\% \text{ HR}^{-1}$).
- La perméabilité à la vapeur d'eau du composite A/PB est faible par rapport à celle du composite chanvre-amidon. Elle augmente quand la porosité du composite diminue. Cette mesure souligne que la perméabilité à la vapeur d'eau dépend de la taille des particules utilisées et de la porosité du composite.
- La conductivité thermique du composite au point sec est comprise entre $0,069 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0,075 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, permettant ainsi de l'utiliser en isolation thermique du bâtiment. Elle dépend principalement de la masse volumique apparente du composite. A la fin du quatrième chapitre, on s'est intéressé à la durabilité du composite en appliquant deux types de traitements surfaciques différents avec de l'huile de lin. Le traitement du composite sous l'effet des irradiations ionisantes a permis de réduire l'absorption d'eau du composite et de protéger le composite contre l'attaque microbienne. Le deuxième traitement a été appliqué sur les pulpes avant la fabrication du composite. Il a bloqué la contamination des pulpes à une humidité relative de 92%.

Les travaux effectués durant de cette thèse permettent de proposer de nouvelles perspectives de recherche. Ces perspectives sont de cinq ordres :

- Les comportements thermique et mécanique du composite ont été étudiés à l'état sec, il serait intéressant de les étudier en fonction de l'humidité relative.
- Le comportement hygrothermique du composite produit dans cette étude est mesuré à l'échelle du matériau, il serait intéressant de l'étudier à l'échelle de la paroi.
- Le traitement du composite avec l'huile de lin a été fait sous l'effet de faisceaux d'électrons pour une dose de 25 kGy. L'étude de ce traitement avec des différentes doses (10, 25, 50 et 100 kGy) pourrait optimiser le traitement réalisé.

- Le séchage du composite a été fait à l'aide d'un lyophilisateur dont l'emploi est onéreux. Ceci ouvre des perspectives pour rechercher un mode de séchage plus économique.
- La pulpe de betterave utilisée dans ce projet est une pulpe extrudée. Elle représente des particules de petites tailles. Les pulpes fraîches sont, au contraire, des particules de grande taille. Il semble donc avantageux d'étudier le comportement mécanique d'un composite fabriqué à base de pulpe fraîche pour analyser l'impact de la taille des particules.

Références

- [1] Ministère de l'Environnement de l'Energie et de la M-M du logement et de l'habitat, Durable. Construire ensemble la réglementation énergétique et environnementale de demain. 2016.
- [2] Ministère de l'Ecologie du D durable et de l'Energie. L'environnement en France - édition 2014 2014.
- [3] Edwin Zaccai. Cours Géohistoire des problèmes de l'environnement. 2014.
- [4] Amziane, S., and Arnaud L (2013). (Paris: HS. Les bétons de granulats d'origine végétale : Application au béton de chanvre. Paris Hermes Sci Publ 2013.
- [5] Amziane, S., Collet, F., Lawrence, M., Magniont, C., Picandet, V., and Sonebi M. Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: The characterisation testing of hemp shiv to determine initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. Mater Struct 2017.
- [6] Mazhoud B, Collet F, Pretot S, Lanos C. Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite. Eur J Environ Civ Eng 2017;8189:1–11. doi:10.1080/19648189.2017.1327894.
- [7] Collet, F., and Pretot S. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. Constr Build Mater 2012:58–65.
- [8] Collet F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux. Rennes, IN. 2004.
- [9] Collet, F., and Prétot S. Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete. Second Int. Conf. Build. Energy Environ. (Boulder, United States), 2012, p. 878–885.
- [10] Tran Le AD. Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application dans le bâtiment. Université de Reims Champagne-Ardenne, 2010.
- [11] Mohammad Jawaid, Paridah Md Tahir NS. Lignocellulosic fibre and biomass-based composite material. 2017.

- [12] Stefania Liuzzi, Sara Sanarica PS. Use of agro-wastes in building materials in the Mediterranean area: a review. *Energy Procedia* 2017;126:242–9.
- [13] Philippe Evona, Virginie Vandenbossche, Pierre-Yves Pontalier LR. New thermal insulation fiberboards from cake generated during biorefinery of sunflower whole plant in a twin-screw extruder. *Ind Crops Prod* 2014:354–362.
- [14] Boutin C. Conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé: modélisation par méthode autocohérente. *Mater Struct* 1996:609–615.
- [15] Le AT, Gacoin A, Li A, Mai TH, El Wakil N. Influence of various starch/hemp mixtures on mechanical and acoustical behavior of starch-hemp composite materials. *Compos Part B Eng* 2015;75:201–11. doi:10.1016/j.compositesb.2015.01.038.
- [16] Le AT, Gacoin A, Li A, Mai TH, Rebay M, Delmas Y. Experimental investigation on the mechanical performance of starch-hemp composite materials. *Constr Build Mater* 2014;61:106–13. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.01.084.
- [17] Rahim M, Douzane O, Tran Le AD, Langlet T. Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials. *Constr Build Mater* 2016;111:119–27. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.02.061.
- [18] Collet F, Prétot S. THERMAL CONDUCTIVITY OF HEMP CONCRETES : VARIATION WITH FORMULATION , DENSITY AND WATER CONTENT Florence Collet , Sylvie Prétot To cite this version : HAL Id : hal-01003739 2014.
- [19] Moussa T, Maalouf C, Ingrao C, Scrucca F, Asdrubali F. Bio-based and recycled-waste materials in buildings : A study of energy performance of hemp- lime concrete and recycled-PET façades for office facilities in France and Italy. *Sci Technol Built Environ* 2018;4731. doi:10.1080/23744731.2018.1438664.
- [20] Boussetoua H, Maalouf C, Lachi M, Belhamri A, Moussa T. Mechanical and hygrothermal characterisation of cork concrete composite: experimental and modelling study. *Eur J Environ Civ Eng* 2017;8189:1–16. doi:10.1080/19648189.2017.1397551.
- [21] Cérézo V. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique. 2005.

- [22] Glé P, Gourdon E, Arnaud L. Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several scales of porosity. *Appl Acoust* 2011;72:249–59. doi:10.1016/j.apacoust.2010.11.003.
- [23] Gourlay E, Glé P, Marceau S, Foy C, Moscardelli S. Virtual Special Issue Bio Based Building Materials Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes 2017;139:513–23. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.11.018.
- [24] Monreal P, Mboumba-Mamboundou LB, Dheilly RM, Quéneudec M. Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites. *Cem Concr Compos* 2011;33:301–8. doi:10.1016/j.cemconcomp.2010.10.017.
- [25] Audrey ATZENI, Lydie MILET, Elodie RONGER MS& OR. Guide des 100 actions pour économiser l'énergie. n.d.
- [26] Denis Cavaud, Zoé Coléou, Yves Coltier, François-Xavier Dussud, Mathieu Ecoiffier, Zheng Gong, Evelyne Misak, David Mombel DR. Chiffres clés de l'énergie. Le Serv l'observation Des Stat 2016.
- [27] Benzaama MH. Thèse en cotutelle. Université de Reims Champagne Ardenne, 2017.
- [28] Association Négawatt. Scénario négaWatt 2017-2050. n.d.
- [29] Ministère de l'écologie, du développement durable du transport et du logement. Réglementation thermique 2012: un saut énergétique pour les bâtiments neufs. n.d.
- [30] Hubert Blervaque. Règles de modélisation des systèmes énergétiques dans les Bâtiments Basse Consommation. MINES ParisTech Centre Efficacité énergétique des Systèmes, n.d.
- [31] Sofiane Amazine LA. Les bétons à des granulats d'origines végétales, Chapitre 2. Paris : La, 2013.
- [32] Collet F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux. INSA de Rennes, 2004.
- [33] Collet F, Chamoin J, Pretot S, Lanos C. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy Build* 2013;62:294–303. doi:10.1016/j.enbuild.2013.03.010.
- [34] Collet, F., Bart, M., Serres, R. & Miriel J. Porous structure and water vapour sorption of

- hemp based materials. *Constr Build Mater* 2008;6:1271–80.
- [35] Oumeziane AY. Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre. INSA de Rennes, 2013.
- [36] Robert Cerny, Ales Kunca , Vratislav Tydlit, Jaroslava Drchalova PR kova. Effect of pozzolanic admixtures on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters. *Constr Build Mater* 2006:849–857.
- [37] Asdrubali F. SURVEY ON THE ACOUSTICAL PROPERTIES OF NEW SUSTAINABLE MATERIALS FOR NOISE CONTROL. *Euronoise* 2006, Finland, Tampere: 2006.
- [38] Glé P. Acoustique des Matériaux du Bâtiment à base de Fibres et Particules Végétales - Outils de Caractérisation, Modélisation et Optimisation. INSA de LYON, 2013.
- [39] Arnaud L, Gourlay E. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Constr Build Mater* 2012;28:50–6.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052.
- [40] Samri D. Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction: approche expérimentale et modélisation numérique. 2009.
- [41] Bourdot A, Moussa T, Gacoin A, Maalouf C, Vazquez P, Thomachot-Schneider C, et al. Characterization of a hemp-based agro-material: Influence of starch ratio and hemp shive size on physical, mechanical, and hygrothermal properties. *Energy Build* 2017;153:501–12. doi:10.1016/j.enbuild.2017.08.022.
- [42] B.S. Umurigirwa-Vasseur. Elaboration et caractérisation d'un agromatériau chanvre-amidon pour le Bâtiment. PhD Thesis REIMS University, 9 december 2014., 2014.
- [43] B.S.Umurigirwa, A.Gacoin, A.Li, C.Maalouf, T.H.Mai MR. Etude expérimentale du béton de chanvre à base d'amidon. XXXe Rencontres AUGC-IBPSA., Chambéry, Savoie: 2012.
- [44] Rode C, Peuhkuri R, Mortensen L., Hansen K., Time B, Gustavsen A, et al. Moisture Buffering of Building Materials Department of Civil Engineering Technical University of

- Denmark. 2005.
- [45] Hiss reet. Building material, reed panel n.d.
- [46] Uku Vigel MK. Thermal conductivity of tatched (Reed) roof in composite ceiling. 3rd Int. Sci. Conf. Proc., Je Lgava, Latvia University of Agriculture: 2011, p. 253–5.
- [47] V Chilekwa, G Sieffert, C.A. Egan and DO. The acoustical characteristics of reed configurations. Proc. Euronoise 2006, Tempere, Finland: 2006, p. 1–6.
- [48] David J. Oldham, Christopher A. Egan RDC. Sustainable acoustic absorbers from the biomass. *Appl Acoust* 2007;29:350–63.
- [49] Francesco Asdrubali, Francesco D’Alessandro SS and NMF. SOUND ABSORPTION PROPERTIES OF REED. 22nd Int. Congr. Sound Vib., Florence, Italy: n.d.
- [50] G. Vaccari, E. Tamburini, G. Sgualdino, K. Urbaniec JK. Overview of the environmental problems in beet sugar processing: possible solutions. *Clean Prod* 2005:499–507.
- [51] Manohar K. Experimental Investigation of Building Thermal Insulation from Agricultural By- products. *Br J Appl Sci Technol* 2012:227–39.
- [52] MANOHAR, Krishpersad; RAMLAKHAN, Dale; KOCHHAR, Gurmohan and HALDAR S. Biodegradable fibrous thermal insulation. *J Brazilian Soc Mech Sci Eng* 2006;1.
- [53] Satta Panyakaew SF. New thermal insulation boards made from coconut husk and bagasse. *Energy Build* 2011;43:1732–1739.
- [54] Kazem Doost-hoseini, Hamid Reza Taghiyari AE. Correlation between sound absorption coefficients with physical and mechanical properties of insulation boards made from sugar cane bagasse. *Compos Part B* 2014:10–15.
- [55] Luamkanchanaphan, Sutharat Chotikaprakhan SJ. Thermal Insulation from Narrow-leaved Cattail Fibers. Thitiwan s.l. : 2012, Vol. 46 – 52. 1. *APCBEE Procedia* 2012:46–52.
- [56] Fraunhofer-Gesellschaft. Using cattails for insulation. 2013.
- [57] Jorge Pinto, Anabela Paivaa, Humberto Varumd, Ana Costa DC. Corn’s cob as a potential ecological thermal insulation material. *Energy Build* 2011;43:1985–1990.

- [58] Jorge Pinto a, b, Daniel Cruz, Anabela Paiva, Sandra Pereira, Pedro Tavares LF. Characterization of corn cob as a possible raw building material. *Constr Build Mater* 2012;34:28–33.
- [59] Anabela Paiva, Sandra Pereira, Ana Sá, Daniel Cruz, Humberto Varum JP. A contribution to the thermal insulation performance characterization of corn cob particleboards. *Energy Build* 2012;45.:274–279.
- [60] Xiao-yan Zhou, Fei Zheng, Hua-guan Li CL. An environment-friendly thermal insulation material from cotton stalk fibers. *Energy Build* 2010:1070–1074.
- [61] Boudjemaa Agoudjil, Adel Benchabane, Abderrahim Boudenne, Laurent Ibos MF. Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood. *Energy Build* 2011:491–497.
- [62] J. Khedari, B. Suttisonk, N. Pratinthong JH. New lightweight composite construction materials with low thermal conductivity, . s.l. : , 2001, Vol. *Cem Concr Compos* 2001;1:65–70.
- [63] Al-Sulaiman FA. Mechanical properties of date palm fiber reinforced composites. *Appl Compos Mater* 2002;6:369–377.
- [64] R. Kahraman, S. Abbasi BA-S. Influence of epolene G-3003 as a coupling agent on the mechanical behavior of palm fiber–polypropylene composites. *Int J Polym Mater* 2005;6:483–503.
- [65] R. Kahraman BFA-S. Moisture diffusion into palm/polypropylene composites in sodium chloride solutions. *J Appl Polym Sci* 2007;4:2575–2579.
- [66] B.F. Abu-Sharkh, H. Hamid . composites in natural and artificial weathering: mechanical and thermal analysis, . *Polym Degrad Stab* 2004;3:967–973.
- [67] A. Sbiai, H. Kaddami, E. Fleury, A. Maazouz, F. Erchiqui, A. Koubaa, J. Soucy AD. Effect of the fiber size on the physicochemical and mechanical properties of composites of epoxy and date palm tree fibers. *Macromol Mater Eng* 2008;8:684–691.
- [68] Papadopoulos. AM. State of the art in thermal insulation materials and aims for future

- developments. *Energy Build* , , Vol 2005;1:77–86.
- [69] M.J. John RDA. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polym Compos* 2008;2:187–207.
- [70] A. Kriker, A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane MC. Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates. *Cem Concr Compos* 2008;7:639–648.
- [71] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. Khenfer MC. Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cem Concr Compos* 2005;5:554–564.
- [72] K. Al-Jabri, A. Hago, A. Al-Nuaimi AA-S. Concrete blocks for thermal insulation in hot climate, . *Cem Concr Res* 2005;8:1472–1479.
- [73] Khedari, P. Watsanasathaporn JH. Development of fibre-based soil–cement block with low thermal conductivity. *Cem Concr Compos* 2005;1:111–116.
- [74] oseph Khedari, Sarocha Charoenvai JH. New insulating particleboards from durian peel and coconut coir. *J. Build Environ* 2003:435 – 441.
- [75] Joseph Khedaria, Noppanun Nankongnab, Jongjit Hirunlabh ST. New low-cost insulation particleboards from mixture of durian peel and coconut coir. *Build Environ* 2004:59 – 65.
- [76] Satta Panyakaew SF. 321: Agricultural Waste Materials as Thermal Insulation for Dwellings in Thailand: Preliminary Results. *PLEA 2008 – 25th Conf. Passiv. Low Energy Archit. ,* Dublin: n.d.
- [77] David W. Yarbrough, Kenneth E. Wilkes, Paul A. Olivier, Ronald S. Graves AV. Apparent Thermal Conductivity Data and Related Information for Rice Hulls and Crushed Pecan Shells. *Therm Cond* 2005:222–230.
- [78] Han-Seung Yang, Dae-Jun Kim H-JK. Rice straw–wood particle composite for sound absorbing wooden construction materials. *Bioresour Technol* 2003:117–121.
- [79] Tangjuank S. Thermal insulation and physical properties of particleboards from pineapple leaves. *Int J Phys Sci* n.d.;6:4528–32.
- [80] Supreyak Kumfu T jintakosol. Thermal Insulation Produced from Pineapple Leaf Fiber

- and Natural Rubber Latex. *Adv Mater Res* 2012;506.
- [81] Vandebossche Virginie, Rigal Luc, Saiah Redouan PBA. New agro-materials with thermal insulation properties. *Proc. 18th Int. Sunflower Conf. Mar del Plata, 2012*, p. 949–954.
- [82] Hanifi Binici, Mustafa Eken , Mustafa Dolaz , Orhan Aksogan MK s. l. : An environmentally friendly thermal insulation material from sunflower stalk, textile waste and stubble fibres. *Constr Build Mater* 2014:24–33.
- [83] Pédagogiques T de culture et activités. *Cultivons la diversité des plantes cultivées : Betterave sucrière*. 2008.
- [84] Alamzan, O., L. Gonzalez LG. *The sugar cane : Its byproducts and co-products*. Réduit Mauritius Food Agric Res Counc 1998:xiii–xxv.
- [85] Cattanach, A.W., A.G. Dexter and ESO. *Sugarbeets*. Madison University of Wisconsin Cooperative Extension., 1991. *Altern F Crop Man* 1991.
- [86] Agricultural Foreign Service. *Sugar: World Markets and Trade*. 2016.
- [87] Cooper J. A question of taste : uses of succhrose. *Manufacturing Chem* 2003;74:71–2.
- [88] Adam I. *Fonctionnalisation sélective du saccharose*. Université de poitiers (ESIP), 2004.
- [89] Decloux M. *Procédés de transformation en sucrerie (partie 1)*. n.d.
- [90] Decloux M. *Procédés de transformation en sucrerie (partie 2)*. 2003.
- [91] The sugar association. *Refining and Processing Sugar*. Washington: 2013.
- [92] Legrand G. *Le bon usage de la pulpe surpressée*. Tienen, Belgique : Collection Les Guides: 2005.
- [93] Belhamri R. *Extraction des macromolécules parietales de betteraves sucrières*. Université de REIMS Champagne-Ardenne, 2005.
- [94] Monreal P. *Etude de la faisabilité de bétons lignocellulosiques à base de pulpes de betteraves: traitements physico-chimiques des granulats et évaluation de l'influence sur les performances mécaniques hydriques et thermiques*. Université de PICARDIE, Amiens,

2011.

- [95] Wertz J-L. Les hémicelluloses 2011.
- [96] De-qiang Li, Guang-ming Du, Wei-wen Jing , Jun-fang Li , Jia-yu Yan ZL. Combined effects of independent variables on yield and protein content of pectin extracted from sugar beet pulp by citric acid . Carbohydr Polym 2015:108–14.
- [97] Sen Maa, Shu-juan Yua, Xue-ling Zheng, Xiao-xi Wang, Qing-dan Bao XG. Extraction, characterization and spontaneous emulsifying properties of pectin from sugar beet pulp. Carbohydr Polym 2013:750– 753.
- [98] Turquois, T., Rinaudo, M., Taravel, F. R., & Heyraud A. Extraction of highlygelling pectic substances from sugar beet pulp and potato pulp: Influenceof extrinsic parameters on their gelling properties. Food Hydrocolloids, n.d.;3:255–262.
- [99] R.E. KIRK DFO. Cellulose. Encylopedia Chem Technol 1967:593–683.
- [100] A. MIE, C. EMONS BMM. How the deposition of cellulose microfibrils builds cell wall architecture. Trends Plant Sci n.d.;5:35–40.
- [101] R. Sun SH. Fractional extraction and physico-chemical characterization of hemicelluloses and cellulose from sugar beet pulp. Carbohydrates Polym 1998;36.
- [102] J. Lundkvist, A. Teleman, L. Junel., 1 S l. : Isolation and charcterization of galactoglucomonnan from spruce. Carbohydr Polym 2002;48:29–39.
- [103] Timel TE. Recent progress in the chemistry of wood hemicellulose. Wood Sci Technol 1967:45–70.
- [104] Vaccari G, Nicolucci C, Mantovani G MA. Industrial production of paper using integral pulp from sugar beet. Zuckerindustrie 1994 1994:855–9.
- [105] Vaccari G, Mantovani G, Nicolucci C MA. Utilization of beet pulp for paper manufacture. Int Sugar J 1995:556–9.
- [106] Champon G. Effet de l’addition de charges végétales issues de déchets cellulosiques (pulpe de betterave sucrière) – Amélioration des caractéristiques mécaniques et optiques des papiers. EFPG, 2004.

- [107] Vaccari G, Mantovani G, Dosi E, Nicolucci C MA. Paper manufacture using beet pulp and factory waste lime. *List Cukrov a Řepářské* 1997:532–6.
- [108] Firkins SAB and JL. Kinetics of Hydration and Functional Specific Gravity of Fibrous Feed By-Products. *J Anim Sci* 1995:1449–1458.
- [109] Teimouri A. Physically effectiveness of beet pulp-based diets in dairy cows as assessed by responses of feed intake, digestibility, chewing. *J Anim Physiol Anim Nutr (Berl)* 2014:158–68.
- [110] Zijlstra, R. T. and Beltranena E. Regaining Competitiveness: Alternative Feedstuffs for Swine. *Adv Pork Prod* 2009;20:237.
- [111] G. F. Hartnell, T. Hvelplund and MRW. Nutrient digestibility in sheep fed diets containing Roundup Ready or conventional fodder beet, sugar beet, and beet pulp. *Am Soc Anim Sci* 2005:400–407.
- [112] Meer AS and JMVD 1985. Differences in chemical composition and digestibility of beet and cane molasses. *Anim Feed Sci Technol* 1985:83–91.
- [113] J.G. Fadel, E.J. DePeters AA. Composition and digestibility of beet pulp with and without molasses and dried using three methods. *Anim Feed Sci Technol* 2000:121–9.
- [114] Kelly P. Sugar beet pulp- Review. *Anim Feed Sci Technol* 1983:1–18.
- [115] D. Iconomou, K. Kandyliis , C. Israilides PN. Protein enhancement of sugar beet pulp by fermentation and estimation of protein degradability in the rumen of sheep. *Small Rumin Res* 1998:55–61.
- [116] Florence Michel, Jean-Francois Thibault J-LB. Preparation and Characterisation of Dietary Fibre from Sugar Beet Pulp. *J Sci Food Agric* 1988:77–85.
- [117] M.A.H.M. Al-Tamimi, R.J. Palframan, J.M. Cooper GRG and RAR. In vitro fermentation of sugar beet arabinan and arabinooligosaccharides by the human gut microflora. *J Appl Microbiol* ISSN 2004:1364–5072.
- [118] Stefan Kühnel HAS and HG. Aiming for the complete utilization of sugar-beet pulp: Examination of the effects of mild acid and hydrothermal pretreatment followed by

- enzymatic digestion. *Biotechnol Biofuels* 2011;4.
- [119] Adel AA Mohdaly, Mohamed A Sarhan IS and AW. Antioxidant properties of various solvent extracts of potato peel, sugar beet pulp and sesame cake. *Interscience* 2009.
- [120] Maria Leontowicz, Shela Gorinstein , Elzbieta Bartnikowska HL. Sugar beet pulp and apple pomace dietary fibers improve lipid metabolism in rats fed cholesterol. *Food Chem* 2001:73–8.
- [121] M. Norsker, M. Jensen JA-N. Enzymatic gelation of sugar beet pectin in food products . *Food Hydrocoll* 2000:237–243.
- [122] B. Westereng, T.E. Michaelsen ABS. Effects of extraction conditions on the chemical structure . *Carbohydr Polym* 2008:32–42.
- [123] Alexander Oosterveld, Gerrit Beldman AGJV. Oxidative cross-linking of pectic polysaccharides from sugar beet pulp. *Carbohydr Res* 2000:199–207.
- [124] J. Concha Olmos MEZH. Enzymatic depolymerization of sugar beet pulp: Production and characterization of pectin and pectic-oligosaccharides as a potential source for functional carbohydrates. s.l. : *Chem Eng J* 2012:29–36.
- [125] Cheng Lv, Yong Wang, Li-jun Wang, Dong Li BA s. l. : Optimization of production yield and functional properties of pectin extracted from sugar beet pulp. *Carbohydr Polym* 2013:233– 240.
- [126] Marshall L. Fishman, Hoa K. Chau, Phoebe X. Qi, Arland T. Hotchkiss Jr. MPY s. l. : Physico-chemical characterization of protein-associated polysaccharides extracted from sugar beet pulp. *Carbohydr Polym* 2013:2257– 2266.
- [127] Kirby, A.R., A.J. MacDougall and VJM. Sugar beet pectin-protein complexes. . *Food Biophys n.d.*:51–56.
- [128] Marshall L. Fishman, Hoa K. Chau, Peter H. Cooke, Madhav P. Yadav ATH s. l. : Physico-chemical characterization of alkaline soluble polysaccharides from sugar beet pulp. *Food Hydrocoll* 2009:1554–1562.
- [129] Isolation and properties of sugar beet araban. Goodban, A.F., and H.S. Owens. *J Sugar*

- Beet Res IX 1956:129–132.
- [130] Bo Liu, Jinwen Zhang, Linshu Liu ATH s. l. : Preparation and Properties of Water and Glycerol-plasticized Sugar Beet Pulp Plastics. *J Polym Env* 2011:559–567.
- [131] A. Rouilly, J. Jorda LR s. l. : Thermo-mechanical processing of sugar beet pulp. I. Twin-screw extrusion process. *Carbohydr Polym* 2006:81–7.
- [132] A. Rouilly, C. Geneau-Sbartai LR s. l. : Thermo-mechanical processing of sugar beet pulp. III. Study of extruded films improvement with various plasticizers and cross-linkers. *Bioresour Technol* 2009:3076–81.
- [133] Claire Pavier AG s. l. : Oxypropylation of sugar beet pulp. 1. Optimisation of the reaction. *Ind Crops Prod* 2000:1–8.
- [134] Chen, F., L. Liu, P.H. Cooke, K.B. Hicks and JZ. Performance enhancement of poly(lactic acid) and sugar beet pulp composites by improving interfacial adhesion and penetration. *Ind Eng Chem Res* 2008:8667–8675.
- [135] Finkenstadt, V.L., C.K. Liu, P.H. Cooke, L.S. Liu and JLW s. l. : Mechanical property characterization of plasticized sugar beet pulp and poly(lactic acid) green composites using acoustic emission and confocal microscopy. *J Polym Environ* 2008:19–26.
- [136] Li, W., D.R. Coffin, T.Z. Jin, N. Latona, C.K. Liu, B. Liu, J. Zhang and LL s. l. : Biodegradable composites from polyester and sugar beet pulp with antimicrobial coating for food packaging. *J Appl Polym Sci* 2012:E361–E372.
- [137] Liu, B., J. Zhang, L. Liu and ATH. Utilization of pectin extracted sugar beet pulp for composite application. *J Biobased Mater Bioenergy* 2012:185–192.
- [138] Liu, L.S., V.L. Finkenstadt, C. Liu, T. Jin, M.L. Fishman and KBH s. l. : Preparation of poly (lactic acid) and pectin composite films intended for applications in antimicrobial packaging. Liu, L.S., V.L. Finkenstadt, C. Liu, T. Jin, M.L. Fishman, and K.B. Hicks. s.l. : *Journal of Applied Polymer Science*, 2007, Vol. 801-810. 10. *J Appl Polym Sci* 2007:801–10.
- [139] Gagnepain B. *Biocarburants*. Saint-Denis, France: 2016.

- [140] Soto, M.L., A. Moure, H. Dominguez and JCP. Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption. *J Food Eng* 2011:1–27.
- [141] Caqueret, V., S. Bostyn, B. Cagnon and HF s. l. : Purification of sugar beet vinasse— Adsorption of polyphenolic and dark colored compounds on different commercial activated carbons. *Bioresour Technol* 2008:5814–21.
- [142] Hood, E., Teoh, K., Devaiah, S., and Vicuna Requesens DNY: Biomass crops for biofuels and bio-based products. In *Sustainable food production*. Springer 2013:250–79.
- [143] Martinez, M., B. Gullon, H.A. Schols, J.L. Alonso and JCP s. l. : Assessment of the production of oligomeric compounds from sugar beet pulp. *Ind Eng Chem Res* 2009:4681–7.
- [144] Bonnin, E., H. Grange, L. Lesage-Meessen, M. Asther and JFT s. l. : Enzymic release of cellobiose from sugar beet pulp, and its use to favour vanillin production in *Pycnoporus cinnabarinus* from vanillic acid. . *Carbohydr Polym* 2000:143–51.
- [145] Guru, M., A.Y. Bilgesu and VP. Production of oxalic acid from sugar beet molasses by formed nitrogen oxides. *Bioresour Technol* n.d.:81–86.
- [146] McCready, R.M., J.B. Stark and AEG s. l. : Preparation of galactinol and myoinositol from sugar beet sirup by chromatography on a cation exchange resin. *J Sugar Beet Res* 1965:127–32.
- [147] Kolodynska, D., R. Wnetrzak, J.J. Leahy, M.H.B. Hayes, W. Kwapinski and ZH. Kinetic and adsorptive characterization of biochar in metal ions removal. *Chem Eng J* 2012:295–305.
- [148] Sud, D., G. Mahajan and MPK s. l. : Agricultural waste material as potential adsorbent for sequestering heavy metal ions from aqueous solutions. *A Rev Bioresour Technol* 2008:6017–27.
- [149] Dronnet, V.M., M.A.V. Axelos, C.M.G.C. Renard and JFT s. l. : Improvement of the binding capacity of metal cations by sugar-beet pulp. 1. Impact of cross-linking treatments on composition, hydration and binding properties. . *Carbohydr Polym* , 1998:29–37.

- [150] Yao, Y., B. Gao, M. Inyang, A.R. Zimmerman, X. Cao, P. Pullammanappallil and LY s. l. : Biochar derived from anaerobically digested sugar beet tailings: Characterization and phosphate removal potential. *Bioresour Technol* 2011;102.
- [151] Demiral, H. and GG s. l. : Removal of nitrate from aqueous solutions by activated carbon prepared from sugar beet bagasse. *Bioresour Technol* 2010:1675–80.
- [152]. Altundogan, H.S., N. Bahar, B. Mujde and FT s. l. : The use of sulphuric acid-carbonization products of sugar beet pulp in Cr(VI) removal. *J Hazard Mater* 2007:255–64.
- [153] Mudoga, H.L., H. Yucel and NSK s. l. : Decolorization of sugar syrups using commercial and sugar beet pulp based activated carbons. *Bioresour Technol* 2008:3528–33.
- [154] Bernard BOURSIER. Division des applications : Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires. 2005.
- [155] Bahrani SA. Modification des Propriétés Physico-Chimiques de l'Amidon par Procédés Hydrothermiques : Contribution `a l'étude des Transferts Couplés Chaleur-Masse. Université de La Rochelle, n.d.
- [156] Wertz J-L. L'amidon et le PLA : deux biopolymères sur le marché. Wallone, Belgium: 2011.
- [157] Moussa T, Maalouf C, Lachi M, Umurigirwa S, Mai TH, Henry J-F. Development and performance evaluation of a hemp–starch composite. *J Build Phys* 2016;40:278–95. doi:10.1177/1744259116637860.
- [158] Boursier B. Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires. *Tech L'ingénieur Additifs Adjuv Aliment* 2005;33:27.
- [159] Roge, B. M. L'Extraction Du Sucre. Reims: 2005.
- [160] Decloux M. Procédés de transformation en sucrerie (partie 2) Procédés de transformation en sucrerie (partie 2) 2017;33.
- [161] Belhamri R. Extraction des macromolécules pariétales des eaux de presse de betteraves sucrières : Etude de leur composition, de leurs propriétés physico-chimiques et de leur

- effet sur le process sucrier. Phd Thesis Reims University, 25 february 2005, 2005.
- [162] Sinfoni. PANORAMA DES MARCHÉS « FIBRES VÉGÉTALES TECHNIQUES MATÉRIAUX (HORS BOIS) ». MEMENTO 2016.
- [163] Dubois M, Gilles KA, Hamilton JK, Rebers PA SF. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. *Anal Chem* 1956;28:350–6. doi:10.1021/ac60111a017.
- [164] Phatak L, Chang KC, Brown G. Isolation and Characterization of Pectin in Sugar-Beet Pulp. *J Food Sci* 1988;53:830–3. doi:10.1111/j.1365-2621.1988.tb08964.x.
- [165] Micard V, Renard CMGC, Thibault JF. Enzymatic saccharification of sugar-beet pulp. *Enzyme Microb Technol* 1996;19:162–70. doi:10.1016/0141-0229(95)00224-3.
- [166] Monreal P, Mboumba-Mamboundou LB, Dheilly RM, Quéneudec M. Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites. *Cem Concr Compos* 2011;33:301–8. doi:10.1016/j.cemconcomp.2010.10.017.
- [167] Niang I, Maalouf C, Moussa T, Bliard C, Samin E, Thomachot-Schneider C, et al. Hygrothermal performance of various Typha–clay composite. *J Build Phys* 2018. doi:10.1177/1744259118759677.
- [168] Wardlaw NC, Mckellar M. No Title 1987.
- [169] Almeida G, Rémond R, Perré P. Hygroscopic behaviour of lignocellulosic materials : Dataset at oscillating relative humidity variations. *J Build Eng* 2018;19:320–33. doi:10.1016/j.jobe.2018.05.005.
- [170] Belakroum R, Gherfi A, Bouchema K, Gharbi A, Kerboua Y, Kadja M, et al. Hygric buffer and acoustic absorption of new building insulation materials based on date palm fibers. *J Build Eng* 2017;12:132–9. doi:10.1016/j.jobe.2017.05.011.
- [171] NF EN ISO 12572:2000. Hygrothermal performance of building materials and products. Determination of water vapour transmission properties. AFNOR 2000.
- [172] NF EN ISO 12571:2001. Hygrothermal performance of building materials and products. Determination of hygroscopic sorption properties. AFNOR 2001.

- [173] Anderson B. Modifications of the Brunauer, Emmett and Teller Equation 1940;1:686–91.
- [174] Seddik Merakeb, Frédéric Dubois CP. Modeling of the sorption hysteresis for wood . Wood Sci Technol 2009;575–589:575–89. doi:10.1007/s00226-009-0249-2.
- [175] Genuchten VAN. A Closed-form Equation for Predicting the Hydraulic Conductivity of Unsaturated Soils 1 n.d.;8:892–8.
- [176] Glouannec, P., Collet, F., Lanos, C., Mounanga, P., Pierre, T., Poullain, P., Pretot, S., Chamoin, J., and Zaknoune A. Propriétés physiques de bétons de chanvre. Matériaux Tech 2011:657–665.
- [177] Aalborg universitet Research Portal. Moisture Buffering og Building Materials, 11th ed. 11th ed. Kongens Lyngby, Denmark: Department of Civil Engineering Technical University of Denmark; 2005.
- [178] Habab, Agoudjil B, Boudenne A, Benzarti K. Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete. Constr Build Mater 2017;154:963–71. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.025.
- [179] Kenneth S. W. Sing, Douglas H. Everett, R. A. W. Haul, L. Moscou, Robert A. Pierotti, Jean Requierol and TS. Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units [3–5]. Pure Appl Chem 1985;57:603–19.
- [180] Céline A, Fréour S, Jacquemin F, Casari P. The hygroscopic behavior of plant fibers : a review 2014;1:1–12. doi:10.3389/fchem.2013.00043.
- [181] Ayranci E, Duman O. Moisture sorption isotherms of cowpea (*Vigna unguiculata* L . Walp) and its protein isolate at 10 , 20 and 30 ° C 2005;70:83–91. doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.08.044.
- [182] Mazhoud B, Collet F, Pretot S, Chamoin J. Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters. Build Environ 2016;96:206–16. doi:10.1016/j.buildenv.2015.11.013.
- [183] Latif E, Lawrence M, Shea A, Walker P. Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime. Build Environ 2015;93:199–209.

doi:10.1016/j.buildenv.2015.07.011.

- [184] Zhao YH. Elaboration de revêtements à base d ' huile végétale par chimie thiol-X photoamorcée To cite this version : HAL Id : tel-01278877. INSA de Rouen, 2016.
- [185] VO KDN. Synthèse de nanoparticules d ' or par irradiation de solution aqueuse d ' ions Au (III) en présence de chitosane 2013.
- [186] Khandal D. Traitement sous rayonnement ionisant de mélanges amidon-lignine et de leurs modèles : étude et quantification des modifications induites. Université de Reims Champagne Ardenne, 2012.

Elaboration et caractérisation d'un agro-matériau pulpe de betterave sucrière-amidon pour le bâtiment.

En réponse aux impacts environnementaux et aux grandes consommations énergétiques du bâtiment, l'utilisation de matériaux à faible énergie grise et de matériaux biosourcés recyclables est une solution prometteuse et cruciale. L'objectif de cette thèse est d'élaborer, optimiser et caractériser un nouveau matériau biosourcé à base de pulpe de betterave (disponible localement et en grandes quantités) avec un liant à base d'amidon de pomme de terre. La première partie de ce document est consacrée à l'étude physico-chimique de la pulpe de betterave et à la description des méthodes de fabrication et de séchage réalisées en vue d'obtenir un matériau de bonne qualité avec un minimum de déformation et de retrait. La deuxième partie porte sur l'étude de la porosité et de la structure des pores par la méthode d'insertion de cyclohexane et par la porosimétrie par intrusion du mercure. Des formulations avec différents rapports massiques amidon/pulpes de betterave sont testées dans le but de mesurer l'impact de la porosité sur les comportements mécanique et acoustique du matériau. Le comportement mécanique a été évalué par la mesure de la résistance à la compression et à la flexion quatre points. Les résultats montrent que le composite élaboré est un matériau plus homogène et moins dispersé que d'autres agromatériaux et qu'il est capable de porter son propre poids. Les propriétés hygrothermiques sont analysées dans la dernière partie. Les courbes d'isotherme de sorption sont des sigmoïdes de type II indépendantes de la formulation du matériau. En revanche, la perméabilité à la vapeur d'eau dépend de la teneur en liant du composite. Les valeurs de MBV montrent que le matériau élaboré est un excellent régulateur hygrique selon la classification du projet NordTest. La mesure de la conductivité thermique montre que le composite amidon-betterave est un bon isolant thermique. La perméabilité du composite de betterave, paramètre influençant sa pérennité, a été étudiée par un traitement de sa surface à l'huile de lin. Ce traitement est capable de réduire l'absorption d'eau du composite et d'empêcher l'attaque microbienne.

Mots-clés: Matériau biosourcé, pulpe de betterave, amidon, propriétés mécaniques, propriétés hygrothermiques, absorption acoustique, bâtiment.

Elaboration and characterization of an agro-material sugar beet pulp-starch for the building.

In response to environmental impacts and high energy consumption of building, the use of low grey energy materials and recyclable bio sourced materials is a promising and crucial solution. The aim of this thesis is to develop, optimize and characterize a new bio-based material using beet pulp (locally available in large quantities) with a green binder which is potato starch. The first part of this document is devoted to the physicochemical study of beet pulp and the description of the manufacturing and drying methods carried out in order to obtain a good quality material with a minimum deformation and shrinkage. Then, The second part deals with the study of porosity and pore structure by the cyclohexane insertion method and mercury intrusion porosimetry. Formulations with different starch/beet pulp mass ratios are tested in order to investigate the impact of porosity on mechanical and acoustic behavior. The mechanical behavior was evaluated by measuring the compression and bending strength at four points. The results show that the composite is a more homogeneous and less dispersed material than other agro-materials and is able to carry its own weight. Finally, the hygrothermal properties are analyzed as function of starch/beet pulp mass ratio. The sorption isotherm curves are type II sigmoid and independent of the material density. However, the permeability to water vapor depends on the binder content of the composite. The MBV values show that the material is an excellent regulator according to the NordTest project classification. Thermal conductivity measurement shows that the starch-beet composite is a good thermal insulator. Composite durability was enhanced by treatment with linseed oil. This treatment is able to reduce the composite water absorption thus prevents microbial attacks.

Keywords: Bio sourced material, beet pulp, starch, mechanical properties, hygrothermal properties, acoustical absorption and building.

Discipline : GENIE CIVIL

Spécialité : Sciences des matériaux

Université de Reims Champagne-Ardenne

GRESPI - EA 4694

Groupe de recherches en sciences pour l'ingénieur,

Campus Moulin de la Housse, 51 687 Reims

