

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec

Institut Catholique d'Art et Métier site de Nantes

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Elaboration et caractérisation thermo-physique d'un
nouveau matériau composite Bois- MCP destiné pour le
stockage de l'énergie thermique

Réalisé par : Manel BALEH

Sous la direction de :

Mr Fatah HELLAL (ENP)

Mr Mahfoud TAHLAITI et Mr Jérôme SOTO (Icam)

Présenté et soutenu le : 14/07/2021

Composition du Jury :

Président	Mr M. CHITROUB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr F. HELLAL	Professeur	ENP
	Mr M. TAHLAITI	Enseignant -Chercheur	Icam
	Mr J. SOTO	Enseignant -Chercheur	Icam
Examineurs	Mr A. DAIMELLAH	Docteur	ENP
	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP

ENP 2021

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec

Institut Catholique d'Art et Métier site de Nantes

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Elaboration et caractérisation thermo-physique d'un
nouveau matériau composite Bois- MCP destiné pour le
stockage de l'énergie thermique

Réalisé par : Manel BALEH

Sous la direction de :

Mr Fatah HELLAL (ENP)

Mr Mahfoud TAHLAITI et Mr Jérôme SOTO (Icam)

Présenté et soutenu le : 14/07/2021

Composition du Jury :

Président	Mr M. CHITROUB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr F. HELLAL	Professeur	ENP
	Mr M. TAHLAITI	Enseignant -Chercheur	Icam
	Mr J. SOTO	Enseignant -Chercheur	Icam
Examineurs	Mr A. DAIMELLAH	Docteur	ENP
	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP

ENP 2021

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

- ❖ A mon cher père et à ma tendre mère, pour leurs sacrifices, leurs amours et leur soutien tout au long de ma vie, je ne les remercierai jamais assez pour tout ce qu'ils ont fait pour moi.
- ❖ A mon aimable sœur Lycia, et mon tendre frère Ahmed, pour le soutien qui m'ont toujours apporté.
- ❖ A mon neveu Amine, qui a toujours su m'apporter de la joie avec son innocence.
- ❖ A toute ma famille et proches.
- ❖ A toutes mes chères amies Leticia, Celina, Lucia, Lynda, Celina SADALI, Asma TOUATI et Asma MOUHOUUB.
- ❖ A toutes les personnes qui m'ont encouragé, soutenu et accompagné tout au long de mon chemin et parcours.

Remerciements

Je remercie le bon Dieu le plus puissant qui m'a donné la santé, le courage et le savoir afin de pouvoir réaliser ce modeste travail.

Les travaux de recherche rapportés dans ce mémoire ont été effectués à l'Institut Catholique d'Art et Métiers (Icam) site de Nantes.

Je tiens à exprimer ma plus haute gratitude et respect à Mr Mahfoud TAHLAITI et Mr Jérôme SOTO, enseignants-chercheurs à l'Icam site de Nantes, et Mr Fatah HELLAL, professeur à l'ENP d'Alger, pour leurs encadrements, conseils, patience et encouragement qui m'ont permis toujours d'avancer et de réaliser ce travail.

J'adresse tout particulièrement mes reconnaissances à Mr. Abdelhafid KHELIDJ, enseignant-chercheur à l'université de Nantes, pour son aide et collaboration dans l'avancement et le déroulement de ce projet.

Je suis très reconnaissante à l'égard de l'ensemble des membres de jury Pr. Mohamed CHITROUB, Dr. Abderrahmane DAIMELLAH, Dr. Kamel ABADLI, de l'Ecole Nationale polytechnique d'Algérie, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de fin d'études.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Mustapha NOURI, chargé de recherche à l'Icam, et Youcef CHAKALI, doctorant à l'Icam, pour leurs précieux conseils et notamment pour le temps qu'ils me consacrent à chaque fois.

J'ai aussi une pensée pour tous les enseignants de l'Icam qui n'ont pas hésité à me venir en aide à chaque fois qui ont été sollicités, plus particulièrement à Mr Eric LEGAL LASALLE.

Je tiens également à exprimer mes remerciements pour tous les techniciens de l'Icam site de Nantes, qui m'ont énormément aidé dans la réalisation des essais expérimentaux, à leur tête Alex LEJEAU, Sylvain KERDUDOU et Karl EOT.

Sans oublier tous mes camarades et collègues de bureau avec lesquels j'ai partagé cette expérience.

Enfin, j'adresse mes remerciements les plus sincères à mes chers parents, mon tendre frère et mon aimable sœur, ainsi que tous mes amis, pour leurs encouragements et soutien.

ملخص :

يعد تطوير مواد جديدة لتخزين الطاقة الحرارية أمرًا ضروريًا لتحسين الكفاءة الحرارية للمباني. الهدف من هذه الدراسة هو تطوير مواد مركبة جديدة على أساس الخشب والمواد المتغيرة الطور التي تهدف إلى تخزين الطاقة الحرارية. تم استخدام ثلاثة أنواع من الخشب، الزان وهو خشب صلب، خشب التنوب والدوغلاس اللذان ينتميان إلى عائلة الصنوبريات. لهذه الدراسة، تم اختيار البارافين كمادة تغيير الطور.

يتم تشريب الخشب بالبارافين بطريقتين، الغمر البسيط والغمر الذي يسبقه تطبيق التفريغ. خضعت المواد المركبة المتكونة على هذا النحو لسلسلة من الاختبارات لنتمكن من اختبار فعاليتها. أظهر التحليل الكيميائي وجود البارافين في الحجم الكامل لعينات الخشب بعد 8 أيام من الغمر، وأظهر التحليل أيضًا أنه لم يتم تكوين رابطة كيميائية بين الخشب وMCP. أظهر التوصيف الحراري للمركب، نتائج واعدة لتخزين الطاقة الحرارية. أخيرًا أظهرت اختبارات الرطوبة وثبات الأبعاد أن تشريب الخشب يحسن مقاومته لامتصاص الماء وثبات أبعاده .

الكلمات المفتاحية: خشب ، بارافين ، مادة تغير الطور ، مركب ، حرارة كامنة ، خصائص حرارية ، خصائص كيميائية ، ثبات الأبعاد.

Abstarct :

The development of new materials for thermal energy storage in a building system is essential to improve the thermal efficiency of buildings. The objective of this study is the development and characterization of new composite materials based on wood and phase change material, with the aim of storing thermal energy. Three species of wood were used, beech which is a hardwood, fir and Douglas belonging to the family of softwoods. The choice of the phase change material was made on the paraffin RT 28 HC supplied by the company of Rubitherm. The wood is impregnated with paraffin by two processes, a simple immersion, and an immersion preceded by a vacuum application. The composite materials, thus formed underwent a series of tests in order to test their effectiveness. The chemical analysis by FTIR showed the existence of MCP in the whole volume of the wood samples after 8 days of immersion, the analysis also showed that no chemical bonding was formed between the wood and the PCM. Thermal characterization of the composite performed by DSC, indicated promising results for thermal energy storage. Finally, moisture and dimensional stability tests showed that impregnation of the wood improves its resistance to water absorption and its dimensional stability.

Keywords: wood, Paraffin, phase change material, composite, latent heat, thermal characterization, chemical characterization, impregnation, dimensional stability.

Résumé :

Le développement de nouveaux matériaux pour le stockage de l'énergie thermique dans un système de construction est indispensable pour améliorer l'efficacité thermique des bâtiments. L'objectif de cette étude est l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base de bois et de matériau à changement de phase, ayant pour but le stockage de l'énergie thermique. Trois essences de bois ont été utilisées, le hêtre qui est un feuillu, le sapin et le douglas appartenant à la famille des résineux. Le choix du matériau à changement de phase est porté sur la paraffine RT 28 HC fournie par l'entreprise Rubitherm. Le bois est imprégné avec de la paraffine par deux procédés, une immersion simple, et une immersion précédée par une application de vide. Les matériaux composites ainsi formés ont subi une série de tests afin de pouvoir tester leur efficacité. L'analyse chimique par FTIR a montré l'existence de la paraffine dans tout le volume des échantillons de bois après 8 jours d'immersion, l'analyse a également montré qu'aucune liaison chimique ne s'est formée entre le bois et le MCP. La caractérisation thermique du composite réalisée par DSC, a indiqué des résultats prometteurs pour le stockage de l'énergie thermique. Finalement, les tests d'humidité et stabilité dimensionnelle ont montré que l'imprégnation du bois améliore sa résistance à l'absorption d'eau et sa stabilité dimensionnelle.

Mots clés : bois, Paraffine, matériau à changement de phase, composite, chaleur latente, caractérisation thermique, caractérisation chimique, imprégnation, stabilité dimensionnelle.

Table de matière

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale.....	15
Chapitre 1: Matériaux à changement de phase	17
1.1 Introduction	18
1.2 Le stockage de l'énergie thermique.....	18
1.2.1 Stockage par chaleur sensible	18
1.2.2 Stockage par chaleur latente.....	18
1.2.3 Le stockage thermochimique	19
1.3 Les matériaux à changement de phase	20
1.3.1 Définition	20
1.3.2 Classification des matériaux à changement de phase	20
1.3.3 Avantages et inconvénients des MCP	24
1.3.4 Critères de sélection des MCP	24
1.4 Procédés d'imprégnation des matériaux de construction avec un MCP	26
1.4.1 Incorporation ou imprégnation directe	26
1.4.2 Immersion	26
1.4.3 Encapsulation	27
1.4.4 Composite MCP shape-stabilized	30
Chapitre 2: Le bois	32
2.1 Introduction	33
2.2 Echelle macroscopique	33
2.3 Echelle moléculaire	35
2.3.1 La cellulose	36
2.3.2 Hémicellulose	37
2.3.3 La lignine	37
2.3.4 Les extractibles	38
2.3.5 Les composés minéraux	38
2.4 Anatomie du bois	39
2.4.1 Les feuillus	39
2.4.2 Les résineux	39

2.5	Imprégnabilité du bois	40
2.5.1	Imprégnabilité des essences	40
2.5.2	Transport de fluides dans le bois	41
2.5.3	Les procédés d'imprégnation du bois	43
2.6	Caractéristiques physiques du bois	45
2.6.1	L'anisotropie du bois	45
2.6.2	L'humidité dans le bois	45
2.6.3	Variations dimensionnelles du bois (retrait et gonflement)	45
2.7	Les composites Bois-MCP	47
Chapitre 3: Matériaux et méthodes expérimentales		49
3.1	Introduction	50
3.2	Choix des matériaux	50
3.2.1	Matériaux à changement de phase	50
3.2.2	Choix du bois	51
3.3	Caractérisation microstructurale par microscope optique	52
3.4	Séchage du bois	53
3.5	La masse volumique	54
3.6	Imprégnation par immersion	55
3.7	Imprégnation par application de vide	56
3.8	La densité énergétique	58
3.9	Caractérisation thermique par Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)	58
3.9.1	Introduction	58
3.9.2	L'appareil de mesure DSC	59
3.9.3	Analyse de l'allure des courbes de DSC à flux de chaleur	61
3.9.4	Identification des propriétés thermiques à partir d'une courbe DSC par le logiciel Pyris	61
3.9.5	Protocole d'utilisation	62
3.10	Analyse chimique par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)	65
3.11	Prise d'humidité	67
3.12	Etude de la stabilité dimensionnelle	68
Chapitre 4: Résultats et interprétations		70
4.1	Introduction	71

4.2	Séchage du bois	71
4.3	Analyse de la structure du bois au microscope optique	74
4.4	Densité du bois	75
4.5	Imprégnation du bois avec de la paraffine RT28HC	76
4.5.1	Absorption de la paraffine par les trois essences de bois	76
4.5.2	Comparaison entre l'imprégnation par immersion et imprégnation par immersion précédé par 1h de vide	79
4.6	Calcul de la densité énergétique	82
4.7	Caractérisation chimique	82
4.8	Caractérisation thermique par DSC	86
4.8.1	Caractérisation thermique de la paraffine	86
4.8.2	Comparaison entre les propriétés thermiques des échantillons étudiés	88
4.8.3	La quantité d'énergie stockée dans le bois imprégné	91
4.9	Prise d'humidité	92
4.10	Stabilité dimensionnelle	93
4.11	Conclusion	94
	Conclusion générale	95
	References bibliographiques	98
	Annex 1	103

Liste des figures

Figure 1-1: Relation température enthalpie	19
Figure 1-2: Classification des matériaux à changement de Les MCP organiques	20
Figure 1-3: Classes des MCP avec leurs températures de fusion et chaleur latente	21
Figure 1-4 : Avantages et inconvénients de chaque famille de MCP	26
Figure 1-5: Incorporation de la paraffine dans des plaques de graphite naturel expansé	27
Figure 1-6: Exemples de MCP macro-encapsulés	28
Figure 1-7: une capsule de macro-encapsulation.	28
Figure 1-8 : structure des particules de micro-encapsulation	29
Figure 1-9: un panneau composite de gypse et microcapsules de MCP.	29
Figure 1-10: images prises par le SEM du composite MCP shape-stabilized élaboré par Li et al a) $\times 200$ b) $\times 4000$	31
Figure 2-1: Les directions longitudinale L, radiale R, transversale t	34
Figure 2-2 : images observées des découpes transversales du spin, douglas et hêtre.	34
Figure 2-3: Découpe transversale du tronc d'un arbre	35
Figure 2-4: représentation schématique des constituants du bois	35
Figure 2-5: structure chimique da la cellulose	36
Figure 2-6 : molécule de cellulose	37
Figure 2-7 : formules chimiques des différents constituants de la lignine	38
Figure 2-8 : Classification de la porosité d'un bois feuillus : à zone poreuse, à zone semi-poreuse et à pores diffus respectivement	39
Figure 2-9 : Courbe d'absorption de produit en trempage	44
Figure 2-10: Plans de coupes d'un tronc d'arbre	45
Figure 2-11: Rapport entre les variations dimensionnelles et le départ d'eau libre et d'eau liée dans le bois	46
Figure 3-1 : Les essences de bois étudiées : a) Douglas, b) Hêtre, c) Sapin.	52
Figure 3-2 : microscope optique le Infinity 2- Olympus BH 2.	52
Figure 3-3 : Echantillons de bois : a) douglas, b) hêtre, c) sapin.	54
Figure 3-4 : a) Dessiccateur de laboratoire, b) gel de silice rose, c) gel de silice bleu.	54
Figure 3-5 : mesure des dimensions des cubes avec un pied à coulisse numérique.....	55
Figure 3-6 : Procédé d'imprégnation du bois par immersion dans la paraffine.....	56
Figure 3-7: Dispositif d'imprégnation sous-vide.	57
Figure 3-8 : Procédé d'imprégnation par application du vide : a) bac d'imprégnation relié au récipient contenant de la paraffine liquide b) système de sécurité reliant la pompe et le bac d'imprégnation.	58
Figure 3-9 : DSC à compensation de puissance.	59
Figure 3-10 : DSC à flux de chaleur.	60
Figure 3-11 : DSC 4000 à flux de chaleur disponible à l'Icam : a) DSC, b) bouteille d'azote.	60
Figure 3-12 : Courbe DSC d'une paraffine RT28 HC de chez Rubitherm.	61
Figure 3-13 : Identifications de températures de changement de phase pour une paraffine RT70 HC.	62

Figure 3-14 : Préparation des creusets de DSC : a) prélèvement des échantillons, b) disposition d'un échantillon de bois imprégné dans la coupelle, c) fermeture de la coupelle.....	64
Figure 3-15 : Disposition des creusets dans le four de la DSC : le creuset contenant l'échantillon à gauche et le creuset de référence à droite.	64
Figure 3-16: Cycle thermique appliqué aux échantillons analysés par DSC.	65
Figure 3-17 : Les échantillons analysés par FT-IR: a) paraffine, b) zones de prélèvement des échantillons à analyser d'un cube de bois imprégné pendant 8 jours, découpé en deux, c) échantillon de bois à analyser.....	66
Figure 3-18 : analyse FT-IR: a) le spectromètre Spectrum two de chez PerkinElmer, b)échantillon en analyse..	67
Figure 3-19 : immersion des échantillons de bois dans l'eau.	68
Figure 3-20 : mesure des dimensions avec un pied à coulisse numérique.....	69
Figure 4-1 : Variations de la masse durant le séchage du hêtre.	71
Figure 4-2 : Variations de masse durant le séchage du sapin.....	72
Figure 4-3 : Variations de la masse durant le séchage du douglas.....	72
Figure 4-4 : Section transversale du douglas : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscopie optique (×100).....	74
Figure 4-5 : Section transversale du douglas : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscopie optique (×100).....	74
Figure 4-6 : Section transversale du hêtre : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscopie optique (×100).....	75
Figure 4-7 : : Gain en masse en fonction du temps d'immersion pour les trois essences étudiées.	76
Figure 4-8 : Gain en masse en fonction du temps d'immersion pour les trois essences étudiées.	77
Figure 4-9 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du hêtre 79	79
Figure 4-10 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du sapin..... 80	80
Figure 4-11 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du douglas..... 80	80
Figure 4-12 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour la paraffine. 83	83
Figure 4-13 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le douglas non imprégné..... 84	84
Figure 4-14 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le douglas imprégné. 84	84
Figure 4-15 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le hêtre..... 85	85
Figure 4-16 : Le spectre obtenu pour le hêtre imprégné. 85	85
Figure 4-17 : courbe de DSC de la paraffine RT 28 HC..... 86	86
Figure 4-18 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du hêtre imprégné pendant 8 jours. 88	88
Figure 4-19 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du sapin imprégné pendant 8 jours. 89	89
Figure 4-20 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du douglas imprégné pendant 8 jours..... 89	89
Figure 4-21 : Courbe d'absorption du hêtre en fonction du temps. 92	92
Figure 4-22 : Variation du coefficient de gonflement volumétrique du hêtre en fonction du temps. 93	93

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Propriétés thermiques des paraffines en fonction de la longueur de la chaîne carbonée.	22
Tableau 1-2: Avantages et inconvénients de chaque famille de MCP.....	24
Tableau 2-1: composants chimiques du bois, natures et fonctions	36
Tableau 2-2: Classes d'imprégnabilité selon la norme EN 350-2	41
Tableau 2-3: Résultats trouvés par Barreneche et al	48
Tableau 3-1 : Propriétés de la paraffine RT28.	51
Tableau 3-2 : Masses des échantillons de DSC.....	63
Tableau 4-1 : Densité des essences étudiées.	76
Tableau 4-2 : : les valeurs de la densité énergétique du matériau composite bois-MCP selon la durée d'immersion.....	82
Tableau 4-3 : taux de paraffine dans les échantillons analysés par FT-IR.....	83
Tableau 4-4: comparaison entre les caractéristiques thermiques obtenues par DSC et celles indiquées dans la fiche technique de la paraffine RT 28HC.	87
Tableau 4-5 : : les températures de changement de phase des échantillons étudiés.	90
Tableau 4-6 : Enthalpie de changement de phase des matériaux étudiés.....	91

Abréviations :

Acronyme	Signification
MCP	Matériau à Changement de Phase
RT	Rubitherm
CBP	Composite bois-plastique
PEHD	High Density Polyethylene
DSC	Differential Scanning Calorimetry
FT-IR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
SS	Shape-Stabilized MCP
DRX	Diffraction de Rayons X
MCPO	Matériau à Changement de Phase Organique
PEG	Polyéthylène Glycol
SEM	Microscope Electronique à Balayage
T	Température
C_p	Capacité thermique massique
ρ	Masse volumique
Δm	Variations de masse
W	Masse
W_g	Gain de masse
L	Chaleur latente
ΔH	Enthalpie de changement de phase
ΔH_R	Chaleur de réaction
D	Densité énergétique
M	Masse
H	Taux d'humidité
V	Volume
S	Coefficient de gonflement volumétrique
l	Longitudinale
r	Radiale
t	Transversale
G_p	Gradient de pression
R	Rayon capillaire

η	Viscosité
P	Pression capillaire
σ	Tension de surface
θ	Angle de mouillage
D	Coefficient de diffusion
A	Surface
J	Jours

Introduction générale

Introduction générale :

Dans les régions à climat chaud et aride, 70 à 80 % de la consommation totale d'énergie est utilisée pour faire fonctionner les systèmes de refroidissement des bâtiments [1]. La transition écologique, mais également l'épuisement des ressources traditionnelles, telles que le pétrole, le gaz et certains métaux, nous forcera à modifier nos habitudes [2] [3]. Nous avons tout intérêt à équiper nos bâtiments de systèmes résilients, qui permettront d'assurer un confort de vie tout en assurant une sobriété énergétique. C'est dans ce cadre que les systèmes de stockage de chaleur interviennent. De nos jours, le stockage d'énergie thermique se fait par trois moyens, énergie chimique, chaleur latente et chaleur sensible [4]. Parmi ces trois moyens, le système de stockage par chaleur latente est le plus intéressant en raison de sa grande densité de stockage et ses faibles variations de température [5]. Les matériaux utilisés comme support de stockage de chaleur latente sont connus sous le nom de matériaux à changement de phase (MCP). Les MCP ont la particularité de pouvoir libérer ou absorber de la chaleur lorsqu'il change d'état physique. L'énergie est stockée pendant la solidification et libérée pendant la fusion [5]. Ils peuvent ainsi améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments de diverses manières qui seront plus détaillés dans ce manuscrit.

Le bois est un matériau poreux largement utilisé dans la construction depuis des millénaires. Il représente plusieurs avantages, c'est un matériau léger, esthétique, renouvelable naturellement, recyclable, de faible coût, d'une faible émission de CO₂, d'une facilité de fabrication et d'une large application dans les industries du bâtiment. En revanche, le bois est un matériau très sensible à la température, il représente une faible masse thermique et donc un coût énergétique pour maintenir le confort intérieur. Dans cette optique, les MCP permettent de stocker une grande quantité de chaleur latente pour une faible masse ou volume. En d'autres termes, intégrer des MCP dans un bâtiment en ossature bois pourrait augmenter l'inertie thermique des constructions et permettre d'ériger des bâtiments à faible consommation énergétique [6]. Cette combinaison permettra non seulement d'améliorer le confort thermique, mais également de baisser les dépenses mensuelles des foyers, étant donné que plus de 50% de celles-ci ont pour sources le chauffage et la climatisation.

Aujourd'hui, différents grands constructeurs ont tenté de percer le marché avec des produits à base de MCP, mais aucun n'y est parvenu. Cette faible utilisation des MCP dans le bâtiment peut être due aux très faibles connaissances et études à propos de ce sujet, notamment

dans le cas du bois, et à la difficulté d'intégrer un MCP dans le bâtiment, car plusieurs facteurs doivent être pris en considération [7].

Dans le cadre de ce projet, nous allons travailler sur l'imprégnation de trois essences de bois, hêtre, sapin et douglas avec un matériau de changement de phase avec différentes méthodes. Les composites ainsi élaborés vont être caractérisés afin de déduire l'efficacité de ce nouveau matériau. Ce manuscrit est divisé en plusieurs parties :

- Partie 1 : comporte une étude bibliographique complète sur les matériaux à changement de phase.
- Partie 2 : comporte dans un premier lieu une étude bibliographique sur la structure et les propriétés du bois, ainsi que tous les outils de base qui nous permettront d'étudier et d'expliquer les résultats. Dans un second temps, des résultats et des conclusions de certains travaux de recherche sur les composites bois-MCP vont être représentés.
- Partie 3 : comporte le choix des matériaux, méthodes d'imprégnation du bois avec le MCP, et finalement tous les essais permettant d'étudier le nouveau matériau élaboré.
- Partie 4 : comporte les résultats des essais et leurs interprétations.

En dernier lieu, des conclusions vont être tirées à partir des résultats obtenus.

Chapitre 1: Matériaux à changement de phase

1.1 Introduction :

Le monde est en évolution continue, et le besoin en énergie est de plus en plus nécessaire afin de garantir un certain confort de vie. Mais l'épuisement de certaines ressources nécessite la recherche de nouvelles méthodes et moyens plus efficaces pour garder le confort actuel voir meilleur, tout en respectant l'environnement et en dépensant moins. La solution qui s'avère efficace, est l'utilisation de certains matériaux permettant le stockage d'énergie.

1.2 Le stockage de l'énergie thermique :

Principalement, il existe trois modes de stockage de l'énergie thermique :

- Stockage par chaleur sensible.
- Stockage par chaleur latente.
- Stockage thermochimique.

1.2.1 Stockage par chaleur sensible :

On parle de chaleur sensible lorsque l'énergie thermique est stockée dans un matériau grâce à l'élévation de la température, et en absence d'un changement d'état physique. La quantité de chaleur sensible stockée dans un matériau dépend de sa capacité thermique et les variations de la température, elle est régie par l'équation 1-1 [8].

$$\text{Equation 1-1 : } Q_{\text{sensible}} = M.C_p.(T_f - T_i)$$

Avec :

Q_{sensible} : Chaleur sensible qui représente l'énergie [J].

M : Masse [Kg].

T_i : la température initiale [K].

T_f : la température finale [K].

C_p : Capacité thermique massique [J/(Kg.K)]

1.2.2 Stockage par chaleur latente :

Le stockage par chaleur latente consiste à chauffer le matériau jusqu'à ce qu'il change d'état physique, c'est-à-dire soit de la phase solide en phase liquide, soit de la phase liquide en phase gaz, ou encore de sa transition solide-solide. Lorsque le matériau atteint sa température de changement de phase, il absorbe une quantité de chaleur pour réaliser sa transformation,

cette chaleur est dite chaleur latente de fusion. A l'inverse, lorsque le matériau à l'état liquide ou gaz est refroidi, il retourne à la phase solide ou liquide en restituant sa chaleur latente [9].

Les matériaux utilisés comme supports de stockage d'énergie par chaleur latente, sont appelés matériaux à changement de phase MCP.

La variation de la quantité de chaleur qui accompagne un changement d'état physique (fusion) est donnée par l'équation 1-2 [10].

$$\text{Equation 1-2 : } Q = M \cdot \Delta H_f = M \cdot (H_f - H_i)$$

Avec :

Q : La variation de la quantité de chaleur [J].

ΔH_f : est l'enthalpie spécifique de changement de phase.

M : masse [Kg].

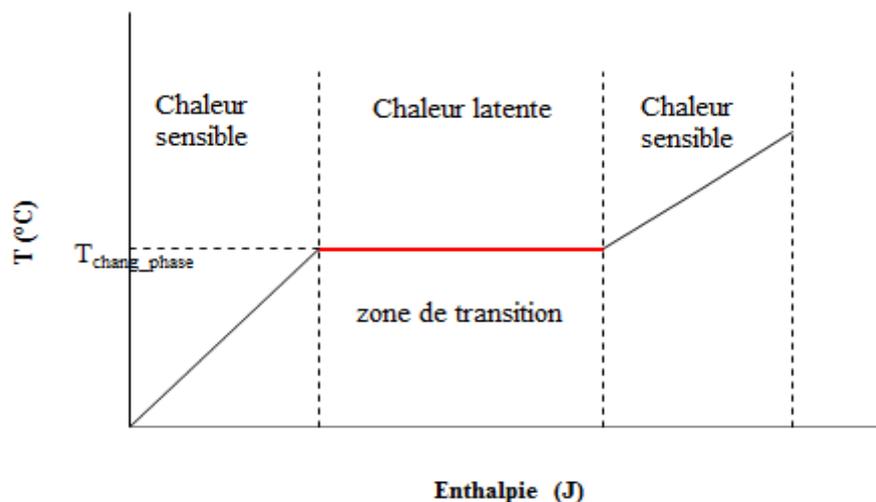


Figure 1-1: Relation température enthalpie [11]

1.2.3 Le stockage thermochimique :

Le stockage d'énergie par thermochimie consiste en l'utilisation de l'énergie endothermique des réactions chimiques réversibles. La chaleur de réaction stockée est souvent associée à la dissociation des réactifs chimiques en deux composants. L'énergie thermique stockée sous forme de chaleur lors de la réaction endothermique, est restituée lors de la réaction exothermique (la réaction inverse) [12].



Avec :

A : est le réactif.

ΔH_r : Chaleur de réaction en [J/mol]

B et C : sont les produits.

1.3 Les matériaux à changement de phase :

1.3.1 Définition :

Les matériaux à changement de phase (MCP), sont utilisés comme supports de stockage de chaleur latente. En se basant sur la littérature, les MCP de transformation liquide-solide sont les plus utilisés. Lorsque la température environnante est égale à la température de fusion du MCP, celui-ci subit un changement de l'état solide à état liquide tout en absorbant de l'énergie par chaleur latente. Lorsque la température environnante chute, le MCP se solidifie tout en restituant l'énergie stockée [8] [12].

1.3.2 Classification des matériaux à changement de phase :

Les matériaux à changement de phase sont classés en trois catégories :

- Les MCP organiques.
- Les MCP inorganiques.
- Les MCP eutectiques.

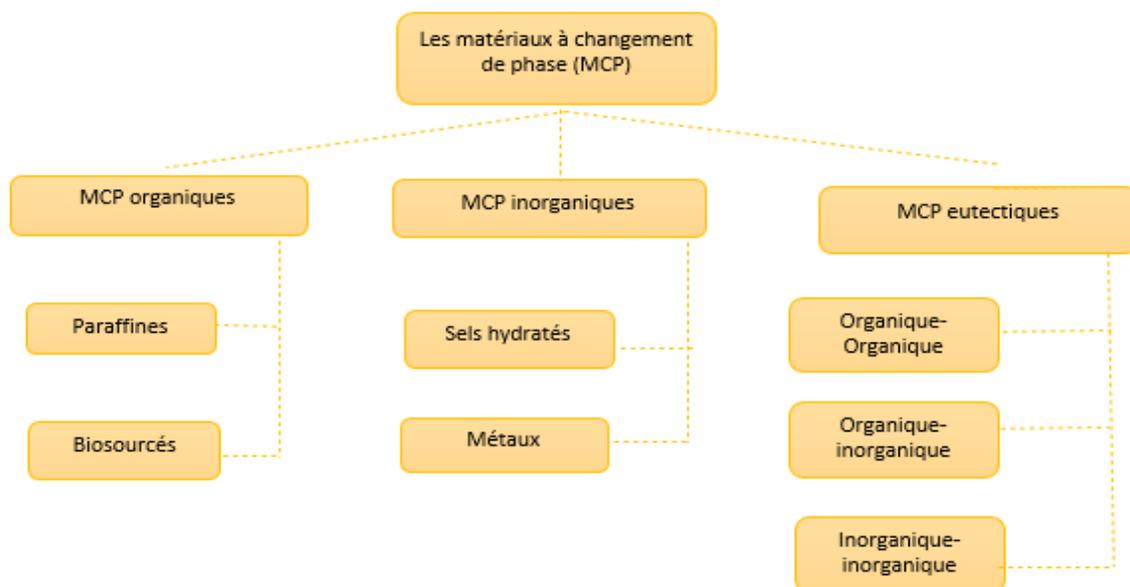


Figure 1-2: Classification des matériaux à changement [13].

1.3.2.1 Les MCP organiques :

Les matériaux à changement de phase organique (MCPO) sont constitués de paraffines et de MCP biosourcés. Généralement, les MCPO ne présentent pas de phénomène de ségrégation avec très peu de surfusion [7].

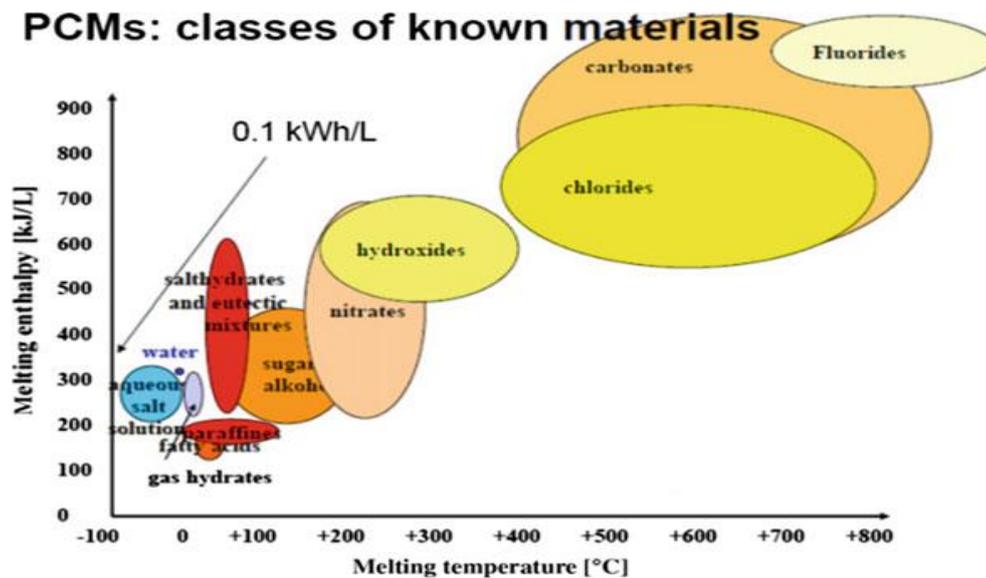


Figure 1-3: Classes des MCP avec leurs températures de fusion et chaleur latente [13]

1.3.2.1.1 Les paraffines :

Les paraffines sont des hydrocarbures alcalins de formule générale $C_n H_{2n+2}$. Ce sont des MCP solide-liquide. L'enthalpie de changement d'état pour les paraffines varie entre 150 et 270 KJ/Kg. La température de fusion et l'enthalpie de changement d'état sont conditionnées par la longueur de la chaîne carbonée. En général, plus la longueur de la chaîne hydrocarbonée est grande, plus les valeurs de ses propriétés sont élevées comme le montre le tableau 1-1 [7] [14].

Les paraffines présentent une capacité de stockage de chaleur latente élevée, en revanche, elles sont très inflammables et présentent une très faible conductivité thermique (près de 0.2 W/mK) [15].

Tableau 1-1 : Propriétés thermiques des paraffines en fonction de la longueur de la chaîne carbonée [7].

NOM	FORMULE CHIMIQUE	TEMPÉRATURE DE FUSION (°C)	CHALEUR LATENTE DE FUSION (J/G)	MASSE MOLÉCULAIRE (G/MOL)
N-TETRADECANE	C ₁₄ H ₃₀	6	228	198.39
N-PENTADECANE	C ₁₅ H ₃₂	10	205	212.42
N-HEXADECANE	C ₁₆ H ₃₄	18	237	226.44
N-HEPTADECANE	C ₁₇ H ₃₆	22	213	240.47
N-OCTADECANE	C ₁₈ H ₃₈	28	244	254.5
N-NONADECANE	C ₁₉ H ₄₀	32	222	268.53
N-EICOSANE	C ₂₀ H ₄₂	37	246	282.55
N-HENICOSANE	C ₂₁ H ₄₄	40.5	200	296.58
N-DOCOSANE	C ₂₂ H ₄₆	44.5	249	310.61
N-TRICOSANE	C ₂₃ H ₄₈	47.5	232	324.63
N-TETRACOSANE	C ₂₄ H ₅₀	52	255	338.66
N-PENTACOSANE	C ₂₅ H ₅₂	54	238	352.69
N-HEXACOSANE	C ₂₆ H ₅₄	56.5	256	366.71

1.3.2.1.2 Les MCP organiques biosourcés :

Les MCP organiques biosourcés sont constitués d'acides gras, de polyéthylène glycol (PEG), d'alcools et leurs dérivés.

Les acides gras sont des MCP organiques solide-liquide. Leurs propriétés thermiques (température de changement de phase et l'enthalpie de fusion) augmentent avec leur nombre de carbone et leur pureté. La chaleur latente des acides gras est très comparable à celle des paraffines. Cependant, ils représentent un problème de stabilité thermique au-delà de la température de fusion, ce qui est causé par la vaporisation du matériau lorsqu'il est à l'état liquide [10] [15].

Les polyéthylènes glycols (PEG) sont des MCPO de transition de phase solide-liquide, ils sont composés d'une chaîne linéaire de diméthyléther avec des groupements terminaux hydroxyles. Ils ont une excellente capacité de stockage de chaleur latente, cependant, une très faible conductivité thermique [10] [12].

Les alcools et leurs dérivés sont des MCPO de transition de phase solide-solide. Les propriétés thermiques dépendent de la structure et de la symétrie de leur chaîne.

1.3.2.2 Les MCP inorganiques :

Les matériaux à changement de phase inorganiques sont constitués d'hydrates de sels et composés métalliques.

Les MCP métalliques présentent l'avantage d'être de très bons conducteurs thermiques et des capacités de stockage de chaleur latente élevées. En revanche, ils présentent des problèmes de corrosion et un coût élevé. Ils sont destinés pour des températures de fonctionnement très élevées, pouvant atteindre et dépasser les 1000°C, ce qui les rend indésirables pour les applications de construction dans le secteur des bâtiments [13] [16].

Les sels hydratés sont des alliages constitués de sels inorganiques et d'eau. La transformation par changement de phase implique l'hydratation ou la déshydratation des sels dans un processus qui ressemble à la fusion et la solidification. Ils représentent une meilleure conductivité thermique par rapport aux MCP organiques (près de 0.5 W/m K) et des chaleurs latentes de près de 200 J/g. Cependant, les sels hydratés deviennent chimiquement instables à haute température et représentent des problèmes de surfusion [13] [17].

1.3.2.3 Les MCP eutectiques :

Les MCP eutectiques peuvent être définies comme étant des mélanges de deux MCP organique-organique, organique-inorganique, inorganique-inorganique. Ces mélanges sont effectués dans le but d'obtenir des propriétés thermiques meilleures et notamment des températures de changement de phase qui conviennent un usage particulier. Généralement, ces mélanges ne présentent pas de phénomène de ségrégation [7].

1.3.3 Avantages et inconvénients des MCP :

Tableau 1-2: Avantages et inconvénients de chaque famille de MCP [12] [13].

Le MCP	Avantages	Inconvénients
Organique	<ul style="list-style-type: none">• Bonne stabilité thermique• Faible coût• Non toxique• Recyclable• Faible changement de volume• Chimiquement stable• Peu de surfusion	<ul style="list-style-type: none">• Inflammable• Faible conductivité thermique.• Expansion thermique
Inorganique	<ul style="list-style-type: none">• Haute conductivité thermique• Non inflammable• Recyclable• Faible coût	<ul style="list-style-type: none">• Problème de surfusion• Ségrégation• Problème de corrosion dans le cas des métaux
Eutectique	<ul style="list-style-type: none">• Plage de fusion très petite	<ul style="list-style-type: none">• Coût élevé• Problème de surfusion.

1.3.4 Critères de sélection des MCP :

Afin de déterminer les matériaux à changement de phase adéquats pour une application visée, il est nécessaire d'établir une liste de critères à respecter. La sélection des MCP repose sur l'étude des propriétés thermiques, physiques, chimiques, économiques et cinétiques [18].

- **Propriétés thermiques :**

- La température de changement de phase du MCP doit impérativement se situer dans la plage de fonctionnement du procédé visé [19].
- La chaleur latente du MCP doit être la plus élevée possible [19].
- Une grande conductivité thermique améliore et accélère les cycles de charges et de décharges.

- Le MCP doit présenter une bonne stabilité thermique, afin d'assurer la durabilité et le bon fonctionnement du matériau même après plusieurs cycles de fusion-refroidissement.
- Bonne chaleur spécifique
- **Propriétés physiques :**
 - Faible changement de volume lors des changements de phase [20].
 - Densité élevée afin de réduire les volumes de stockages [12].
 - Faible pression de vapeur [20].
- **Propriétés chimiques :**
 - Stabilité chimique
 - Réversibilité lors des processus fusion-solidification [20].
 - Compatibilité avec les matériaux environnants [13].
 - Absence de corrosion.
 - Non inflammable.
 - Non toxique.
- **Propriétés cinétiques :**
 - Absence ou peu de surfusion [13].
 - Taux de nucléation élevé [10].
 - Pas de surchauffe [10].
- **Propriétés économiques :**
 - Disponibilité du produit.
 - Le coût du produit.



Figure 1-4 : Avantages et inconvénients de chaque famille de MCP [10].

1.4 Procédés d'imprégnation des matériaux de construction avec un MCP :

Le matériau à changement de phase peut être incorporé dans les matériaux ou éléments de construction par l'une des méthodes suivantes :

- Incorporation ou imprégnation directe.
- Immersion.
- Encapsulation.
- Formation de MCP composite stable.

1.4.1 Incorporation ou imprégnation directe :

C'est la méthode la plus simple et la plus économique, dont laquelle le MCP est directement mélangé avec le matériau de construction lors sa production. Les fuites et l'incompatibilité avec le matériau de construction sont les principaux problèmes rencontrés avec cette technique [21].

1.4.2 Immersion :

Dans cette technique, les matériaux de construction poreux sont plongés dans un bain de MCP liquide. Il se produira alors un phénomène d'absorption par capillarité du MCP par le matériau de construction. Le procédé d'immersion est simple, économique et facile à réaliser, en revanche, il peut se présenter des fuites du MCP, notamment après un grand nombre de cycles thermique, ce qui peut affecter les propriétés mécaniques et la durabilité du composite [22].



Figure 1-5: Incorporation de la paraffine dans des plaques de graphite naturel expansé [12]

1.4.3 Encapsulation :

L'encapsulation des MCP consiste à les enfermer dans une enveloppe afin d'éviter leur fuite lorsqu'ils sont à l'état liquide, améliorer les échanges thermiques avec l'environnement, les protéger des interactions destructrices avec le milieu environnant en agissant comme une barrière, et parfois, pour faciliter l'incorporation de ces produits dans les matériaux de construction. L'enveloppe doit être structurellement stable, et assurer les exigences de résistance et durabilité [10].

Principalement, il existe deux méthodes d'encapsulation : la micro-encapsulation et la macro-encapsulation.

1.4.3.1 La macro-encapsulation :

La macro-encapsulation consiste à conditionner des quantités importantes de MCP dans des conteneurs de volumes de 1 ml à plusieurs litres. Les conteneurs peuvent être des tubes, des sphères ou des poches dont différentes tailles peuvent être utilisés. Le choix du matériau d'encapsulation dépend de l'application envisagée. Généralement, les capsules en plastique sont favorisées pour les applications à basses températures, en raison du faible coût et de la facilité de la mise en œuvre. Pour les applications à hautes températures, des capsules en métal sont utilisées comme des capsules en acier, en aluminium et en cuivre [13] [7].

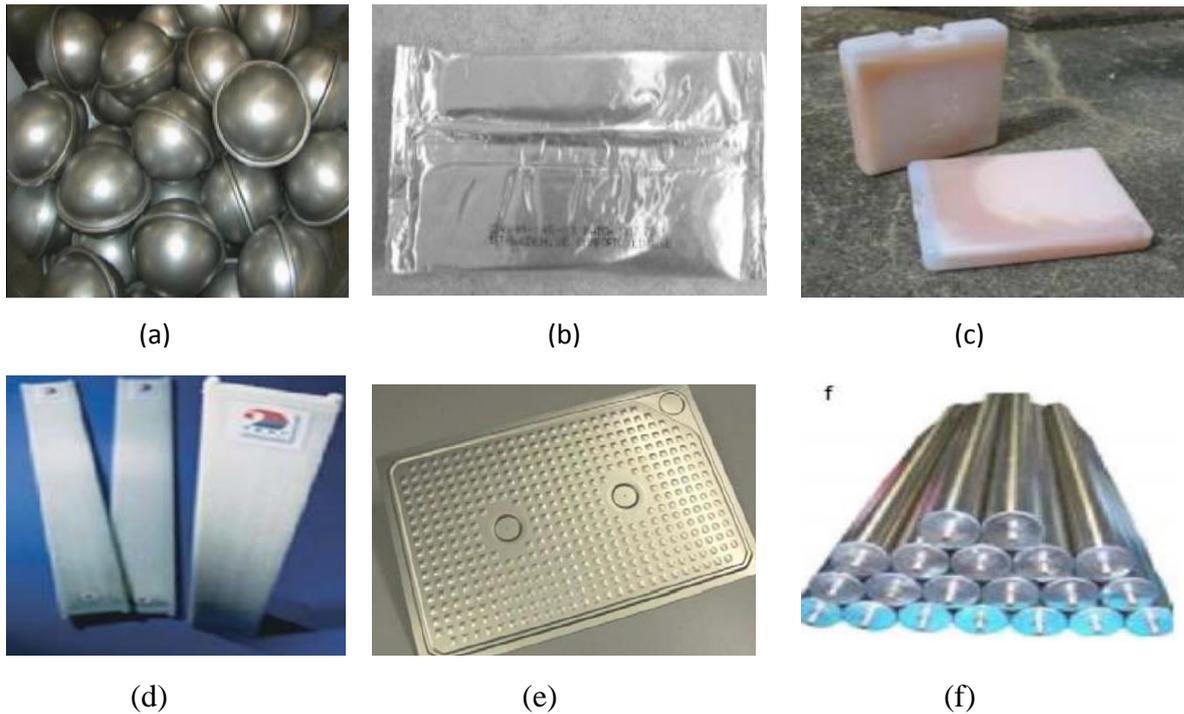


Figure 1-6: Exemples de MCP macro-encapsulés, conditionnement en : a) balle inoxydable b) sac en plastique c) briquette en plastique d) panneau plat en polypropylène e) panneau d'aluminium e) tube [11] [23]

Les capsules en métal sont plus rigides, ce qui implique de fortes pressions à l'intérieur de la capsule causée par l'expansion du MCP, c'est pour cette raison qu'un vide est recommandé dans la capsule afin de permettre une bonne dilatation thermique du MCP [12].



Figure 1-7: une capsule de macro-encapsulation [24].

1.4.3.2 La micro-encapsulation :

La micro-encapsulation des MCP est l'un des moyens les plus utilisés dans le stockage de l'énergie thermique dans le bâtiment. La micro-encapsulation est la technique qui consiste à enfermer le MCP dans de petites particules dont la taille varie entre 1 μm et 1 mm, permettant ainsi de maintenir une forme bien définie, et empêcher la fuite du MCP lors de son changement

de phase. Les particules sont généralement fabriquées à base de polymères naturels ou synthétiques. Si ces particules sont creuses, on parle de microcapsules, et si elles sont pleines, on parle de microsphères [7] [10].

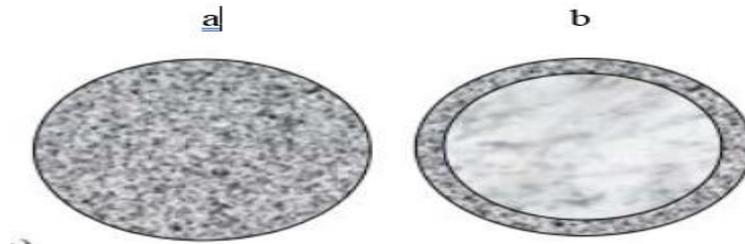


Figure 1-8 : structure des particules de micro-encapsulation : a) microsphère b) microcapsule [11].

La microsphère est constituée du MCP dispersé d'une manière continue dans une matrice de polymère, alors que la microcapsule est un réservoir formé d'un noyau qui enferme le MCP [11].

Il existe plusieurs procédés physiques et chimiques de micro-encapsulation :

- ❖ Les procédés physiques : le séchage par pulvérisation, procédé à lit centrifuge, procédé à lit fluidisé, et les procédés de revêtement [10].
- ❖ Les procédés chimiques : la coacervation complexe avec de la gélatine, la polycondensation interfaciale, la précipitation due à la polycondensation des résines et autres [10].

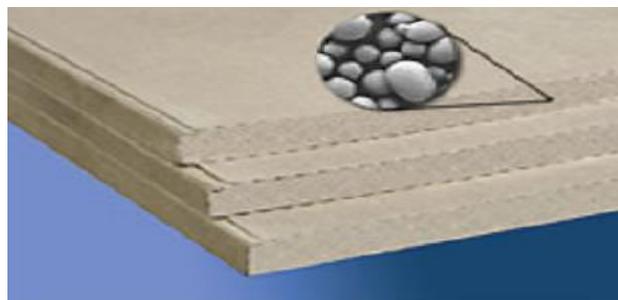


Figure 1-9: un panneau composite de gypse et microcapsules de MCP [13].

1.4.3.3 Les avantages et les inconvénients de l'encapsulation :

➤ Les avantages de l'encapsulation :

- Empêcher les fuites de MCP lors d'un changement de phase.
- Fournir des transferts de chaleur plus élevés [23].
- Améliorer les échanges thermiques avec l'environnement [23].
- Protéger des interactions destructrices avec le milieu environnant en agissant comme une barrière [10].
- Améliorer la stabilité chimique [23].
- Faciliter l'incorporation dans les matériaux de construction.
- Réduire les changements de volume des matériaux ainsi formés.
- Peut-être conçu pour répondre à des applications spécifiques [23].

➤ Les inconvénients de l'encapsulation :

- L'incorporation des particules microencapsulées dans les matériaux de construction peut affecter leurs propriétés mécaniques [23].
- Le coût élevé de la micro-encapsulation [23].
- Parfois elle peut engendrer une mauvaise conductivité thermique [23].
- Les capsules peuvent être endommagées par les habitants, lorsque le bâtiment est en service (perçage de trou dans le mur...etc).

1.4.4 Composite MCP shape-stabilized :

C'est une nouvelle technique, apparue dans les dix dernières années, qui consiste à mettre en forme un matériau doté d'une microstructure qui permet au MCP de changer de phase sans qu'il n'y ait souci de fuite. La structure du composite ainsi formé, permet de protéger le MCP sans avoir recours aux procédés d'encapsulations. Li et al ont élaboré un matériau composite à base de paraffine microencapsulée dans une matrice de polyéthylène de haute densité PEHD et de farine de bois, ils ont montré que les composites ainsi formés ont le potentiel pour les applications de stockage d'énergie thermique par chaleur latente en raison de leurs

températures de changement de phase appropriées, stabilité thermique, excellente étanchéité aux fuites de paraffine fondue et leurs bonnes propriétés mécaniques [7] [5].

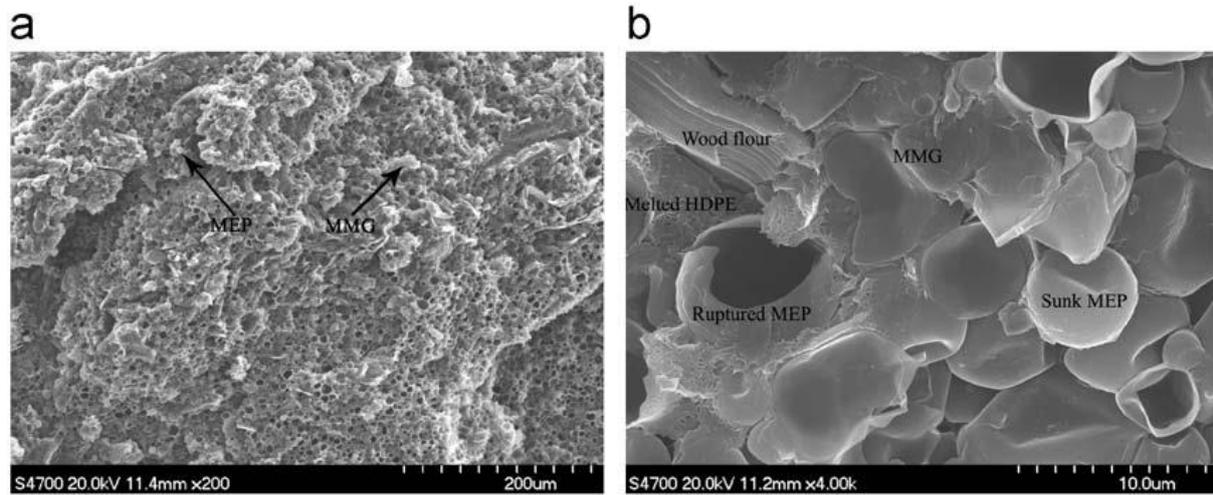


Figure 1-10: images prises par le SEM du composite MCP shape-stabilized élaboré par Li et Al a) $\times 200$ b) $\times 4000$ [5].

Chapitre 2: Le bois

2.1 Introduction :

Le bois est un tissu végétal rigide, il est composé de plusieurs cellules aux parois ligno-cellulosiques, performantes d'un point de vue mécanique. La norme européenne EN 844-1 définit le bois comme étant une matière ligneuse et cellulosique située entre la moelle et l'écorce d'un arbre ou d'un arbuste. La norme française NF B 50-003 donne une définition similaire à celle donnée par la norme européenne EN 844-1, tout en excluant les bambous et les palmiers à cause de leur mode de croissance où le tissu qui permet de produire les cellules et faire grossir le diamètre des troncs n'existe pas. D'après ces définitions, on distingue deux échelles d'observation l'échelle macroscopique et l'échelle moléculaire [25] [26].

2.2 Echelle macroscopique :

La structure d'un arbre découle du mode de croissance. Il existe deux modes de croissance d'un arbre :

- Croissance primaire qui permet à l'arbre de s'allonger et de grandir en hauteur [25].
- Croissance secondaire qui a lieu à la périphérie du tronc et qui permet de faire grossir son diamètre. Cette croissance est observée par les cernes annuels. Dans les zones tempérées, les cernes sont dus à l'alternance de la formation du bois d'été et de printemps, les cellules créées en été sont plus denses que celles créées en printemps [25].

Pour faire l'étude du bois, on définit les trois directions suivantes :

- **Direction longitudinale** : parallèle à la direction principale de l'arbre, c'est dans cette direction qu'a lieu la croissance primaire.
- **Direction radiale** : C'est la direction perpendiculaire à la direction longitudinale, allant de la moelle vers l'écorce. C'est dans cette direction qu'a lieu la croissance secondaire.
- **Direction tangentielle** : c'est la direction perpendiculaire à la fois à la direction radiale et longitudinale.

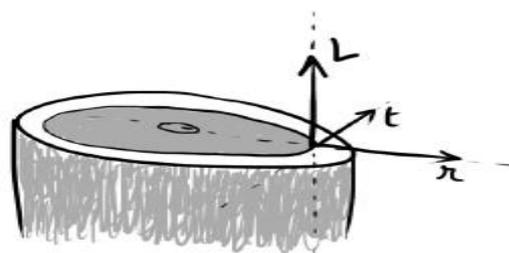


Figure 2-1: Les directions longitudinale L, radiale R, transversale t [25].

Chaque deux directions forme un plan d'étude :

- **Plan transversal** : formé par les directions R et T.
- **Plan longitudinale tangentiel** : formé par les directions L et T.
- **Plan longitudinale radial** : formé par les directions L et R.



Figure 2-2 : images observées des découpes transversales du pin, douglas et hêtre.

Selon une découpe transversale, le tronc d'un arbre est constitué des parties suivantes :

- L'écorce : est une enveloppe imperméable morte (la partie externe de l'arbre), qui protège l'intérieur de l'arbre.
- Le cambium : est une fine couche de cellules vivantes qui se situe entre l'écorce et l'aubier. Le cambium est la partie responsable de la croissance secondaire de l'arbre.
- L'aubier : couche intermédiaire de bois qui se forme chaque année entre le cambium et le bois parfait (duramen), il est donc le bois le plus récemment formé [25].
- Le duramen (bois parfait) : est la partie interne, il est composé de cellules mortes à parois épaisses du bois correspondant aux zones d'accroissement les plus anciennement constituées, qui ne comporte plus de cellules vivantes. C'est la partie la plus dense du bois utilisé en construction, charpente, ameublement... etc. Pour certaines essences comme le hêtre, le sapin, le peuplier et le charme, l'aubier et le duramen ne peuvent pas être distingués visuellement. Dans certains arbres, la distinction entre l'aubier et le bois parfait se fait par leurs couleurs, l'aubier possède une couleur plus claire que le duramen. Pour de nombreuses essences, cette distinction entre l'aubier et le bois parfait n'exista pas, c'est le cas du bouleau, charme, hêtre, peuplier... [25]

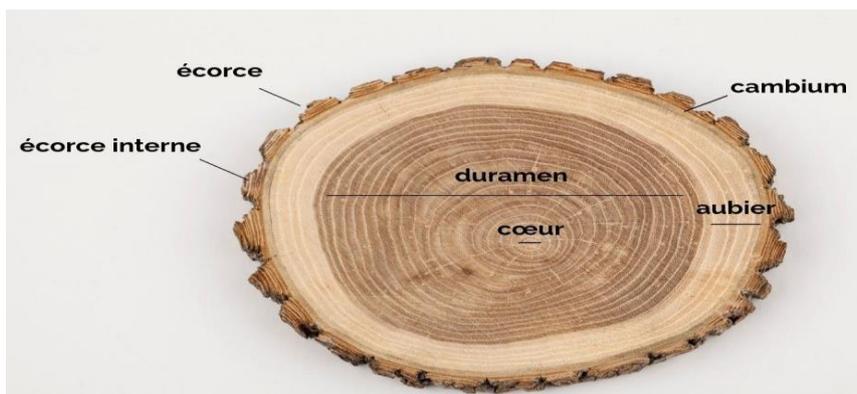


Figure 2-3: Découpe transversale du tronc d'un arbre

(<https://www.laparqueteriedubrabant.be/fr/content/les-proprietes-naturelles-du-bois>)

2.3 Echelle moléculaire :

Le bois est composé de plusieurs macromolécules végétales liées entre elles-mêmes, comme le montre la figure 2-4. Ces macromolécules sont : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les extractibles et les minéraux, des composants de faibles poids moléculaires, viennent compléter la liste des différents éléments chimiques présents dans le bois [27].

Le tableau 2-1 donne le pourcentage volumique de chaque composant chimique, leur nature polymérique, leur degré de polymérisation et leur fonction. Il faut noter que le pourcentage massique des constituants chimiques du bois est différent dans chaque couche de la paroi cellulaire [28].

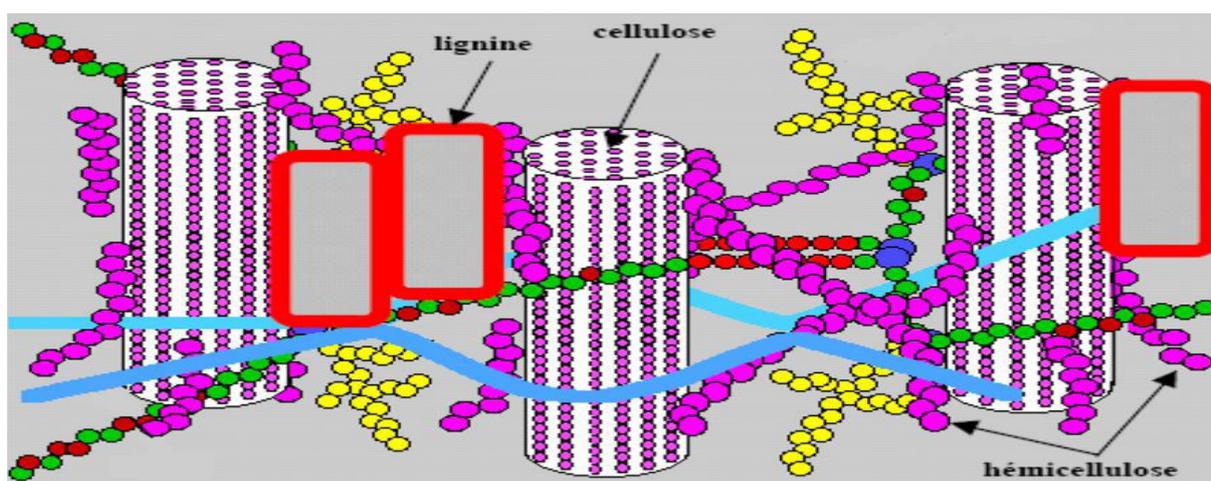


Figure 2-4: représentation schématique des constituants du bois

Tableau 2-1: composants chimiques du bois, natures et fonctions [29].

	Composition [%]	Nature polymérique	Degré de polymérisation	Monomère de base	Fonction
Cellulose	45 - 50	Molécule linéaire semi-cristalline	5000 - 10 000	Glucose	Fibre
Hémicellulose	20 - 25	Molécule ramifiée amorphe	150 - 200	Sucres essentiellement non glucosés	Matrice
Lignine	20 - 30	Réticulé tridimensionnel amorphe	?	Phénolpropane	Matrice
Extractif	0 - 10	Molécule polymérique	–	Polyphénole	Elément de protection

2.3.1 La cellulose :

La cellulose est la molécule biologique la plus abondante sur terre, elle est la constituante principale des végétaux. Les bois contiennent 40 à 50 % de cellulose [27] [28].

La cellulose est une macromolécule formée de plusieurs polymères linéaires non ramifiés dont le motif de base est le glucose $C_6H_{12}O_6$ (figure 2-5). En réalité, le monomère de la cellulose est la cellobiose de longueur de 1.03 nm, construit à partir de deux molécules de glucose cyclique β (figure 2-6). Dans les bois, le degré de polymérisation de la cellulose (rapport entre le poids moléculaire de la cellulose et le poids moléculaire du glucose) est généralement compris entre 5 000 et 10 000, et le degré de cristallinité est de l'ordre de 60 à 70 % [30] [31].

L'absorption d'eau par le bois fait écarter les chaînes de celluloses les unes des autres, ce qui produit le gonflement du bois. Au contraire, un départ d'eau provoque le rapprochement des chaînes de celluloses, ce qui engendre le retrait du bois [30].

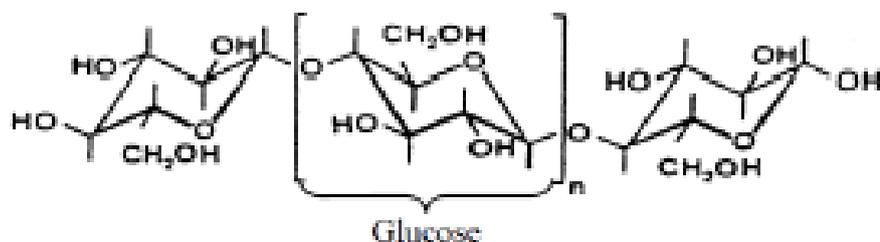


Figure 2-5: structure chimique de la cellulose [31].

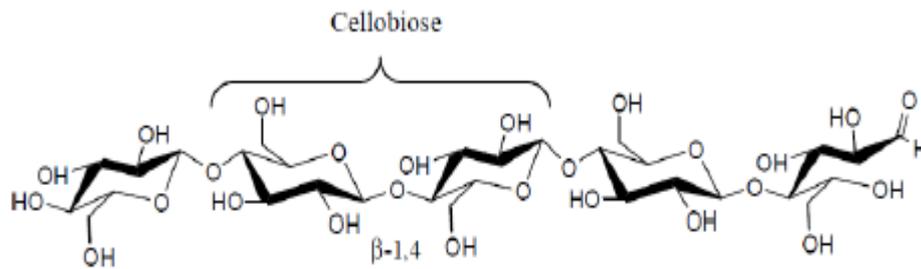


Figure 2-6 : molécule de cellulose [32]

2.3.2 Hémicellulose :

Les hémicelluloses sont comme les celluloses des macromolécules ou des polymères sucrés. Les hémicelluloses sont des polymères de sucre dont la longueur des chaînes est vingt fois plus petite que celle de la cellulose, elles sont constituées de plusieurs unités de sucres principalement les pentosanes et les hexosanes. Les pentosanes ont des chaînes principales constituées de cinq carbones (xyloses), tandis que les hexosanes, ont des chaînes principales constituées de six carbones (glucoses, mannoses) [30] [29].

La structure chimique de l'hémicellulose varie selon l'essence, le type cellulaire, la localisation dans la paroi et l'âge du bois. Le degré de polymérisation de l'hémicellulose est entre 200 et 300 selon l'essence. Elles représentent 20 à 25 % chez les résineux et 30 à 35 % chez les feuillus [29].

Les celluloses et les hémicelluloses sont souvent regroupés dans l'appellation de polysaccharides ou hollocelluloses [25].

2.3.3 La lignine :

La lignine est la deuxième molécule biologique la plus abondante sur terre après la cellulose.

Contrairement aux polysaccharides, La lignine est un polymère tridimensionnel amorphe de nature phénolique qui se forme par l'assemblage de plusieurs composés aromatiques. Les trois molécules de bases qui constituent la lignine sont les alcools P-hydroxycinnamyls : P-coumarylique, P-coniférylique et le P-sinapylique présentés sur la figure 14, ceux-ci sont assemblés par des liaisons éther (C-O-C) [31].

La lignine dans le bois est de couleur blanche, une fois extraite, sa couleur devient jaune pâle ou brun. Elle constitue entre 20 et 32 % de la masse sèche des bois résineux et entre 20 et 25 % de la masse sèche des bois feuillus [29].

La lignine confère de la rigidité, de la dureté et de la résistance mécanique au bois. Comme elle est de nature hydrophobe, elle possède une bonne résistance à l'eau et à l'humidité, elle a donc, une fonction protectrice du bois contre la dégradation biologique et atmosphérique [27].

Les trois types de polymères, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, s'associent ensemble pour construire la paroi des cellules de bois.

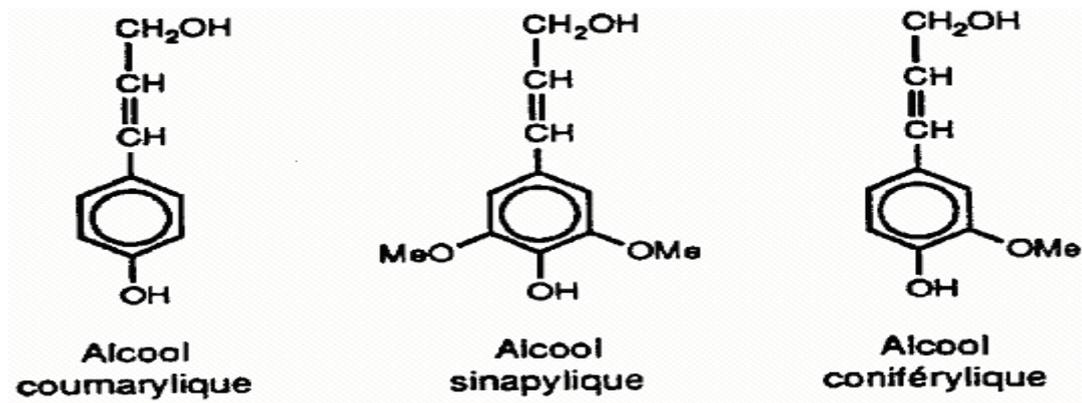


Figure 2-7 : formules chimiques des différents constituants de la lignine [29].

2.3.4 Les extractibles :

Extractibles recouvrent plusieurs éléments ou composés qui peuvent être extraits du bois par des solvants polaires ou apolaires. Ils ne font pas partie de la paroi cellulaire, et n'ont pas le rôle de tenue mécanique, par contre, ils sont responsables de l'odeur et de la couleur du bois, également de sa résistance à certaines attaques biologiques et insectes. Les extractibles contiennent plusieurs substances chimiques comme certaines graisses, composés aromatiques, acides gras, huiles volatiles...etc. La teneur du bois en extractibles varie fortement d'une essence à une autre, généralement, les tropicales en contiennent plus que les bois issus des zones tempérées [30] [31].

2.3.5 Les composés minéraux :

Les composés minéraux sont analysés dans les cendres après combustion totale du bois entre 600 et 850 °C. Les principaux composés minéraux contenus dans le bois sont le potassium, le calcium et le magnésium. La proportion de minéraux dans les bois de zones tempérées varie de 0.2 à 0.5 %, généralement plus faible que celle des bois tropicaux [30] [29].

2.4 Anatomie du bois :

Le bois est un matériau biologique, ce qui signifie qu'il est originaire d'un être vivant, et donc composé de différents types de cellules. Le type de ces cellules ainsi que la structure diffèrent selon le type de l'essence, feuillu ou résineux.

2.4.1 Les feuillus :

Les feuillus représentent trois types de cellules qui sont les vaisseaux, les fibres et les parenchymes. Les vaisseaux sont ouverts et orientés longitudinalement. Lorsque deux vaisseaux sont en contact latéral, la large paroi commune qui les relie est généralement perforée. Les vaisseaux sont appelés les pores du bois, et qui leur donnent la structure poreuse permettant d'être soumis aux différents traitements par imprégnation. Les fibres sont représentées par des parois cellulaires très épaisses et sont ainsi responsables du support mécanique des structures en bois. Enfin, les cellules de parenchymes n'ont pas de parois cellulaires et sont chargées de stocker les substances nutritives de l'arbre. Les vaisseaux peuvent être communiqués avec d'autres vaisseaux et fibres par des ouvertures appelées les ponctuations [33]. Les feuillus sont classés selon la distribution et tailles des vaisseaux en :

- Bois à zone poreuse : lorsque les pores sont plus gros dans le bois initial [33].
- Bois à pores diffus : lorsqu'il n'y a pas de différence notable entre le bois initial et final [33].
- Bois à zone semi-poreuse : structure entre les deux précédemment représentés [33].

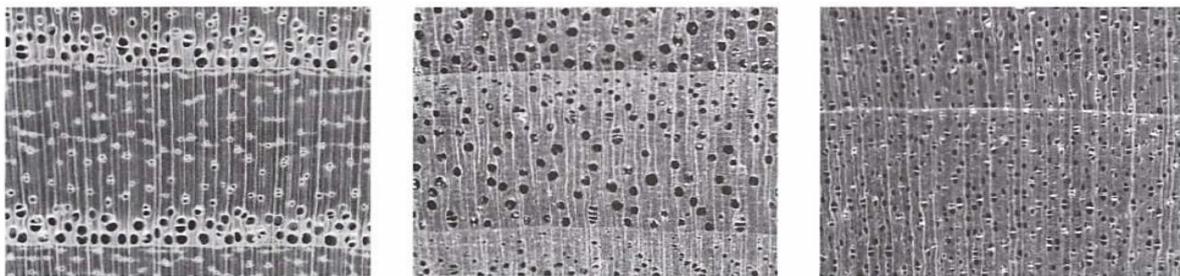


Figure 2-8 : Classification de la porosité d'un bois feuillu : à zone poreuse, à zone semi-poreuse et à pores diffus respectivement [33].

2.4.2 Les résineux :

Chez les résineux, il existe deux types cellulaires, les trachéides et les cellules de parenchymes. Les trachéides représentent 90% des cellules, elles assurent le soutien mécanique et la conduction de la sève [34].

2.5 Imprégnabilité du bois :

L'imprégnabilité du bois traduit la capacité de pénétration et de circulation des liquides dans le bois, jusqu'à des profondeurs importantes. Elle est extrêmement variable selon les essences, la zone du bois concernée (aubier ou bois parfait), et même parfois, pour une essence donnée, selon la provenance ou les conditions de croissance [35].

2.5.1 Imprégnabilité des essences :

Il existe deux catégories d'essences :

- **Les essences imprégnables :** les essences imprégnables correspondent à la catégorie d'imprégnabilité 1. Les essences imprégnables regroupent : d'une part les essences à aubier et bois parfait non différenciés et dont les deux sont imprégnables comme l'érable et le hêtre, d'autre part, les essences à aubier et bois parfait distincts dont l'aubier est imprégnable comme le chêne et surtout l'ensemble des pins (pin maritime, pin noir, pin sylvestre...) [36].
- **Les essences réfractaires :** les essences réfractaires correspondent aux catégories d'imprégnabilité suivantes :
 - Catégorie 2 : moyennement imprégnable, où une pénétration complète n'est pas possible [36].
 - Catégorie 3 : peu imprégnable [36].
 - Catégorie 4 : non imprégnable, où très peu de produit est absorbé [36].

Le tableau 2-2, indique une description des différentes classes d'imprégnabilité selon la norme EN 350-2.

Tableau 2-2: Classes d'imprégnabilité selon la norme EN 350-2 [36].

Classe d'imprégnabilité	Appellation	Description
1	Imprégnable	Le bois peut être facilement et complètement pénétré avec un traitement sous pression.
2	Moyennement imprégnable	En principe, une pénétration complète n'est pas possible, mais après 2 ou 3 heures d'un procédé d'imprégnation sous pression, une pénétration latérale de plus de 6 mm peut être atteinte dans les résineux, dans les feuillus, une large proportion de vaisseaux peut être pénétrée.
3	Peu imprégnable	L'imprégnation est très faible, de 3 à 6 mm de pénétration latérale après 3 à 4 heures d'un traitement sous pression.
4	Non imprégnable	Très peu de produit est absorbé par le bois, même après 3 à 4 heures de procédé d'imprégnation sous pression.

2.5.2 Transport de fluides dans le bois :

Dans la littérature, plusieurs mécanismes et phénomènes ont été étudiés afin d'expliquer l'absorption des liquides par le bois.

2.5.2.1 La capillarité :

La capillarité est un phénomène où le liquide peut monter dans un tube capillaire sans l'aide de force externe. Dans le bois, les pores peuvent être considérés comme des capillaires pour une meilleure compréhension de l'absorption des liquides. La capillarité est la résultante de l'adhérence du liquide aux forces de surface solides et les tensions cohésives des liquides [33].

L'équation de Poiseuille donne le débit d'un fluide dans un capillaire :

$$\text{Équation 2-1: } Q = (\Pi G p g c r^4) / (8 L \eta)$$

Avec :

Q = le débit volumique

G_p = gradient de pression

g_c = constante de proportionnalité

r = rayon capillaire

L = longueur de la section capillaire

η = viscosité.

La pression est alors un paramètre important afin d'augmenter le débit volumique d'un fluide dans un capillaire. La loi implique que le fluide pénètre plus rapidement à travers une structure poreuse sous un gradient de pression plus élevé et un diamètre de pores plus grand. Ce gradient de pression peut être uniquement capillaire ou un différentiel externe imposé au système. Cependant l'apport du liquide diminuera progressivement sur la longueur d'un tube et avec le temps [35].

Lors du contact avec un liquide, le capillaire produit une pression négative appelée la pression capillaire. Elle dépend de la taille des pores, la tension superficielle du liquide et l'angle de contact entre le liquide et les parois des pores. La loi de Jurins décrit la relation entre la pression capillaire et d'autres variables indépendantes [35] :

$$\text{Équation 2-2: } P = 2\sigma \cos\theta / r$$

Avec :

P = pression capillaire.

σ = tension de surface.

θ = angle de mouillage.

R = rayon du capillaire.

Selon l'équation 2-2, la pression capillaire est inversement proportionnelle à rayon du capillaire, autrement dit, plus le capillaire est fin, plus la pression capillaire est grande et donc la montée est importante. Quand un gradient de pression est plus grand que la pression capillaire, il aide le liquide à pénétrer dans cette taille de pore plus rapidement.

2.5.2.2 La diffusion :

La diffusion représente un phénomène de transport de matière, ions ou molécules dans une substance, sous l'effet d'un gradient de concentration. Le gradient de concentration tend à déplacer le composé de haute vers la basse concentration pour détruire le gradient.

Une diffusion unidimensionnelle peut être exprimée par la première loi de diffusion de FICK :

$$\text{Équation 2-3: } dm/dt = -DA(dc/dx)$$

Où :

dm/dt = taux de changement de transfère de masse.

D = coefficient de diffusion.

A = surface de diffusion.

dc/dx = rapport de changement de concentration sur la distance.

Cependant une diffusion au sein d'une structure poreuse comme le bois est beaucoup plus compliquée que sous des conditions stables à travers une matrice poreuse. La deuxième loi de Fick peut exprimer la diffusion dans des conditions instables [35].

$$\text{Équation 2-4: } dC/dt = D(d^2C/dx^2)$$

La diffusion se produit dans toute la région chargée en liquide. Elle est optimale dans un bois saturé en liquide. La diffusion est affectée par la densité du bois, par la composition et la concentration du liquide et également la température.

2.5.3 Les procédés d'imprégnation du bois :

Principalement, il existe deux types de procédés d'imprégnation du bois :

2.5.3.1 Procédés d'imprégnation périphérique :

Le procédé le plus utilisé est le trempage. Le trempage consiste à immerger complètement les pièces de bois dans un produit liquide qui migre par capillarité de la surface des pièces vers l'intérieur. La profondeur de pénétration et la rétention totale dépendent de l'imprégnabilité de l'essence et de l'état de surface des pièces. L'absorption de produit augmente avec le temps de trempage mais d'une façon non linéaire, comme indiquée dans la figure 2-9. On observe toujours une courte période d'absorption très rapide, dite absorption spontanée, suivie d'un ralentissement progressif, très marqué à partir de 30 à 60 minutes, où l'on passe dans le domaine de trempage long. En trempage court, il est important de prolonger l'immersion au-delà de la période d'absorption spontanée, car ce n'est que dans les minutes qui suivent que le produit pénètre et se répartit dans les zones les plus lentes à s'imprégner, même si la consommation n'augmente pas beaucoup pendant cette deuxième phase [36].

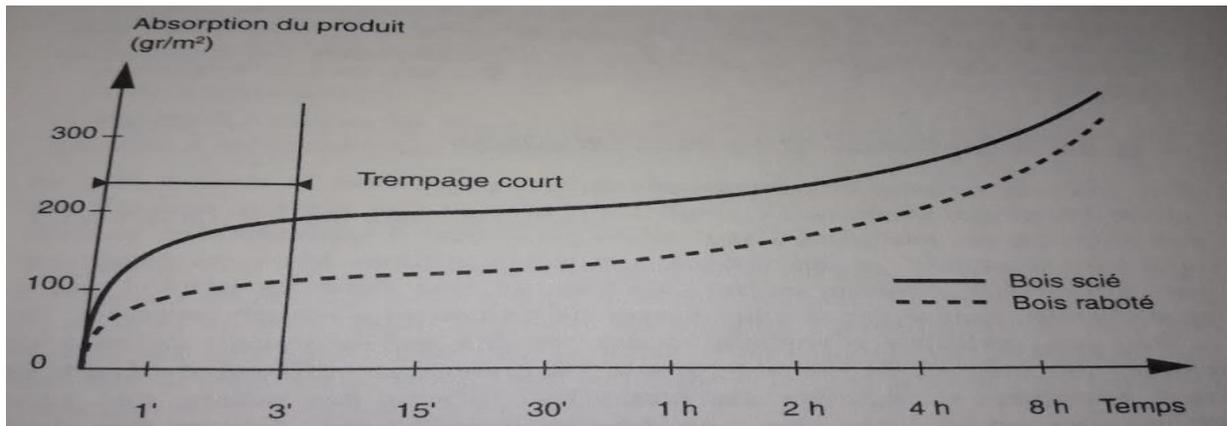


Figure 2-9 : Courbe d'absorption de produit en trempage [36].

2.5.3.2 Procédé d'imprégnation profonde : par vide et pression.

Le procédé d'imprégnation le plus utilisé est l'imprégnation par autoclave. L'imprégnation par autoclave consiste à remplir entièrement et complètement les cellules de bois avec l'imprégnant, jusqu'à saturation.

Les étapes d'une imprégnation par autoclave sont :

- ❖ Séchage du bois jusqu'à un taux d'humidité de 25% [36].
- ❖ Introduction du bois dans l'autoclave.
- ❖ Application du vide pour chasser l'air contenu dans les cellules de bois, pendant 30 minutes minimums [36].
- ❖ Remplissage de l'autoclave par le produit liquide.
- ❖ Arrêt du vide.
- ❖ Application d'une pression de 10 à 12 bars pendant 30 minutes à 3 heures, selon l'imprégnabilité de l'essence. Durant cette étape, le bois, vidé de son air, absorbe spontanément le liquide, la pression appliquée permet d'accélérer cette absorption [36].
- ❖ Vidange du liquide.
- ❖ Application d'un vide final, destiné à rééquilibrer les pressions internes dans le bois.

2.6 Caractéristiques physiques du bois :

2.6.1 L'anisotropie du bois :

Le bois est un matériau anisotrope, ses caractéristiques varient notablement selon les trois directions vues précédemment. La figure 2-10 montre que les fibres de bois sont alignées et parallèles lorsque l'on débite l'arbre en quartiers, alors qu'elles sont arrondies lorsque l'on débite sur dosse.

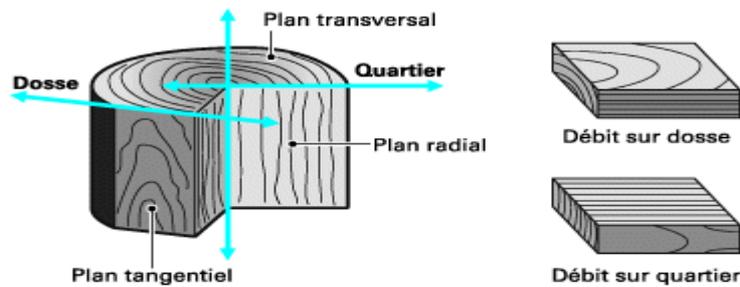


Figure 2-10: Plans de coupes d'un tronc d'arbre [37].

2.6.2 L'humidité dans le bois :

L'eau est présente dans le bois tout au long de sa vie. Lorsque l'arbre est abattu pour être transformé en bois d'œuvre, le matériau retient une quantité d'eau en équilibre avec la température, la pression et l'humidité de l'environnement. On dit alors que le bois est un matériau hygroscopique, c'est-à-dire qu'il peut retenir de l'eau par absorption.

Par convention, le pourcentage d'eau présent dans le bois est exprimé comme un pourcentage appelé taux d'humidité du bois, donné par la formule suivante :

$$\text{Équation 2-5: } H\% = (M_h - M_0) / M_0 \times 100$$

Avec :

M_H : masse humide du bois.

M_0 : masse anhydre du bois.

H % : taux d'humidité du bois.

Le taux d'humidité dans le bois peut atteindre et dépasser les 100 %.

2.6.3 Variations dimensionnelles du bois (retrait et gonflement) :

L'eau est présente dans le bois sous deux formes :

- Eau libre : elle se trouve dans les capillarités des cellules de bois.

- Eau liée : présente dans les parois cellulaires, elle est absorbée par les sites hydrophiles des molécules de celluloses et d'hémicelluloses. La fixation d'eau se fait sur les groupements chimiques hydroxyles (composés d'un atome d'oxygène et d'hydrogène) par formation de liaisons faibles (liaisons d'hydrogène) présents sur les molécules de celluloses et d'hémicelluloses, ce qui leur confèrent de bonnes capacités d'absorption. Lorsque l'eau vient se fixer sur les chaînes de celluloses ou d'hémicelluloses, ces dernières sont éloignées les unes des autres ce qui produit le gonflement du bois [30].
- Eau de constitution : c'est une eau qui est constituée par des réactions hautement énergétiques se situant au niveau des radicaux périphériques des noyaux cellulosiques [38].

Les variations dimensionnelles dans le bois (retrait et le gonflement) sont liées à la diminution ou à l'augmentation du taux d'humidité dans la plage entre 0 et 30 %, pour pratiquement toutes les essences de bois. Le point qui correspond à 30% d'humidité est appelé point de saturation des fibres. En dessus de ce point, le séchage du bois produit le départ d'eau libre stockée dans les capillarités des cellules, mais aucune variation dimensionnelle ne se produit. En dessous du point de saturation des fibres, le séchage provoque le départ d'eau liée stockée dans les parois cellulaires, ce qui engendre de fortes variations dimensionnelles.

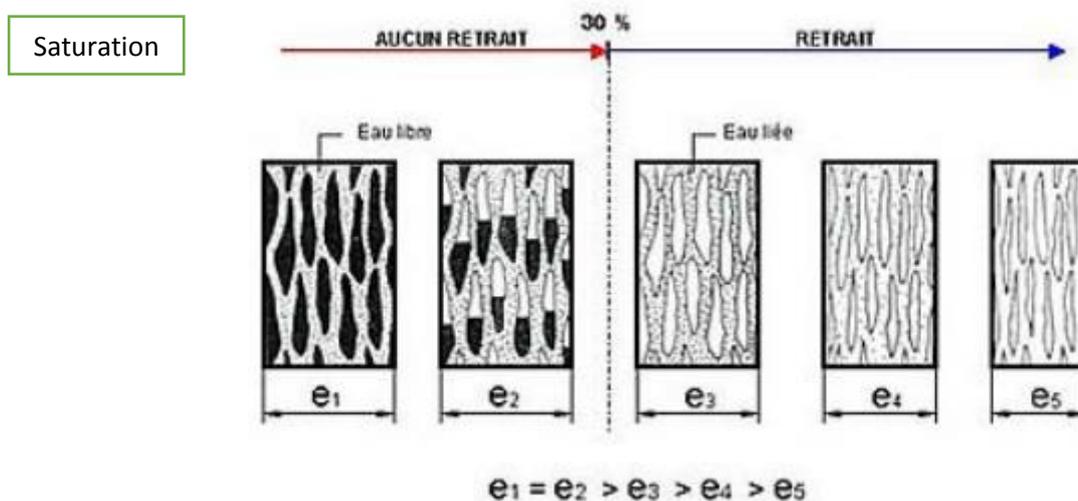


Figure 2-11: Rapport entre les variations dimensionnelles et le départ d'eau libre et d'eau liée dans le bois [33].

Les variations dimensionnelles dépendent de l'essence et de la direction ou axe d'étude (tangentielle, radiale ou longitudinale). Le retrait est négligeable dans le sens longitudinal, il est de 3 à 5 % dans le sens radial, et dans le sens tangential de 6 à 12 % dans le sens tangential

selon les essences. Comme indiqué dans le tableau ci-dessous (le retrait volumique total indique la variation de volume d'une éprouvette normalisée) [37].

2.7 Les composites Bois-MCP :

A ce jour, différentes matrices ont été utilisées pour mettre en forme des matériaux contenant des MCP, Le plâtre, l'aluminium et les matières plastiques sont des matériaux fréquemment utilisés [39], cependant l'utilisation du bois reste très limitée.

En 2009, Li et al ont élaboré six nouveaux matériaux composites à base de paraffine microencapsulée, farine de bois, HDPE (high-density polyethylene) afin d'éviter les fuites et du graphite MMG (Micro-mist graphite) pour améliorer la conductivité thermique du composite formé. Les images prises au microscope ont révélé qu'aucune fuite n'a eu lieu lors d'un changement de phase, le matériau ainsi formé est dès lors un shape-stabilized (SS) composite. Les résultats DSC ont montré que le matériau présente de très bonnes caractéristiques thermiques. Le test de stabilité thermique a montré que le composite Bois-MCP garde les mêmes propriétés thermiques après 100 cycles de fusion-solidification [5].

En 2012, Jeong et Al ont ajouté un MCP dans un adhésif pour le bois afin d'augmenter les propriétés thermiques d'un plancher en bois, mais le bénéfice en masse thermique était faible sachant que l'adhésion du plancher a été maintenue [40].

En 2016, Guo et Al ont formulé des matériaux composites Bois-Plastiques (CBP) en mixant des microcapsules de dodécanol avec de la farine de bois et du PEHD. Ils ont obtenu un composite avec un module de Young entre 0.9 et 2.2 Gpa pour 20.3 J/g de chaleur latente. Les propriétés mécaniques du matériau élaboré, décroissent avec l'augmentation du taux de MCP dans le composite [41].

En 2017, Barreneche et al, ont imprégné du bois avec deux types différents de MCP, la paraffine RT21 et la paraffine RT27, avec des concentrations différentes, ensuite ils ont appliqué un revêtement de polystyrène en solvant organique afin d'éviter les fuites du MCP. Ils ont obtenu des capacités de stockage thermique (chaleur latente) importantes pour des concentrations élevées de paraffine (tableau 2-3). Mais comme le bois est un matériau biologique qui peut vieillir et être sujet à des variations dimensionnelles, le revêtement pourrait causer des dommages à long terme et donc entraîner des fuites [42].

Tableau 2-3: Résultats trouvés par Barreneche et al [42].

PCM	Concentration of PCM (wt.%)	Peak (°C)	Melting enthalpy (J/g)
	10.5	18.33	2.41
	20.5	19.09	8.80
	28.6	19.67	18.85
	12.8	25.17	9.68
	19.0	25.59	12.84
	29.9	26.18	20.62

En 2018, Liang et al, ont imprégné de la farine de bois avec différents acides gras. Les analyses FTIR et DRX montrent qu'il n'a pas de réaction chimique mais uniquement des interactions physiques entre le bois et le MCP. Le matériau ainsi formé est dès lors un shape-stabilized (SS) composite, comme aucune perte de liquide n'a été observée, avec une chaleur latente de 102.6 J/g [43].

Chapitre 3: Matériaux et méthodes expérimentales

3.1 Introduction :

L'objectif de cette étude est dans un premier temps l'élaboration d'un matériau composite à base de bois et de matériaux à changement de phase. Dans un second temps, l'étude comporte une caractérisation thermique, chimique et physique du nouveau matériau élaboré.

Dans cette partie, nous allons d'abord exposer et expliquer le choix des différents matériaux utilisés. Ensuite, le détail de l'élaboration du composite sera abordé. Finalement, les protocoles et instruments utilisés pour la caractérisation thermique, chimique et physique seront explicités.

3.2 Choix des matériaux :

3.2.1 Matériaux à changement de phase :

Dans le cas de cette étude, le choix du MCP est porté sur l'utilisation de la paraffine pour les raisons suivantes :

- Bonne stabilité thermique.
- Faible coût.
- Non toxique.
- Recyclable.
- Faible changement de volume.
- Chimiquement stable.
- Peu de surfusion.

- Présence dans la gamme de températures de changement de phase de notre étude.
- Chaleur latente importante.
- Manipulation facile.

La paraffine utilisée dans notre étude est la paraffine RT 28 HC fournie par l'entreprise allemande Rubitherm. La paraffine RT28 HC change de phase à une température de 28 °C et permet de stocker une quantité d'énergie de 250 KJ/Kg. Les propriétés de cette paraffine sont indiquées dans le tableau 3-1.

Tableau 3-1 : Propriétés de la paraffine RT28 (annexe 1).

Caractéristique	Valeur
Plage de fusion	27-29 °C
Plage de solidification	29-27 °C
Capacité de stockage thermique	250 Kj/Kg
Capacité calorifique spécifique	2 KJ/Kg.K
Densité du solide	0.88 Kg/l
Densité du liquide	0.77 Kg/l
Conductivité thermique	0.2 W/(m.K)
Expansion volumique	12%
Température de travail maximale	50°C

3.2.2 Choix du bois :

Dans le cas de notre étude, trois essences de bois ont été utilisées :

- **Hêtre** : c'est une essence constitutive des forêts tempérées d'Europe. Le hêtre fait partie des feuillus. C'est un matériau dur et très résistant, avec une densité de 0.7 à 0.8 à 12 % d'humidité. Il est très imprégnable, il est classé dans la catégorie 1 selon la norme EN 350-2 [37] [36].
- **Sapin** : fait partie de la famille des résineux. Il est moyennement imprégnable, il est classé dans la catégorie 3 selon la norme EN 350-2. C'est un matériau rigide, tendre et léger avec une densité de 0.44 à 0.48 à 12 % d'humidité [36], [37].
- **Douglas** : fait partie de la famille des résineux. Il est peu imprégnable, il est classé dans la catégorie 4 selon la norme EN 350-2. C'est un matériau léger et tendre avec une densité de 0.47 à 0.55 à 12 % d'humidité [36] [37].



(a)

(b)

(c)

Figure 3-1 : Les essences de bois étudiées : a) Douglas, b) Hêtre, c) Sapin.

3.3 Caractérisation microstructurale par microscope optique :

Les microstructures des essences de bois utilisées sont analysées par un microscope optique métallographique, c'est le Infinity 2- Olympus BH 2. Il est muni d'un mécanisme de balayage en plan qui permet d'observer une large surface avec un grandissement qui varie de $\times 50$ à $\times 1500$. Ce microscope s'accompagne d'un appareil photo relié à un ordinateur permettant le traitement des images obtenues. Les échantillons de bois doivent être préparés par polissage, avant l'analyse, afin d'obtenir des surfaces planes et des images claires. Les images ont été réalisées sur les coupes transversales de chaque échantillon de bois.



Figure 3-2 : microscope optique le Infinity 2- Olympus BH 2.

3.4 Séchage du bois :

Avant imprégnation du bois avec de la paraffine, il faut d'abord sécher les échantillons de bois jusqu'à une variation de masse constante, et pour cela les étapes suivantes sont réalisées :

- Pour chaque essence de bois, hêtre, sapin et douglas, plusieurs échantillons sont préparés par simple découpe en cubes de 24 mm de côté.
- Pour chaque essence, les échantillons sont numérotés.
- Mesurer la masse des échantillons.
- Disposer les échantillons de bois dans un plateau.
- Placer les échantillons dans une étuve réglée à 50 °C.
- Récupérer les échantillons régulièrement afin de mesurer leur masse.
- Lors de la récupération des échantillons pour les mesures de masse, il faut éviter toute absorption d'humidité, et pour cela, ils doivent être gardés dans un dessiccateur de laboratoire où l'humidité de l'air est absorbée par le gel de silice. Le gel de silice assure une bonne absorption de l'humidité lorsqu'il est de couleur bleue, la couleur se transforme en rose quand il est complètement saturé en eau et donc non efficace. Par conséquent, avant chaque utilisation du dessiccateur, il faut s'assurer que le gel de silice est de couleur bleue.
- Le processus est arrêté lorsque les variations de la masse Δm (%) soient inférieures à 0.1 %. Les variations de masse sont exprimées par l'équation 3-1.

$$\text{Equation 3-1: } \Delta m (\%) = (M(t) - M(t+1)) / (M(t)) \times 100$$

Avec :

M(t) et M(t+1) : masses entre deux instants consécutifs.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-3 : Echantillons de bois : a) douglas, b) hêtre, c) sapin.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-4 : a) Dessiccateur de laboratoire, b) gel de silice rose, c) gel de silice bleu.

3.5 La masse volumique :

Après séchage, la masse des échantillons est mesurée avec une balance, et le volume correspondant est calculé à partir des mesures des dimensions des cubes avec un pied à coulisse numérique. La masse volumique de chaque essence est alors estimée à partir de l'équation 3-2.

$$\text{Equation 3-2 : } \rho = m/V$$

Avec :

ρ : masse volumique Kg/m³.

M : masse Kg.

V : volume m³.



Figure 3-5 : mesure des dimensions des cubes avec un pied à coulisse numérique.

3.6 Imprégnation par immersion :

Afin d'imprégner les échantillons de bois précédemment préparés et séchés, les étapes suivantes ont été suivies :

- Immerger les échantillons dans des bacs métalliques remplis de paraffine à l'état liquide.
- Disposer une masse par-dessus des échantillons afin d'éviter qu'ils flottent.
- Couvrir les bacs avec des bâches.
- Les bacs sont disposés dans un four réglé à 40 °C, afin de s'assurer que la paraffine reste toujours à l'état liquide.
- Les échantillons sont récupérés régulièrement, pendant 25 jours, afin de mesurer leur masse.
- Avant chaque mesure de masse, les surfaces des échantillons doivent être essuyées du surplus de paraffine avec du papier.
- Le processus est arrêté lorsque les variations de masse Δm (%) soient inférieures à 0.1%, avec :

$$\text{Equation 3-3: } \Delta m (\%) = (M(t) - M(t+1)) / (M(t)) \times 100$$

M(t) et M(t+1) : masses entre deux instants consécutifs.

- Lors de la récupération des échantillons pour les mesures de masse, il faut éviter toute absorption d'humidité, et pour cela, ils doivent être gardés dans un dessiccateur de laboratoire.

La quantification de l'imprégnation avec la paraffine consiste à calculer le gain en masse. Il est calculé par la différence de masse entre le bois imprégné (W_2) et le bois vierge (W_1) divisé par la masse du bois vierge (W_1), comme présenté dans l'équation 3-4.

$$\text{Equation 3-4: } Wg = (W_2 - W_1) / W_1 \times 100$$

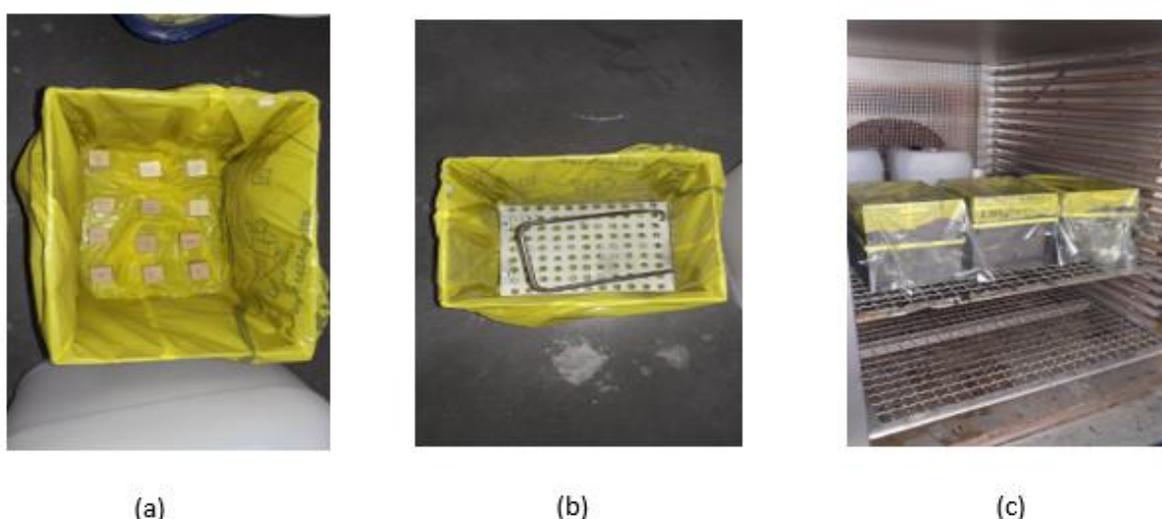


Figure 3-6 : Procédé d'imprégnation du bois par immersion dans la paraffine : a) disposition des échantillons dans le bac, b) disposition de la masse au-dessus des échantillons c) disposition des bacs recouverts de bâches dans une chambre chauffée à 40 °C.

3.7 Imprégnation par application de vide :

Un autre procédé d'imprégnation a été réalisé dans cette étude. L'équipement se compose d'un bac d'imprégnation fermé possédant deux ouvertures, la première est reliée à une pompe à vide à travers un tube en plastique. La pompe permet l'extraction d'air en continu, et donc créer une condition de vide à l'intérieur de l'ensemble. Un système de sécurité est placé entre la vanne et le bac d'imprégnation, afin d'avoir le temps d'arrêter le processus en cas de passage de la paraffine à travers le tube entre la pompe et le bac. La seconde est reliée à un récipient rempli de paraffine par un tube en plastique permettant le passage de la paraffine liquide lorsque la vanne est ouverte, le processus est détaillé dans la figure 3-7. Le dispositif est réalisé dans une étuve chauffée à 40 °C, afin de garder la paraffine à l'état liquide.

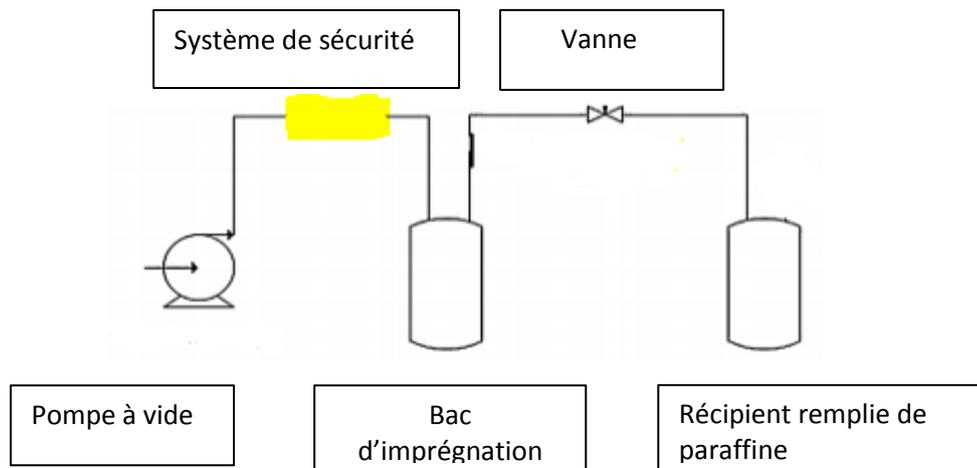


Figure 3-7: Dispositif d'imprégnation sous-vide.

A l'aide de ce dispositif, les échantillons sont imprégnés à 40 °C, par les étapes suivantes :

- Les échantillons de bois sont disposés dans le bac d'imprégnation.
- Une charge trouée est appliquée par-dessus les échantillons.
- Fermer le bac d'imprégnation.
- S'assurer de la fermeture de la vanne.
- Mettre la pompe en marche pour un vide de -0.45 bar pendant 1 heure de temps.
- Ouvrir la vanne pour faire passer la paraffine dans le bac d'imprégnation.
- Arrêt du vide.
- Les échantillons sont gardés immergés dans la paraffine, ils sont récupérés régulièrement afin de mesurer leur masse, pendant 25 jours.
- Les échantillons doivent être gardés dans un dessiccateur de laboratoire.
- La quantification de l'imprégnation avec la paraffine consiste à calculer le gain en masse. Il est calculé par l'équation 3-4.



(a)



(b)

Figure 3-8 : Procédé d'imprégnation par application du vide : a) bac d'imprégnation relié au récipient contenant de la paraffine liquide b) système de sécurité reliant la pompe et le bac d'imprégnation.

3.8 La densité énergétique :

Afin d'estimer la quantité d'énergie que peut stocker ou libérer le matériau composite bois-MCP lors d'un changement de phase, une densité énergétique est calculée, selon la durée d'imprégnation, à partir de la formule indiquée en équation 3-5.

$$\text{Equation 3-5: } D = \Delta H/V = (\Delta m \times L)/V$$

Avec :

D : densité énergétique [KJ/m³]

ΔH : enthalpie de changement de phase [KJ]

V : volume de l'échantillon [m³]

Δm : masse de paraffine absorbée en [Kg]

L : chaleur latente de la paraffine RT28 HC [KJ/Kg]

3.9 Caractérisation thermique par Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) :

3.9.1 Introduction :

La DSC (Differential Scanning Calorimeter) est une technique d'analyse thermique qui mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une

référence. Il est possible de tirer différentes informations concernant les propriétés thermiques de l'échantillon étudié à savoir, les températures de changement de phase (fusion et solidification), la chaleur spécifique, l'enthalpie de changement de phase, surfusion, températures de transition vitreuses et les différentes réactions endothermiques et exothermiques. Cette méthode d'analyse impose le choix de la masse de l'échantillon et une vitesse de chauffage et de refroidissement afin de le balayer dans la gamme de températures d'intérêt. Dans la littérature, des vitesses entre 5 et 10 K/min sont utilisées pour la caractérisation des matériaux [10].

3.9.2 L'appareil de mesure DSC :

L'appareil de mesure est constitué d'une enceinte dont la température peut varier d'une façon programmée par un logiciel connecté à la machine. Il se compose de deux supports, le premier est consacré pour la capsule contenant l'échantillon à étudier, elle peut être fermée ou ouverte selon l'étude. Le second support est consacré pour la capsule de référence, généralement vide. Tout comme la capsule de l'échantillon, la capsule de référence peut être ouverte ou fermée selon l'étude. Enfin, l'appareil est composé également d'un dispositif de thermocouples, résistance de platine...etc, permettant d'enregistrer les températures et les différences de température entre le creuset de référence et celui de l'échantillon. L'ensemble du montage doit être parfaitement symétrique pour que l'échantillon et la référence reçoivent la même quantité de chaleur. Il existe deux types de DSC :

3.9.2.1 La DSC à compensation de puissance :

Dans ce cas, chaque support (porte échantillon et référence) est composé d'un système de chauffage électrique et d'un capteur de température. Ces deux supports sont placés dans un bloc commun. Le refroidissement est réalisé par un agent de refroidissement comme l'azote. Elle permet de mesurer la différence de puissance entre les deux blocs, afin de maintenir une température égale lors d'un cycle thermique [12].

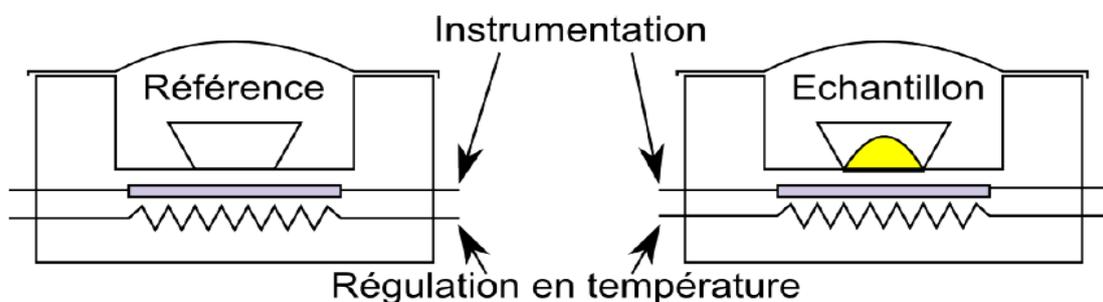


Figure 3-9 : DSC à compensation de puissance [11].

3.9.2.2 La DSC à Flux de chaleur :

Elle se compose d'un seul four utilisant le même bloc de chauffage et refroidissement. La capsule portant l'échantillon et la capsule de référence sont placées sur deux plates-formes, à l'intérieur du four, où se situent des capteurs de température permettant d'enregistrer la différence de température entre les deux creusets pour un même flux de chaleur reçu par l'échantillon et la référence [10].

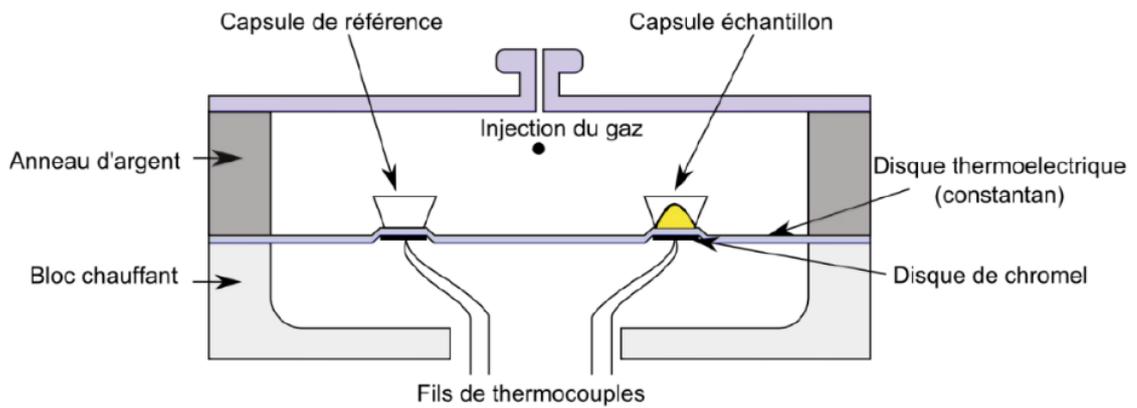
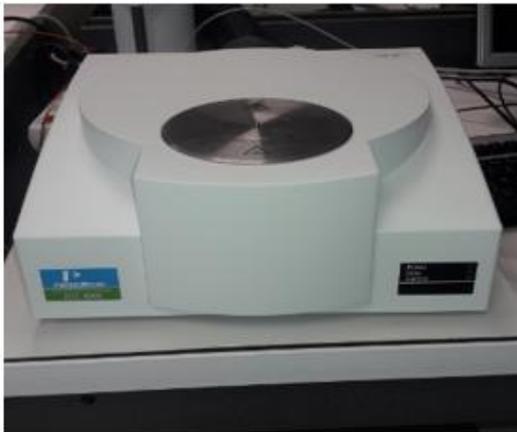


Figure 3-10 : DSC à flux de chaleur [10].

Dans cette étude, on utilisera une DSC 4000 à flux de chaleur refroidie à l'azote, disponible au laboratoire de caractérisation de l'Icam.



(a)



(b)

Figure 3-11 : DSC 4000 à flux de chaleur disponible à l'Icam : a) DSC, b) bouteille d'azote.

3.9.3 Analyse de l'allure des courbes de DSC à flux de chaleur :

L'analyse DSC permet d'obtenir des courbes de flux de chaleur en fonction de la température. Lorsque le cycle imposé à l'échantillon étudié comprend sa plage de température de changement de phase, l'allure de la courbe obtenue par DSC représente des pics endothermiques de fusion et des pics exothermiques de solidification, comme montré dans la figure 3-12.

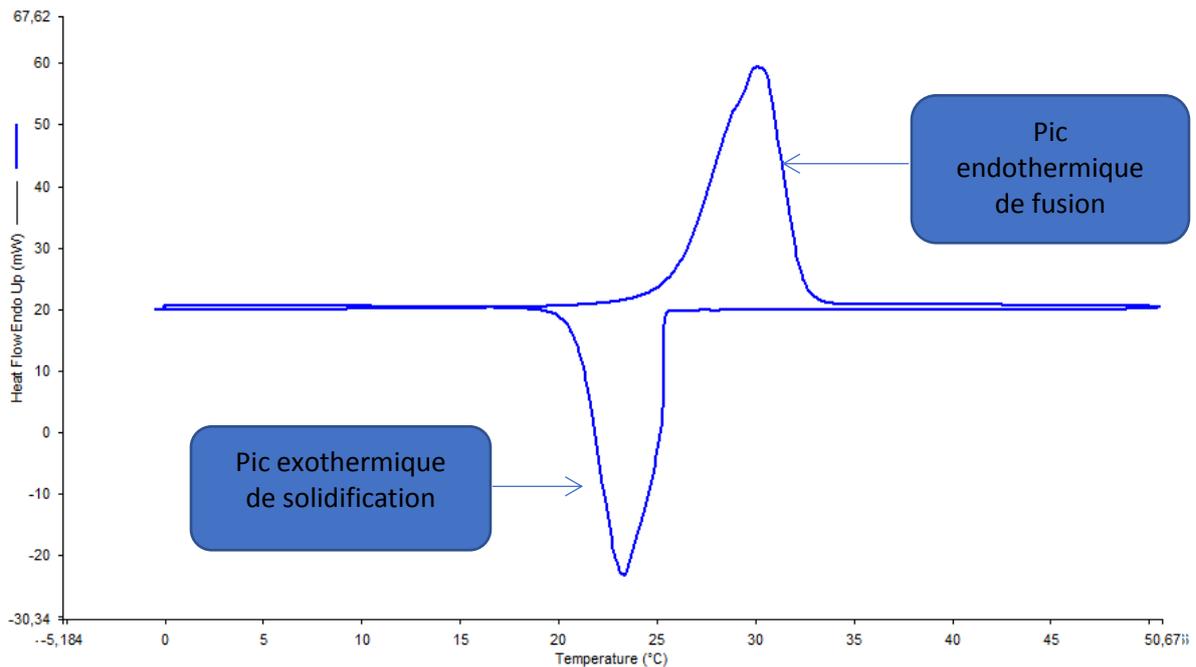


Figure 3-12 : Courbe DSC d'une paraffine RT28 HC de chez Rubitherm.

3.9.4 Identification des propriétés thermiques à partir d'une courbe DSC par le logiciel Pyris :

Au niveau du laboratoire de caractérisation de l'Icam, le logiciel de pilotage de la DSC est le Pyris de Perken Elmer. Ce logiciel permet d'imposer un cycle thermique à l'échantillon, introduire les vitesses de chauffages et de refroidissement et les conditions aux limites. A la fin de chaque essai, il nous donne les courbes DSC qu'on peut exploiter à l'aide du même logiciel, afin d'identifier les différentes propriétés thermiques de l'échantillon étudié, selon le cycle et les conditions imposées.

3.9.4.1 Températures de changement de phase :

A partir de la courbe DSC, les températures de fusion et de solidifications, dites températures d'Onset, peuvent être déterminées comme suit :

- La température de fusion est celle relevée à l'intersection de la ligne de base et la tangente au pic endothermique au point d'inflexion.
- La température de solidification est celle relevée à l'intersection de la ligne de base et la tangente au pic exothermique au point d'inflexion.

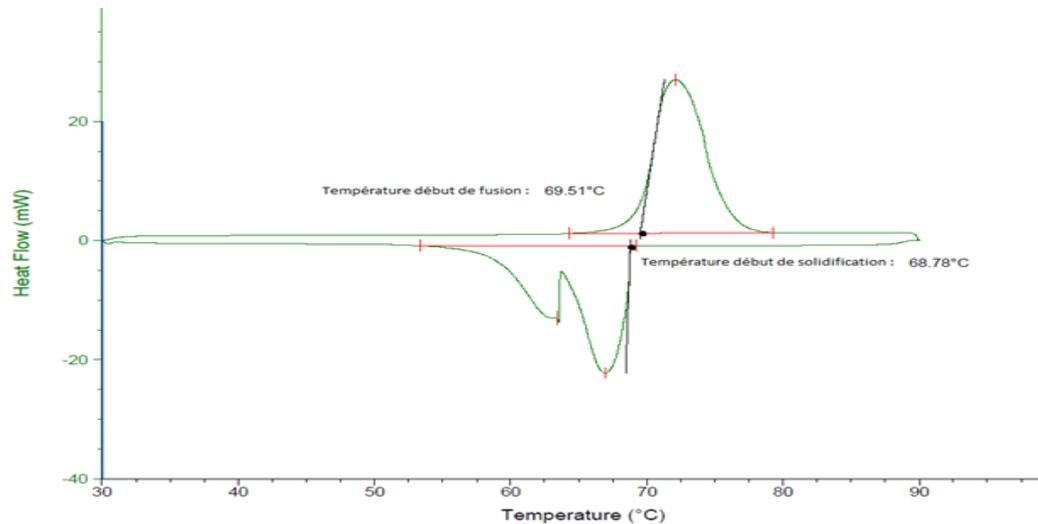


Figure 3-13 : Identification de températures de changement de phase pour une paraffine RT70 HC [12].

3.9.4.2 Enthalpie de changement de phase :

Enthalpie de changement de phase correspond à la chaleur absorbée ou libérée par le matériau durant la fusion ou la solidification. La fusion correspond à une réaction endothermique, la valeur de l'enthalpie de changement de phase est alors positive. La solidification quant à elle, correspond à une réaction exothermique, la valeur de l'enthalpie de changement de phase est alors négative. Les deux quantités sont égales en valeur absolue.

L'intégration du pic de flux de chaleur obtenue à l'aide de la DSC, permet d'obtenir les valeurs exactes de chaleur latente de fusion ou de solidification du MCP. Le logiciel Pyris permet de calculer l'aire des deux pics (de fusion et de solidification), ainsi obtenir les valeurs d'enthalpie de changement de phase.

3.9.5 Protocole d'utilisation :

Dans cette étude, la caractérisation thermique par DSC est réalisée sur des échantillons de paraffine RT28 HC pure, de hêtre imprégné, de sapin imprégné et de douglas imprégné. La préparation des creusets contenant les échantillons se fait comme suit :

- Les cubes de bois imprégnés par immersion seul pendant 8 jours sont cassés.

- Des échantillons sont prélevés à l'aide d'un cutter comme montré dans la figure ci-dessous.
- Des échantillons de l'ordre de quelques milligrammes sont pesés puis disposés dans les coupelles de DSC, la masse de chaque échantillon est indiquée dans le tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Masses des échantillons de DSC.

Echantillon	Masse (mg)
Paraffine	6.15
Hêtre imprégné	4.25
Sapin imprégné	4.35
Douglas imprégné	4.25

- Les couvercles sont disposés sur les coupelles contenant les échantillons à étudier, puis enfermer à l'aide d'un piston.
- Le creuset de référence est également préparé, dans cette étude il s'agit d'une coupelle enfermée et vide.
- Après avoir retiré les deux couvercles du four de la DSC, disposer le creuset contenant l'échantillon à gauche, et l'échantillon de référence à droite, comme indiqué en figure 3-15.



(a)

(b)

(c)

Figure 3-14 : Préparation des creusets de DSC : a) prélèvement des échantillons, b) disposition d'un échantillon de bois imprégné dans la coupelle, c) fermeture de la coupelle.



Figure 3-15 : Disposition des creusets dans le four de la DSC : le creuset contenant l'échantillon à gauche et le creuset de référence à droite.

Chaque échantillon étudié par DSC est soumis à trois cycles identiques de fusion-solidification. Le premier cycle est effectué dans le but d'améliorer le contact thermique entre l'échantillon et la capsule. Le second permet de relever les propriétés thermiques des échantillons. Enfin, le dernier est réalisé afin de pouvoir confirmer les caractéristiques thermiques obtenues au cours du deuxième cycle.

Le cycle thermique imposé à chaque fois, pour tous les échantillons étudiés est décrit comme suit :

- Chauffage de 0°C à 50°C avec une vitesse de chauffage constante de 5 °C/min.
- Maintien isotherme à 50°C pendant 5 min.
- Refroidissement de 50°C à 0°C avec une vitesse de refroidissement constante de 5 °C/min.
- Maintien isotherme à 0°C pendant 5 min.

A la fin du troisième cycle, il faut ajouter une autre étape qui consiste en un chauffage de 0°C à 30°C, afin de remettre la DSC à sa température d'équilibre.

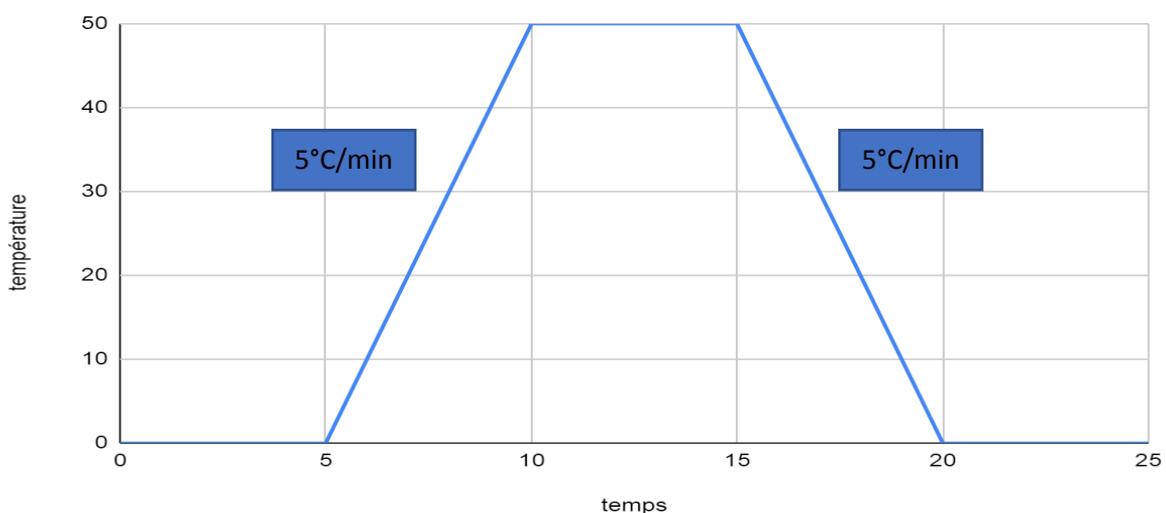


Figure 3-16: Cycle thermique appliqué aux échantillons analysés par DSC.

3.10 Analyse chimique par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une méthode pratique et non destructive pour la caractérisation chimique des échantillons [42]. Dans notre étude, les spectres FT-IR des échantillons ont été collectés avec le spectromètre Spectrum two de chez PerkinElmer. Les spectres ainsi obtenus, sont traités avec le logiciel KnowtAll, puis enregistrés dans la gamme de nombre d'onde entre 700 et 4000 cm^{-1} .

Les matériaux analysés sont :

- La paraffine RT28 HC.
- Les trois essences de bois non imprégnées : hêtre, sapin, douglas.
- Les trois essences de bois imprégnées par immersion pendant 8 jours.

Les cubes de bois imprégnés sont découpés en deux, puis des lamelles sont prélevées dans trois régions de la surface jusqu'au cœur, comme montré dans la figure 3-17. Les échantillons de bois non imprégnés sont également préparés par simple découpe en fines lamelles. Tous les échantillons analysés par FT-IR doivent avoir une surface plane et régulière, afin d'obtenir un meilleur contact avec la bille d'analyse en diamant.

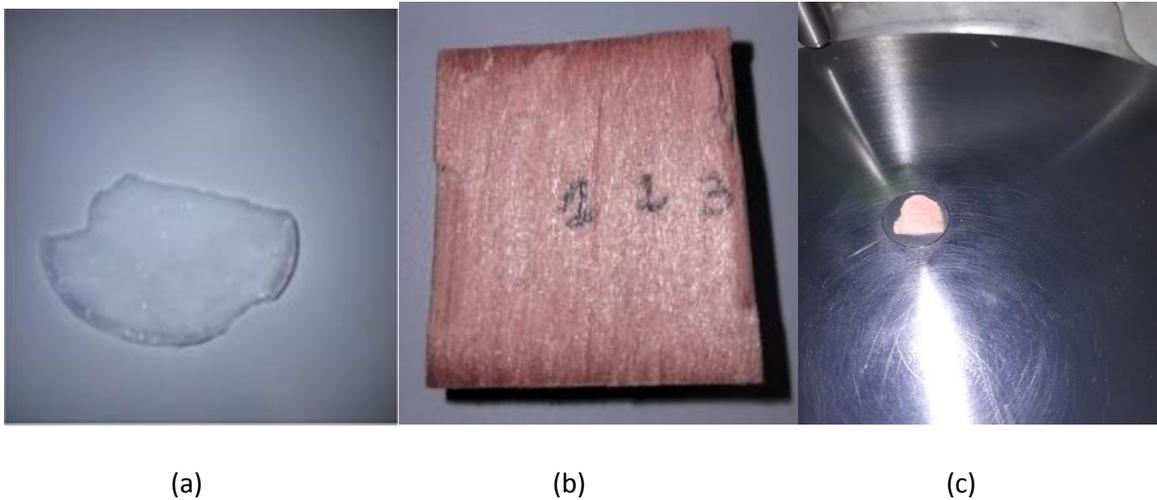


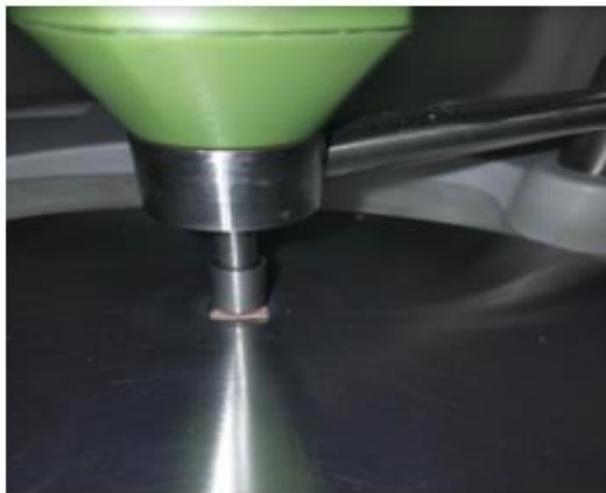
Figure 3-17 : Les échantillons analysés par FT-IR: a) paraffine, b) zones de prélèvement des échantillons à analyser d'un cube de bois imprégné pendant 8 jours, découpé en deux, c) échantillon de bois à analyser.

Afin d'éviter toutes perturbations ou erreurs dans les résultats, le cristal en diamant doit être impérativement nettoyé avec de l'éthanol 95-96% avant chaque analyse.

Une pression modérée est appliquée à la surface des échantillons, afin d'assurer un bon contact avec le cristal en diamant. La valeur de la pression est choisie selon la nature de la surface à analyser.



(a)



(b)

Figure 3-18 : analyse FT-IR: a) le spectromètre Spectrum two de chez PerkinElmer, b)échantillon en analyse..

3.11 Prise d'humidité :

L'objectif de cet essai est d'étudier l'influence de l'imprégnation sur l'absorption d'eau par le bois. Pour cela, deux groupes d'échantillons de hêtre ont été préparés. Le premier groupe se compose des échantillons de bois non imprégnés, préalablement découpés en cubes de 24 mm de côté, puis séchés dans une étuve à 50°C pendant 3 jours. Le deuxième groupe se compose des échantillons de bois imprégnés pendant 25 jours, dont la surface extérieure des cubes est enlevée. Les échantillons ainsi préparés sont immergés dans des béciers remplis d'eau à température ambiante. Les échantillons sont récupérés régulièrement afin de mesurer la masse après avoir été essuyés avec du papier.

La collecte régulière de la masse permet de calculer le taux d'humidité, comme exprimé par l'équation 3-6.

$$\text{Equation 3-6 : } H\% = (M_h - M_0) / M_0 \times 100$$

Avec :

M_H : masse humide du bois.

M_0 : masse anhydre du bois.

H % : taux d'humidité du bois.

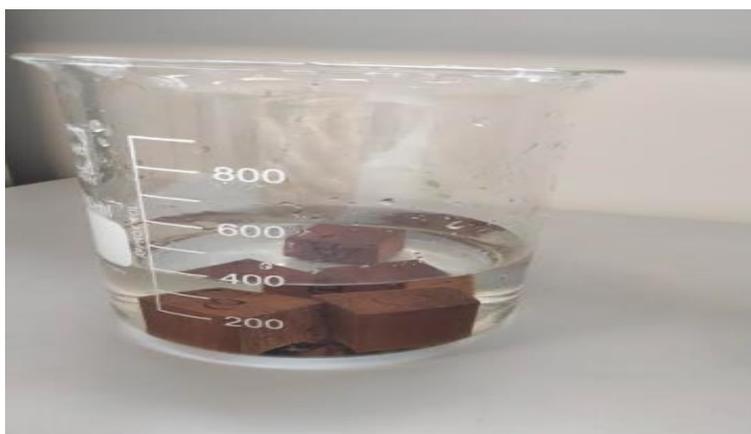


Figure 3-19 : immersion des échantillons de bois dans l'eau.

3.12 Etude de la stabilité dimensionnelle :

Les échantillons de bois préparés pour l'étude d'humidité sont également utilisés pour l'étude des variations dimensionnelles. Les échantillons immergés dans l'eau sont récupérés régulièrement pour mesurer les dimensions de chaque côté, avec un pied à coulisse numérique, afin de pouvoir calculer le volume des échantillons. La collecte régulière des volumes permet de calculer le coefficient de gonflement volumétrique (S) donné par l'équation 3-7.

$$\text{Equation 3-7: } S(\%) = (V_2 - V_1) / V_1 \times 100:$$

Avec :

S : Coefficient de gonflement volumétrique.

V₂ : Volume du bois après immersion dans l'eau.

V₁ : Volume initial du bois, avant immersion dans l'eau.



Figure 3-20 : mesure des dimensions avec un pied à coulisse numérique.

Chapitre 4: Résultats et interprétations

4.1 Introduction :

Dans ce chapitre, les résultats des techniques d'imprégnation et ceux des essais de caractérisation chimique, thermique, physiques et également de la microstructure vont être présentés sous forme de courbes ou de tableaux, puis ils seront expliqués au fur et à mesure.

4.2 Séchage du bois :

Les courbes indiquées dans les figures 4-1, 4-2, 4-3 représentent l'évolution de la masse au cours du séchage des différentes essences de bois, hêtre, sapin et douglas respectivement.

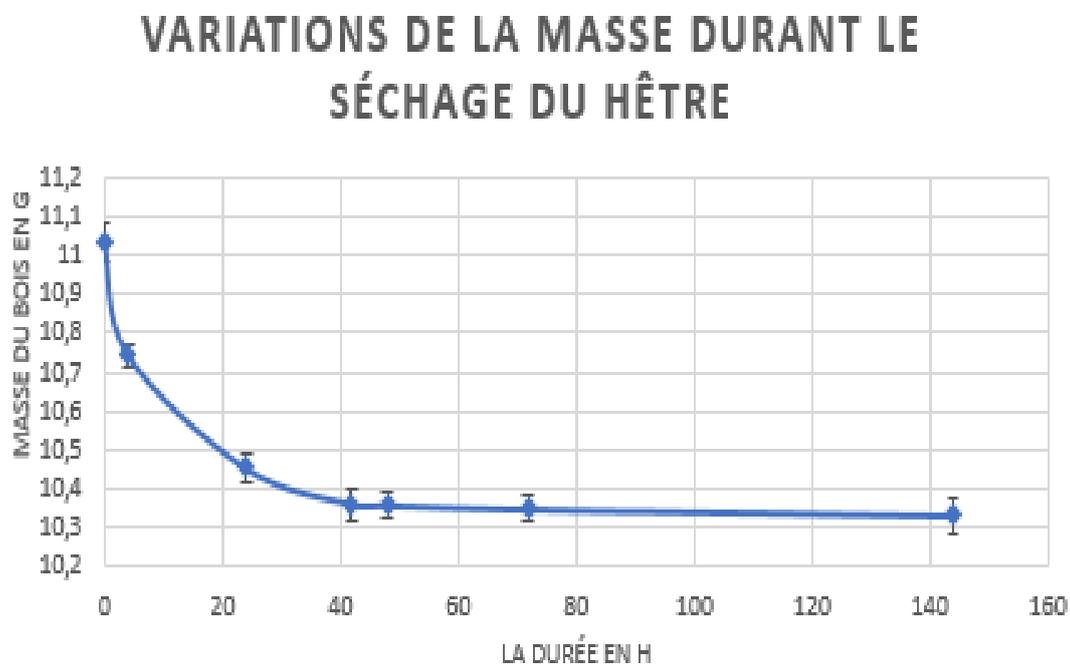


Figure 4-1 : Variations de la masse durant le séchage du hêtre.

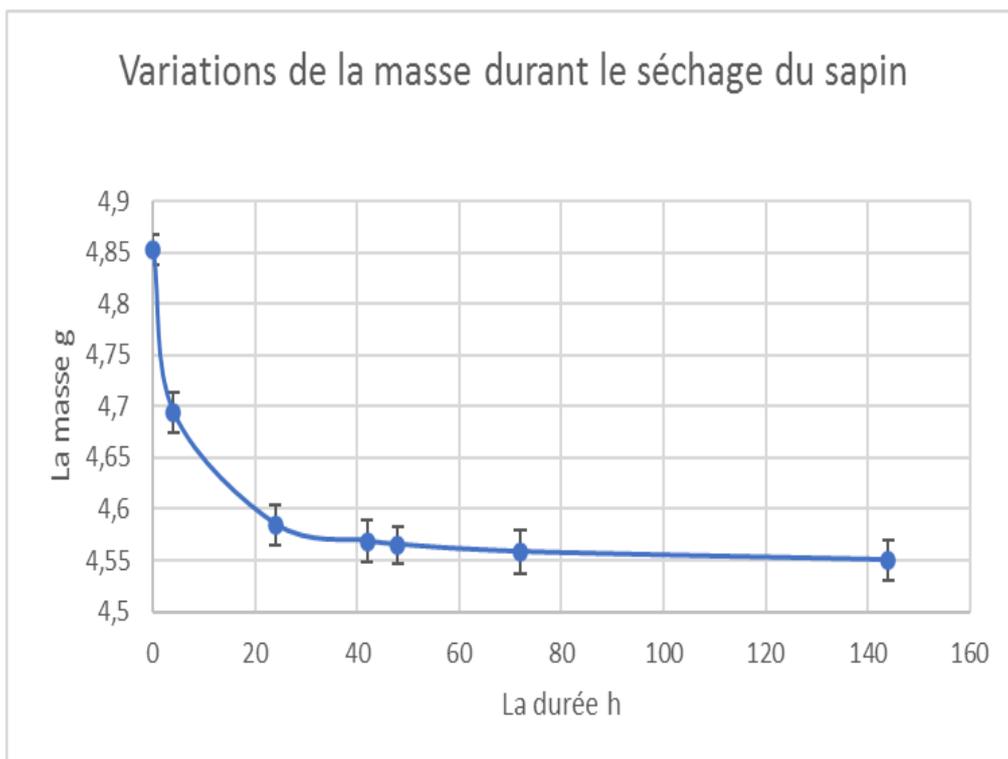


Figure 4-2 : Variations de masse durant le séchage du sapin.

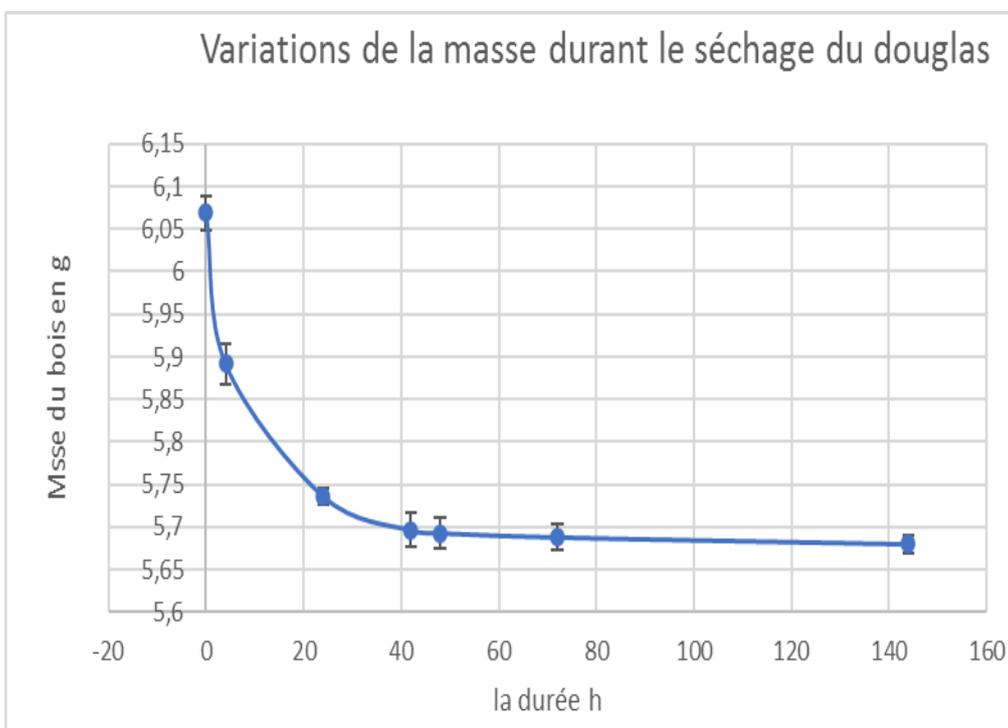


Figure 4-3 : Variations de la masse durant le séchage du douglas.

Les graphes illustrent le phénomène de séchage du bois à 50 °C. Pour toutes les essences, on remarque une décroissance importante des courbes durant les premières heures (premières 24

h) et qui deviennent de moins en moins importantes au fil du temps jusqu'à la stabilisation à partir de 48h, sachant que la stabilisation est atteinte lorsque la variation de masse Δm (%) exprimée par l'équation 3-1 soit inférieure à 0.1 %.

La perte de masse est due au départ d'eau stockée dans le bois. Le bois peut retenir une quantité d'eau en équilibre avec la température, la pression et l'humidité de l'air environnant. Dans notre cas, le bois est placé dans un nouvel environnement où la température est de 50°C, ce qui engendre un départ d'eau stockée dans le bois afin de retrouver l'équilibre avec l'atmosphère, c'est l'équilibre hygroscopique du bois.

La masse chute considérablement durant les premières heures, ceci est expliqué par l'évaporation d'eau de surface qui se fait assez vite. La perte devient de moins en moins importante en raison de la diffusion de l'humidité interne vers les parties superficielles plus sèches jusqu'à l'état d'équilibre hygroscopique du bois avec l'atmosphère. Etant un matériau anisotrope, le déplacement d'eau dans le bois se fait selon des directions privilégiées, il est plus facile dans la direction axiale, moins vite dans le sens radial et très lent dans le sens tangentiel, ce qui engendre un ralentissement du phénomène de diffusion d'eau de cœur vers la surface, ce qui explique les variations de masse peu importantes au fil du temps de séchage. Les parties externes se trouvent plus sèches que les parties internes, ce qui crée des tensions entraînant des fentes et des déformations notamment après les opérations d'usinage [38].

Etant donné que l'eau libre est très faiblement liée à la matière (phénomène de capillarité), c'est elle qui s'évacue en premier, vu qu'aucun rapport d'énergie n'est pratiquement nécessaire pourvu que le milieu ambiant soit susceptible à l'accepter, ce qui explique les variations de masses importantes en tout début de séchage. Lorsque toute l'eau libre est éliminée, on atteint le point de saturation des fibres et dès lors le séchage ne peut se poursuivre que par l'évacuation d'eau liée qui nécessite un apport énergétique plus important afin de rompre les liaisons formées avec les chaînes de cellulose et d'hémicellulose, ce qui explique les faibles variations de masse au fil du temps de séchage [38].

Le séchage du bois permet d'éliminer l'eau libre et l'eau liée, mais l'eau de constitution est toujours présente, et ne pourra jamais être évacuée avec le séchage ou même par des traitements thermiques à moyennes températures, vu que cette eau est fortement liée aux noyaux cellulosiques. Seule la carbonisation ou la combustion permettent de l'éliminer. L'état anhydre tel que nous l'avons envisagé précédemment, n'est donc pas un état exprimant un bois totalement déshydraté, mais un bois en présence d'eau de constitution [38].

4.3 Analyse de la structure du bois au microscope optique :

Les figures 4-4, 4-5 et 4-6 indiquent la structure des essences douglas, sapin et hêtre selon le plan transversal respectivement.

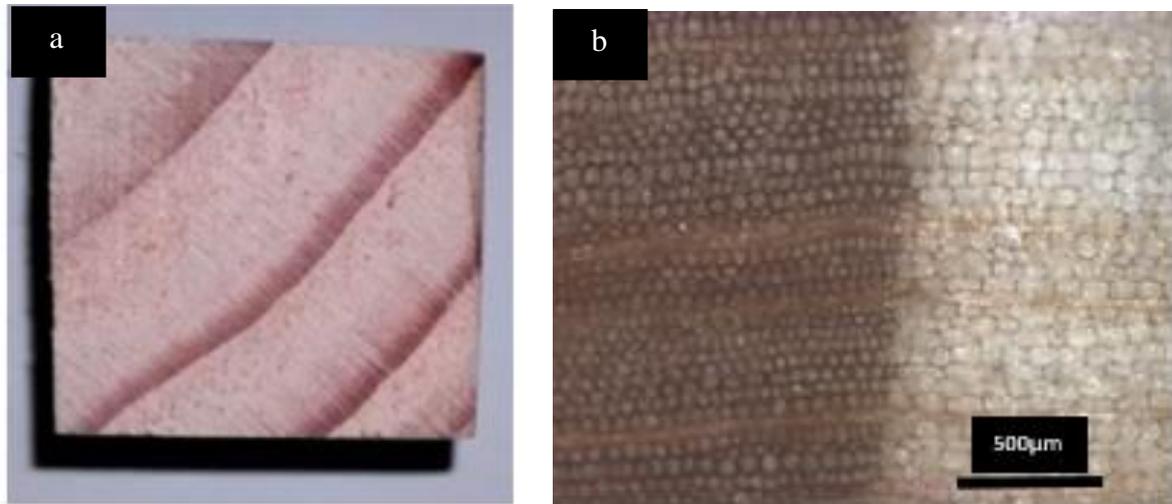


Figure 4-4 : Section transversale du douglas : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscope optique ($\times 100$).

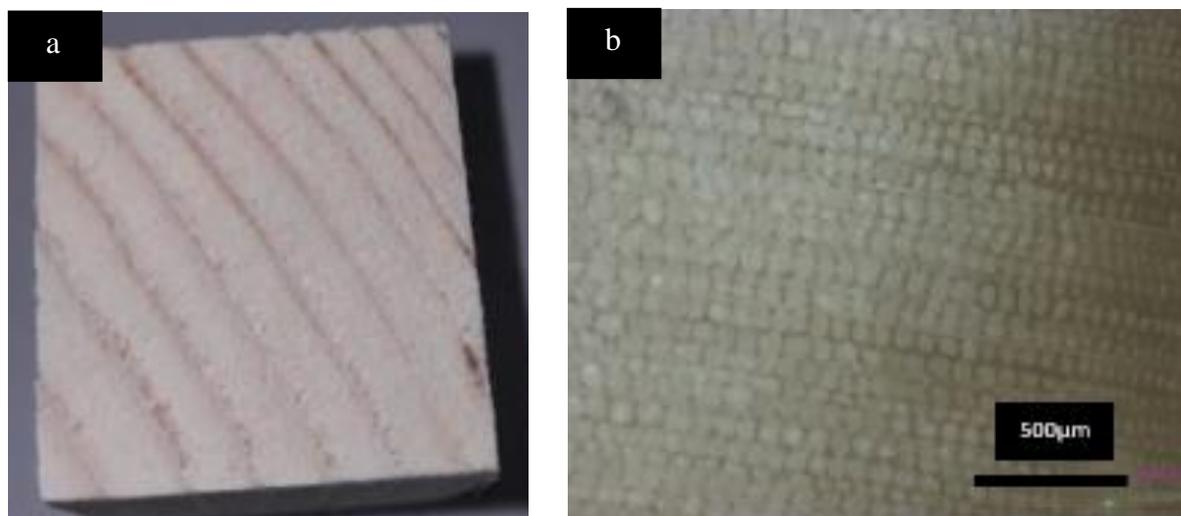


Figure 4-5 : Section transversale du sapin : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscope optique ($\times 100$).

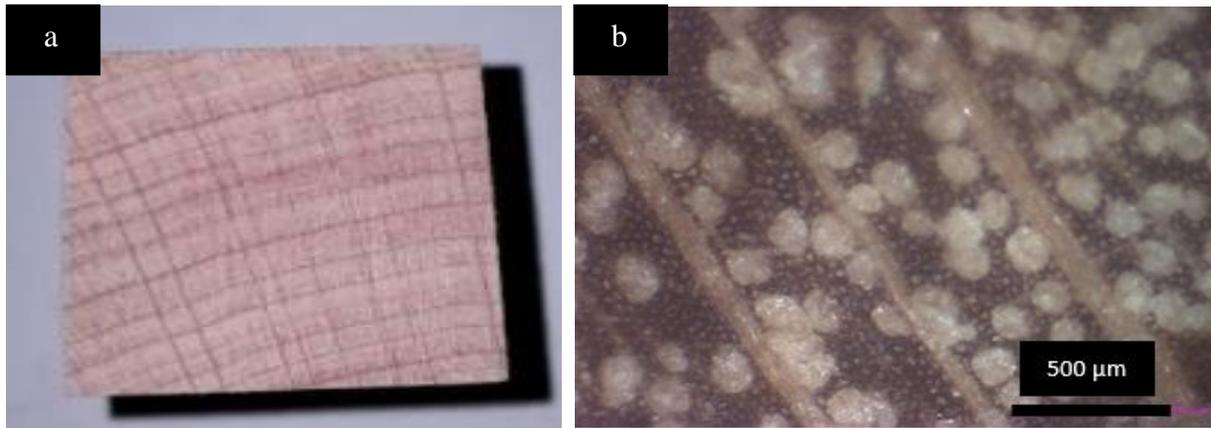


Figure 4-6 : Section transversale du hêtre : a) observée à l'œil nu, b) observée au microscope optique ($\times 100$).

Les images obtenues par microscope optique représentent la vue selon le plan transversal des essences de bois étudiées. Les taches blanches observées sur l'image du hêtre (figure 4-6-b) représentent les différents types de cellules des feuillus, les plus grandes sont des vaisseaux (les pores) du bois, les plus fines sont les cellules de fibres, les parties entre ces cellules (en marron) représentent les parois cellulaires constituées principalement à partir de cellulose, hémicellulose et lignine. L'image montre également la structure homogène du hêtre, où les vaisseaux sont très fins, de diamètre presque identique et aucune distinction ne peut se faire entre le bois initial et final, Il est donc clair que le hêtre représente un bois feuillu à pores diffus.

Selon les figures 4-4-b et 4-5-b, on remarque que les structures du douglas et celle du sapin sont très similaires, ceci est expliqué par l'appartenance des deux essences à la famille des résineux. Les taches blanches visibles dans les images des résineux représentent des cellules de trachéides. On peut clairement observer deux zones sur chaque image, une zone claire où les cellules sont volumineuses et une zone sombre où les cellules sont moins volumineuses que la première. Les trachéides présentes dans la zone la plus claire sont les cellules formées au début de la saison de végétation (le printemps), les autres présentes dans la zone la plus sombre sont les cellules formées en fin de saison de végétation. Cette caractéristique chez les résineux permet facilement de distinguer les cernes du bois dont le nombre représente l'âge de l'arbre. Contrairement au hêtre, la différence de taille entre les trachéides engendre une hétérogénéité dans la structure du sapin et du douglas, mais également, une différence de densité entre les différentes régions d'un même échantillon.

4.4 Densité du bois :

La densité de chaque essence de bois, à l'état anhydre, a été calculée, et les résultats sont présentés dans le tableau 4-1.

Tableau 4-1 : Densité des essences étudiées.

Essence	Masse volumique (Kg/m ³)	Ecart-type
Hêtre	673	1,72
Sapin	319	4,14
Douglas	460	3,01

4.5 Imprégnation du bois avec de la paraffine RT28HC :

4.5.1 Absorption de la paraffine par les trois essences de bois :

Les courbes d'absorption de la paraffine RT 28HC pour les différentes essences de bois étudiées en fonction du temps d'immersion sont représentées dans la figure 4-7. Afin de mieux comparer l'absorption des trois essences de bois, un histogramme présentant le gain de masse (%) en fonction du temps d'immersion (jours) est également tracé et représenté en figure 4-8.

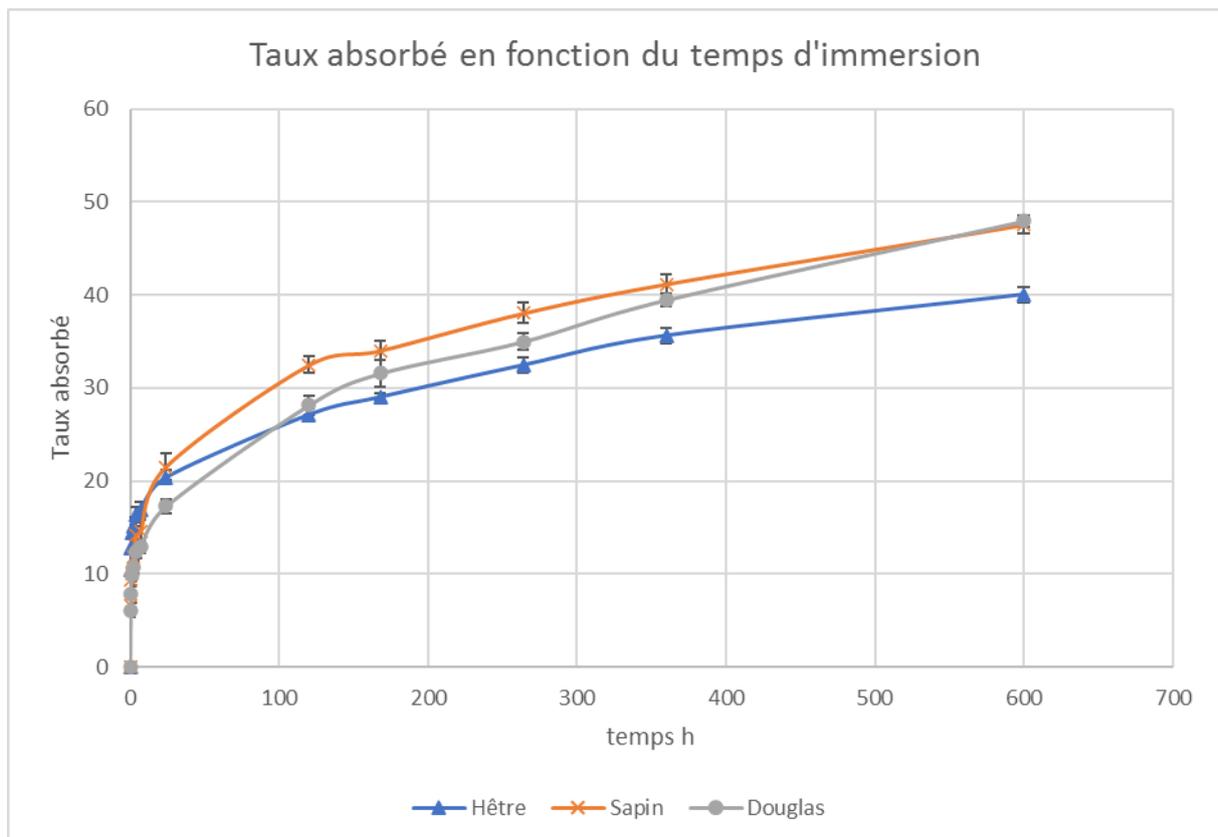


Figure 4-7 : : Gain en masse en fonction du temps d'immersion pour les trois essences étudiées.

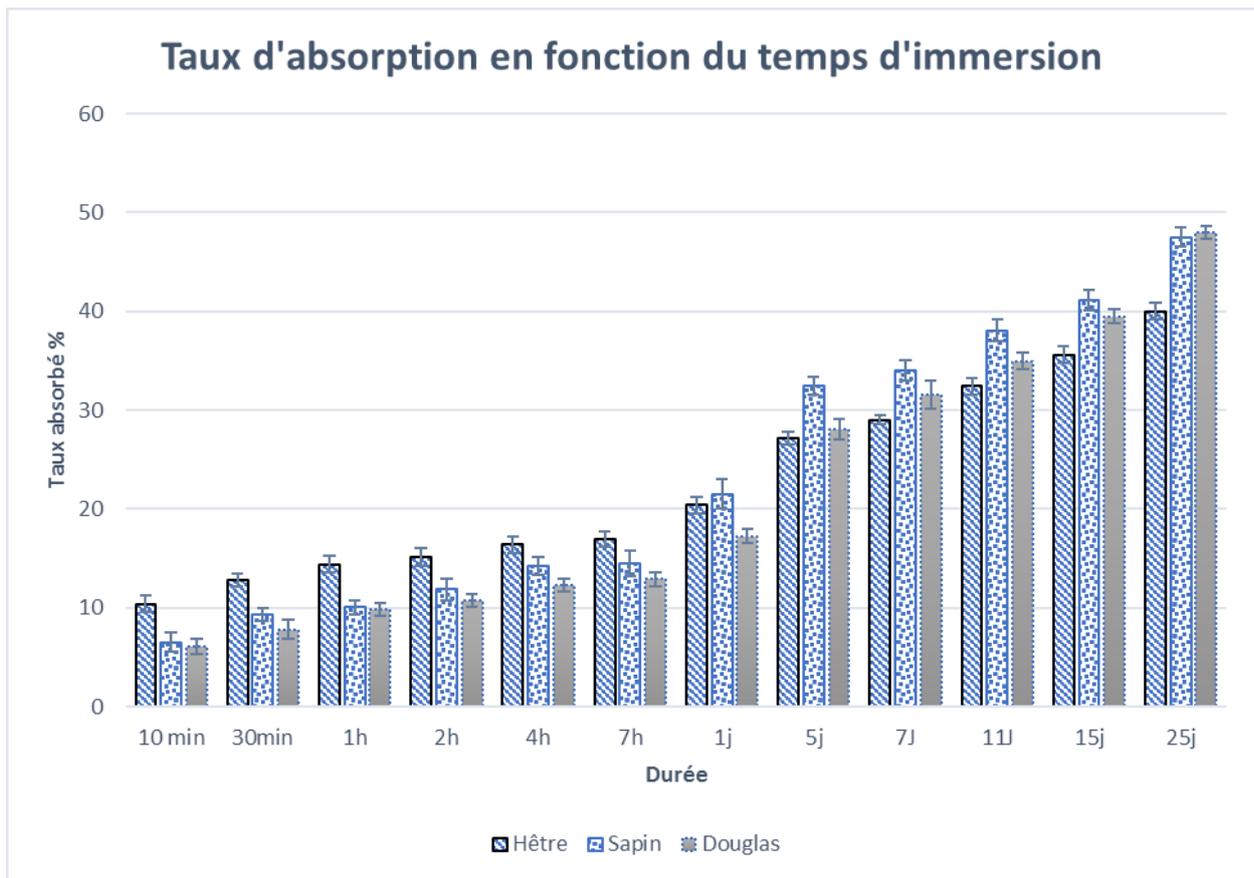


Figure 4-8 : Gain en masse en fonction du temps d'immersion pour les trois essences étudiées.

Les courbes d'absorption de paraffine pour les trois essences de bois sont représentées dans la figure 4-7. Les trois essences de bois étudiées présentent un taux d'absorption initial élevé avec un gain de masse de 20.4% pour le hêtre, 17.18% pour le douglas et 21.5 % pour le sapin au bout d'une journée d'immersion, suivie d'une absorption plus lente dans les étapes ultérieures. Ces échantillons ont présenté un comportement d'absorption similaire à une absorption caractéristique d'eau décrite par Kumar et Flynn [44]. Selon Kumer et Flynn, le schéma d'absorption suggère un processus possible en deux étapes, dans lequel un grand volume de liquide est absorbé rapidement dans les premières heures de contact, tandis qu'un processus beaucoup plus lent continue d'attirer le liquide. Ces résultats sont généralement attribués aux capillaires naturels existant dans le bois, au début les capillaires proches de la surface sont remplis très rapidement, par conséquent, on peut supposer que la concentration de la paraffine est portée à saturation presque instantanément, le mouvement de la paraffine est ensuite limité à l'intérieur du matériau, elle se déplace librement dans les grandes cavités ou

pores mais la présence de bulles d'air à l'intérieur du bois présente une résistance au mouvement du liquide [44].

L'anatomie du hêtre est principalement constituée de vaisseaux et de fibres. Les vaisseaux peuvent être considérés comme de longs tubes communiqués entre eux et avec les fibres par des ponctuations comme expliqué dans une section précédente. Dans le cas des résineux, le douglas et le sapin, l'écoulement des fluides se produit essentiellement à travers les trachéides qui peuvent être aussi considérées comme des tubes. Les différents types de cellules présentes dans le bois sont alors considérés comme des tubes capillaires qui permettent l'absorption des liquides par capillarité. Selon les travaux de Malkov et al, la capillarité est le mécanisme principal d'imprégnation du bois, et la quantité de liquide absorbée dépend principalement de la géométrie et les dimensions des capillarités du bois et donc la structure et la densité des essences [45].

Selon les travaux de Khazaei et al, l'imprégnation du bois est dû principalement à un phénomène de diffusion dont lequel le fluide migre et se propage à travers les capillarités de bois sous l'effet d'un gradient de concentration selon la deuxième loi de FICK indiquée en équation 2-4. La vitesse d'absorption dépend alors de la différence entre la teneur en liquide à la saturation et la teneur en liquide à un moment donné, que l'on appelle la force motrice [46].

L'allure des courbes d'absorption trouvée dans les deux études de Khzaei et al, Malkov et al, sont similaires à l'allure des courbes trouvées dans notre étude, et donc on peut conclure que l'imprégnation du bois par la paraffine est considérée comme un processus de diffusion, qui se produit par la présence d'un gradient de concentration, et de capillarité qui se produit par la présence d'un gradient de pression. L'imprégnation commence par un phénomène de capillarité et se poursuit par une diffusion chimique [35].

Selon l'histogramme indiqué en figure 4-8, on remarque que le gain en masse du hêtre est plus grand que celui du sapin ou du douglas au bout des premières 24 h, ceci est expliqué par le fait que le hêtre est une essence imprégnable selon la norme EN 350-2, et donc la vitesse d'absorption est beaucoup plus grande que celle des deux essences réfractaires, sapin et douglas. En d'autres termes, le hêtre atteint la saturation plus rapidement que les deux autres essences.

Il est clair que le gain en masse des échantillons de sapin et de douglas devient de plus en plus important que celui des échantillons de hêtre avec le temps d'immersion, ceci est probablement lié à la structure de chaque essence et la différence de densité entre les trois essences de bois,

l'essence présentant une faible densité a tendance à avoir le taux le plus grand, par conséquent, selon les résultats du tableau 4-1, le hêtre qui est un bois dur et lourd avec une densité de 673 Kg/m³ possède un gain plus faible que celui le sapin et le douglas qui sont considérés comme des bois légers et mous avec des densités respectives de 460 Kg/m³ et 319 Kg/m³.

4.5.2 Comparaison entre l'imprégnation par immersion et imprégnation par immersion précédé par 1h de vide :

Afin de pouvoir comparer les deux méthodes d'imprégnation, les courbes d'absorption de paraffine RT28HC par immersion, et par immersion après 1h de vide à 0.45 bar sont tracées dans le même graphique et cela pour toutes les essences étudiées, comme montré en figures 4-9, 4-10 et 4-11 pour les essences hêtre, sapin et douglas respectivement.

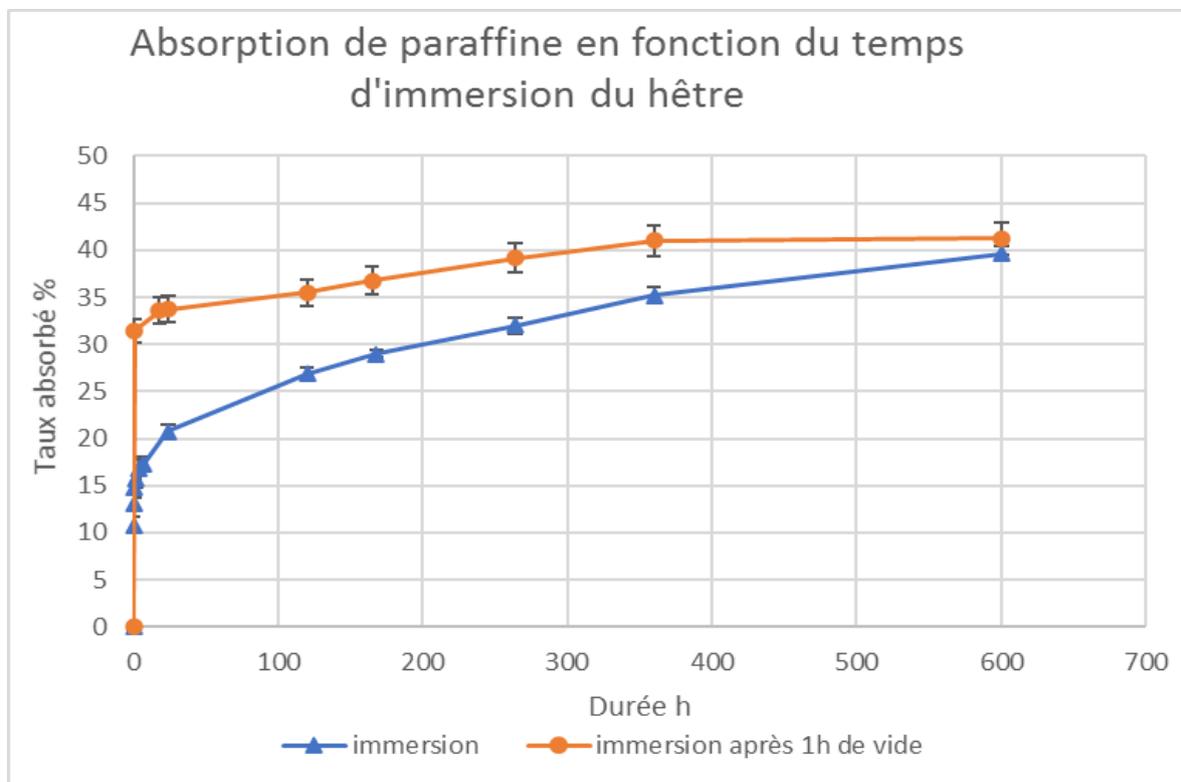


Figure 4-9 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du hêtre

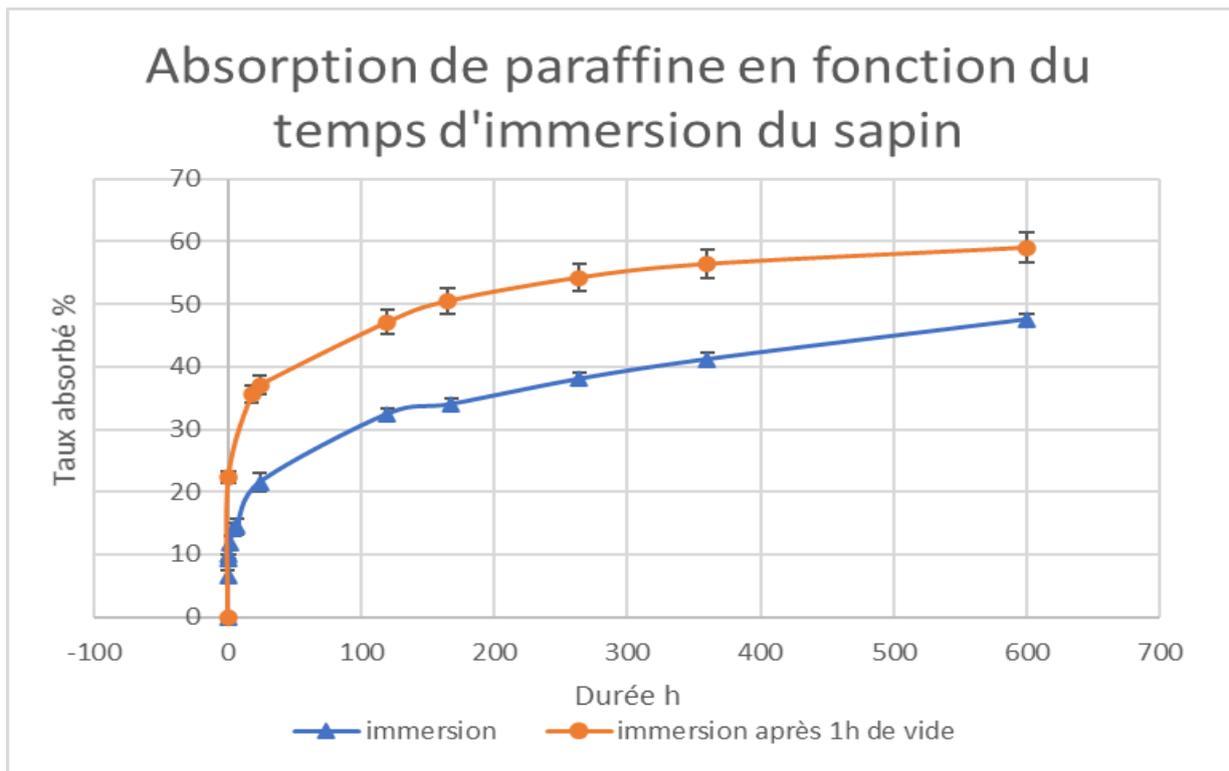


Figure 4-10 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du sapin.

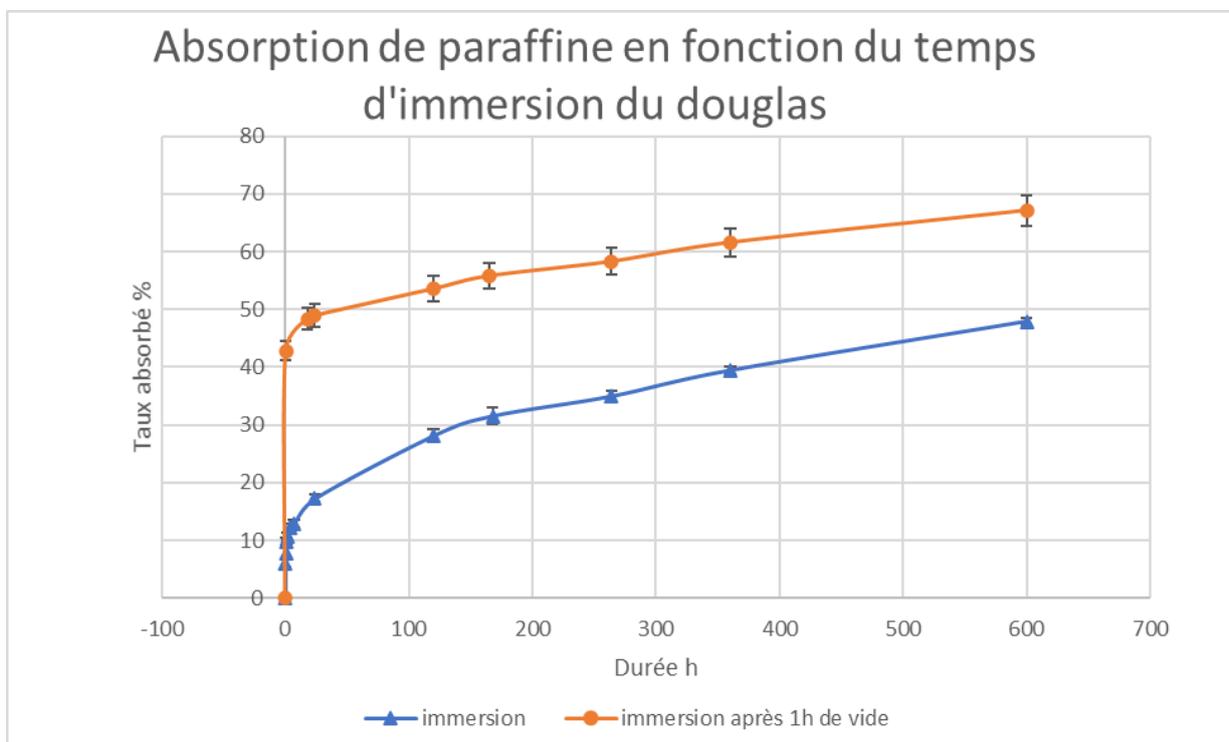


Figure 4-11 : Absorption de paraffine en fonction du temps d'immersion du douglas.

Les courbes présentées dans les figures 4-9, 4-10 et 4-11 présentent le taux de paraffine absorbé en fonction de la durée d'imprégnation par immersion et par immersion après 1h d'application de vide, pour les essences hêtre, sapin et douglas respectivement. On remarque que la vitesse d'absorption de la paraffine est nettement supérieure dans le cas d'une immersion après application d'une heure de vide, et cela est vrai pour toutes les essences étudiées. Après 24h d'immersion, le taux de paraffine absorbé par le hêtre est de 20.7%, alors qu'il est de 33.7% dans le cas d'une immersion précédé par 1 h d'application de vide, la différence est donc de 13 % pour la même durée d'imprégnation.

Comme expliqué précédemment, l'imprégnation est considérée comme un processus d'absorption capillaire et de diffusion chimique. La pression est un paramètre important afin d'augmenter le débit volumique dans un capillaire, selon l'équation de Poiseuille donnant le débit d'un fluide dans un capillaire (équation 2-1). L'application du vide permet d'extraire l'air piégé dans les capillaires du bois et donc faire baisser la pression dans le bois. Lorsque le vide est arrêté, la paraffine se retrouve à la pression atmosphérique, ce qui crée un gradient de pression G_{pe} externe important entre le MCP et le bois qui se trouve en dépression. Le gradient de pression G_p total sera alors la somme du gradient externe G_{pe} et le gradient de pression capillaire G_{pc} : $G_p = G_{pe} + G_{pc}$

Dans le cas d'une imprégnation par immersion, le gradient de pression est uniquement capillaire, donc inférieur à celui retrouvé dans le cas d'une immersion précédée par 1 h de vide, ce qui explique alors les résultats obtenus.

Plus concrètement, l'air existant à l'intérieur des capillarités présente une résistance au mouvement des liquides, son extraction permet d'avoir un chemin libre pour le déplacement de la paraffine dans la structure en bois.

En comparant les courbes d'imprégnation par immersion après 1h de vide, on observe une stabilisation du gain massique du hêtre à partir de 15 jours d'imprégnation (360h), alors que dans le cas du sapin et du douglas le palier n'est pas observé, et la stabilisation n'est pas encore atteinte au bout des 25 jours d'imprégnation. Cela peut être expliqué par la différence d'imprégnabilité des essences étudiées. Le hêtre est classé dans la catégorie 1 et donc il est très imprégnable et atteint la saturation plus rapidement comparant aux deux autres essences, sapin et douglas, qui sont considérées comme des bois réfractaires, elles sont classées dans les catégories 3 et 4 respectivement [36].

4.6 Calcul de la densité énergétique :

La quantité d'énergie que peut stocker ou libérer le matériau composite bois-MCP lors d'un changement de phase, est estimée sous forme d'une densité énergétique, elle est calculée pour chaque échantillon de bois selon la durée d'imprégnation par immersion, pour 24h et 25 jours à partir de l'équation 3-5, les résultats sont indiqués dans le tableau 4-2.

Tableau 4-2 : : les valeurs de la densité énergétique du matériau composite bois-MCP selon la durée d'imprégnation par immersion.

	Hêtre		Sapin		Douglas	
	D*10 ⁽³⁾ KJ	Ecart-type	D*10 ⁽³⁾ KJ	Ecart-type	D*10 ⁽³⁾ KJ	Ecart-type
24 h	35,7	0,43	17	0,97	17	0,52
25 jours	69,2	1,12	37,5	0,89	47	1,14

Les échantillons de bois imprégnés présentent pratiquement le même volume, donc la densité énergétique dépend principalement de la masse de paraffine absorbée, plus la quantité de MCP absorbée est importante plus la densité énergétique du matériau composite est grande, et donc des caractéristiques thermiques de stockage plus intéressantes. Dans le cas du sapin et du douglas, la saturation n'est pas encore atteinte, et donc le bois a tendance à absorber plus de MCP pour une immersion plus prolongée dans le temps.

On peut donc conclure que l'imprégnation du bois par la paraffine améliore les caractéristiques thermiques du bois.

4.7 Caractérisation chimique :

L'absorption de paraffine par le bois, n'indique pas forcément une imprégnation jusqu'au cœur des échantillons, pour cela une analyse chimique du cœur des différents échantillons étudiés est nécessaire afin de savoir la profondeur d'imprégnation.

Des spectres FT-IR de la paraffine, bois non imprégné, bois imprégné par immersion pendant 8 jours analysés au cœur des échantillons (le pourcentage de MCP absorbé est présenté dans le tableau 4-3), sont collectés et analysés. Les figures 4-12, 4-13, 4-14, 4-15, 4-16

représentent les spectres de paraffine, douglas non imprégné, douglas imprégné, hêtre non imprégné et hêtre imprégné respectivement.

Tableau 4-3 : taux de paraffine dans les échantillons analysés par FT-IR

Essence	W (%)
Hêtre	13.4
Sapin	6.4
Douglas	7.8

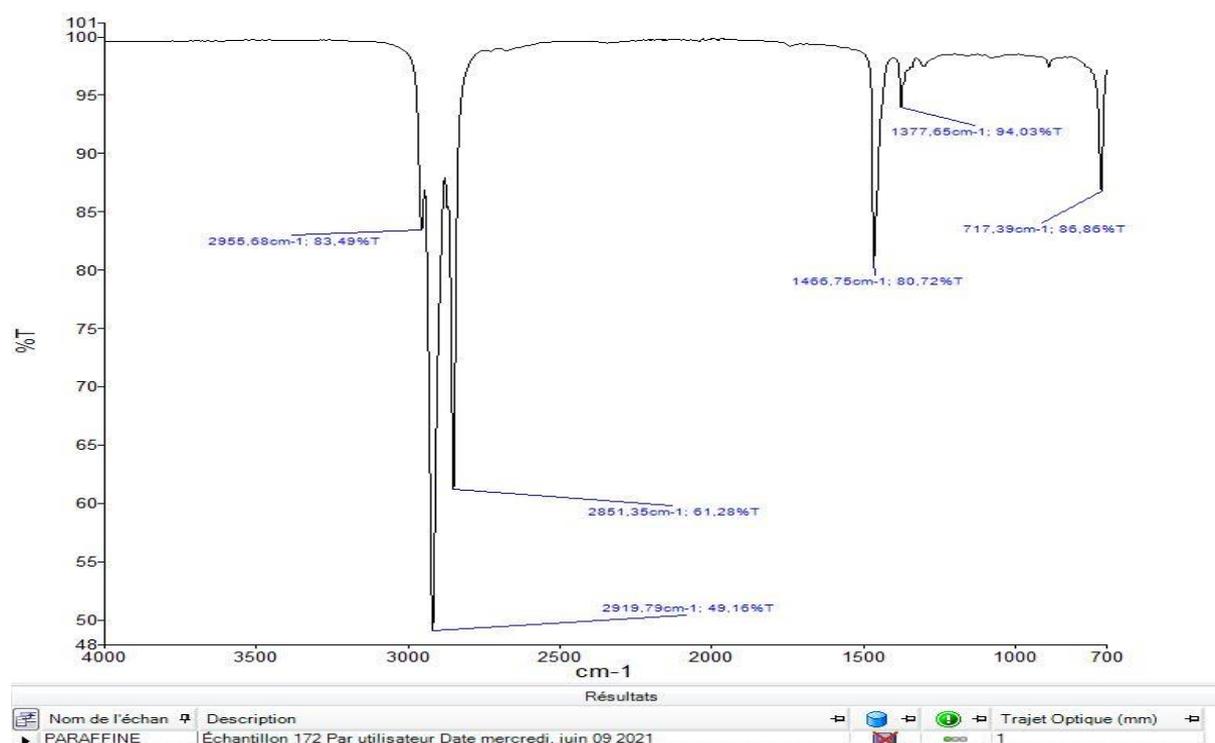


Figure 4-12 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour la paraffine.

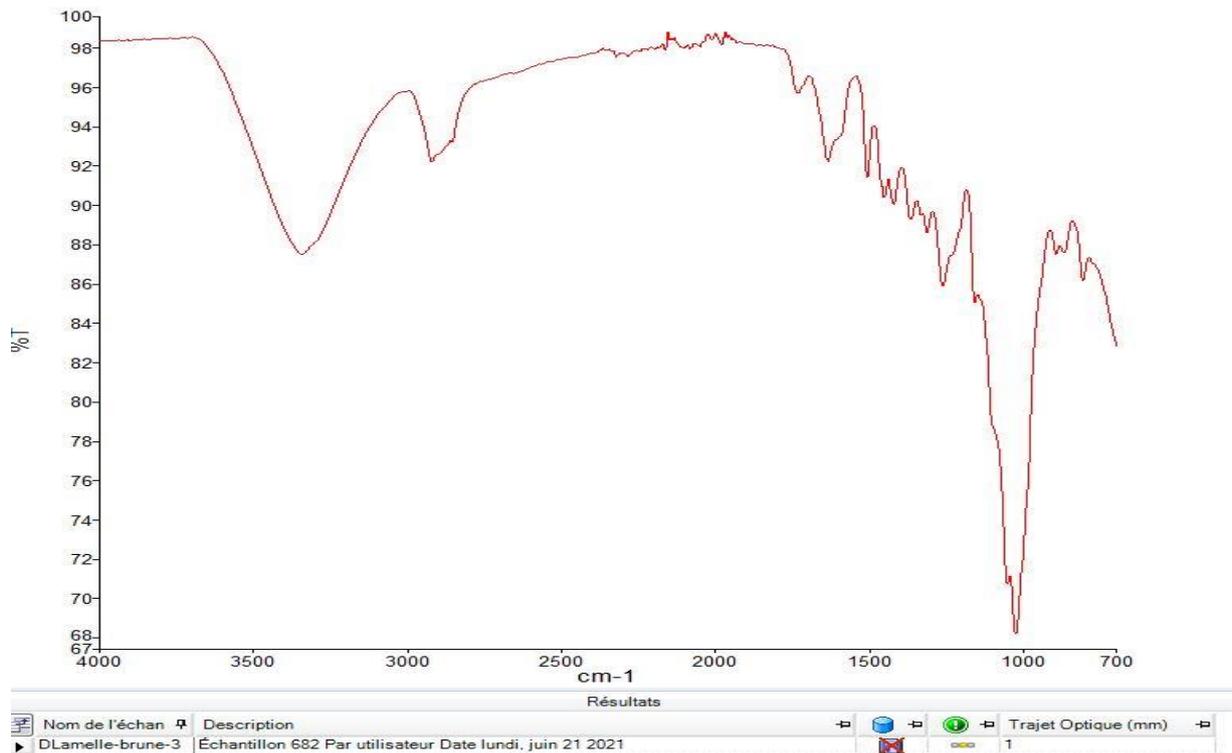


Figure 4-13 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le douglas non imprégné.

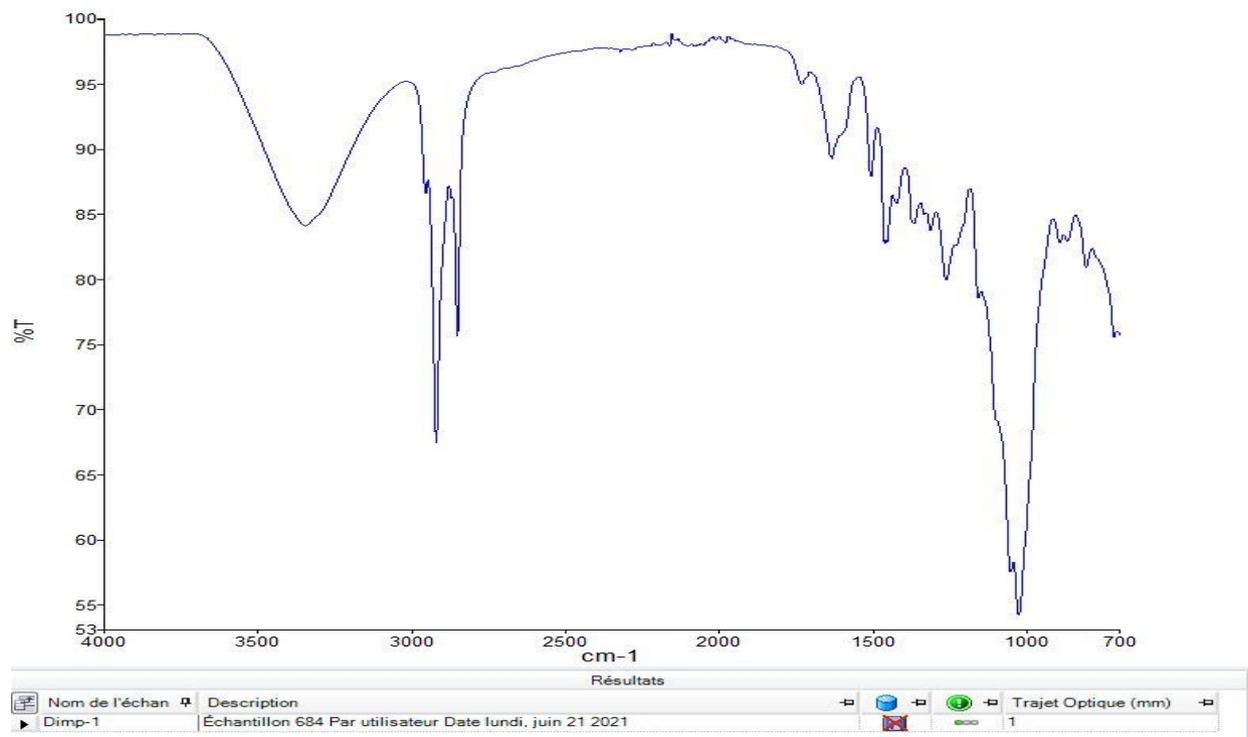


Figure 4-14 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le douglas imprégné.

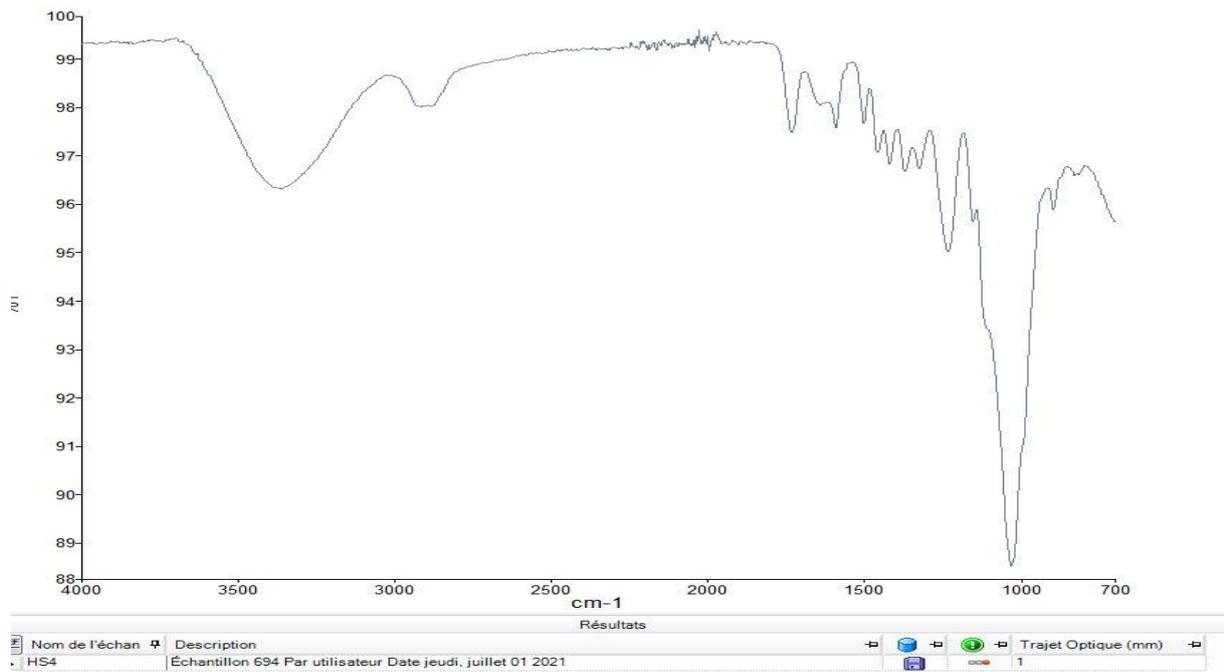


Figure 4-15 : le spectre obtenu par analyse FT-IR pour le hêtre.

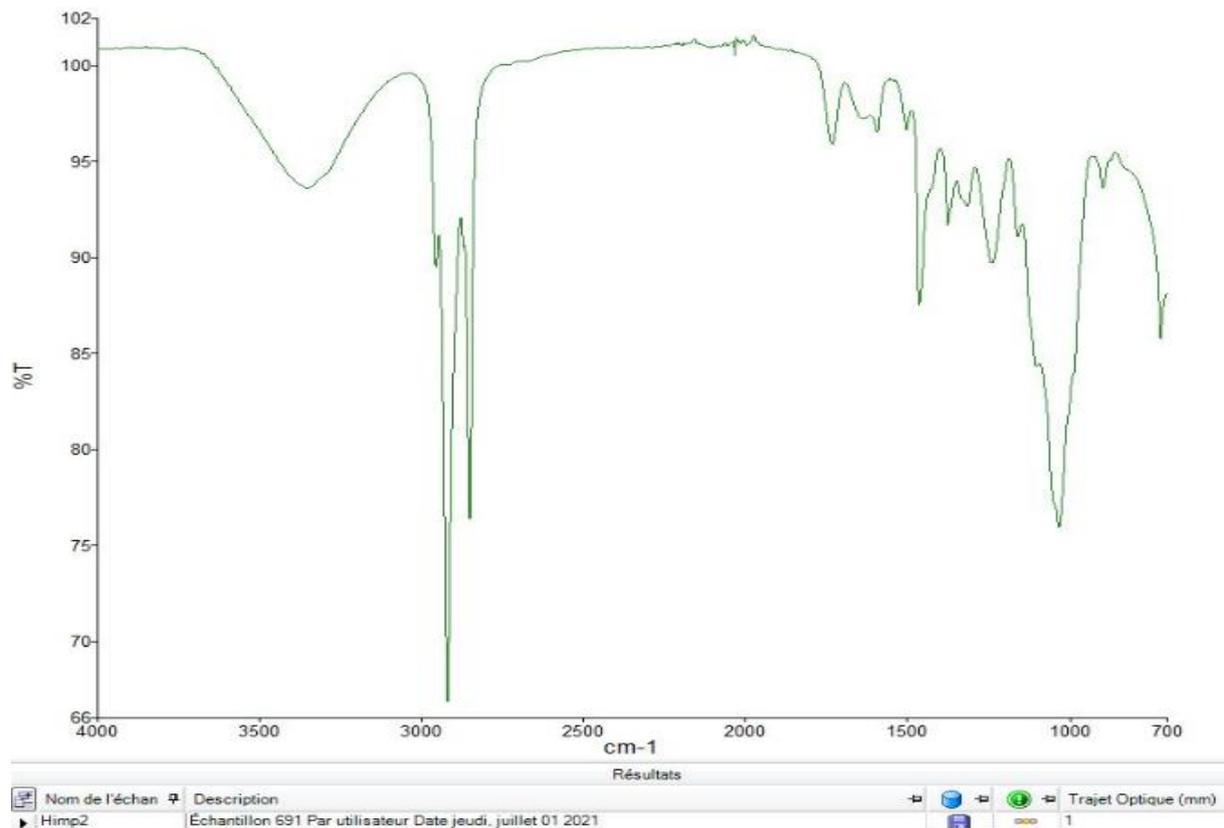


Figure 4-16 : Le spectre obtenu pour le hêtre imprégné.

La comparaison entre les spectres du bois non imprégné et ceux du bois imprégné, montre que l'introduction de la paraffine dans le bois donne lieu à des bandes d'absorption dans les

régions de nombre d'onde entre 2800 et 3000 cm^{-1} , et entre 1400 et 1500 cm^{-1} . Ces bandes correspondent aux groupes méthyle et méthylène de l'hydrocarbure saturé dont la formule moléculaire est $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$, qui n'est rien d'autre que la paraffine RT28 HC, comme montré en figure 4-12. La présence de ces bandes d'absorption au niveau du spectre obtenu dans le cas du bois imprégné montre l'imprégnation du bois par la paraffine RT28HC jusqu'au cœur de nos échantillons au bout de 8 jours d'immersion à 40° C.

D'autre part, par comparaison entre les trois spectres d'absorption, paraffine, bois imprégné et bois non imprégné, on peut remarquer que l'introduction de la paraffine dans le bois donne lieu à des bandes d'absorption correspondant à la paraffine RT28HC uniquement, aucunes nouvelles bandes indiquant l'existence d'un autre élément chimique ne sont apparues, par conséquent, on déduit que la paraffine n'est pas liée chimiquement au bois (pas de formation de liaisons chimiques entre les deux matériaux), des résultats similaires ont été rapportés par Barreneche et al dans leurs études sur un matériau composite à base de bois et de matériau à changement de phase [42].

4.8 Caractérisation thermique par DSC :

4.8.1 Caractérisation thermique de la paraffine :

L'analyse de la paraffine RT 28HC par DSC a permis d'obtenir la courbe indiquée en figure 4-17.

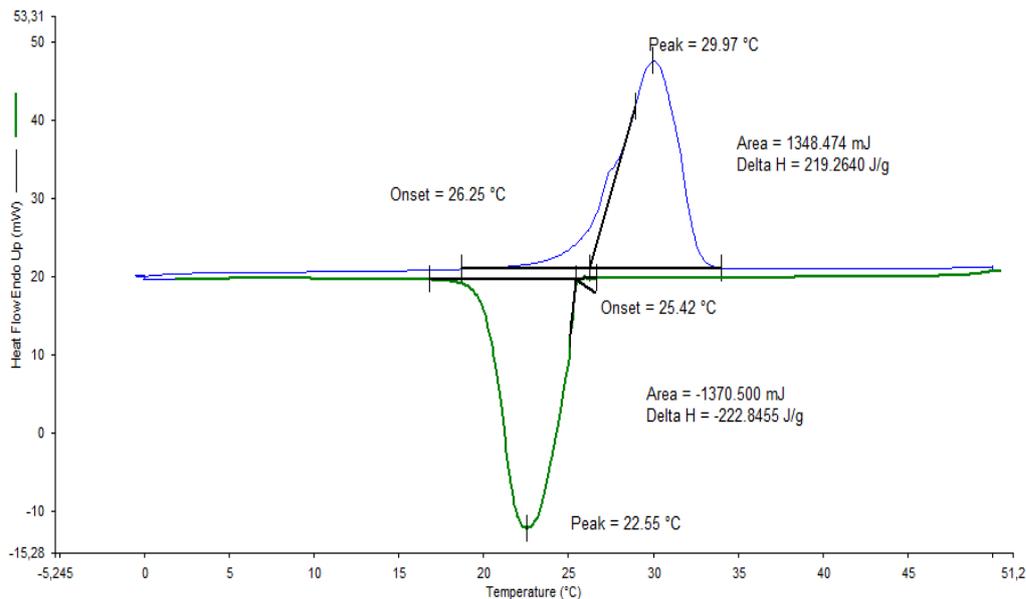


Figure 4-17 : courbe de DSC de la paraffine RT 28 HC.

La courbe DSC de la paraffine présente un pic exothermique de fusion (indiquée en bleu dans la figure 4-17) visible lors du chauffage entre 0°C et 50°C, et un pic endothermique de

solidification (indiquée en vert dans la figure 4-17). Les deux pics sont visibles dans la marge de température de changement de phase de la paraffine RT 28HC.

L'exploitation de la courbe DSC de la paraffine RT 28HC, à l'aide du logiciel Pyris de Perken Elmer, a permis d'obtenir les caractéristiques thermiques du MCP et les comparer aux informations indiquées dans la fiche technique du produit (annexe 1), comme présenté dans le tableau 4-4.

Tableau 4-4: comparaison entre les caractéristiques thermiques obtenues par DSC et celles indiquées dans la fiche technique de la paraffine RT 28HC.

Caractéristique thermique	Résultats expérimentaux	Informations indiquées en fiche technique
Température de fusion °C	26.3	28
Température de solidification °C	25.4	28
Plage de changement de phase pendant la fusion	26-29	27-29
Plage de changement de phase pendant la solidification	23-25	29-27
Degré de surfusion °C	0.8	Non indiqué
Enthalpie de fusion KJ/Kg	220	250
Enthalpie de solidification KJ/Kg	223	250

Selon le tableau 4-4, les caractéristiques thermiques de la paraffine RT28 HC obtenues par analyse DSC sont légèrement différentes de celles indiquées dans la fiche technique du produit, on peut dire qu'il y'a une dégradation dans les propriétés thermiques du MCP, notamment dans la capacité de stockage thermique qui passe de 250 KJ/Kg à 223 KJ/Kg. Cela peut être expliqué par les raisons suivantes :

1. La mauvaise délimitation des pics de fusion et de solidification, ce qui engendre des erreurs de calcul par le logiciel.
2. Présence d'impuretés dans la paraffine ou introduction de d'autre éléments, comme la poussière, ce qui affecte sensiblement les résultats de l'analyse.
3. Le mauvais contact thermique entre la paraffine et la capsule.

4.8.2 Comparaison entre les propriétés thermiques des échantillons étudiés :

Des analyses DSC des échantillons prélevés du cœur des trois essences de bois imprégnés après 8 jours ont été réalisées (le taux de paraffine absorbé par les cubes où les échantillons sont prélevés, sont indiqués dans le tableau 4-3), les courbes DSC obtenues pour chaque échantillon sont représentées par les figures 4-18, 4-19 et 4-20 pour le hêtre, sapin et douglas respectivement.

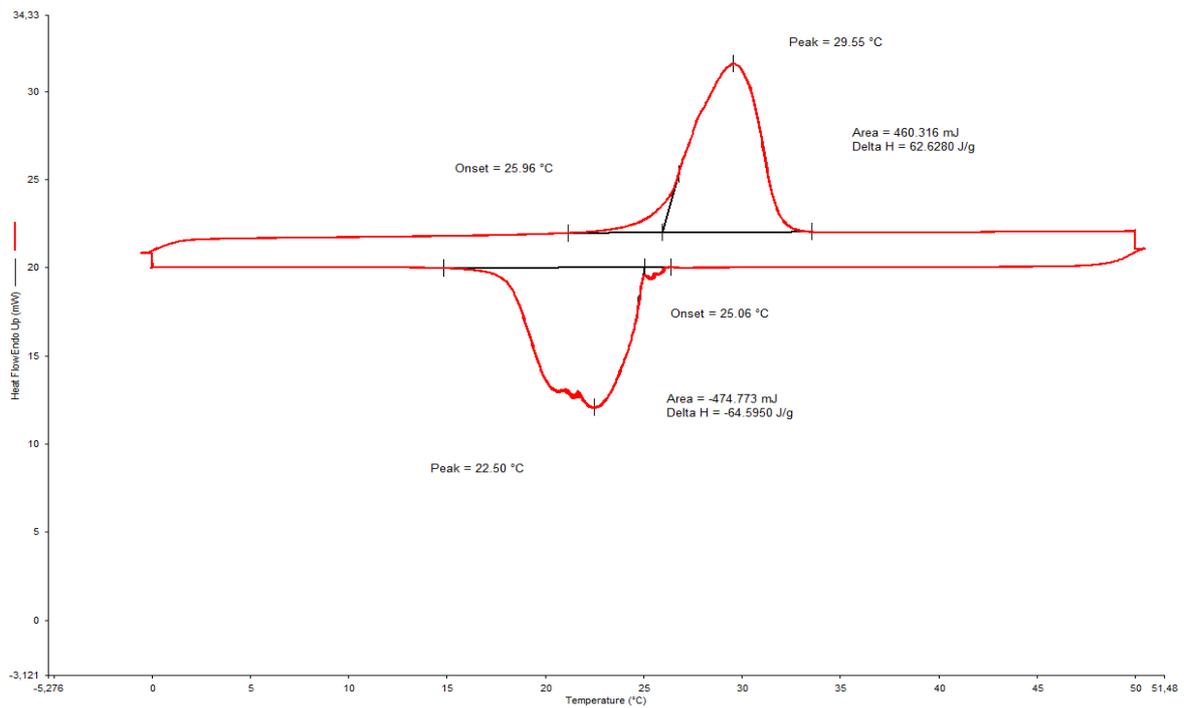


Figure 4-18 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du hêtre imprégné pendant 8 jours.

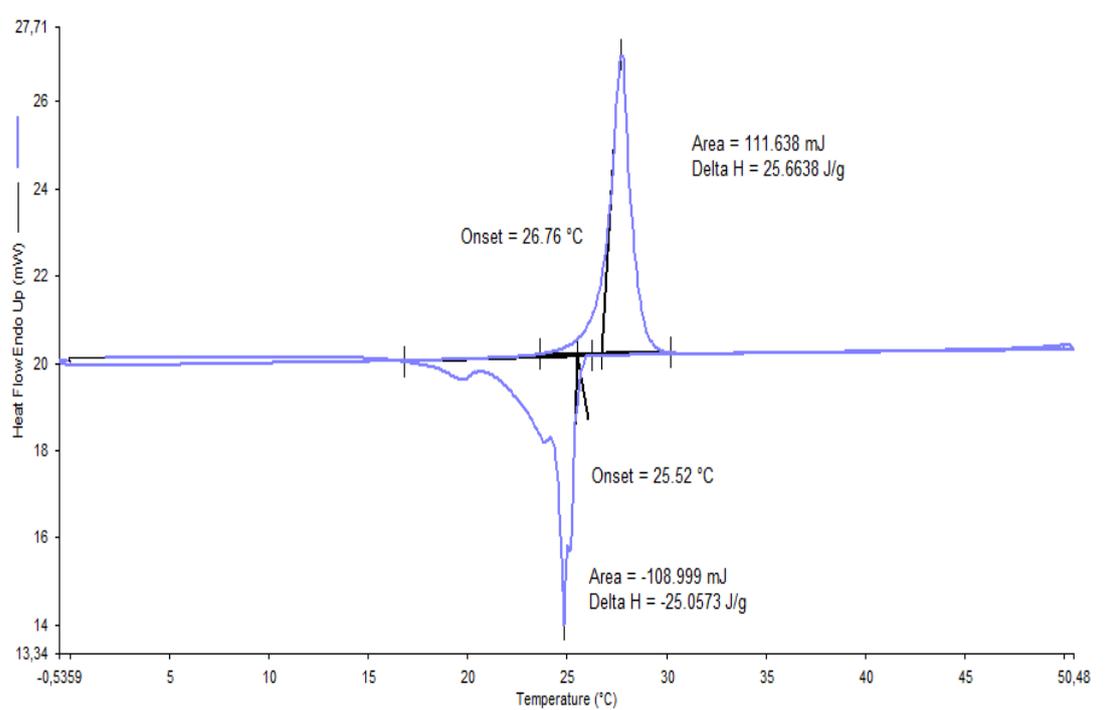


Figure 4-19 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du sapin imprégné pendant 8 jours.

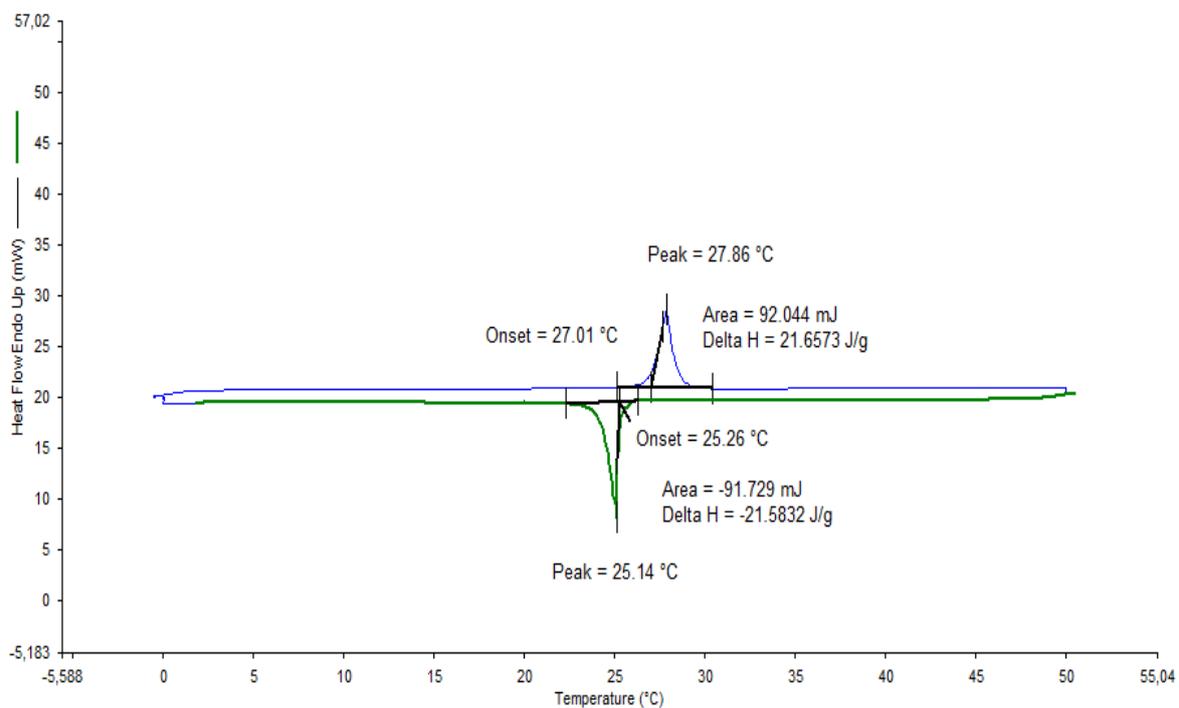


Figure 4-20 : courbe DSC d'un échantillon prélevé du cœur du douglas imprégné pendant 8 jours.

L'exploitation des courbes précédentes a permis d'obtenir les propriétés thermiques des différents échantillons étudiés, ils seront détaillés au fur et à mesure de l'analyse.

Selon les courbes DSC des trois essences imprégnées, on remarque la présence de pics endothermiques de fusion et exothermiques de solidification, où les températures de fusion sont de 26 °C, 26.7 °C et 27 °C correspondant au hêtre, sapin, douglas imprégné respectivement, et les températures de solidification sont de 25 °C, 25.6 °C, 25.3 °C correspondant au hêtre, sapin, douglas imprégné respectivement. Ces températures correspondent aux températures de changement de phase de la paraffine RT28HC présente dans le bois imprégné comme représenté dans le tableau 4-5. Les pics apparus dans les courbes DSC des trois essences imprégnées sont donc les pics endothermiques et exothermiques de changement de phase de la paraffine dans le bois. Les différences de température de changement de phase de la paraffine et la paraffine dans le bois, comme indiqué dans le tableau 4-5, sont dues aux erreurs de calcul et au mauvais contact thermique entre l'échantillon étudié et la capsule.

Tableau 4-5 : les températures de changement de phase des échantillons étudiés.

	Température de fusion °C	Température de solidification °C
Paraffine	26.3	25.4
Hêtre imprégné	26	25.1
Sapin imprégné	26.7	25.5
Douglas imprégné	27	25.3

Dans le cas des courbes DSC du hêtre et du sapin imprégnés, on observe plusieurs pics exothermiques, cela peut être expliqué par l'un des phénomènes suivants :

- La solidification de deux populations différentes, qui se traduit par l'existence de d'autres éléments étrangers.
- La présence de deux transitions, le premier pic correspond à une transition liquide-solide, et le second, appelé pic secondaire, peut représenter une transition solide-solide. Ce phénomène est observé dans le cas d'une cristallisation d'un polymère représentant plusieurs transitions.

4.8.3 La quantité d'énergie stockée dans le bois imprégné :

L'exploitation des courbes DSC des échantillons étudiés (figures 4-17,4-18, 4-19 et 4-20), a permis de calculer la valeur de la chaleur latente de chaque échantillon, les résultats sont détaillés dans le tableau 4-6.

Tableau 4-6 : Enthalpie de changement de phase des matériaux étudiés.

	Enthalpie de fusion KJ/Kg	Enthalpie de solidification KJ/Kg
Paraffine RT28 HC	220	-223
Hêtre imprégné	62.6	-64.6
Sapin imprégné	25.6	-25
Douglas imprégné	21.6	-21.6

On remarque que les valeurs d'enthalpie de changement de phase varient selon les échantillons analysés. L'échantillon de hêtre imprégné présente une capacité de stockage plus grande que les échantillons de sapin et de douglas. Les travaux de Barreneche et al sur un matériau composite à base de bois et de matériau à changement de phase ont montré que la capacité de stockage du matériau élaboré croit considérablement avec la quantité de MCP [42]. A partir de ces résultats, on peut conclure que cette différence d'enthalpie entre les trois essences de bois imprégné dépend largement de la quantité de paraffine présente dans les échantillons analysés, l'échantillon de hêtre présente une quantité de paraffine plus importante que celle du sapin ou de douglas, cela peut être expliqué par la différence entre l'imprégnabilité des essences étudiées, le hêtre est classé dans la catégorie 1, il est très imprégnable et donc absorbe plus rapidement jusqu'au cœur des échantillons comparant aux deux autres essences, sapin et douglas, qui sont considérés comme des bois réfractaires, l'imprégnation est beaucoup plus lente ils sont classés dans les catégories 3 et 4 respectivement, l'imprégnation est donc beaucoup plus lente [44].

Il est important de signaler que le matériau imprégné, le bois, est très hétérogène et anisotrope, la densité et la taille des pores diffèrent largement d'une région à une autre et selon les directions détaillées dans des sections précédentes, des raisons qui engendrent une répartition hétérogène de la paraffine dans le bois, et donc des capacités de stockage très variantes d'une région à une autre dans le même échantillon.

Finalement, l'imprégnation du bois avec de la paraffine RT 28HC améliore considérablement ses propriétés thermiques.

4.9 Prise d'humidité :

La figure 4-21 représente les résultats du test d'absorption d'eau des échantillons de hêtre non imprégnés et imprégnés avec 41% de paraffine. La hauteur des barres verticales indique un écart-type de la variabilité des résultats.

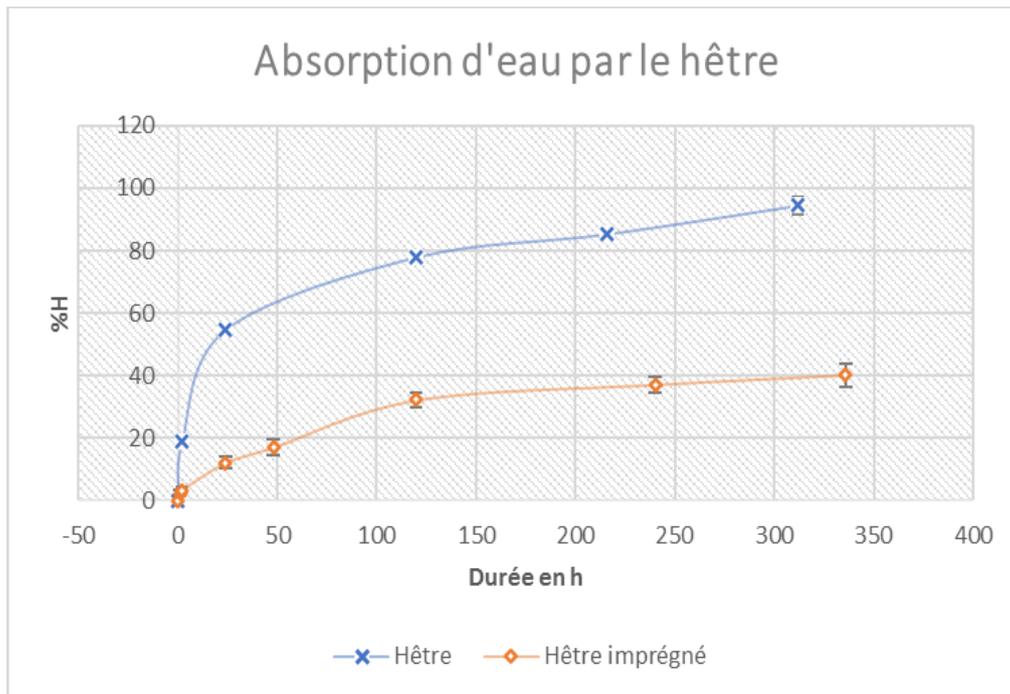


Figure 4-21 : Courbe d'absorption du hêtre en fonction du temps.

La figure 4-21 montre que les échantillons de bois bruts présentent un pourcentage d'absorption d'eau plus élevé que le bois imprégné à 41%. Comme expliqué dans une section précédente, le bois brut étant sec et non imprégné a tendance à absorber l'eau et la stocker dans un premier temps au niveau des parois cellulaires en se fixant sur les groupements chimiques hydroxyles des sites hydrophiles des molécules de celluloses et d'hémicelluloses par formation de liaisons d'hydrogène, dans un second temps, l'eau est absorbée par les cellules qui sont considérées comme des tubes capillaires. Contrairement au bois brut, une partie de ces sites de fixation d'eau sont remplies avec de la paraffine RT28HC, c'est ce qui explique la réduction considérable dans le taux d'absorption.

L'imprégnation du bois avec de la paraffine réduit l'hydrophilie du bois et donc améliore sa résistance à l'absorption d'eau. Des résultats similaires ont été trouvés par Islam et al dans leurs études de l'imprégnation du bois avec de l'alcool polyvinylique [47].

4.10 Stabilité dimensionnelle :

La figure 4-22 représente les résultats du test de stabilité dimensionnelle des échantillons de hêtre non imprégnés et imprégnés avec 41% de paraffine. La hauteur des barres verticales indique un écart-type de la variabilité des résultats.

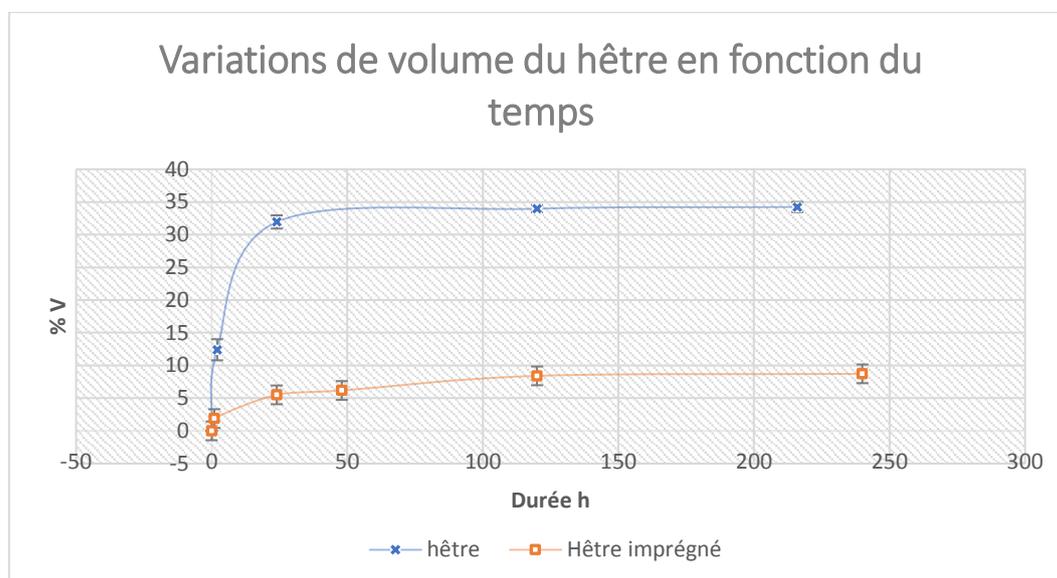


Figure 4-22 : Variation du coefficient de gonflement volumétrique du hêtre en fonction du temps.

La figure 4-22 indique que le coefficient de gonflement volumétrique du hêtre croît fortement pendant les premières 24 heures d'immersion pour atteindre un palier. Au début de l'immersion, l'eau absorbée est stockée au niveau des parois cellulaires sous forme d'eau liée, et plus précisément sur les sites hydrophiles des molécules de celluloses et d'hémicelluloses par formation de liaisons d'hydrogène, ceci engendre l'éloignement des chaînes de celluloses et d'hémicelluloses les unes des autres, ce qui produit le gonflement du bois. Lorsque le bois atteint le point de saturation des fibres, l'eau se stocke au niveau des cellules sous forme d'une eau libre non liée à la structure du bois, elle ne produit aucune variation dans le volume, ce qui explique la stabilisation du coefficient de gonflement après 24 heures. La figure 4-22 indique également que le coefficient de gonflement volumique des échantillons de bois bruts est beaucoup plus élevé que celui du composite bois-MCP. Selon plusieurs travaux de recherche, la raison principale est attribuée à la réduction de l'hydrophilie du bois [47].

En conclusion, la stabilité dimensionnelle du bois est grandement améliorée par l'imprégnation avec de la paraffine RT28 HC.

4.11 Conclusion :

La comparaison entre les deux procédés d'imprégnation, a révélé que l'application du vide avant immersion affecte positivement la pénétration de la paraffine dans le bois, en raison de l'élimination d'une quantité d'air emprisonnée à l'intérieur des pores.

La comparaison entre l'imprégnation des trois essences étudiées, a montré que l'absorption des liquides dépend de l'imprégnabilité de l'espèce et de sa densité. Un bois de faible densité présente un gain en masse W (%) plus grand qu'un bois de grande densité. L'imprégnabilité du bois indique une absorption plus rapide, et donc une essence imprégnable atteint la saturation plus rapidement qu'une essence réfractaire.

La caractérisation chimique par analyse FTIR, a montré d'une part l'existence de la paraffine à des profondeurs importantes des échantillons de bois au bout de 8 jours d'immersion à 40 °C, d'autre part, aucune nouvelle bande d'absorption n'apparaît, et donc, on a supposé que les MCP ne sont pas chimiquement liés au bois.

L'imprégnation du bois avec de la paraffine améliore considérablement les propriétés thermiques du bois. Le composite possède une certaine capacité de stockage thermique selon la quantité de paraffine présente dans la région analysée. L'hétérogénéité de la structure et la différence de densité, engendrent une hétérogénéité des propriétés thermiques dans le même échantillon de bois.

Selon les résultats des tests d'humidité et de stabilité dimensionnelles, l'imprégnation du bois avec de la paraffine améliore non seulement ses propriétés thermiques, mais également sa résistance à l'absorption d'eau et sa stabilité dimensionnelles.

Conclusion générale

Conclusion générale :

Le bois est un matériau naturel utilisé dans la construction depuis des millénaires pour ses nombreux avantages. En revanche, c'est un matériau très sensible à la température, il représente une faible masse thermique et donc un coût énergétique pour maintenir le confort intérieur. Dans cette optique, les MCP permettent de stocker une grande quantité de chaleur latente pour une faible masse ou volume. L'objectif principal de l'étude réalisée dans ce travail est l'élaboration d'un nouveau matériau composite à base de bois et de matériau à changement de phase, ayant pour objectif, l'amélioration des propriétés thermiques du bois.

Dans un premier temps, le choix du bois est porté sur deux résineux et un feuillu. Les images prises au microscope optique ont montré une large différence dans la structure des essences étudiées, mais également, une distribution hétérogène des cellules de taille et de forme très variée selon les saisons, ce qui engendre une différence de densité d'une région à une autre au sein du même échantillon de bois.

Deux méthodes ont été adoptées pour l'imprégnation du bois, une immersion simple, et une immersion précédée par un vide d'une heure à 0.45 bar. La comparaison entre les deux procédés d'imprégnation a révélé que l'application du vide avant immersion affecte positivement la pénétration de la paraffine dans le bois, en raison de l'élimination d'une quantité d'air emprisonnée à l'intérieur des pores.

La comparaison entre l'imprégnation des trois essences étudiées, a montré que l'absorption des liquides dépend de l'imprégnabilité de l'espèce et de sa densité. Un bois de faible densité présente un gain en masse W (%) plus grand qu'un bois de grande densité. L'imprégnabilité du bois indique une absorption plus rapide, et donc une essence imprégnable atteint la saturation plus rapidement qu'une essence réfractaire.

La caractérisation chimique par analyse FTIR, a montré d'une part l'existence de la paraffine à des profondeurs importantes des échantillons de bois au bout de 8 jours d'immersion à 40 °C, d'autre part, aucune nouvelle bande d'absorption n'apparaît, et donc, on a supposé que les MCP ne sont pas chimiquement liés au bois.

L'imprégnation du bois avec de la paraffine améliore considérablement les propriétés thermiques du bois. Le composite possède une certaine capacité de stockage thermique selon la quantité de paraffine présente dans la région analysée. L'hétérogénéité de la structure et la

différence de densité, engendrent une hétérogénéité des propriétés thermiques dans le même échantillon de bois.

Selon les résultats des tests d'humidité et de stabilité dimensionnelles, l'imprégnation du bois avec de la paraffine améliore non seulement ses propriétés thermiques, mais également sa résistance à l'absorption d'eau et sa stabilité dimensionnelles, qui représentent deux paramètres importants dans n'importe quel matériau de construction.

Au final, l'étude de l'imprégnation du bois avec de la paraffine reportée dans ce manuscrit, a révélé des résultats très prometteurs pour un nouveau matériau pouvant basculer le pic de consommation énergétique dans le monde. Par conséquent, les études sur ce matériau doivent être plus approfondies et plus détaillées par d'autres travaux pouvant répondre à certaines questions dont la réponse n'est pas reportée dans cette étude, mais également améliorer sa qualité afin de pouvoir l'intégrer dans nos bâtiments du futur.

References bibliographiques

- [1] A. M. Mohammed, A. Elnokaly, et A. M. M. Aly, « Empirical investigation to explore potential gains from the amalgamation of phase changing materials (PCMs) and wood shavings », *Energy Built Environ.*, juill. 2020, doi: 10.1016/j.enbenv.2020.07.001.
- [2] A. Torres, J. Brandt, K. Lear, et J. Liu, « A looming tragedy of the sand commons », *Science*, vol. 357, n° 6355, p. 970-971, 2017.
- [3] A. Allouhi, Y. El Fouih, T. Kousksou, A. Jamil, Y. Zeraoui, et Y. Mourad, « Energy consumption and efficiency in buildings: current status and future trends », *J. Clean. Prod.*, vol. 109, p. 118-130, 2015.
- [4] B. Zalba, J. M. Marin, L. F. Cabeza, et H. Mehling, « Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications », *Appl. Therm. Eng.*, vol. 23, n° 3, p. 251-283, 2003.
- [5] J. Li, P. Xue, W. Ding, J. Han, et G. Sun, « Micro-encapsulated paraffin/high-density polyethylene/wood flour composite as form-stable phase change material for thermal energy storage », *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 93, n° 10, p. 1761-1767, oct. 2009, doi: 10.1016/j.solmat.2009.06.007.
- [6] N. Heeren, C. L. Mutel, B. Steubing, Y. Ostermeyer, H. Wallbaum, et S. Hellweg, « Environmental Impact of Buildings □ What Matters? », *Environ. Sci. Technol.*, vol. 49, n° 16, p. 9832-9841, 2015.
- [7] D. Mathis, « Développement de nouveaux matériaux de haute inertie thermique à base de bois et matériaux à changement de phase biosourcés », Université LAVAL, Canada, 2019.
- [8] K. Merlin, « Caractérisation thermique d'un matériau à changement de phase dans une structure conductrice », PhD Thesis, Nantes, 2016.
- [9] A. Soupart-Caron, « Stockage de chaleur dans les matériaux à changement de phase », Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes (ComUE), 2015.
- [10] F. Boudali Errebai, « Utilisation des matériaux à changement de phase pour une meilleure efficacité énergétique dans le bâtiment », PhD Thesis, Université USTHB, Algérie, 2019.

- [11] S. Drissi, « Développement de nouveaux bétons ”accumulateurs d’énergie” investigations expérimentale, probabiliste et numérique du comportement thermique », PhD Thesis, Paris Est, 2015.
- [12] M. Jadal, « Caractérisation thermique d’un échangeur-stockeur constitué d’un matériau à changement de phase dans une structure conductrice », PhD Thesis, Université de Nantes, 2020.
- [13] J. M. Delgado, J. C. Martinho, A. V. Sá, A. S. Guimarães, et V. Abrantes, « Thermal Energy Storage with Phase Change Materials: A Literature Review of Applications for Buildings Materials », 2018.
- [14] S. Himran, A. Suwono, et G. A. Mansoori, « Characterization of alkanes and paraffin waxes for application as phase change energy storage medium », *Energy Sources*, vol. 16, n° 1, p. 117-128, 1994.
- [15] S. D. Sharma, D. Buddhi, et R. L. Sawhney, « Accelerated thermal cycle test of latent heat-storage materials », *Sol. Energy*, vol. 66, n° 6, p. 483-490, 1999.
- [16] M. M. Kenisarin, « High-temperature phase change materials for thermal energy storage », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 14, n° 3, p. 955-970, 2010.
- [17] A. Sharma, V. V. Tyagi, C. R. Chen, et D. Buddhi, « Review on thermal energy storage with phase change materials and applications », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 13, n° 2, p. 318-345, 2009.
- [18] R. K. Sharma, P. Ganesan, V. V. Tyagi, H. S. C. Metselaar, et S. C. Sandaran, « Developments in organic solid–liquid phase change materials and their applications in thermal energy storage », *Energy Convers. Manag.*, vol. 95, p. 193-228, 2015.
- [19] S. E. Ango, « Contribution au stockage d’énergie thermique en bâtiment : développement d’un système actif à matériaux à changement de phase », PhD Thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2011.
- [20] M. A. Akretche, « Etude des matériaux à changement de phase pour le stockage d’énergie », PhD Thesis, Université USTHB, Algérie, 2014.
- [21] D. Zhou, C.-Y. Zhao, et Y. Tian, « Review on thermal energy storage with phase change materials (PCMs) in building applications », *Appl. Energy*, vol. 92, p. 593-605, 2012.

- [22] F. Kuznik, D. David, K. Johannes, et J.-J. Roux, « A review on phase change materials integrated in building walls », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 15, n° 1, p. 379-391, 2011.
- [23] S. A. Memon, « Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 31, p. 870-906, 2014.
- [24] M. Martinelli, « Stockage d'énergie thermique par changement de phase–Application aux réseaux de chaleur », PhD Thesis, Université Grenoble Alpes, 2016.
- [25] S. Hannouz, « Développement d'indicateurs pour la caractérisation mécanique et la durabilité des bois traités thermiquement », PhD Thesis, Paris, ENSAM, 2014.
- [26] M.-C. TROUY et P. TRIBOULOT, « Matériau bois - Structure et caractéristiques », Ref: TIP590WEB - « Bois et papiers », juill. 10, 2019. <https://www-techniques-ingenieur-fr>.
- [27] L. Agred et S. Amokrane, « Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC/roseau commun. », PhD Thesis, Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [28] P. Navi et F. Heger, « Comportement thermo-hydrromécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures ». PPUR presses polytechniques, 2005.
- [29] T. Ben'MBarek, « Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC' », PhD Thesis, Pau, 2011.
- [30] M.-C. TROUY et P. TRIBOULOT, « Matériau bois - Structure et caractéristiques », Ref: TIP253WEB - « Les superstructures du bâtiment », juill. 10, 2019. <https://www-techniques-ingenieur-fr>.
- [31] K. ALMI, « Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie. », PhD Thesis, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018.
- [32] M. Ragoubi, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne », PhD Thesis, Nancy 1, 2010.
- [33] M. Frias de Albuquerque, « Étude paramétrique d'un procédé d'imprégnation des bois feuillus », 2021.

- [34] J. Damay, « Développement de nouveaux traitements du bois basés sur le procédé d'imprégnation axiale », PhD Thesis, Université de Lorraine, 2014.
- [35] X. Jiang, « Étude du mécanisme d'imprégnation chimique du bois », PhD Thesis, Université du Québec à Trois-Rivières, 2005.
- [36] M. RAYZAL, « Guide de la préservation du bois ». Paris.
- [37] P. COGNARD, « collage du bois, colle et adhésifs et leurs caractéristiques - Recherche Google », Technique de l'ingénieur, 2005.
- [38] C. Sales, « Le séchage des bois tropicaux : 1re partie : La théorie du séchage et le séchage à l'air », 1979.
- [39] L. F. Cabeza, A. Castell, C. Barreneche, A. de Gracia, et A. I. Fernández, « Materials used as PCM in thermal energy storage in buildings: A review », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 15, n° 3, p. 1675-1695, avr. 2011.
- [40] S.-G. Jeong, J. Jeon, J. Seo, J.-H. Lee, et S. Kim, « Performance evaluation of the microencapsulated PCM for wood-based flooring application », *Energy Convers. Manag.*, vol. 64, p. 516-521, déc 2012.
- [41] X. Guo, J. Cao, Y. Peng, et R. Liu, « Incorporation of microencapsulated dodecanol into wood flour/high-density polyethylene composite as a phase change material for thermal energy storage », *Mater. Des.*, vol. 89, p. 1325-1334, janv. 2016.
- [42] C. Barreneche, J. Vecstaudza, D. Bajare, et A. I. Fernandez, « PCM/wood composite to store thermal energy in passive building envelopes », *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 251, p. 012111, oct. 2017, doi: 10.1088/1757-899X/251/1/012111.
- [43] J. Liang, L. Zhimeng, Y. Ye, W. Yanjun, L. Jingxin, et Z. Changlin, « Fabrication and characterization of fatty acid/wood-flour composites as novel form-stable phase change materials for thermal energy storage », *Energy Build.*, vol. 171, p. 88-99, juill. 2018, doi: 10.1016/j.enbuild.2018.04.044.
- [44] A. Kumar et P. C. Flynn, « Uptake of fluids by boreal wood chips: Implications for bioenergy », *Fuel Process. Technol.*, vol. 87, n° 7, p. 605-608, 2006.
- [45] S. Malkov, P. Tikka, et J. Gullichsen, « Towards complete impregnation of wood chips with aqueous solutions », *Pap. Ja Puu—Paper Timber*, vol. 83, n° 8, p. 468-473, 2001.

[46] J. Khazaei, « WATER ABSORPTION CHARACTERISTICS OF THREE WOOD VARIETIES », p. 12, nov. 2007.

[47] M. S. Islam, S. Hamdan, M. R. Rahman, I. Jusoh, et N. F. Ibrahim, « Dynamic Young's modulus and dimensional stability of Batai tropical wood impregnated with polyvinyl alcohol », J. Sci. Res, vol. 2, n° 2, p. 227-236, 2010.

Data sheet



RT28HC



RUBITHERM® RT is a pure PCM, this heat storage material utilising the processes of phase change between solid and liquid (melting and congealing) to store and release large quantities of thermal energy at nearly constant temperature. The RUBITHERM® phase change materials (PCM's) provide a very effective means for storing heat and cold, even when limited volumes and low differences in operating temperature are applicable.

Properties for RT-line:

- high thermal energy storage capacity
- heat storage and release take place at relatively constant temperatures
- no supercooling effect, chemically inert
- long life product, with stable performance through the phase change cycles
- melting temperature range between -9 °C and 100 °C available

The most important data:

Typical Values

Melting area	27-29	[°C]
	main peak: 28	
Congeaing area	29-27	[°C]
	main peak: 27	
Heat storage capacity ± 7,5%	250	[kJ/kg]*
Combination of latent and sensible heat in a temperatur range of 21°C to 36°C.	70	[Wh/kg]*
Specific heat capacity	2	[kJ/kg·K]
Density solid at 15°C	0,88	[kg/l]
Density liquid at 40°C	0,77	[kg/l]
Heat conductivity (both phases)	0,2	[W/(m·K)]
Volume expansion	12,5	[%]
Flash point	165	[°C]
Max. operation temperature	50	[°C]

