REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MÉDÉA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie Mécanique
Spécialité : Energétique

Amélioration des caractéristiques d'isolation du Liège sous l'effet de la direction

Présenté par

Bilal GATFAOUI
Abdelatif KADRI

Proposé et Dirigé par

Dr. Tayeb KERMEZLI

Promotion 2019/2020

Dédicace

Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect, la reconnaissance, c'est tout simplement que : Je dédie cette thèse de master à :

A Ma tendre Mère MESOUDA : Tu représentes pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.

A Mon très cher Père Mokhtar : Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail et le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation le long de ces années.

A mon cher frère : mohamed.

A mes sœurs : Ahlam et Somia.

A tous les membres de ma promotion.

A tous mes enseignants depuis mes premières années d'études.

A tous ceux qui me sens chers et que j'ai omis de citer.

Remerciement

Mes remerciements s'adressent à :

Monsieur le Dr. Tayeb KARMEZLI. Pour l'attention et la disponibilité dont il a su faire preuve au cours de ces années de thèse. Je voudrai également remercier les membres de mon jury pour avoir accepté d'évaluer mon travail de recherche et pour l'honneur qu'ils m'ont fait en portant leur attention sur ce travail.

Résumé : Les matériaux d'isolation vibratoire sont généralement des élastomères, de la mousse élastomère, du liège, du feutre. L'objectif principal du présent travail est d'évaluer expérimentalement l'amélioration du comportement d'isolation massique et vibratoire du liège traité par un cycle optimal. L'étude se concentre sur l'amélioration des caractéristiques mécaniques selon la direction de coupe. Tout d'abord, des tests MEB, FTIR, TGA et de comportement à la diffusion massique ont été réalisés sur des échantillons de liège naturel et traité pour déterminer l'impact de traitement et la direction de coupe sur l'isolation, qui ont confirmés que $D_R>D_L>D_T$ avec un nouveau cycle A optimal modifié. La capacité d'amortissement vibratoire du liège, a été modélisé par le bais d'un programme Matlab dont la bibliothèque Simscape. Les résultats de la simulation de l'analogie mécanique du liège dans le système oscillatoire ont donné une base très bénéfique pour le banc d'essai de notre laboratoire pour la détermination et l'identification des paramètres du liège tel que le coefficient d'amortissement et la raideur.

Mots clés : Liège, Direction de coupe, THT, Isolation massique, Amortissement.

الملخص: المواد العازلة للاهتزاز هي بشكل عام اللدائن ، الرغوة المرنة ، الفلين ، اللباد. الهدف الرئيسي من هذا العمل هو التقييم التجريبي للتحسن في سلوك عزل المادةة والاهتزاز للفلين المعالج بالدورة المثلى. تركز الدراسة على تحسين الخصائص الميكانيكية حسب اتجاه القطع. أولاً ، تم إجراء اختبارات SEM و FTIR و TGA وسلوك الانتشار الجماعي على عينات الفلين الطبيعي والمعالج لتحديد تأثير العلاج وقطع الاتجاه على العزل ، مما أكد أن $D_R> D_L> D_T$ مع دورة A مُثلى جديدة معدلة. تم تصميم قدرة التخميد الاهتزازي للفلين باستخدام برنامج Matlab بما في ذلك مكتبة Simscape. قدمت نتائج محاكاة القياس الميكانيكي للفلين في النظام التذبذب أساسًا مفيدًا للغاية لمنصة الاختبار في مختبرنا لتحديد وتحديد معلمات الفلين مثل معامل التخميد و الكزازة.

الكلمات المفتاحية: الفلين ، اتجاه القطع ، THT ، عزل المادة ، التخميد.

Abstract: Vibration insulation materials are generally elastomers, elastomeric foam, cork, felt. The main objective of this work is to experimentally evaluate the improvement in the mass and vibration isolation behavior of cork treated by an optimal cycle. The study focuses on improving the mechanical characteristics according to the cutting direction. First, SEM, FTIR, TGA and mass diffusion behavior tests were performed on natural and treated cork samples to determine the treatment impact and cutting direction on the insulation, which confirmed that $D_R> D_L> D_T$ with a new modified optimal A cycle. The vibratory damping capacity of cork was modeled using a Matlab program including the Simscape library. The results of the simulation of the mechanical analogy of cork in the oscillatory system provided a very beneficial basis for the test bench of our laboratory for the determination and identification of cork parameters such as the damping coefficient and stiffness.

Keywords: Cork, Cutting direction, THT, Mass insulation, damping.

Abréviation

ATM	Analyse Thermomécanique
BA	Algorithme de Chauve-Souris
BET	Brunauer, Emmet et Teller
CPG	Chromatographie en Phase Gazeuse
DTG	Thermogravimétrie dérivée
DSC	Analyse Calorimétrique à Compensation de Puissance
EGA	Analyse des Effluents
FTIR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
G.A.B	Guggenheim, Anderson et Boer
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
NaCl	Chlorure de Sodium
PVC	Chlorure de polyvinyle
RMN	Résonance magnétique nucléaire
SM	Spectrométrie de Masse
SPAD	Polyaliphatique de Subérine
SPPD	Poly-phénolique de subérine
TGA	Analyse Thermogravimétrique
THT	Traitement à Haute Température

Nomenclatures

Symboles	*Significations*	*Unités*
c_t	Concentration instantanée	mM
(ct)exp	Concentration instantanée mesurée par le conductimètre	mM
c_0	Concentration initiale	mol/l
c_∞	Concentration infinie	mM
$D_{0,5°C/min}$	Coefficient de diffusion apparent avec un taux de chauffe de 0,5°C/min	m^2/s
D_{app}	Coefficient de diffusion apparent	m^2/s
D_L	Coefficient de diffusion longitudinal	m^2/s
D_R	Coefficient de diffusion radial	m^2/s
D_T	Coefficient de diffusion tangentiel	m^2/s
d	Diamètre du pore	m
l	Demi-épaisseur de l'échantillon	m
m_{NaCl}	Masse de réactif	kg
m_{solv}	Masse du solvant	kg
m_t	Masse de la substance libérée à l'instant t	mM
m_{te}	Quantité d'eau transférée au temps t	kg
$(m_t)_{exp}$	Quantité de la substance libérée expérimentalement à l'instant *t*	mM
t	Temps	s
T	Température absolue	k
V	Volume de l'échantillon	m^3
V_{solv}	Volume du solvant occupant le copeau à l'état humide	m^3
$V_{T,H}$	Volume total du copeau humide	m^3
β	Constante dépendante de la géométrie du composite	(-)
ΔD	Variation relative de la masse volumique	%
ε	Porosité du matériau	(-)
ζ	Coefficient d'amortissement	N/(m/s)
ρ	Masse volumique	kg/m^3
τ	Tortuosité	(-)
σ_t	Conductivité instantanée	µS

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Superficie de la production mondiale en liège 5
Figure I.2 : Production mondiale du liège en Tonnes par an [13] 5
Figure I.3 : Description du chêne-liège 6
Figure I.4 : Extraction de la blanche du liège 7
Figure I.5 : Sens orthotropique du liège 10
Figure I.6 : Structure schématique d'une cellule de liège 10
Figure I.7 : Coupe transversal du chêne de liège 11
Figure I.8 : Représentation schématique des cellules de liège. 12
Figure I.9 : Différents secteur d'application. 13

Chapitre II

Figure II.1 : Caractéristiques phoniques d'une paroi. 17
Figure II.2 : Différentes formes de l'eau dans un milieu poreux. 19
Figure II.3 : Porosité dans un matériau solide. 19
Figure II.4 : Tortuosité d'un pore. 20
Figure II.5 : Mécanismes de transport de matière dans un matériau poreux. 21
Figure II.6 : Analyse spectrale du liège de reproduction sans traitement par FTIR 28

Chapitre III

Figure III.1 : Différentes directions de la cellule dans une planche de liège 33
Figure III.2 : Analyse TGA du liège de Skikda 'Algérie' 35
Figure III.3: Analyse spectrale du liège natif et traité par FTIR 36
Figure III.4 : Cycles de THT sous un gaz inerte à différents taux de chauffe [10]. 37
Figure III.5 : Cycle de THT optimisé (A modifié) 38
Figure III.6 : Four de THT 'L.M. Ecole Militaire Polytechnique' 38
Figure III.7 : Organigramme pour détermination du Dapp de diffusion massique. 39
Figure III.8 : Photo du disque de liège étudiée. 40
Figure III.9 : Photos des échantillons séchés aux conditions ambiantes et sous Argon 42

Figure III.10 : Photo des échantillons séchés sous conditions ambiantes et sous Argon. 43
Figure III.11 : Perte de masse en fonction de la température sous conditions ambiantes. 43
Figure III.12 : Variation de la masse volumique sous conditions ambiantes. 44
Figure III.13 : Perte de masse après THT à différentes températures sous Argon 45
Figure III.14 : Perte de masse sous conditions ambiantes et sous Argon. 45
Figure III.15 : Changement de volume sous conditions ambiantes et sous Argon. 46
Figure III.16 : Photo du MEB 47
Figure III.17 : Structure cellulaire du liège après THT observée par MEB. 47
Figure III.18 : Structure cellulaire observée par MEB du liège bouilli 48
Figure III.19 : Observation microscopique du liège traité sous différents gaz. 49
Figure III.20 : Effet du protocole sur l'évolution de la masse réduite au cours du temps Pour un taux de chauffe : (a) "0.5°C/min" ; (b) "1°C/min" ; "5°C/min" 50
Figure III.21 : Effet du taux de chauffage sur l'évolution de la masse réduite au cours du Temps : (a) "Protocole A" ; (b) "Protocole B" ; (c) "Protocole C" 51
Figure III.22 : Différents sens de transfert des espèces chimiques. 51
Figure III.23 : Coupeaux de liège en forme disque 52
Figure III.24 : Effet des directions sur l'évolution de la masse réduite du milieu De diffusion en fonction du temps. 52
Figure III.25 : Validation du modèle : Effet de la direction de diffusion sur l'évolution De la masse réduite: (a) Radiale ; (b) Longitudinale ; (c) Tangentielle 53
Figure III.26 : Optimisation du coefficient de transfert massique par BA 'Protocole A modifié' 56
Figure III.27 : Différents supports de vibration en liège 57
Figure III.28 : Analyseur de vibration Spectra-Quest_Vibration Fundamental "Laboratoire de Médéa" 59
Figure III.29 : Analogie mécanique du liège 60
Figure III.30 : Protocole d'analyse des vibrations 61
Figure III.31 : Analogie du liège en Simscape 63
Figure III.32 : Réseaux physiques du système d'amortissement du liège par Simscape 64
Figure III.33 : signaux des excitations 65
Figure III.34 : Représentation de la réponse du système d'une entrée échelons 65
Figure III.35 : Représentation de la réponse du système d'une entrée sinusoïdale 66

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : Performances et domaines d'utilisations de liège 9

Chapitre II

Tableau II.1 : Propriétés générales du liège. 18

Tableau II.2 : Valeurs de *a*, *b*, *c* et λ_{25}^{0}, [63] 22

Tableau II.3 : Modèles d'isothermes de sorption. 24

Tableau II.4 : Techniques de mesure des propriétés 27

Tableau II.5 : Affectation FTIR des composants du liège [103]. 29

Chapitre III

Tableau III.1 : Comparaison de la masse volumique moyenne avec celle de la littérature 34

Tableau III.2 : Différentes variantes du protocole expérimental [TK] 37

Tableau III.3 : Caractéristiques des échantillons étudiés. 40

Tableau III.4 : Caractéristiques physiques du liège l'effet de T_s 42

Tableau III.5 : Caractéristiques physiques après THT à différentes T sous Argon. 44

Tableau III.6 : Données géométriques et structurales des copeaux de liège. 52

Tableau III.7 : Coefficients de diffusion pour différentes directions de diffusion. 54

Tableau III.8 : Pressions maximales recommandées 58

Tableau III.9 : Paramètres du système pour les différents tests. 64

Table des matières

Dédicaces i
Remerciements ii
Résumé iii
Abréviations iv
Nomenclatures v
Liste des figures vi
Liste des tableaux viii
Sommaire ix

Introduction Générale 1

Chapitre I : Etat de l'art du liège

I.1 Contexte de l'étude 4
I.2 Gestion du liège 4
I.3 Récolte 6
I.4 Propriétés physiques et mécaniques du liège 7
I.4.1 Légèreté 7
I.4.2 Imperméabilité aux liquides et aux gaz 7
I.4.3 Inertie et résistance chimique et corrosion biologique 7
I.4.4 Propriétés d'isolation thermique, acoustiques et anti-vibration 8
I.4.5 Retard de flamme 8
I.4.6 Flexibilité et compressibilité 8
I.4.7 Durabilité et facilité de traitement 8
I.4.8 Propriétés hypoallergéniques 8
I.4.9 Recyclable, réutilisable et renouvelable 8
I.4.10 Force mécanique 8
I.5 Structure physique du liège 9
I.6 Structure alvéolaire du liège 11
I.7 Composition chimique du liège 11
I.7.1 Subérine 12
I.7.2 Lignine 12
I.7.3 Polysaccharides 12

I.7.4 Tannins 12
I.7.5 Céroïdes 12
I.8 Tendances d'applications 13
I.9 Conclusion 13

Chapitre II : Phénomènes de transport : Traitement et Analyses

II.1 Introduction 14
II.2 Problème et contexte de recherche 15
II.3 Propriétés et exigences des isolateurs 15
II.3.1 Isolation vibratoire 16
II.3.2 Isolation thermique 16
II.3.3 Isolation phonique 16
II.3.4 Isolation massique 17
II.4 Développement des matériaux d'isolation 17
II.5 Objectif technique 18
II.6 Phénomènes du transport 18
II.6.1 Eau dans le liège 18
II.6.2 Paramètres influençant le phénomène du transfert 19
II.6.2.1 Porosité 19
II.6.2.2 Tortuosité 20
II.6.2.3 Masses volumiques 20
II.7 Mécanismes de transfert de matière dans les solides 21
II.8 Conductivité équivalente des ions 21
II.8.1 Conductivité ionique équivalente à dilution en fonction de la température 21
II.8.2 Coefficient de diffusion moléculaire du soluté dans un milieu poreux 22
II.8.3 Concentration du soluté au cours de la désorption 22
II.8.4 Quantité et concentration du soluté transféré à l'équilibre 23
II.9 Modèles d'isotherme de sorption 23
II.10 Dispositifs et techniques de mesures et d'analyse 24
II.10.1 Dispositifs et technique de mesure de la cinétique dans les milieux poreux 24
II.10.2 Dispositifs et techniques d'analyse 26
II.10.2.1 Microscopie électronique à balayage 27
II.10.2.2 Analyse thermique gravimétrique (TGA). 28

II.10.2.3 Caractérisation physico-chimique du liège par FTIR 28
II.11 Traitement des biomatériaux 29
II.12 Conclusion 31

Chapitre III : Expérimentations et Interprétations

III.1 Introduction 32
III.2 Expérimentation et manipulation 33
III.2.1 Analyse morphologique 33
III.2.1.1 Microscopie Électronique à Balayage 34
III.2.1.2 Masse volumique du liège 34
III.2.2 Analyse physico-chimique du liège 35
III.2.2.1 Analyse TGA 35
III.2.2.2 Analyse FTIR 36
III.2.3 Traitement THT et ébullition 37
III.2.4 Détermination du Dapp 39
III.3 Résultats et discussions 41
III.3.1 Effet du traitement sur le liège 41
III.3.1.1 Effet sur les propriétés physiques 41
III.3.1.2 Analyse par FTIR 46
III.3.1.3 Analyse par MEB 46
III.3.2 Phénomène de transport 49
III.3.2.1 Effet du protocole de traitement et taux de chauffage 49
III.3.2.2 Effet de la direction sur le coefficient de diffusion 51
III.4 Modélisation 53
III.5 Résultats de la modélisation et discussions 54
III.6 Optimisation 55
III.7 Isolation vibratoire 56
III.7.1 Sources de vibrations 56
III.7.2 Enjeux du liège traité 57
III.7.3 Liège en anti-vibration 58
III.7.4 Protocole expérimental 59
III.7.5 Modélisation d'isolation 60
III.7.5.1 Caractérisation dynamique 60

III.7.5.2 caractérisation mécanique du liège dans un système 60
III.7.6 Transmission et amortissement 61
III.7.7 Simulation de modèle par MATLAB 63
III.8 Conclusion 67

Conclusion Générale 68

Références bibliographiques 69

Introduction Générale

Introduction Générale

Les matériaux couramment utilisés pour l'isolation des vibrations, tels que le liège, le feutre, la fibre de verre ou les élastomères, offrent un large choix pour répondre à la plupart des exigences. Les principales différences entre ces matériaux sont leur rigidité, ou leurs caractéristiques de fréquence naturelle, et la quantité d'amortissement que chacun peut fournir. Cependant, le choix du matériau particulier est généralement basé sur des exigences non liées aux vibrations telles que la résistance aux produits chimiques, la résistance au déchirement, la résistance à l'abrasion, le coût, la stabilité et la capacité de charge. Par exemple, le caoutchouc naturel a de bonnes caractéristiques d'isolation et des propriétés dépendantes de la température passables, mais ne vieillit pas bien et n'a pas la résistance aux produits chimiques possédée par certains des synthétiques.

La fibre de verre qui a été précontrainte et comprimée à des densités élevées fournit un système efficace d'isolation des vibrations pour les planchers de grands bâtiments. Les systèmes de plancher flottant peuvent être des isolants efficaces, protégeant les instruments sensibles des vibrations structurelles du bâtiment ou empêchant la transmission des vibrations de l'équipement à la structure du bâtiment ou des machines. Les coussinets en fibre de verre sont également utilisés comme isolateurs d'unité pour les montages de machines.

Depuis longtemps, le liège est une richesse naturelle qui revête d’une haute environnementale exceptionnelles uniques. Il a longtemps été et reste encore l’un des matériaux de préférence demandé par les spécialistes dans des domaines variés tel que le secteur de bâtiment et les producteurs viticoles. De nombreuses références à ce produit et à ses applications variées ont été citées. Au XVIIe siècle, et après le développement des premières images microscopiques du liège, le moine Dom Pierre Pérignon, commença à utiliser du liège pour sceller des bouteilles de son célèbre champagne. C'est également après cette époque la composition chimique du liège a attiré des chercheurs depuis les premiers travaux de Brugnatelli en 1787 [1], et la première composition de liège a été donnée par Klauber en 1920, complétée plus tard par d'autres résultats publiés [2-4].

Le liège est l'écorce du chêne-liège (Quercus suber L.) ; c’est une ressource renouvelable et écologiquement compatible et qui répond aux exigences du développement durable actuel tout en suscitant un intérêt croissant dans divers domaines, Les pays de la Méditerranée sont les principaux producteurs mondiaux de liège [5]. Les énergies nécessaires

à la production et à la transformation du liège sont faibles et son recyclage en fin de vie est facile. Les déchets issus de la transformation du liège sont valorisables et facilement gérables.

Le liège, un matériau cellulaire naturel, présente d'excellentes caractéristiques physiques et chimiques, telles que la résilience, l'élasticité, l'imperméabilité aux liquides et aux gaz, les différents formes isolations. Ses propriétés uniques proviennent de sa structure cellulaire fermée [6, 7]. Ces caractéristiques font que cette matière première convient à diverses utilisations dans différents domaines, à savoir les bouchons, les cannes à pêche, les bouées, les bâtiments, les chaussures et les industries automobiles, [8, 9]. Lorsqu'il est utilisé en tant que matériau, il présente certains défauts liés notamment à son anisotropie de point de vue isolation. De plus, des agents de dégradation tels que les champignons lignivores ou les insectes xylophages sont également un frein à la mise en œuvre du liège en conditions exposées. Le caractère hydrophile de la matière lignocellulosique est également responsable de problèmes de compatibilité entre fibre et matrice. Tous ces défauts nécessitent des études de performance, donc des traitements d'amélioration ou de préservation. Pour ces exigences on propose un liège traité écologiquement, avec des propriétés mécaniques améliorées. En effet, les propriétés améliorées uniques pourraient être traduites de manière plus rationnelle en de nouveaux matériaux à valeur ajoutée.

Il reste difficile de garantir le gain sur d'autres propriétés recherchées (phonique, thermique) et de préserver les pertes sur les qualités que l'on voudrait. Ce constat montre que des études fondamentales sont encore nécessaires pour appréhender précisément les cycles de traitements adéquats. Dans ce contexte, cette étude se propose d'apporter un nouvel horizon sur le liège traité thermiquement à haute température et par ébullition grâce à l'utilisation de techniques expérimentales à caractère fondamental d'une part et à la modélisation et l'optimisation des paramètres du liège.

Notre objectif est d'obtenir un cycle de traitement suffisamment réaliste pour être prédictif sur une large gamme de variation des différents paramètres : conditions opératoires (vitesse de chauffage, gaz de traitement, palier d'homogénéisation, vitesse d'agitation et la nature du soluté) et caractéristiques du matériau (sens de coupe, l'épaisseur, la région et l'âge). Il sera alors possible de déterminer le traitement thermique judicieux en fonction de l'utilisation souhaitée. Ceci nous amène donc à définir les lignes directrices de ces travaux se rapportant à cette mémoire de la manière suivante :

Le premier chapitre sera consacré à la synthèse de l'état de art sur le chêne-liège et le liège, sa composition chimique et sa structure physique. Ainsi, le deuxième chapitre sera axé sur les technologies de traitement et les méthodes d'analyse et le phénomène de transport massique, notamment, le traitement thermique à haute température avec l'ébullition, visant à apporter une modification profonde des propriétés diffusives qui sera le paramètre de test, jointement aux différentes analyses pour l'interprétation des améliorations apportés. Ce traitement permettra d'améliorer leurs caractéristiques et/ou limiter certains défauts, en modifiant la structure des pores et la tortuosité au niveau structural.

Le troisième chapitre intitulé expérimentations et interprétations se présente est dédiée aux descriptions des dispositifs et techniques expérimentales et modélisation qui ont été développées et/ou utilisées pour caractériser le nouveau matériau obtenu après traitements. Notons que ces paramètres (sens de coupe, cycle thermique) seront caractérisés par diverses méthodes : tests physiques (densité), mécaniques (la porosité et la tortuosité), thermiques (ATG/DTG), massique (mesure de la conductivité massique (Conductimétrique) et chimique (IR). Pour une étude plus complète, la modélisation du transfert massique et la détermination du coefficient de transfert massique par calage des données expérimentales résultant un protocole retenu dans le cadre de cette étude fera l'objet d'une partie de ce chapitre. Pour l'optimisation des valeurs du coefficient de transfert massique, on recourra à Bat algorithme.

Pour donner aux industriels la possibilité d'exploiter nos résultats, on présentera à la fin du chapitre la modélisation par Matlab du système mécanique qui comprend l'amortisseur en liège a été modélisé où on donnera un récapitulatif de principaux résultats avec différents paramètres du liège avec deux excitations (Echelons et sinusoïdal). Les paramètres ressortis donnent une perspective pour les valeurs qui seront déterminés expérimentalement (le coefficient d'amortissement). Toutefois, on mettra l'accent sur l'exploitation de l'ensemble des résultats obtenus suivant le cycle et la direction.

Enfin, une conclusion couronnera cette étude où on se focalisera sur les caractéristiques améliorées du produit avec un ensemble de perspectives qui sera mis à la disposition du futur chercheur intéressé par ce biomatériau.

Chapitre I
Etat de l’art du liège

I.1 Contexte de l'étude

La recherche dans le domaine des sciences de l'isolation des biomatériaux (Liège) en Algérie se heurte à plusieurs difficultés : La non accessibilité aux forêts du chêne-liège par mesure sécuritaire et l'absence de laboratoire qualifié en matière de recherche.

L'objectif principal de cette mémoire est de remplir le comble et d'étudié l'état de l'art du liège et ressortir les avantages dans les domaines d'utilisation. Le liège comporte une structure d'une certaine classe d'isolation, notre intervention est de trouver un traitement écologique capable d'améliorer le comportement en termes d'isolation. En suite une analyse pour la compréhension du comportement mécanique de la nouvelle structure physique et chimique du liège traité à différents cycles dont les vitesses de chauffage variables avec un palier d'homogénéisation. On étudie sa résistance du transfert massique expérimentalement avec une modélisation où le coefficient résultant sera optimisé par un algorithme, pour une utilisation avantageuse et précise. Le traitement du liège naturel à un gain d'avantage de l'utiliser en aggloméré.

À cette fin, il sera possible de donner aux industriels de meilleurs process pour la conception de telles nouvelles structures.

I.2 Gestion du liège

Le chêne-liège (Quercus suber L) est un matériau prédilection que l'on trouve dans les payés de bassin méditerranéen. Le liège est l'écorce du chêne-liège, c'est un tissu végétal composé d'une agglomération de cellules remplies d'un mélange gazeux semblable à l'air et doublées de couches alternées de cellulose et de subérine [10].

L'appréciation de sa qualité naturelle, avec des propriétés uniques qui lui confèrent un caractère incomparable aux usages envisagés. La notion de sa qualité recouvre donc l'ensemble des propriétés (anatomiques, chimiques, physique et mécanique) qui conditionnent les aptitudes technologiques.

Le liège est une espèce répandue, d'une importance cruciale pour l'économie et l'écologie, la suberaie mondiale totaliserait environ 2687000 hectares répartis sur sept pays selon la figure I.1.

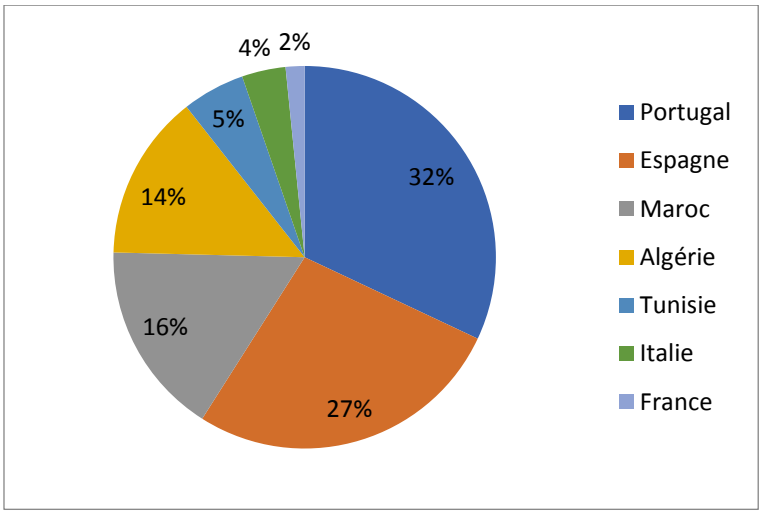


Figure I.1 : Superficie de la production mondiale en liège

Sur le plan étatique, les forêts de chêne-liège sont reconnues pour leur production de liège, mais aussi pour leur protection contre l'érosion et la désertification, et leur valeur en tant que paysage avec valeur esthétique [11, 12]. La production mondiale de liège atteint environ 300.000 tonnes par an [5] (Fig. I.2).

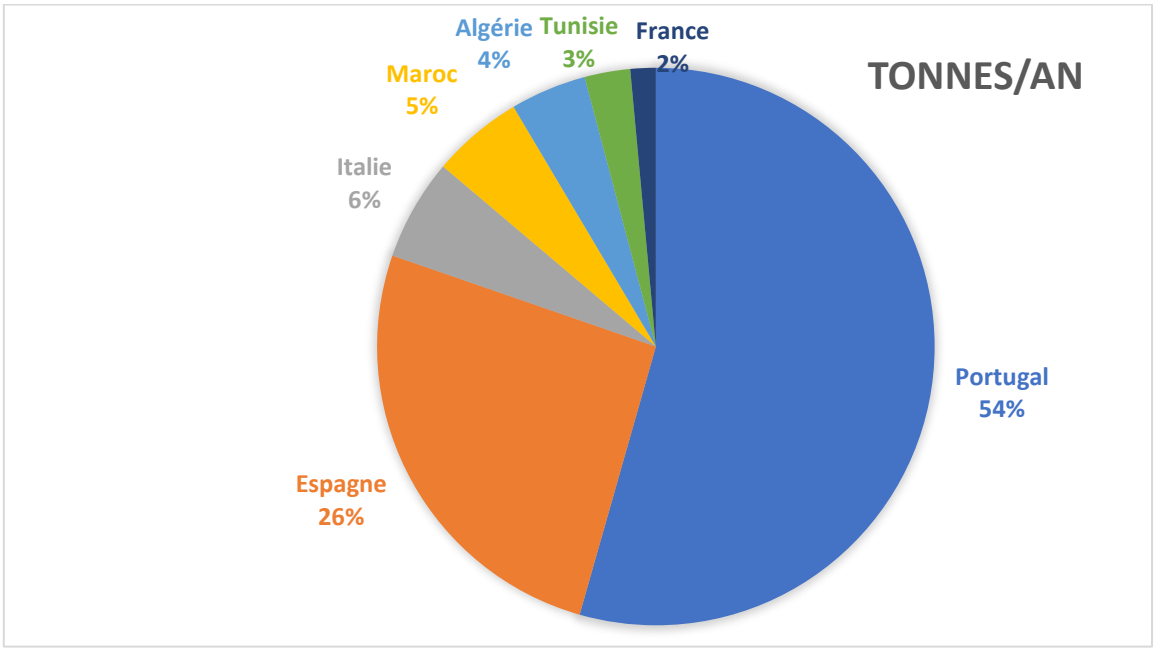


Figure I.2 : Production mondiale du liège en Tonnes par an [13]

La production de liège est généralement considérée comme durable et reproductible, seule l'écorce est décapée pour récolter le liège.

L'arbre a une durée de vie de 250-350 ans. Chaque arbre de liège doit être âgé de 20 à 25 ans avant de pouvoir fournir sa première récolte d'écorce de liège, mais elle donne ses fruits dès la troisième année (Fig. I.3).

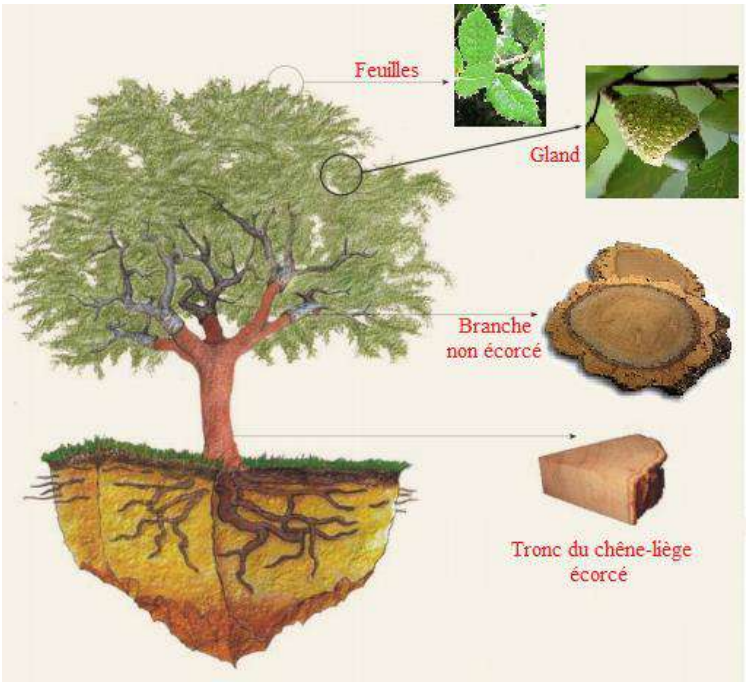


Figure I.3 : Description du chêne-liège

I.3 Récolte

Le liège est extrait du début mai à la fin août, lorsque le liège peut être écorcé de l'arbre sans causer des dommages. Les chênes-lièges sont récoltés tous les neuf ans, une fois arrivés à la maturité, bien qu'il puisse prendre jusqu'à 13 ans pour atteindre une taille acceptable.

Un extracteur peut faire deux types de coupes sur l'arbre : une coupe horizontale autour de la plante, appelée couronne ou collier, à une hauteur d'environ 2 à 3 fois la circonférence de l'arbre, et plusieurs coupes verticales appelées règles ou ouvertures figureI.4.

Les planches sont empilé en tas et sont généralement laissé à sécher à l'air libre, après quoi il peut être transporté pour la transformation.

L'année de la récolte est marquée sur le tronc, afin que chaque arbre ne soit pas récolté au mauvais moment (Fig. I.4). Si le produit est de haute qualité, il est appelé liège "doux", sert à la fabrication des bouchons de bouteilles [14].



Figure I.4 : Extraction de la blanche du liège

I.4 Propriétés physiques et mécaniques du liège

En raison de la structure morphologique du liège et de sa composition chimique particulière, il présente des propriétés uniques. Sa structure en nid d'abeille composée de minuscules cellules prismatiques de forme hexagonale qui sont disposées en colonnes parallèles à la direction radiale de l'arbre et reliant base à base [15]. La structure physico-chimique va offert aux industriels ces propriétés avantageux :

I.4.1 Légèreté

Il s'agit d'un matériau renouvelable aux propriétés de faible densité (120 ~ 200Kg/m^3) et de haute porosité allant de 0,5 à 22% [16].

I.4.2 Imperméabilité aux liquides et aux gaz

La teneur pondérale est de 39 à 45% de la masse du liège, utilisé pour la fabrication des bouchons [17].

I.4.3 Inertie et résistance chimique et corrosion biologique

Le liège est chimiquement inerte. Sa structure est non seulement imperméable aux liquides et aux gaz, mais également en contact avec eux, elle ne réagit pas chimiquement.

La résistance accrue à la corrosion biologique du liège est due, entre autres, à la présence de tanins et à l'absence de matière protéique susceptible de se dégrader.

I.4.4 Propriétés d'isolation thermique, acoustiques et anti-vibration

La conductivité thermique de ce matériau est d'environ 0,039 W/(mK) et une diffusivité thermique de $10^{-6}m^2s^{-1}$ [18]. Grâce à sa structure spécifique, absorbe les ondes sonores et les vibrations (il ne transmet pas les vibrations, il les absorbe).

I.4.5 Retard de flamme

Les panneaux de liège sont difficilement inflammables en raison de leur grande inertie thermique, il ne propage pas les flammes et ne libère pas de gaz toxiques pendant la combustion [19].

I.4.6 Flexibilité et compressibilité

Les membranes cellulaires du liège sont très flexibles, ce qui signifie qu'il reste compressible et élastique et qu'après avoir retiré la pression, il reprend sa forme antérieure [20].

I.4.7 Durabilité et facilité de traitement

Le liège est classé parmi les matériaux organiques les plus durables. Il n'est pratiquement pas sujet au vieillissement, même sans subir d'imprégnation, il ne perd pas ses propriétés et certains environnements. Il adhère bien aux surfaces inégales car il épouse leur forme [21]. Il a de bonnes propriétés adhésives, le rendant facile à coller à diverses surfaces.

I.4.8 Propriétés hypoallergéniques

Ce matériau n'est pas nocif pour la santé. Il n'est pas toxique, ni au contact de la peau, ni en cas d'ingestion accidentelle dans le tractus gastro-intestinal [22].

I.4.9 Recyclable, réutilisable et renouvelable

Les produits en liège peuvent être recyclés et, après broyage, le granulé obtenu est utilisé dans d'autres produits. Le liège recyclé n'est pas utilisé dans la fabrication de bouchons.

I.4.10 Force mécanique

Les produits en liège ont une résistance mécanique élevée et sont capables de conserver des propriétés mécaniques dans la plage de températures allant de -80°C à 140°C.

De plus, il est complètement biodégradable, renouvelable et recyclable, utilisé dans des différents domaines selon le tableau suivant.

Tableau I.1 : Performances et domaines d'utilisations de liège

Performances	Utilisations	Références
Léger	Matérielle de pêche	[23]
Elastique et Compressible	Revêtement	[24]
Isolant Massique	Bouchon de bouteille	[17]
Isolant Thermique	Bâtiments	[25]
Ignifuge	Bâtiments	[26]
Isolant Acoustique	Salles de conférences et les théâtres	[27]
Electriques et Diélectriques	Bâtiments, industries	[28]
Ecologiques	Revêtement	[29]
Anti Vibratoire	Dalles et les supports des machines	[30]

I.5 Structure physique du liège

Le liège est une enveloppe biologique naturel protège le chêne de liège contre les variations climatiques, les incendies et les attaques biologique. Il est utilisé dans le monde entier dans diverses applications, notamment les dispositifs flottants, les produits d'étanchéité et les matériaux d'isolation, d'absorption d'énergie et de surfaçage [31].

Les études la structure de liège de (Hooke 1665 [32]) ont été actualisée par une description de la cellule dans les trois directions du lège : longitudinale, transversale et radiale [33]. La caractérisation structurale physique et anatomique du liège ouvre un horizon spectaculaire dans des domaines d'utilisation très varié.

Les cellules prismatiques de liège ont une forme hexagonale et sont organisées selon une structure en nid d'abeille dans le plan radial et reliant base à base (Fig. I.5. a). En revanche, dans les plans axial et tangentiel, elles présentent une forme plutôt parallélépipédique (forme de briques), avec la présence d'ondulations sur la longueur de la paroi dans la direction tangentielle (Fig. I.5. b). Sa formation et son développement à travers le phellogène qui produit le périderme de l'écorce, une couche méristématique (c'est-à-dire avec une capacité de division cellulaire) ont été caractérisés par [34].

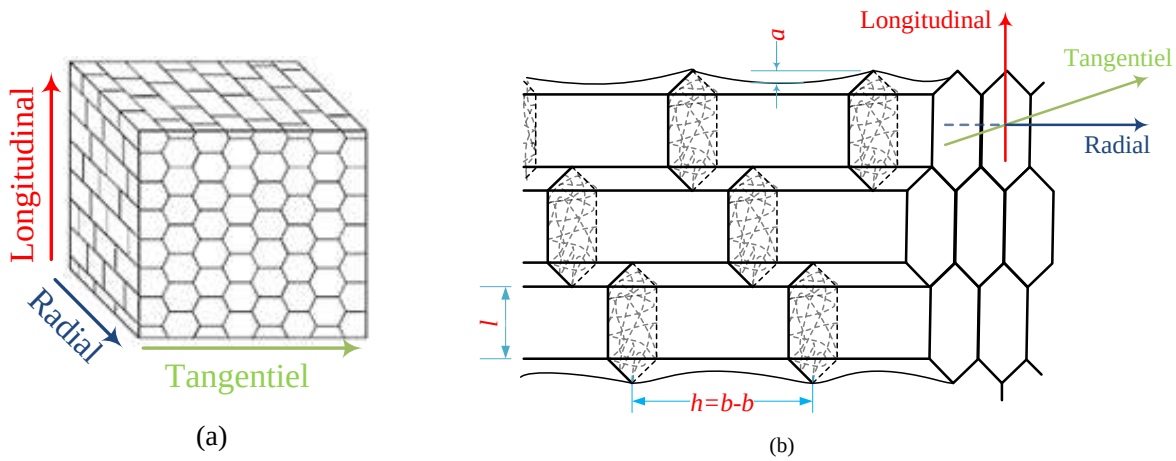


Figure I.5 : Sens orthotropique du liège

La taille et la forme des cellules de liège sont présentées dans la littérature d'une façon prospère [35]. La Figure I.6 représente de manière schématique la structure d'une seule cellule en forme de prisme avec ses dimensions caractéristiques : La surface de la base du prisme est de 4 à 6 x 10^{-6} cm^2 avec un bord moyen de la base du prisme de 13 à 15 µm ; La hauteur du prisme est généralement comprise entre 30 et 40 µm. Le volume cellulaire moyen est d'environ 2 x 10^{-8} cm^3 et le nombre de cellules par unité de volume est compris entre 4 et 7 x 10^7 cm^{-3}. Les parois des cellules sont minces et ont une épaisseur de 1 à 1,5 µm. La fraction volumique solide du liège est donc très faible, environ 10% [36]. Ces dernières peuvent varier en fonction de la saison ou encore de l'âge de l'arbre.

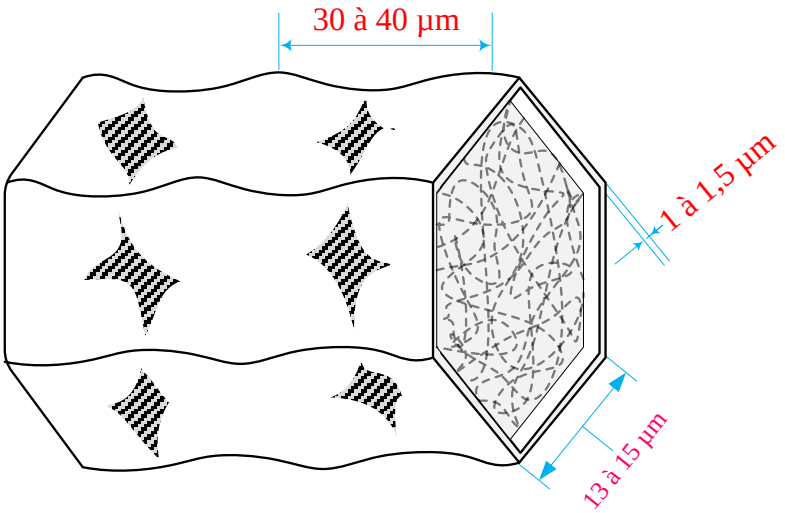


Figure I.6 : Structure schématique d'une cellule de liège

I.6 Structure alvéolaire du liège

En botanique, Le liège représente la partie externe de l'écorce du chêne de liège Quercus suber L. il est constituée de cellules mortes subérisées produites par le phellogène (Fig. I.7) [37], et représente la croissance secondaire de la tige, même il joue le rôle d'une barrière entre les cellules de la tige et les agressions du milieu environnant [38]. La présence des canaux cylindriques, orientés radialement du l'axe de l'arbre, favorisent les échanges gazeux avec le milieu environnant et assure le renouvellement des cellules [39].

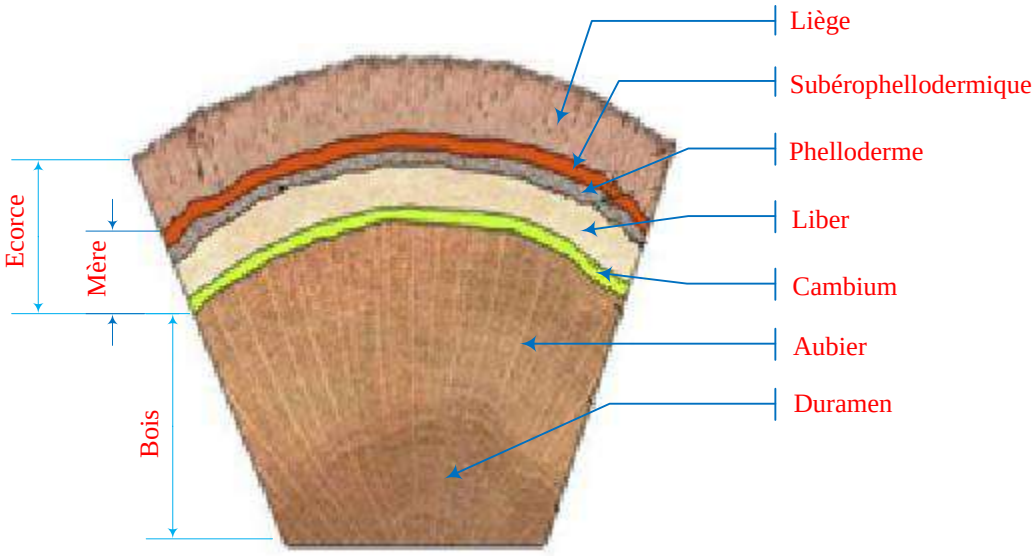


Figure I.7 : Coupe transversal du chêne de liège

I.7 Composition chimique du liège

La composition chimique du liège est complexe et présente une grande hétérogénéité. Les premières tentatives de caractérisation de la composition chimique du liège remontent à 1787 par Brugnatelli à 1815 par Cheveeul [40]. Il est essentiellement constitué de: cellulose, hémicelluloses et lignine. La composition chimique dépend de plusieurs facteurs influençant tel que l'origine géographique, le climat et les conditions du sol, l'origine génétique, la dimension de l'arbre, l'âge (vierge ou reproductrice) [41]. La figure I.8 donne l'architecture et la description de leur composition chimique.

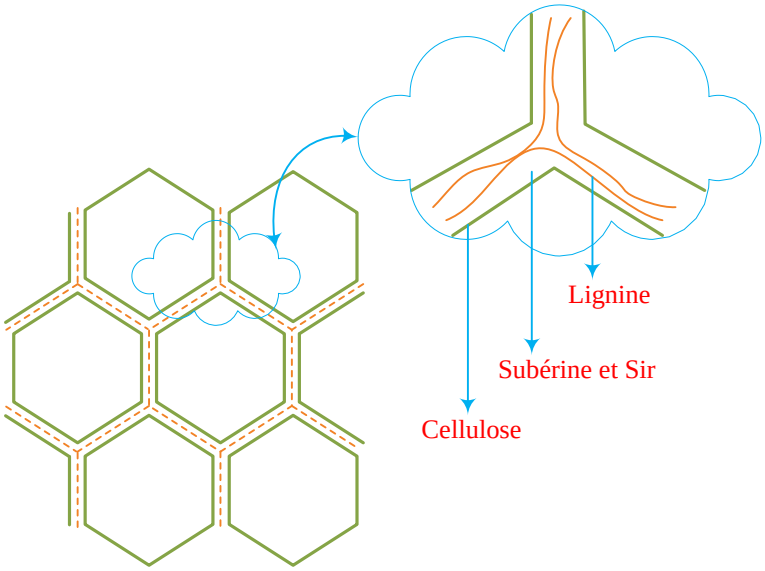


Figure I.8 : Représentation schématique des cellules de liège.

I.7.1 Subérine

La subérine est polyester amorphe naturel du biopolymère, il a été quantifié de 37,8% [42], Cette valeur est très variable d'un auteur à un autre [43, 44]. Il participe à la stabilité de la structure des cellules de liège.

I.7.2 Lignine

La lignine est le deuxième composant en importance du liège, il est un polymère structural représentant environ 22% en poids de la masse des parois cellulaires [43]. La composition et la structure de la lignine lui confèrent une structure chimique rigide qui contribue aux propriétés mécaniques du liège.

I.7.3 Polysaccharides

Le troisième polymère structural de cellule végétale est la cellulose (homopolymère) et l'hémicellulose (hétéro polymère). Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés et mal définis, représentant environ 20% en masse de la composition chimique du liège.

I.7.4 Tannins

Les tannins sont des éléments chimiques responsables à la détermination de la couleur.

I.7.5 Céroïdes

Ce sont des composés hydrophobes assurent l'imperméabilité.

I.8 Tendances d'applications

Les propriétés spécifiques du liège (physiques, chimiques et mécaniques) lui confèrent un horizon pour de nouvelles applications dans des différents secteurs.



Figure I.9 : Différents secteur d'application.

I.9 Conclusion

Cette diversité des informations issus de la littérature, nous a confirmé que le liège est un matériau très complexe au niveau de sa structure, d'où l'hétérogénéité, l'anisotropie, la porosité et l'hygroscopicité du matériau.

L'approvisionnement en matières premières nous exige la connaissance fine de ses propriétés chimique en vue de sa préservation. Malgré les différentes méthodes et résultats trouvés par l'ensemble des auteurs on trouve toujours une ressemblance des données expérimentales. Tandis que les variations des pourcentages des éléments chimiques associées aux régions et aux espèces.

Chapitre II

Phénomènes du transport : Traitement et Analyses

II.1 Introduction

Les bâtiments du monde entier étant parmi les principaux consommateurs d'énergie et source de nuisance par vibration, son réduction est actuellement la confrontation la plus importante dans le secteur de la construction et l'industrie. Les matériaux d'isolation donne un avantage majeur de point de vue consommation d'énergie et confort, le choix des ces matériaux pour un secteur donné, devrait satisfaire les besoins ressentis par l'utilisateur, sans causer d'impact négatif sur l'environnement. La mise en œuvre de la prise en compte des aspects environnementaux, stimule la recherche des matériaux offrant un meilleur paramètre d'isolation thermique, massique, phonique et antivibratoire. Les matériaux utilisés en isolation des bâtiments sont obtenus à partir de sources naturelles traitées [45] ou de produits pétrochimiques [46] ou des alliages entre eux [47].

L'ampleur des matériaux naturels dans la nature a encouragé les chercheurs de trouver de matériaux naturels ou recyclés qui répondent aux deux ou trois paramètres de performance d'isolation à la fois. Pour faire le point sur l'état actuel des matériaux isolants innovants, réalisés à partir de matériaux naturels et / ou recyclés et synthétique, dont les paramètres de caractérisation demandés par les utilisateurs dans chaque secteur soient disponibles : la caractérisation des matériaux d'isolation massique (Porosité et coefficient de diffusion) [48], thermique (densité, conductivité thermique, chaleur spécifique) [49], acoustiques (coefficient d'absorption) [50] et antivibratoire (coefficient d'atténuation) [51]. Certaines propriétés doivent être approfondies dans la gamme naturelle, telles que la durabilité, la diffusion de masse et l'amortissement de vibration. Des travaux sont menés dans ce sens avec la concentration sur un seul paramètre. Les résultats de certain chercheur ont montré que le liège naturel réduise l'accélération de vibration de plus de 50% [52].

Le liège est un excellent isolateur naturel a plusieurs qualité d'adaptation dans des différents domaines : au niveau thermique, massique, antivibratoire et acoustique. Mais il présente un seul handicape concernant son prix élevé. Après la description physico-chimique, des tentatives pour améliorer les performances structurelles seront entreprises. Une étude expérimentale du traitement par ébullition a été faite par [53] ; Divers paramètres liés au traitement (protocole et matériau) ont été abordés.

Au-delà de cette synthèse, on va travailler sur un nouveau procédé de traitement qui conduit à un nouveau matériau, avec des propriétés améliorées, adaptable dans des plusieurs secteur d'utilisation, c'est le liège traité à haute température avec ébullition.

II.2 Problème et contexte de recherche

Le choix des matériaux d'isolation en termes de coût, disponibilité, légèreté, adaptation et d'impacts environnementaux, ont des préoccupations majeures de l'industrie et la recherche, tant au niveau isolation. Il est impératif que chaque milieu puisse résister et s'adapter aux rigueurs du climat, de l'environnement et de confort (bruit et vibration).

La mise en œuvre de matériaux d'isolation thermique, massique, antivibratoire et phonique optimisés est considérée comme l'une des principales stratégies visant à améliorer leur efficacité d'isolation, ce qui ouvre le débat sur l'impact de ces matériaux sur l'environnement tels que la qualité de reproduction de déchets ou l'épuisement des ressources naturelles. L'utilisation des biosources d'isolation est considérée comme une alternative pour réduire les impacts environnementaux. Lorsque les aspects d'isolation sont combinés, la question est de trouver un matériau isolant qui convient le mieux pour améliorer l'efficacité énergétique des moyens de conditionnement en tenant compte des points suivants :

- Les bonnes propriétés des matériaux isolants naturels et/ou traités comparativement aux matériaux isolants synthétiques, ce qui réduit le coût par la réduction de l'épaisseur de la couche isolante.
- Développement de nouveaux matériaux ayant une résistance thermique, massique et phonique plus élevée que les matériaux déjà existants.
- Recherche de nouveaux matériaux isolants ou améliorés dotés de meilleures propriétés techniques liées à la conductivité thermique et massique, au facteur d'atténuation phonique et d'amortissement vibratoire.
- De point de vue environnemental, la phase de traitement et de gestion de déchets (recyclage, incinération, etc.) ne doit pas occasionner de problèmes de santé aux espèces vivantes.

II.3 Propriétés et exigences des isolateurs

Les données recueillies par les experts des différents matériaux isolants laissent subodorer qu'ils n'avaient pas une réponse claire dans le cas d'isolation combinée. Des études préliminaires sur l'isolation combinée montrent qu'une réflexion doit être faite sur la quantité et les types de matériaux à utiliser.

Pour qu'un matériau soit considéré comme un matériau isolant, il doit posséder certaines propriétés physiques, en plus de sa densité. Cette dernière influe sur les propriétés des matériaux utilisés dans les différents domaines d'isolation.

II.3.1 Isolation vibratoire

L'isolation des vibrations est la séparation, ou l'isolement, des forces vibratoires ou du mouvement d'un objet par rapport à un autre. Ceci est généralement accompli en insérant un matériau flexible entre l'objet d'entraînement et l'objet entraîné. De tels matériaux, s'ils sont suffisamment flexibles, transmettront peu des forces vibratoires à l'objet entraîné. Les isolateurs de vibrations avec peu d'amortissement sont capables de réduire considérablement la transmission des vibrations aux fréquences plus élevées, mais ils permettent une grande transmission de vibrations à la fréquence de résonance du système. L'ajout de l'amortissement limitera la réponse à la fréquence de résonance mais peut également réduire la capacité d'isolation aux fréquences plus élevées. L'isolation contre les vibrations est toujours un problème récursif en ingénierie. L'un des principaux défis est de concevoir des matériaux efficaces pour atténuer les vibrations à des fréquences raisonnablement basses. Récemment, un phénomène d'isolation massique a attiré l'attention sur ces problèmes.

Pour une meilleure caractéristique isolation vibratoire on a proposé l'utilisation du liège traité à HT, car les formes naturelles présentent un coefficient d'amortissement modeste. Les propriétés dynamiques des matériaux en liège ne sont généralement pas disponibles en exactitude. Une méthodologie hybride analytique-expérimentale récemment développée par Kermezli [10] est utilisée pour déterminer le coefficient de diffusion et justifier l'amélioration complexe de la composition des matériaux en liège.

II.3.2 Isolation thermique

La raison d'être des matériaux isolants est leur faible conductivité thermique dont la conséquence est le faible flux de chaleur. Par conséquent, l'intérêt maximal doit se focaliser sur réduction de la conductivité thermique des composites renforcés de polymères dont l'impact est l'amélioration de la capacité d'isolation thermique tout en étant ignifuges.

II.3.3 Isolation phonique

La pollution sonore suscite de plus en plus l'attention des spécialistes car elle constitue un problème de santé majeur [54] et la demande de meilleurs matériaux d'isolation acoustique augmente. L'efficacité de l'absorption est directement liée à l'épaisseur et à la porosité du

matériau. Pour caractériser un matériau il est nécessaire de calculer son coefficient d'absorption ainsi que son coefficient de transmission, définis comme suit :

Coefficient de transmission $\tau = \frac{énergie\ transmise\ (2)}{énergie\ incidente\ (1)}$ (II.1)

Coefficient d'absorption $\alpha = \frac{énergie\ absorbée\ (4)}{énergie\ incidente\ (1)}$ (II.2)

Où α est en fonction de la fréquence avec :

$\alpha = 0$: Matériaux parfaitement réfléchissants

$\alpha = 1$: Matériaux totalement absorbants

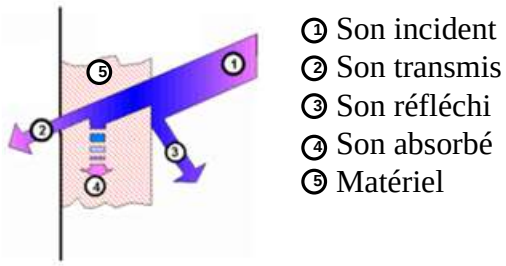


Figure II.1 : Caractéristiques phoniques d'une paroi.

II.3.4 Isolation massique

La diffusion de l'air chaud humide à travers le matériau isolant, cette quantité de vapeur pourra subir une condensation en son sein. La résistance relative de diffusion d'un matériau isolant μ définie par :

$$\mu = \frac{Résistance\ à\ la\ diffusion\ de\ vapeur\ d'un\ matériau\ d'épaisseur\ \varepsilon}{Résistance\ à\ la\ diffusion\ de\ vapeur\ d'une\ couche\ d'air\ d'épaisseur\ \varepsilon} \quad \text{(II.3)}$$

Ce coefficient est un indicateur utile pour la qualité des matériaux isolants ainsi que sur leurs applications pratiques.

II.4 Développement des matériaux d'isolation

La disponibilité des fibres naturelles à partir de ressources renouvelables et biodégradables est considérée comme l'un de leurs principaux avantages par rapport aux isolants pétrochimiques d'une part et elles présentent un inconvénient dont le coefficient de diffusion massique élevé affecte considérablement leur durabilité d'autre part.

Tous ces matériaux ne répondent pas rigoureusement aux exigences des ingénieurs pour couvrir les différents domaines d'isolation. Dans ce cadre, notre contribution est axée sur l'amélioration par un traitement thermique écologique d'un biomatériau (Liège) très léger qui est déjà doté des performances d'isolation meilleures.

II.5 Objectif technique

Les caractéristiques physiques du liège, consignées dans le tableau II.1, montrent qu'il est un matériau isolant universel de bonne qualité. Toutefois, pour concurrencer d'autres matériaux dans les différents domaines d'isolation, on doit recourir à l'amélioration des caractéristiques d'isolation en modifiant les propriétés de la structure physique influente sur les conductivités thermique, massique et le facteur d'atténuation phonique ou vibratoire.

Tableau II.1 : Propriétés générales du liège.

	Radial	Tangentiel	Longitudinal	Réf
Coefficient de friction (liège / liège), bouilli	0.9	0.77		[55]
Densité (kg / m^3)	120-180	160–240		[56]
Conductivité thermique (W/m.K)	0.045			[57]
Conductivité électrique (S/m)	1.2×10^{-10} (25°C)	1.67×10^{-13} (50°C)		[58]
Résistivité acoustique (Kg/m^2.s)	1.2×10^5			[59]
Chaleur Spécifique (J/Kg.K)	350			[57]
Diffusivité thermique (m^2 /s)	1.0×10^{-6}			[57]
Diffusion massique (m^2/s)	$7{,}44 \times 10^{-12}$	$5{,}19 \times 10^{-12}$	$4{,}67 \times 10^{-12}$	[10]

II.6 Phénomènes du transport

Le liège est un biomatériau hygroscopique qui peut absorber l'humidité de l'air et la stocker sous forme liquide dans ses pores, par mécanismes d'absorption ou d'adsorption.

II.6.1 Eau dans le liège

La teneur en eau du liège de reproduction, se présente d'une quantité moyenne de 3.1% sous plusieurs phases [60], eau libre ou capillaire, liée ou absorbée, vapeur d'eau et eau de constitution (Fig. II.2).

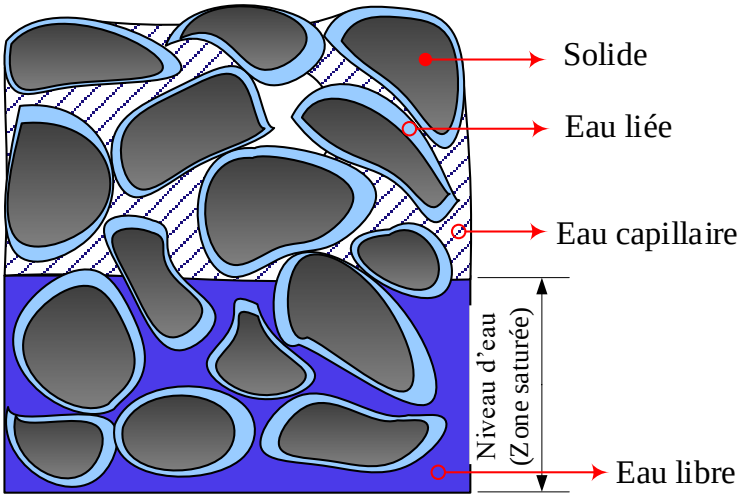


Figure II.2 : Différentes formes de l'eau dans un milieu poreux.

Cette quantité est le pourcentage de la masse d'eau présente dans le liège rapporté à la masse de matière sèche.

$$\mu = \frac{m_h - m_s}{m_s} x100 \qquad \text{(II.4)}$$

Où m_s, la masse de liège anhydre (séché 103°C dans une étuve jusqu'à poids constant).

II.6.2 Paramètres influençant le phénomène du transfert

II.6.2.1 Porosité

La porosité d'un matériau solide (ε) est une propriété structurelle adimensionnelle qui caractérise la fraction du vide de l'échantillon poreux.

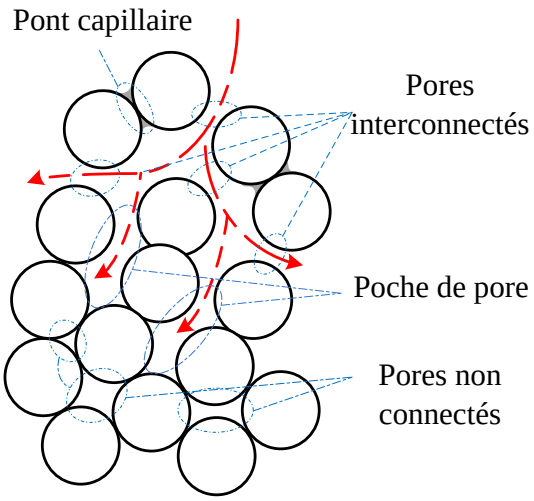


Figure II.3 : Porosité dans un matériau solide.

Sachant que la porosité du liège n'est pas équivalente au degré de vide (Fig. I.3), comme c'est le cas dans d'autres matériaux, vu l'absence d'une corrélation entre la densité et la porosité due aux pores non connectés et aux poches des pores [61].

II.6.2.2 Tortuosité

La texture réelle interne des copeaux de liège est très complexe pour être définie avec précision, mais la nature tortueuse de ces matériaux peut être caractérisée à l'échelle macroscopique par un nombre moyen nommé facteur de tortuosité *(τ)* (Fig. I.4).

$$\tau = \frac{L_r}{L_g} \qquad \text{(II.5)}$$

Avec : L_r le parcours moyen réel de la substance à travers le copeau et L_g le parcours apparent de la substance (longueur géométrique de l'échantillon). Le coefficient de diffusion apparente, Dapp, est relié aux propriétés du matériau par la relation :

$$D_{app} = D_A \cdot \frac{\varepsilon}{\tau} \quad \Rightarrow \quad \tau = \frac{D_A}{D_{app}}\varepsilon \qquad \text{(II.6)}$$

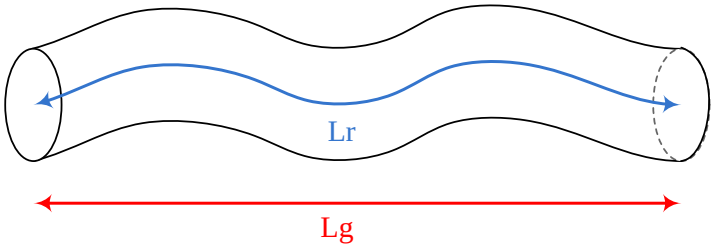


Figure II.4 : Tortuosité d'un pore.

Une estimation de ce paramètre, ε, peut être obtenue en utilisant les techniques de la porosimétrie au mercure, analyse d'image, diffusion de gaz ou les ondes acoustiques [62].

II.6.2.3 Masses volumiques

Considérons un échantillon de milieu poreux sec, on trouve la masse volumique :

a. **Masse volumique du milieu sec ou apparente (ρs) :** Elle est définie par :

$$\rho_s = \frac{M_s}{V_t} \qquad \text{(II.7)}$$

b. Masse volumique du solide (ρ_s): Elle est définie par :

$$\rho_S = \frac{M_S}{V_S} \qquad \text{(II.8)}$$

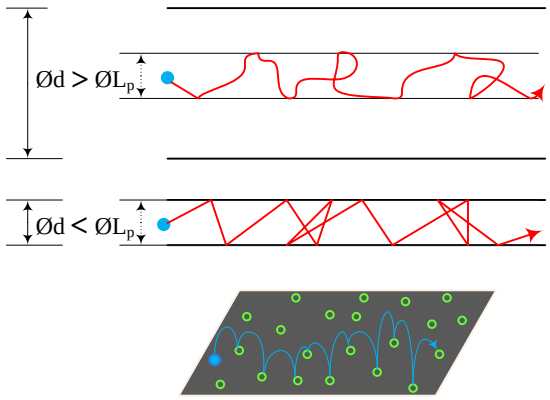
Ms correspond à un volume total Vt de cette substance, qui se partage entre un volume occupé par le solide Vs et un volume occupé par de l'air Va. La masse de l'air étant négligeable. Cette valeur est donc une moyenne des masses volumiques des différents constituants de l'échantillon, pondérée par leurs proportions volumiques.

II.7 Mécanismes de transfert de matière dans les solides

Le transfert gazeux peut s'effectuer par :

- diffusion à travers les parois cellulaires et les pores obéissant aux lois de Fick.

- convection libre ou forcée à travers le milieu selon la taille des pores, qui est gouvernée par les lois de Darcy et de Knudsen :



(a) Darcy

(b) Knudsen

(c) Fick

(a) convection libre, Darcy ;

(b) convection forcée, Knudsen ;

(c) diffusion de surface, Fick ;

Avec : d : diamètre du pore ;

Lp : parcours moyen libre de la molécule.

Figure II.5 : Mécanismes de transport de matière dans un matériau poreux.

II.8 Conductivité équivalente des ions

II.8.1 Conductivité ionique équivalente à dilution en fonction de la température

Le calcul de la conductivité équivalente limite (extrapolation pour une dilution infinie) des ions des solutés utilisés à la température *T(°C)* est déterminée à partir de l'expression suivante [63] :

$$\lambda_x = \lambda_{25}^0 + a(T-25) + b(T-25)^2 + c(T-25)^3 \qquad \text{(II.9)}$$

Pour quelques espèces ioniques, les valeurs de *a*, *b*, *c* et λ_{25}^0 sont récapitulées dans le tableau II.2 :

Tableau II.2 : Valeurs de *a*, *b*, *c* et λ_{25}^{0}, [63]

Ion	a	10^2xb	10^4xc	λ_{25}^{0}
Na^+	1.092	0.472	- 0.115	50.10
K^+	1.433	0.406	- 0.318	73.50
Cl^-	1.540	0.465	- 0.128	76.35

II.8.2 Coefficient de diffusion moléculaire du soluté dans un milieu poreux

La diffusivité massique $D_X(cm^2/s)$ pour NaCl de l'ion et de cation *X* dans l'eau peut être calculée à partir de la loi de Nernst – Einstein, [64] :

$$D_{X^+Y^-/H_2O} = \frac{RT}{F^2} \cdot \frac{\frac{1}{Z_{Y^-}} + \frac{1}{Z_{X^+}}}{\frac{1}{\lambda_{Y^-}^0} + \frac{1}{\lambda_{X^+}^0}} \qquad \text{(II.10)}$$

Avec : $R = 8.3144$ J/(mol.K) la constante des gaz parfait, F = 96485 Coulomb/mol le nombre de Faraday, (λ_X^0) la conductivité équivalente limite de diffusion de l'ion et/ou du cation dans l'eau à $T=298°K$ et Z_X la charge ionique (en valeur absolue) de l'anion et/ou du cation.

II.8.3 Concentration du soluté au cours de la désorption

La conductivité électrique du soluté NaCl, indiquée par le conductimètre, est donnée par la relation suivante.

$$\Lambda_{NaCl} = \sum_i \left(\lambda_i \cdot z_i \cdot c_i\right) = \lambda_{Na^+} \cdot c_{NaCl} + \lambda_{Cl^-} \cdot c_{NaCl} = c_{NaCl}\left(\lambda_{Na^+} + \lambda_{Cl^-}\right) \qquad \text{(II.11)}$$

Avec λ_i la conductivité équivalente de l'espèce ionique *i,* donnée par la valeur extrapolée pour une dilution infinie et c_i la concentration en *ions g/l*.

Autrement dit, la concentration du soluté au cours du temps est donnée par :

$$\begin{pmatrix}\text{Concentration de désorption}\\ \text{de } (i) \text{ au temps } (t)\end{pmatrix} = \frac{\begin{pmatrix}\text{Conductivité de } (i) \text{ mesurée par}\\ \text{le conductimètre au temps } (t)\end{pmatrix} - \begin{pmatrix}\text{Conductivité initiale de } (i) \text{ indiquée}\\ \text{par le conductimètre au temps } t=0\end{pmatrix}}{\begin{pmatrix}\text{Conductivité équivalente}\\ \text{cationique à la température } (T)\end{pmatrix} + \begin{pmatrix}\text{Conductivité équivalente}\\ \text{anionique à la température } (T)\end{pmatrix}} \quad \text{(II.12)}$$

D'où :

$$\begin{aligned} c_{NaCl}\ (m\,M) &= \frac{\Lambda_{NaCl}}{\left[\lambda_{Na^+}(T) + \lambda_{Cl^-}(T)\right]} \\ &= \frac{(\Lambda_{NaCl})_t - (\Lambda_{NaCl})_{t=0}}{\left[\lambda_+^0 + a_+(T-25) + b_+(T-25)^2 + c_+(T-25)^3\right] + \left[\lambda_-^0 + a_-(T-25) + b_-(T-25)^2 + c_-(T-25)^3\right]} \end{aligned} \quad \text{(II.13)}$$

II.8.4 Quantité et concentration du soluté transféré à l'équilibre

La quantité du soluté libéré à l'équilibre pour des temps suffisamment longs peut être calculée à partir de l'expression suivante [63] :

$$m_\infty = 10^6 \cdot c_0 \cdot (v_{sol})_{coupeau} = 10^6 \cdot c_0 \cdot \varepsilon_H \cdot v_{sol,H} = 10^6 \cdot c_0 \cdot \varepsilon_H \cdot e_H \cdot S_H \quad \text{(II.14)}$$

Avec : c_0 la concentration initiale corrigée du soluté contenue dans le copeau humide en (mol/l), $v_{sol,H}$ le volume de la solution occupant l'espace vide du copeau humide en (m^3), e_H l'épaisseur du copeau humide en (m), S_H la surface de la face latérale du copeau humide en (m^2) et ε_H la porosité à l'état humide de l'échantillon. On suppose que pour des temps infinis, la quantité de matière contenue dans le copeau est transférée est équilibrée avec la solution. La concentration infinie (en mM) sera donc:

$$c_\infty = \frac{m_\infty}{v_{sol}} = \frac{10^6 \cdot c_0 \cdot \varepsilon_H \cdot e_H \cdot S_H}{v_{sol}} \quad \text{(II.15)}$$

Avec : v_{sol} le volume de la solution liquide (en l) immergeant l'objet. De même, il sera possible d'atteindre la quantité de la substance libérée expérimentalement à l'instant t $(m_t)_{exp}$ à partir de la concentration instantanée $(c_t)_{exp}$ mesurée par le conductimètre :

$$(m_t)_{\exp} = (c_t)_{\exp} \cdot v_{sol} \quad \text{(II.16)}$$

II.9 Modèles d'isotherme de sorption

Sur le plan de la modélisation, plusieurs auteurs ont proposé des modèles de sorption théoriques, semi-théoriques et empiriques concernant les matériaux cellulosiques :

Plusieurs modèles ont été proposés et testés dans la littérature pour corréler la teneur en eaux à l'équilibre avec l'humidité relative. Le tableau II.3 donne une liste non exhaustive des modèles utilisés dans la littérature.

Tableau II.3 : Modèles d'isothermes de sorption.

Modèles	Expressions	Références
Brunauer, Emmet et Teller	$X_{We} = \frac{X_m . C . a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1).a_w)}$	[65]
Dent	$\frac{W_2}{W_0} = \frac{b_1 b_2 (a_w)^2}{(1 - b_2 . a_w)(1 - (b_2 + b_1) a_w}$	[66]
Henderson-Thompson	$X_{we} = 0{,}01 \left[\frac{-log(1 - a_w)}{10}\right]^{1/n}$	[67]
White et Eiring	$X_{we} = \frac{1 - a . a_w}{b . a_w}$	[68]
Modified Chung and Pfost	$X_{we} = exp\left[\frac{-a . exp(-b . a_w)}{T + c}\right]$	[69]
Modified Halsey	$X_{we} = \left[\frac{A}{ln(1/a_w)}\right]^{1/b}$	[69]
Modified Henderson	$X_{we} = 1 - exp[-a(T + b){a_w}^c]$	[70]
GAB	$X_{we} = \frac{X_m . C . K . a_w}{(1 - k . a_w)(1 + (C - 1).K . a_w)}$	[71]
Où : *a, b, c, d* sont les paramètres des équations ; X_{we} est l'humidité relative d'équilibre exprimée en décimale ; a_w est l'activité de l'eau exprimée en %. *T* la température en °C.		

II.10 Dispositifs et techniques de mesures et d'analyse

II.10.1 Dispositifs et technique de mesure de la cinétique dans les milieux poreux

Les protocoles de mesure de la perméabilité pour la caractérisation d'un biomatériau, tel que le liège et le bois, présentant une anisotropie très marquée, sont de plus en plus nombreux. Chacune est réalisée avec un dispositif particulier comprenant des paramètres expérimentaux propres au protocole et au matériau. Les grandeurs déduites sont des fois issues par le parrainage avec la modélisation.

a) Vaporimètre

Le principe de mesure est basé sur le vaporimètre à technique d'équilibre, placée sur une balance [72]. Ce type d'expérience permet de calculer le coefficient de diffusion de l'eau

dans une direction à une température donnée à travers le changement temporel de masse du matériau en régime permanent.

b) **Méthode Coulométrique/Mocon**

La méthode de Karl Fischer est une méthode chimique de mesure de la teneur en eau d'un échantillon par titrage [73].

c) **Méthode colorimétrique.**

C'est une méthode qui a été mise au point par Cette technique de mesure repose sur le changement de couleur lorsqu'une solution réductrice de carmin d'indigo réagit avec de l'oxygène d'un indicateur coloré [74]. C'est une méthode d'une durée d'analyse très longue et coûteuse.

d) **Chimi-Luminescence**

L'intensité lumineuse traduit la quantité d'oxygène présente [75, 76]. Elle est comme les premières méthodes de mesures qui requièrent des temps d'expérimentations assez longs, soit entre 2 et 24 mois, et leur utilisation est donc peu adaptée à des mesures de perméabilité de routine.

e) Méthode manométrique

Le montage, développé par [77], est constitué de deux compartiments séparés par l'échantillon. Le temps nécessaire à la mesure de la perméabilité à l'O2 d'un échantillon est de 48 h. Les résultats de perméabilité sont déterminés à partir de la première loi de Fick en régime stationnaire où se trouve l'ensemble des phénomènes.

f) Spectromètrie

Dans cette technique, on utilise un détecteur de fuite par spectromètre de masse à l'hélium pour mesurer le débit de gaz. Elle permet de déterminer la perméabilité des gaz à travers le liège non compressé [78, 79].

g) Cellule de Wicke et Kallenbach

Elle est utilisée pour déterminer par une mesure indirecte la routine de la vapeur d'eau d'un matériau poreux évoluant en régime transitoire. Pour cette méthode, le transport diffusionnel ne peut pas être mesuré directement ; Alors, la technique est de déterminer

d'abord le coefficient de diffusion effectif (D_{eff}) du gaz (Azote ou Hélium) au sein du milieu poreux, puis en supposant que la diffusivité apparente est proportionnelle au coefficient de diffusion moléculaire [80].

h) Double enceinte climatique

Elle mesure l'absorption et la désorption d'eau en régime transitoire. Après 24 heures, les masses sont mesurées chaque jour jusqu'à l'obtention d'une masse constante correspondant à l'équilibre thermodynamique de la deuxième enceinte. Pour évaluer la masse d'eau au sein de l'échantillon, on utilise un modèle mathématique, qui ne prend en compte que le transport diffusionnel en phase adsorbée et fait donc apparaître deux hypothèses, à savoir que l'on néglige le transport diffusionnel de l'eau en phase gazeuse et que l'on admet que l'équilibre d'adsorption réalisé entre l'eau vapeur et l'eau adsorbée n'est pas linéaire. Cependant, avoir une relation approchée dans le cas des expériences d'adsorption et de désorption appliquée par [80].

i) Résistance électrique

Le but est de mesurer la résistance électrique en régime transitoire entre les extrémités de l'échantillon. Toutefois, cette méthode est rapide mais elle n'est pas fiable à cause des mauvais contacts et de la non continuité du conducteur.

II.10.2 Dispositifs et techniques d'analyse

Afin d'optimiser les conditions expérimentales du procédé de traitement et d'apporter des améliorations, une étude du comportement thermique du matériau est indispensable. Vue la complexité des substances analysées (Polymères, substances de l'industrie alimentaire et d'autres) et de leur transformation, plusieurs techniques sont souvent simultanées par exemple le couplage entre TGA et ATD ou bien TGA e DSC.

Les méthodes thermiques sont souvent couplées à d'autres méthodes d'analyse comme l'EGA 'Effluent Gas Analysis', SM 'Mass spectrometry', FTIR 'Fourier transform IR spectroscopy' et CPG 'Gas phase Chromatography'. De plus, certaines analyses complémentaires sont souvent envisagées telles que la Diffraction X, Fluorescence X, MEB, MET.

Tableau II.4 : Techniques de mesure des propriétés

Grandeur mesurée	**Techniques**	**Référence**
Masse	Thermogravimétrie TG	[81]
	Thermogravimétrie dérivée (DTG)	[81]
	Détection de gaz évolué (EGD)	[82]
	Analyse de gaz évolué (EGA)	[83]
	Analyse thermoparticulaire (TA)	[84]
Température	Analyse thermique différentielle (DTA)	[81]
	Détermination de la courbe de chauffe	[85]
Enthalpie	Calorimétrie à balayage différentiel DSC	[175]
Dimensions	Thermodilatométrie	[87]
Propriétés mécaniques	Analyse thermomécanique TMA	[88]
	Analyse mécanique dynamique DMA	[89]
Propriétés optiques	Thermoptométrie	[90]
Propriétés magnétiques	Thermomagnétométrie TM	[91]
Propriétés électriques	Thermo électrométrie	[92]
Propriétés acoustiques	Thermosonimétrie TS	[93]
	Thermoacoustimétrie	[94]
Evolution des gaz radioactifs	Analyse thermique d'émanations ETA	[95]
Evolution des particules	Analyse thermo particulaire TPA	[96]

II.10.2.1 Microscopie électronique à balayage

Des observations de la structure du matériau étudié ‘le liège’, ont été réalisées au Microscope Électronique à Balayage (MEB) (Quanta 250 de la compagnie FEI) au Laboratoire de Recherche en Analyse Physico-Chimique de Tipaza, Algérie (CRAPC). Cet appareil permet de réaliser des observations avec un agrandissement de 5000 fois. Cette méthode de haute résolution de caractérisation de surface est basée sur le balayage de la surface à observer à l’aide d’un faisceau d’électrons finement focalisé. Le rayonnement incident de plusieurs keV subit au contact de la matière des pertes d’énergie, dont une partie est restituée sous forme d’électrons secondaires. Ces électrons, de faible énergie, sont

aisément séparés des électrons rétrodiffusés et produisent finalement un signal qui permet de former une image avec une grande résolution [97]. Dans le cas d'un biomatériau, l'analyse nécessite une préparation préalable de métallisation au carbone de l'extérieur des échantillons, qui permettra l'évacuation des électrons.

II.10.2.2 Analyse thermique gravimétrique (TGA).

C'est l'une des nombreuses techniques expérimentales disponible pour étudier la pyrolyse du biomatériau. L'analyse thermogravimétrique (TGA) est la plus employée et elle consiste à mesurer évolution de masse dans le temps et en fonction de la température [98], l'analyse thermique différentielle (DTA) [99] ou encore la calorimétrie à balayage (DSC) [100]. Une caractérisation qualitative des gaz produits lors de la dégradation est possible par un couplage avec d'autres appareils d'analyse (chromatographie en phase gazeuse [101], spectrométrie de masse [102] et d'autres) afin de déterminer les constantes cinétiques qui décrivent les mécanismes de dégradation thermique des biomatériaux.

II.10.2.3 Caractérisation physico-chimique du liège par FTIR

On a analysé un échantillon de reproduction de liège de la même planche utilisée en expérimentation. Son traitement par FTIR (Fig. II.6) a pu donner le tableau II.5 où les différents groupements en fonction de la fréquence d'onde.

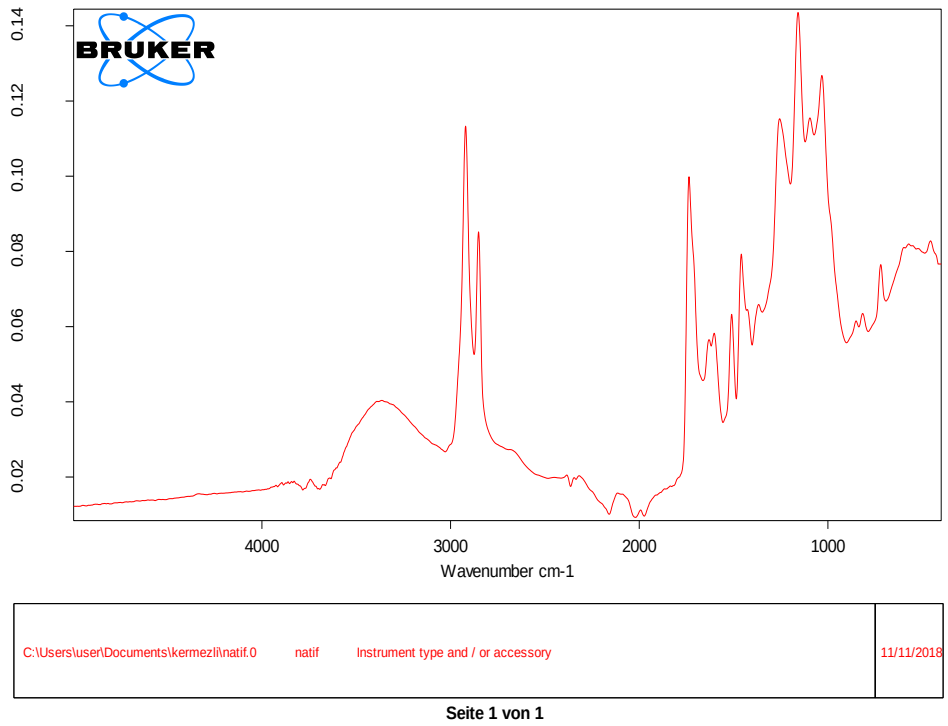


Figure II.6 : Analyse spectrale du liège de reproduction sans traitement par FTIR

Tableau II.5 : Affectation FTIR des composants du liège [103].

Fréquence d'onde (cm^{-1})		Affectation
3414	OH stretch	hemicellulose, cellulose, lignin, suberin
2937	CH aliph. stretch	suberin, hemicellulose cellulose, lignin
2850		suberin, hemicellulose cellulose, lignin
1745	C=O stretch	suberin, hemicellulose cellulose, lignin
1636	C=C stretch	suberin
1603		suberin, lignin
1513		suberin, lignin
1468	CH assym stretch	suberin, hemicellulose, cellulose, lignin
1384	CH sym stretch	suberin, hemicellulose, cellulose, lignin
1270	CO stretch	suberin, hemicellulose, cellulose, lignin
1164	CO assym. stretch	suberin, hemicellulose, cellulose, lignin
1107	CH, CO deform	hemicellulose, cellulose, lignin
1032		hemicellulose, cellulose, lignin

II.11 Traitement des biomatériaux

Dans le domaine de traitement des biomatériaux, une large technique expérimentale est disponible pour les rendre plus durables avec des performances mécaniques et de qualité plus stable. Cette stabilité biologique est reliée directement aux différentes réactions de dégradation que peut subir le matériau par traitement chimique, physique ou thermique.

Aujourd'hui, on trouve parmi les plus fameux produits de préservation des biomatériaux :

- Les produits huileux et les créosotes qui sont utilisés pour un matériau exposé aux intempéries et au contact du sol ;
- Les produits en solution organique : les plus connues sont le PCP (penta-chlorophenol) et le DDT ou le lindane. Malheureusement, ces produits sont cancérigènes ;
- Les produits hydro-dispersables : ce sont des émulsions aqueuses composées de matières actives et des co-solvants (éthers de glycol) ;

- Les produits hydrosolubles : Ils contiennent des sels ou des oxydes minéraux, préservent les matières actives du chrome et surtout de l'arsenic qui peut être délavé par contacts.

Bien que ces produits soient généralement satisfaisants. En soulignant deux problèmes majeurs, l'un des autres, étant que les sels de cuivre causaient de très graves problèmes de corrosion. D'autre technique de traitement pour la conservation du liège et bois comprend un mélange de créosote et d'un polymère qui est miscible avec la créosote à environ 150°C (200°F) et qui ne se sépare pas. De telles compositions peuvent être utilisées pour traiter les surfaces en bois afin de prolonger la durée de vie du biomatériau [104].

Par la suite ils ont inventé un procédé pour améliorer les caractéristiques mécaniques d'un biomatériau poreux [105], le procédé comprend l'incorporation d'un additif dans une nanoparticule, l'application d'une pression suffisante pour forcer la nanoparticule à pénétrer dans le biomatériau ou la particule de biomatériau tel que le liège et le bois, mais pour le liège dans les applications d'isolation il perte cette caractéristique.

Le transfert d'eau concernant les gestes de traitement que se soit l'imprégnation au le séchage sont dépondant de la composition et la structure de liège. Mais la tendance actuelle est de traiter le liège sans l'ajout des éléments dans la structure cellulaire. Le traitement thermique des biomatériaux a beaucoup attiré l'attention en Europe et récemment en Amérique du Nord en tant que méthode de protection des biomatériaux poreux respectueux de l'environnement [106].

L'ébullition du liège intervient de façon prépondérante dans le comportent mécanique et la durabilité du matériau [107], donne une telle élasticité avec le changement dans les pores et les lenticelles. Malheureusement ce traitement n'atteint plus les objectifs souhaités, car il influe sur des performances requises en isolation. Cette étude visait à combler le manque de connaissances sur l'effet de traitement sur les performances mécanique du liège pour cette raison on propose de jumeler ce traitement par un traitement à haute température. Cette technologie qui applique une montée en température progressive du liège en l'absence d'oxygène (l'atmosphère inerte ralentie les réactions thermochimiques et favorise le contrôle du cycle de torréfaction). Ce traitement est une pyrolyse économique qui s'effectue dans un intervalle de températures de 168°C et 260°C, étape intermédiaire entre le séchage et la carbonisation.

II.12 Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis la synthèse suivante :

- Confirmer que le liège est un matériau très complexe au niveau de sa structure, l'anisotropie, la porosité qui est différente au vide dans le liège et l'hygroscopicité du matériau ;

- L'approvisionnement de cette matière première avec des caractéristiques uniques avec une grande performance d'isolation impose à l'utilisateur une connaissance fine de ses propriétés physiques et mécanique en vue de sa préservation.

- Plusieurs modèles régis le transport diffusionnel de liquide et de vapeur au sein du matériau poreux (liège), la plupart ne s'intéressent qu'au séchage du biomatériau. Cependant il existe des modèles de transfert de l'eau dans le domaine hygroscopique, mais l'analogie paramétrique du modèle avec les données expérimentales est souvent très difficile.

- Les transferts de l'eau chargée (espèce chimique) ne sont pas étudiés sauf dans le cas du scellant naturel de bouteille le vin.

- Pour la durabilité ou l'amélioration de ses performances on a donné l'état de l'art des traitements chimiques et thermiques par ébullition.

Chapitre III
Expérimentations et Interprétations

III.1 Introduction

Pour les applications du liège dans le domaine d'isolation, le procédé de traitement thermique est l'un des meilleurs procédés de transformation, a pour objectif principal est l'amélioration des caractéristiques d'isolation (vibration, matière, chaleur et phonique) tout en réduisant au minimum les pertes éventuelles de ses qualités pour son exploitation dans des différents domaines. A cette fin, la valorisation du matériau liège passe impérativement par la présentation de l'ensemble des avantages qui ont conduit, dans un premier temps, à développer son application dans différents domaines d'une part, de faire ressortir par ailleurs les raisons inhérentes à la limitation de son spectre potentiel d'applications d'autre part. Dans cette optique, nous nous sommes focalisés sur un traitement écologique à haute température et ébullition en vue d'analyser le comportement mécanique de la nouvelle configuration physicochimique du liège, en adoptant un cycle optimal, avec des vitesses de chauffage variables caractérisées par des paliers d'homogénéisation des propriétés au sein de l'échantillon.

Après quoi et sur la base de résultats expérimentaux, on a analysé sa résistance au transfert massique via un modèle où on a introduit le coefficient de diffusion comme paramètre. Ce dernier sera identifié et optimisé par une technique algorithmique (Bat-Algorithm). Sur la base de tels résultats, on sera en mesure de fournir aux industriels intéressés par le matériau les meilleures conditions opératoires pour la formulation de nouvelles structures adaptables aux applications désirées. Dans ce cadre, il sera apporté des modifications chimiques et physiques au liège naturel après traitement par THT et combiné à l'ébullition.

L'étude de la performance d'échange massique est approchée par la méthode conductimétrique, jugée précise et testée fiable selon le protocole donné par [108]. Le recours aux techniques de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (TGA) et la microscopie électronique à balayage (MEB) a permis d'évaluer les changements apportés à la structure physique des échantillons traités. Toutes ces modifications dans la morphologie du liège pourraient conduire à l'amélioration de l'efficacité de l'isolation en vue d'élargir ses domaines d'applications. De plus, en va modéliser l'amortissement dans un système vibratoire par le bais de Simscape du Matlab, les tests seront représentatifs selon leurs excitation (Echelons et Sinusoïdal).

Dans ce chapitre, nous allons aborder le matériel et les méthodes utilisées pour l'amélioration des propriétés d'isolation. Objectif, tout d'abord, est de présenter le matériel biologique selon la direction ainsi que le meilleur protocole de traitement expérimental.

III.2 Expérimentation et manipulation

Le liège est un biomatériau unique révélant une structure poreuse anisotrope. Dans ce travail, le protocole expérimental consiste en une préparation de copeaux de liège naturel, issus de la région de Skikda en Algérie, collectés à l'unité industrielle "EPE Jijel Liège Étanchéité SPA". Ces panneaux de liège ont une classe de meilleure qualité qui a donné de bons échantillons [109].

Les échantillons ont été découpés sous forme de disques selon les trois directions, de telle sorte que l'écoulement ait puisse être mesuré dans les mêmes directions. Les dimensions sont dérivées des tailles appropriées, valables pour la méthode conductimétrique. Surface moyenne de la facette est de $5.0265x10^{-3}$ m^2 avec $5,12x10^{-3}$m d'épaisseur moyenne selon une direction (Fig. III.1)



Figure III.1 : Différentes directions de la cellule dans une planche de liège

III.2.1 Analyse morphologique

Pour mieux comprendre la structure anisotropique du liège, on a proposé un protocole d'analyse capable de nous cerner les éléments influençant l'isolation. Chaque type d'analyse à une utilité de caractérisation propre au matériau ou à la mise en fonction du traitement.

III.2.1.1 Microscopie Électronique à Balayage

La structure cellulaire du liège étudié a été observée suivant les trois plans (axial, radial et tangentiel), par microscopie électronique à balayage. Le microscope utilisé est du type JEOL-JSM, 6400 F avec une tension d'accélération des électrons de 15 kV.

III.2.1.2 Masse volumique du liège

Pour donner une précision aux mesures, on a utilisé une large gamme d'échantillons issus de la même planche de liège de forme cylindrique normalisée élaborés par une tubeuse automatique "EPE Jijel Liège Étanchéité SPA" (Tableau III.1). Les pesées sont réalisées à l'aide d'une balance (ARRV70 OHAUS) de haute précision de 0.001 g. Finalement, on obtient une masse volumique du milieu poreux sec de : $\rho_{moy} = 154.2814 kg/m^3$.

Tableau III.1 : Comparaison de la masse volumique moyenne des échantillons avec celle de la littérature

Échantillon	Hauteur (10^3m)	Diamètre (10^3m)	Volume ($10^6 m^3$)	Masse (10^3 kg)	Masse volumique (kg/m^3)
1	44,28	24,25	20451,3	3,084	150,7972
2	43,60	24,30	20220,4	2,324	114,9337
3	44,10	24,30	20452,2	3,308	161,7426
4	44,25	24,25	20437,4	3,390	165,8720
5	44,18	24,16	20253,9	3,278	161,8451
6	43,48	24,44	20397,7	3,161	154,9682
7	44,18	24,48	20794	3,162	152,0630
8	43,42	24,15	19889	3,083	155,0099
9	44,06	24,25	20349,7	3,489	171,4522
10	44,27	24,15	20278,4	3,121	153,9076
Σ ; ρmoy	**Nos résultats**	**20352,4**	**31,4**	**154,2814**	
ρ	**[108]**			**166,9**	

III.2.2 Analyse physico-chimique du liège

III.2.2.1 Analyse TGA

Parmi l'ensemble des méthodes simples et disponibles développées pour la quantification des changements de la structure physico-chimique, l'analyse thermogravimétrie a été retenue. Elle a permis de mettre en évidence les transformations qui se produisant au sein du matériau. Ces analyses sont réalisées à l'aide de l'appareil NETZSCH STA 409 PC/PG (URMPE, UMB, Boumerdes, Algérie). Le programme est ajusté à un taux linéaire de montée en température de 5°C/min pour aller de la température ambiante jusqu'à 600°C.

Les résultats ont donnés une vision plus claire de l'impact des paliers de température de traitement THT sur les zones de dégradation de certains constituants responsables de la durabilité du matériau (Cellulose 215°C, hémicellulose 385°C, lignine 460°C), de même que sur le palier d'homogénéisation thermique du liège à environ 170°C ainsi qu'au niveau du début la courbe où la pente est plus abrupte laquelle correspond à une perte de masse importante.

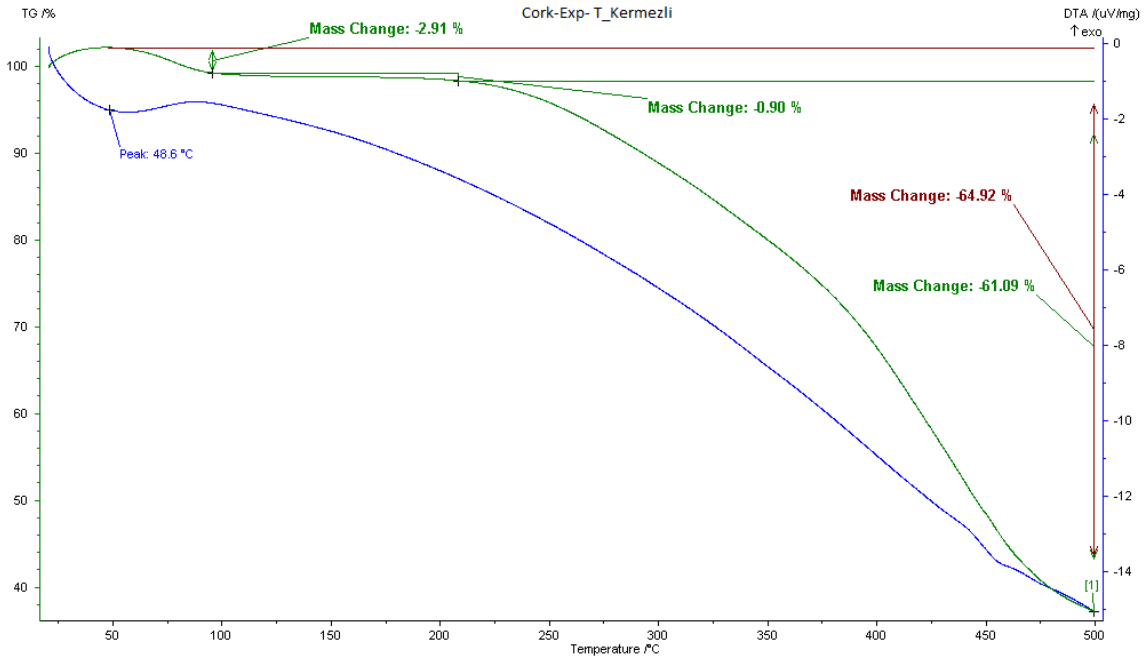


Figure III.2 : Analyse TGA du liège de Skikda 'Algérie'

Les pentes des pertes ont confirmées les éléments responsables à la nouvelle structure adaptée à une isolation adéquate. Selon les résultats, on peut avancer que l'hémicellulose est le premier constituant structural qui a tendance à se dégrader a partir de 177°C, la subérine étant plus stable, sa dégradation couvre la plage de 230°C - 370°C et au-dessus de 457 °C, où

se prolonge la dégradation de la lignine. La poursuite de la perte de masse réaffirme les résultats de la littérature [109, 110], en établissant que la cinétique de dégradation de la lignine est plus lente que celle des autres composés.

III.2.2.2 Analyse FTIR

A travers la méthode de spectroscopie infrarouge (FTIR " Fourier Tronsform Infra-Red") des échantillons de reproduction du liège natif et traité (Fig. III.3), on a confirmé les changements dans les structures chimiques causés par THT. Le liège traité utilisé a résulté en une réduction de l'intensité de vibration de O-H entre 3200 et 3400 cm^{-1} par rapport aux échantillons du liège naturel de reproduction approximativement par la moitie.

Ces observations fournissent l'évidence de la réaction chimique les groupes hydroxyles des parois cellulaires du liège qui provoque un changement dans la structure physique peut être lié à la taille des pores et la forme de la tortuosité.

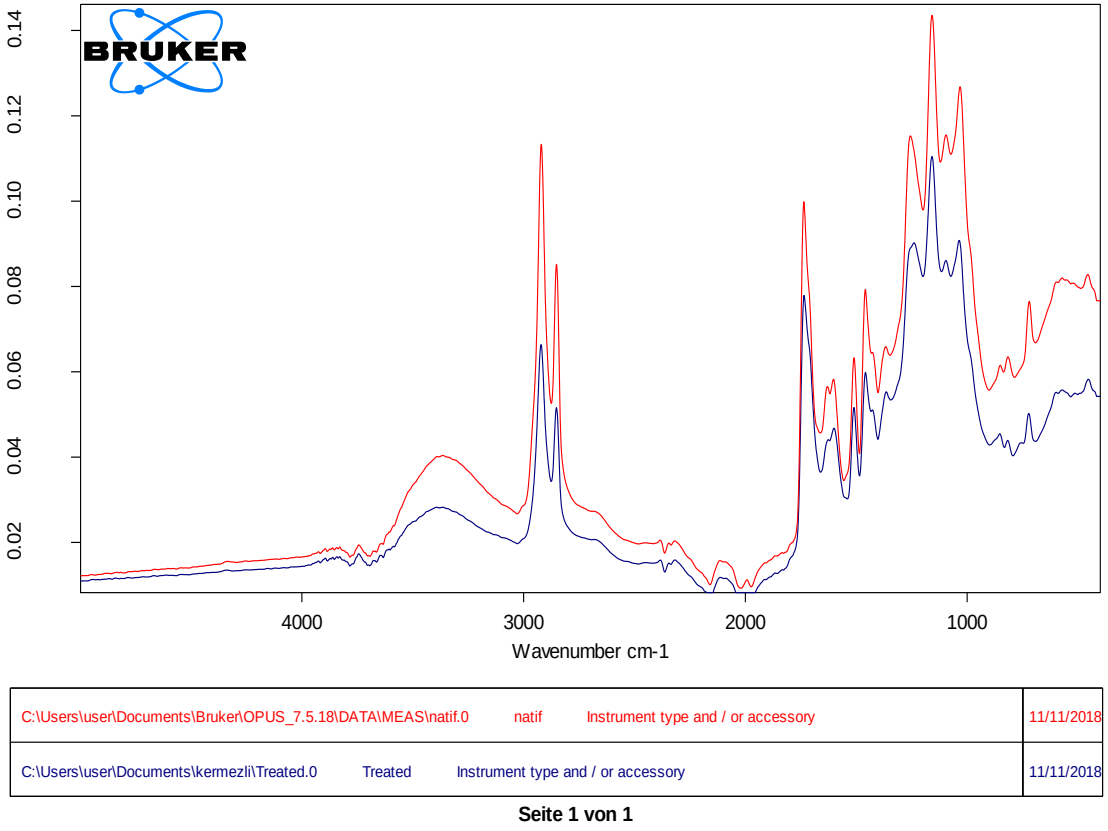


Figure III.3: Analyse spectrale du liège natif et traité par FTIR

III.2.5 Traitement THT et ébullition

Parmi les quatre variantes (Fig. III.4) du protocole de traitement proposé par Kermezli et al. [10] (Tableau III.2), on a choisi le protocole A, qui a prouvé un résultat très satisfaisant. Ce protocole consiste à faire bouillir le lot des échantillons dans de l'eau à 100°C pendant 1h. Ce traitement permet d'éliminer les substances hydrosolubles du liège, de réduire sa densité et d'améliorer sa souplesse. L'ébullition sera suivie d'un cycle de THT sous un gaz inerte (Argon) (Fig. III.6).

Tableau III.2 : Différentes variantes du protocole expérimental [TK]

		Protocole A			Protocole B			Protocole C			Protocole D
Lot d'échantillons / Traitement		A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3	D1
1ère étape	ébullition	✓	✓	✓							✓
2ème étape	THT	5°C	1°C	0.5°C	5°C	1°C	0.5°C	5°C	1°C	0.5°C	
3ème étape	ébullition				✓	✓	✓				

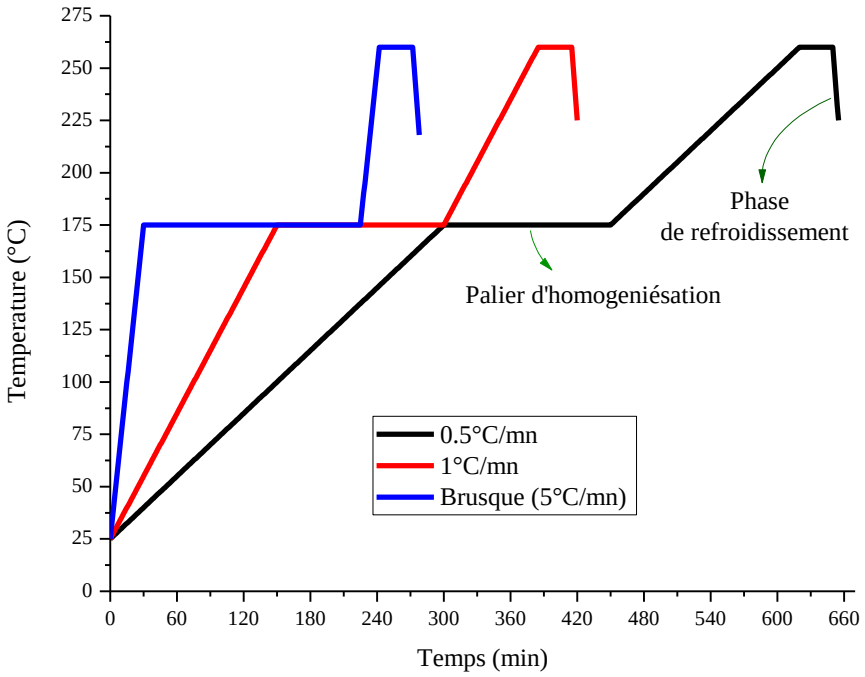


Figure III.4 : Cycles de THT sous un gaz inerte à différents taux de chauffe [10].

Tandis que, la forte demande de l'optimisation de l'énergie de traitement par le marché, on a apporté des modifications sur le cycle de traitement (Fig. III.5). En utilisant un four du type NABERTHERM 'MORE THAN HEAT 30-3000°C' (Fig. III.6).

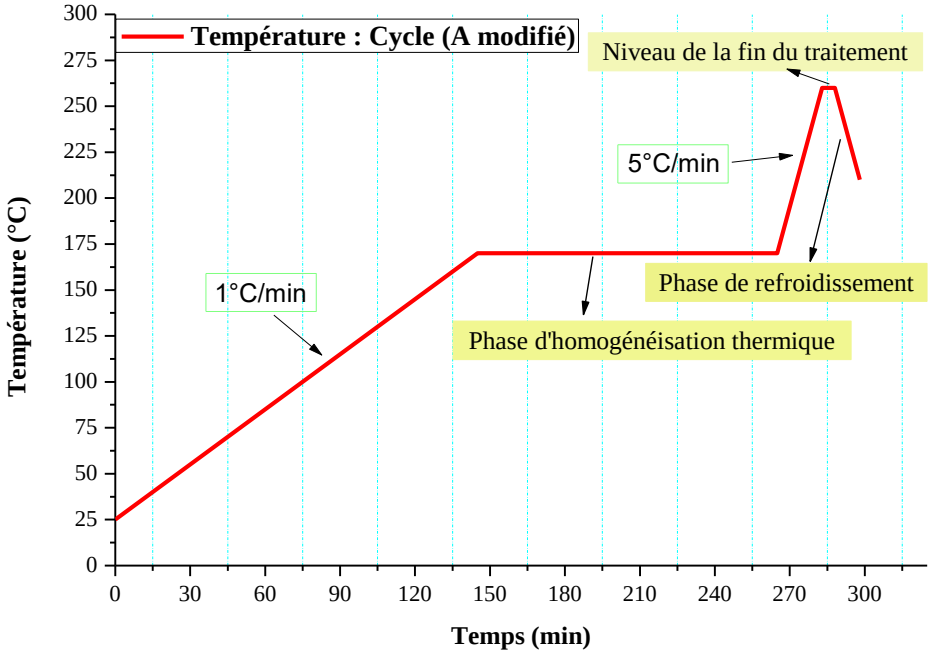


Figure III.5 : Cycle de THT optimisé (A modifié)



Figure III.6 : Four de THT 'L.M. Ecole Militaire Polytechnique'

Après le traitement d'ébullition, les copeaux sont séchés à l'air libre pendant une période de 15 jours environ jusqu'à l'atteinte l'humidité à l'équilibre qui correspond à une valeur moyenne comprise entre 2 et 9%. Dans une étuve, l'ensemble des échantillons est soumis à un séchage à 103°C pendant 3 heures. La variation de la masse et les dimensions des échantillons en fonction du temps ont été mesurées. Les échantillons ont été pesés avant l'essai, par la suite, des pesées ont été effectuées pour chaque palier de température pour quantifier la perte instantanée de masse et la dimension.

III.2.6 Détermination du Dapp

Pour justifier l'amélioration du traitement par rapport au natif, le coefficient de diffusion massique apparent (Dapp) est un facteur très significatif dans l'étude de l'intensité du phénomène de transfert de matière d'une espèce chimique dans un milieu poreux (Liège). Les étapes de détermination de la diffusion de matière en régime transitoire, sont illustrées dans l'organigramme présenté ci-dessous (Fig. III.7).

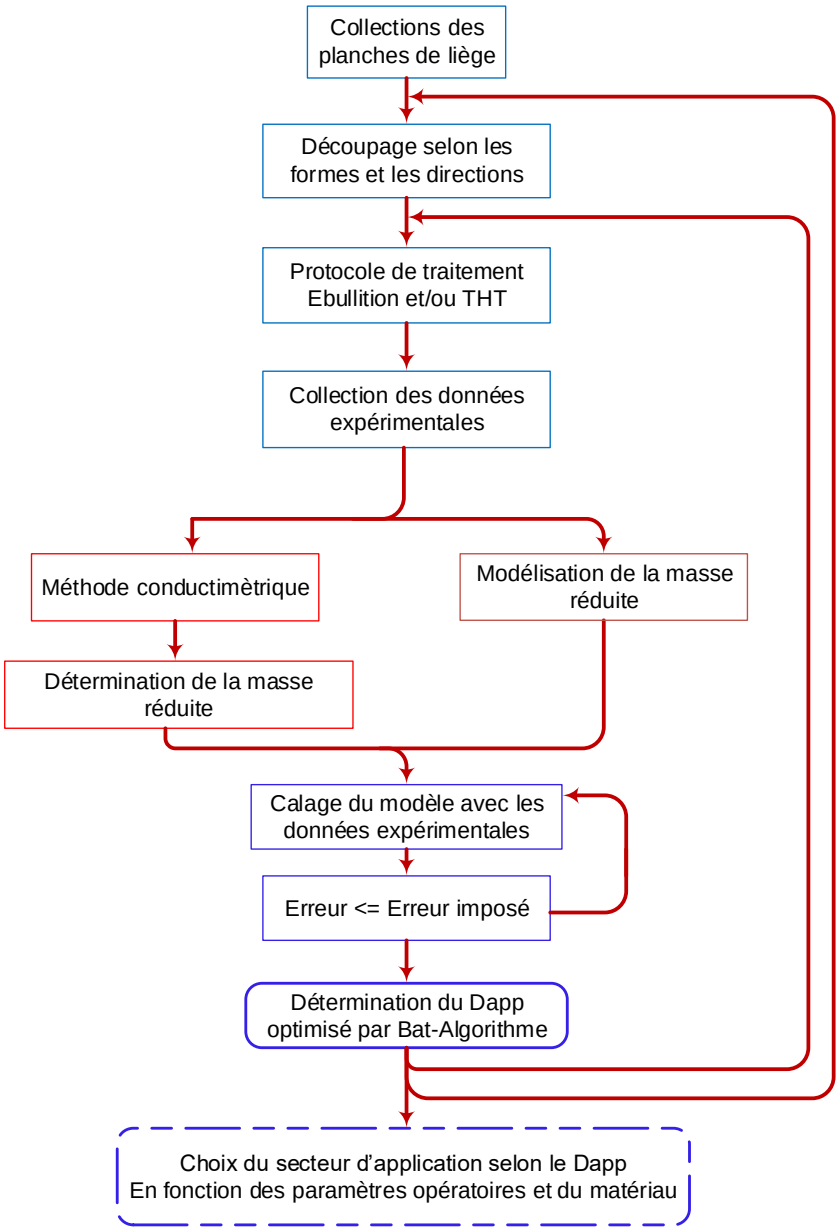


Figure III.7 : Organigramme pour détermination du coefficient apparent de diffusion massique.

Après la mise en forme des échantillons du liège selon la forme et la direction de coupe (Fig. III.8), on les a traités par THT et/ou ébullition suivant plusieurs protocoles. La détermination de la conductivité électrique instantanée de l'échantillon, σ_t suivant le protocole expérimental conductimétrique, elle sert à quantifier l'intensité de transfert de l'espèce chimique dissoute vers le milieu externe dont ses deux parties :

- Primo est l'imprégnation sous vide des échantillons du soluté (NaCl) selon le mode opératoire.
- Secundo est l'établissement du profil de concentration de l'espèce chimique en régime transitoire. Elle consiste à mesurer de la conductivité de la solution à travers un étage interface avec l'ordinateur.

Les données expérimentales propres à chaque analyse sont enregistrées, après conversion en masse réduite estimée par l'expression III.1 ; Les données de la masse réduite, ainsi obtenues, sont calées par le modèle théorique, présenté par le modèle, en recourant au programme Matlab élaboré à cet effet en vue d'estimer le coefficient Dapp ; pour un meilleur précision la valeur de Dapp est affinée par le programme d'optimisation Bat-algorithme pour donner le Dapp final.



Figure III.8 : Photo du disque de liège étudiée.

Tableau III.3 : Caractéristiques des échantillons étudiés.

Échantillons	**Direction**	**Surface** S **(m²)**	**Épaisseur** $2l$ **(m)**	**Masse** m **(kg)**	**Masse volumique** ρ **(kg/m³)**
Lot 1	Radiale	5.0265×10^{-3}	5.15×10^{-3}	3.9553×10^{-3}	152.7954
Lot 2	Longitudinale	5.0265×10^{-3}	5.11×10^{-3}	4.0314×10^{-3}	156.9543
Lot 3	Tangentielle	5.0265×10^{-3}	5.13×10^{-3}	3.9157×10^{-3}	151.8548

$$m_\infty = c_0.(v_{sol})_{échantillon} = c_0.\varepsilon_H.e_H.s_H \quad \text{(III.1)}$$

Avec, c_0 , la concentration initiale du soluté contenu dans le copeau humide en *(mol/l)*, e_H , l'épaisseur du copeau en *(cm)*, S_H , la surface latérale du copeau en *(cm^2)* et ε_H , la porosité de l'échantillon.

III.3 Résultats et discussions

III.3.1 Effet du traitement sur le liège

III.3.1.1 Effet sur les propriétés physiques

Les mesures des poids et les dimensions des échantillons, obtenues avant et après le séchage, ont été utilisées pour calculer la masse volumique et la perte en poids par les suivantes équations :

$$\rho = \frac{M}{V} \quad \text{(III.2)}$$

$$\Delta D = 100\left(\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1}\right) \quad \text{(III.3)}$$

Où : ρ est la masse volumique (kg/m^3) ; M, Masse de l'échantillon (kg) ; V, Volume de l'échantillon (m^3) ; Δ*D*, Variation relative de la masse volumique (%) ; ρ_1, ρ_2, Masses volumiques initiale et finale à la température de séchage, en kg/m^3.

Dans une première étape, les traitements thermiques ont été appliqués aux échantillons avec trois paliers de température (100, 175 et 265°C) dont les durées de traitement sont respectivement 4, 8 et 12 h, dans une unité de chauffage contrôlée à pression ambiante.

Comparativement aux échantillons témoins, les résultats de mesure montrent l'influence du traitement thermique, à différentes températures, sur leurs masses volumiques et leurs dimensions. Les variations des masures étaient statistiquement significatives. Le traitement thermique entraîne, en effet, une diminution de la densité.

Le tableau III.4 regroupe les mesures de dimensions et masses volumiques des deux échantillons séchés à différentes températures. On note que dans l'intervalle de 168°C à 260°C, on assiste à la présence de gonflements de taille variable pour enfin donner fissuration au niveau des lenticelles (Fig. III.9).

Tableau III.4 : Caractéristiques physiques du liège de reproduction sous l'effet de températures de séchage.

Echantillon		35°C	103°C	168°C		260°C	
Hauteur (10^3m)	ES1	43.60	43.10	43.10		49.20	
	ES2	43.66	43.50	43.50		50.10	
Diamètre (10^3m)	ES1	24.30	24.20	D_R=24.6	D_T=24.1	D_R=25.9	D_T=28.3
	ES2	24.25	24.10	D_R=24.6	D_T=24.2	D_R=26.1	D_T=28.2
Volume (10^6m^3)	ES1	20220.3616	19824.30102	20068.70279		28323.12596	
masse (10^3 kg)	ES1	3.204	3.122	2.711		2.651	
	ES2	3.310	3.315	2.818		2.775	
Masse volumique (kg/m^3)	ES1	158,454	157,483	135.085		93.598	
	ES2	159,187	157,786	138.551		95.817	
ΔD	ES1	0	0.613	14.746		40.930	
	ES2	0	0.880	12.963		39.808	

- D_T : Diamètre tangentiel
- D_R : Diamètre radial



Figure III.9 : Photos des échantillons séchés aux conditions ambiantes et sous Argon

Cependant, les changements de dimensions des échantillons ont lieu suite à un gonflement dans la direction longitudinale qui croit progressivement avec la température dans les conditions ambiantes (Fig. III.9).

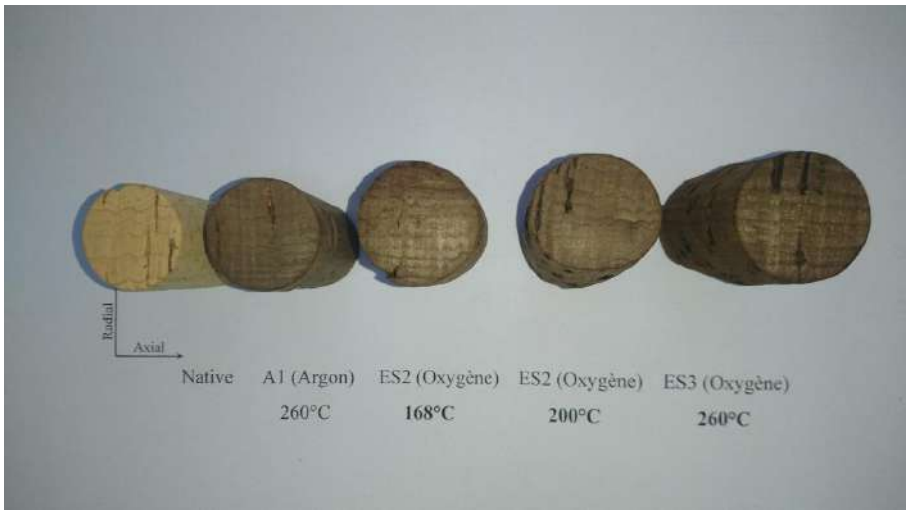


Figure III.10 : Photo du changement de dimensions des échantillons séchés sous conditions ambiantes et sous Argon.

La figure III.10 donne une vue sur la variation des dimensions géométriques du cylindre en fonction de la température. Vis à vis du volume initial, on mentionne une augmentation de 40% dans la plage de température de 168-260°C. Une perte conséquente de poids dans la plage de température de 103-168°C a été relevée. Ces résultats concordent pour confirmer une diminution de 60% de la masse volumique sur la totalité de la plage de 103°C à 260°C (Fig. III.11). Dans cette fourchette de température, la perte de poids suit une loi quasiment linéaire. Par contre, dans le cas de l'échauffement sous l'Argon, les copeaux préservent des dimensions sensiblement constantes.

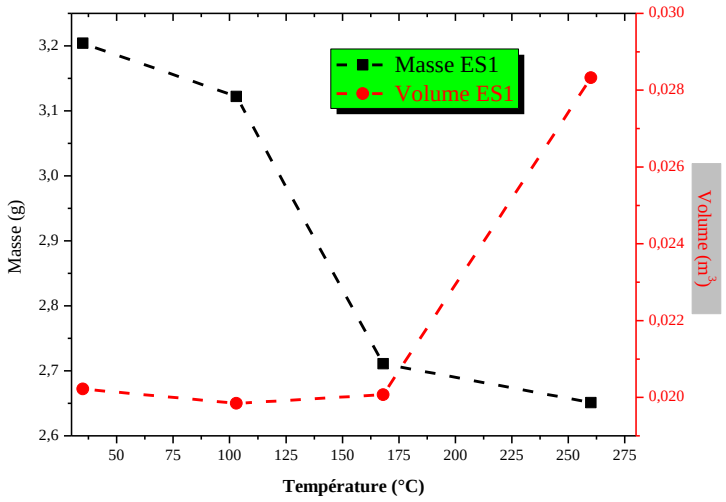


Figure III.11 : Perte de masse en fonction de la température sous conditions ambiantes.

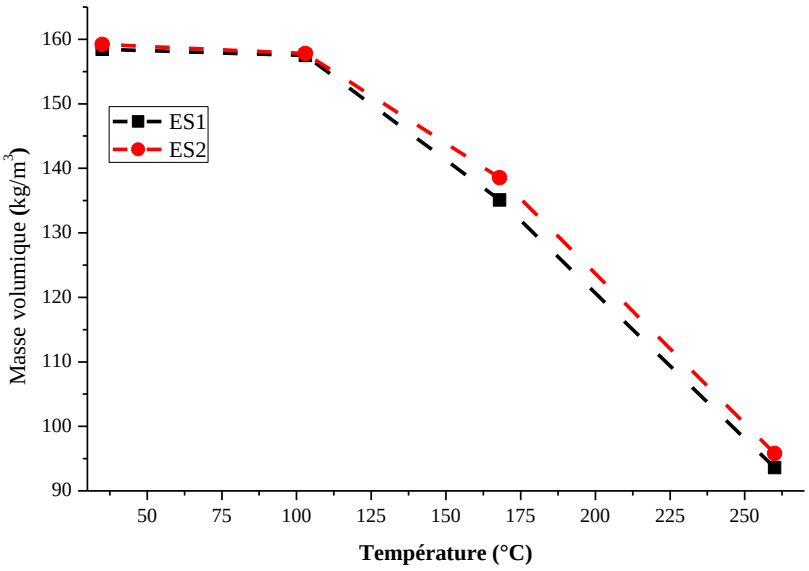


Figure III.12 : Variation de la masse volumique en fonction de la température sous conditions ambiantes.

En deuxième étape de cette étude, on a gardé le même protocole mais sous un gaz inerte (Argon). Dans le tableau III.5, nous avons récapitulé les propriétés physiques avant et après traitement pour déterminer la masse volumique sur chaque palier de température. Au cours du traitement, l'échantillon a subi globalement des pertes de masse avec des gains de volume très faibles (Fig. III.13). Les modifications subies par l'échantillon sont indépendantes des directions.

Tableau III.5 : Caractéristiques physiques après THT à différentes températures sous Argon.

Températures	**35°C**	**103°C**	**168°C**		**260°C**	
Hauteur (10^3m)	43.48	43.30	43.30		43.70	
Diamètre (10^3m)	24.16	24.15	D_R=24.20	D_T=24.25	D_R=24.40	D_T=24.30
Masse (10^3kg)	3.161	2.951	2.933		2.493	
Volume (10^6m^3)	19933.03	19834.08	19957.44		20350.14	
Masse volumique (kg/m^3)	158,581	148,784	146.963		122.505	

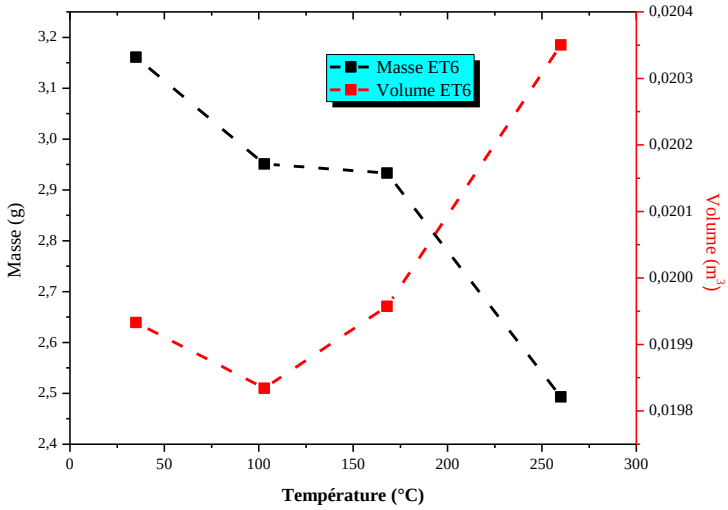


Figure III.13 : Perte de masse après THT à différentes températures sous Argon

La figure III.14 donne une comparaison de la perte de masse entre les deux modes de traitement. L'échantillon, sous conditions ambiantes, a subi une grande perte de masse entre 103°C et 168°C. Le résultat témoigne que, sous conditions ambiantes, la dégradation de quelques éléments chimiques se trouve précipitée. Par contre, le traitement sous argon est à l'origine d'un déplacement d'une grande perte de masse jusqu'à la température 168°C. La comparaison de l'influence de gaz de traitement est illustrée dans la figure III.14. Ainsi, on peut noter que, sous l'argon, l'échantillon a conservé sa forme géométrique, alors que sous conditions ambiantes, a subi une prise de volume de 40% dans la plage de température 168 à 260°C laquelle est due au flambement des lenticelles provoqué par l'oxygène (Fig. III.15).

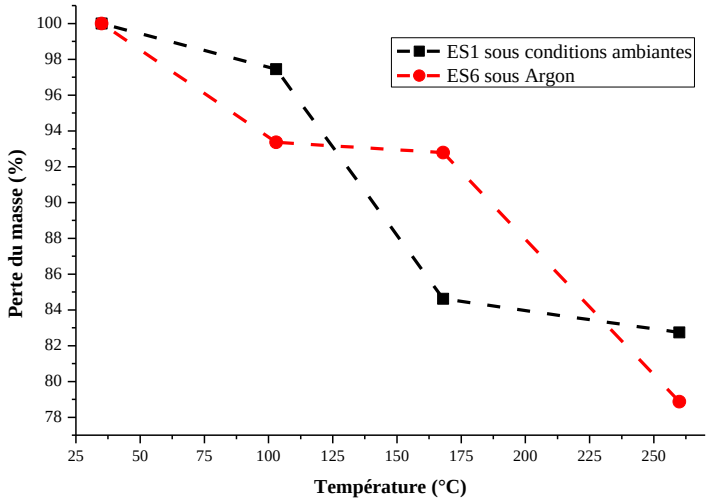


Figure III.14 : Perte de masse à différentes températures sous conditions ambiantes et sous Argon.

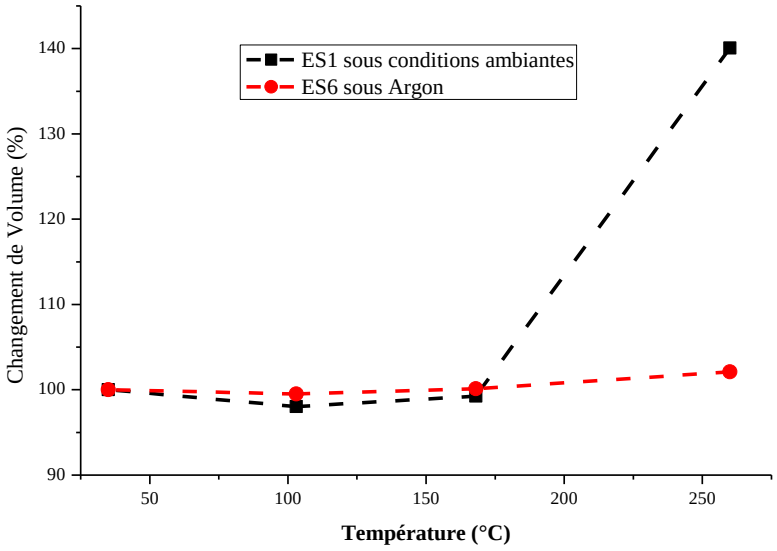


Figure III.15 : Changement de volume à différentes températures sous conditions ambiantes et sous Argon.

III.3.1.2 Analyse par FTIR

On a consolidé notre étude par l'analyse spectrale (FTIR) afin de mieux argumenter les résultats expérimentaux de l'effet du traitement apporté à la structure chimique. La figure III.3 donne un renseignement plus exact sur les modifications structurales apportées aux liaisons présentes dans les molécules du matériau suite aux traitements THT. En effet, on distingue une transmittance du natif relativement plus faible. Ces résultats montrent que ce traitement thermique a un effet sur les propriétés physico-chimiques et la structure du liège, en modifiant les polysaccharides, hémicelluloses et la lignine.

III.3.1.3 Analyse par MEB

Des échantillons, de Liège de reproduction natif et traités, ont été analysés au microscope électronique à balayage *MEB Quanta 250* de la compagnie *FEI* (Fig. III.16) dans le cadre d'une prestation de service demandée à la Filiale du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyse Physico-Chimique (CRAPC EXPERTISE, Bou-Ismail, Tipaza) au profit du laboratoire MATERIAUX ET ENVIRONNEMENT de l'Université de Médéa.



Figure III.16 : Photo du MEB

Plusieurs acquisitions d'images ont été réalisées à la surface de l'échantillon en mettant en évidence sa topographie avec différents agrandissements. Par observation au MEB, on a confirmé qu'il y a un froissement des parois (Fig. III.17) ce qui nous conduit à une nouvelle morphologie en rapport avec la porosité et la tortuosité. Ces modifications de l'anatomie du liège indiquent que la dégradation chimique bien établie n'est pas la seule cause des modifications des propriétés du liège lors du traitement thermique.

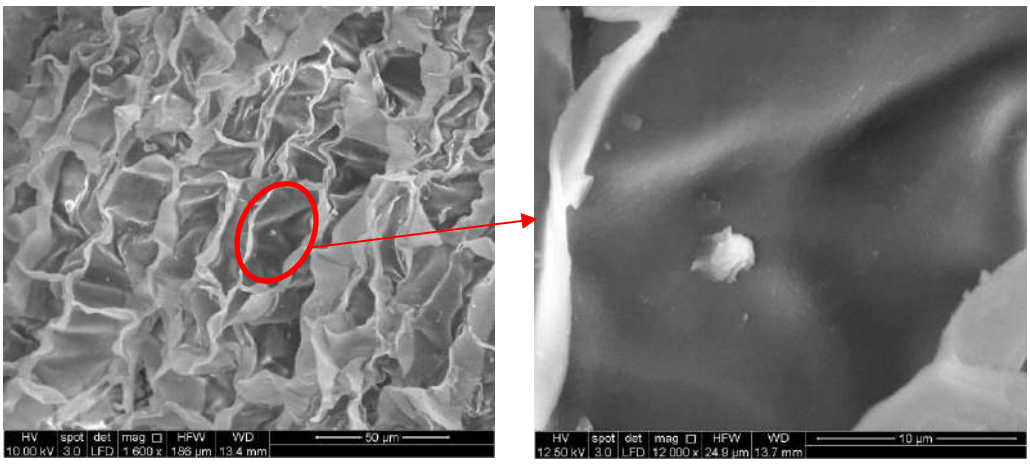


Figure III.17 : Structure cellulaire du liège après THT observée par MEB.

A la lumière de ce résultat, on analyse les changements structuraux dans les différentes directions selon les protocoles retenus.

La figure III.18 montre que la configuration des cellules de liège conserve la forme prismatique après traitement par ébullition avec une dilatation des côtés entre 15-20µm au lieu de 13-15µm pour les échantillons non traités (Photo D1.1.1). Pour les premiers, une

augmentation d'épaisseur de la paroi cellulaire a été observée. Cette dilatation provoque un léger froissement dans les directions tangentielle et axiale (Photo D2.1.1). La figure III.19 présente une comparaison entre le liège traité sous différents gaz. La structure du liège traité sous oxygène à 168°C subit une déformation de sa morphologie dans les trois directions (Photo N1.1) avec une accentuation de la déformation tangentielle pour une température de 260°C (Photo N2.1). Par contre, le traitement, sous Argon, on mentionne le maintien global de la forme des cellules, avec des froissements qui ont donné l'amélioration escomptée. Ce flambage est la source de la nouvelle porosité et la tortuosité, pour lequel on aura une bonne isolation massique.

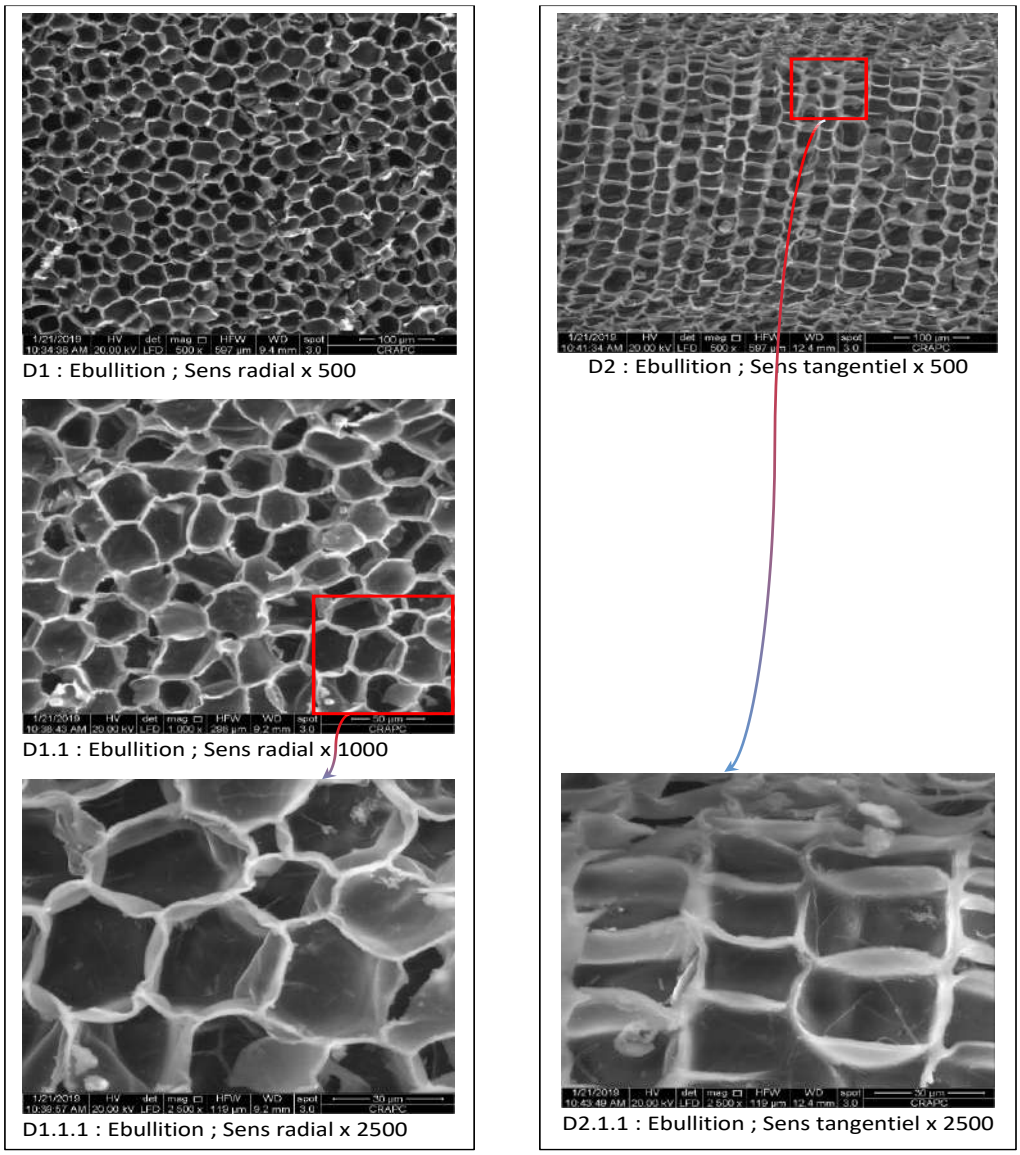


Figure III.18 : Structure cellulaire observée par MEB du liège bouilli dans les plans orthotropiques.

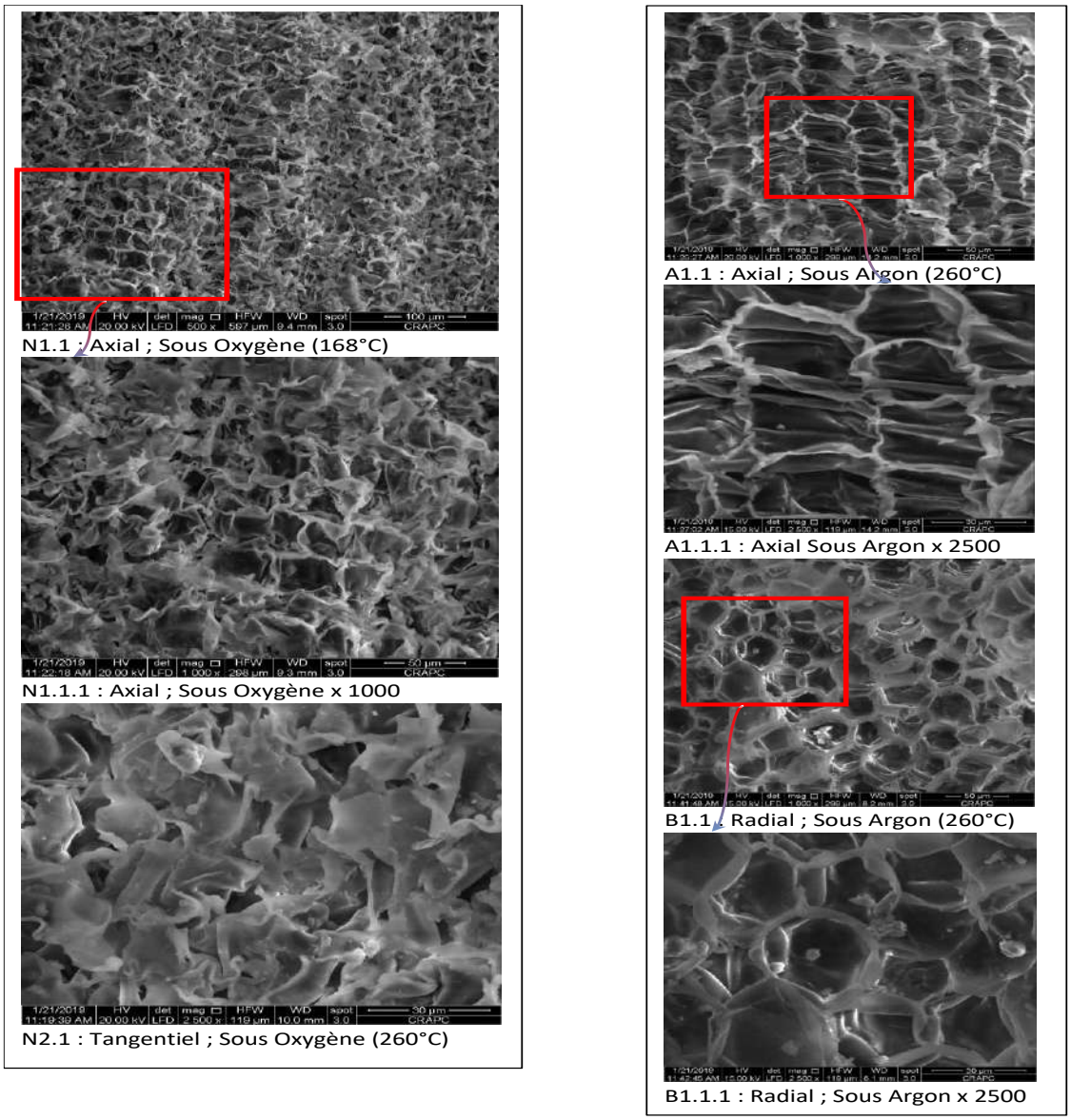


Figure III.19 : Observation microscopique du liège traité sous différents gaz (Conditions ambiantes et Argon) dans les trois plans de l'échantillon.

En plus de ces résultats, on remarque que la paroi est assez fine dans le cas de l'échantillon du protocole A (Fig. III.19, A1.1.1) par rapport à l'échantillon du liège bouilli du protocole D (Fig. III.18, D2.1.1). Par contre, dans le protocole B où le THT précède l'ébullition, la paroi devient plus épaisse (Fig. III.19, photo B1.1.1).

III.3.2 Phénomène de transport

III.3.2.1 Effet du protocole de traitement et taux de chauffage

L'exploitation des résultats donnés par Kermezli et al. [10], nous a permet d'éviter certains tests tel que l'effet de taux de chauffage (Fig. III.20) et de protocole (Fig. III.21).

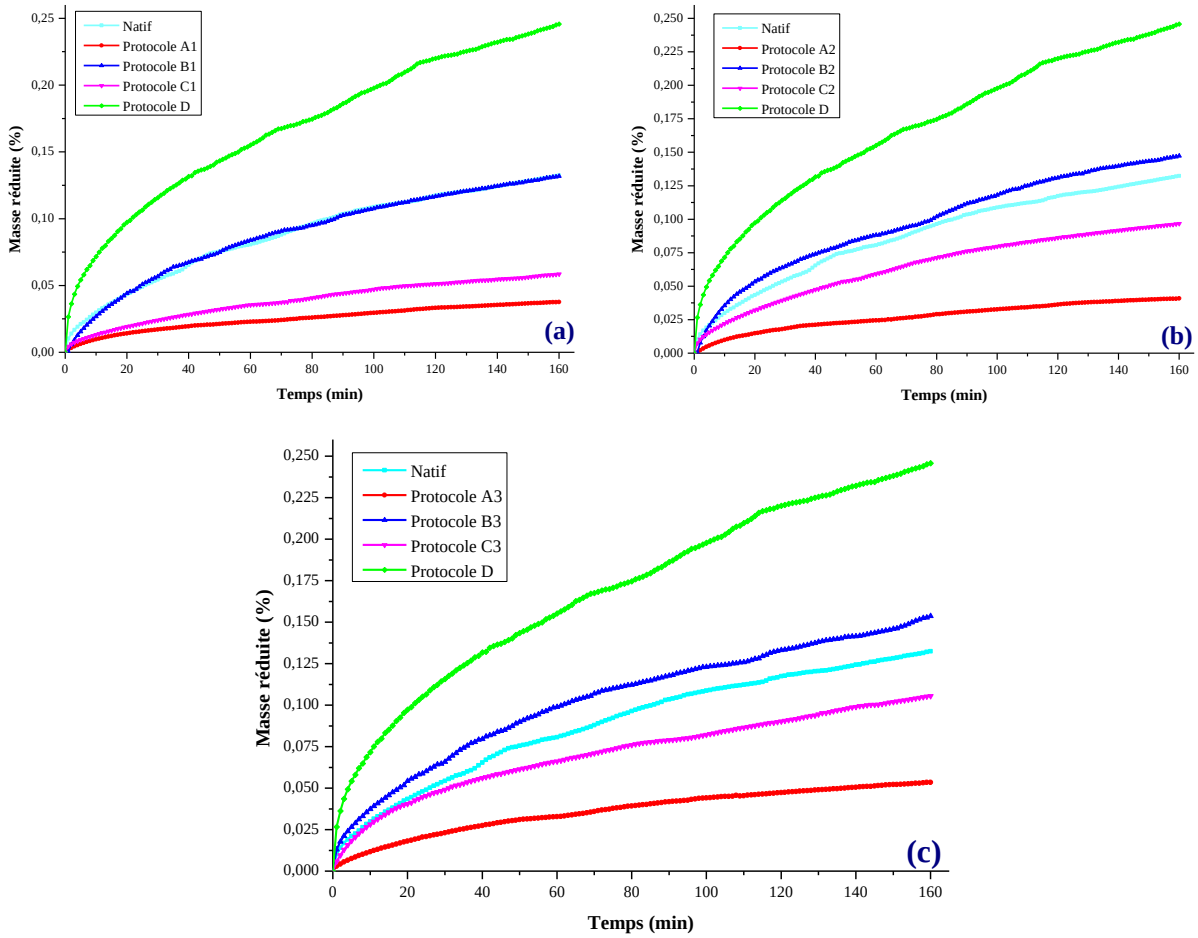
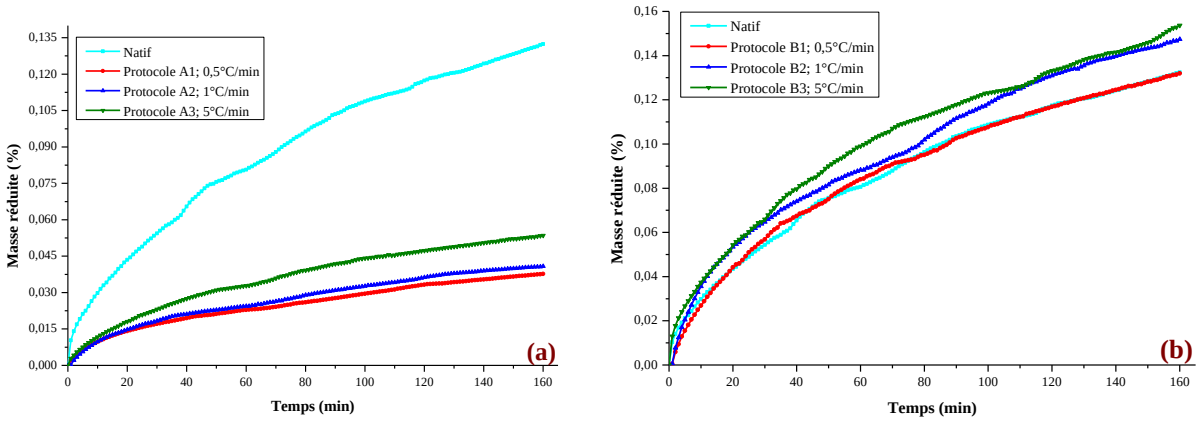


Figure III.20 : Effet du protocole sur l'évolution de la masse réduite au cours du temps pour un taux de chauffe : (a) "0.5°C/min" ; (b) "1°C/min" ; "5°C/min" [10]



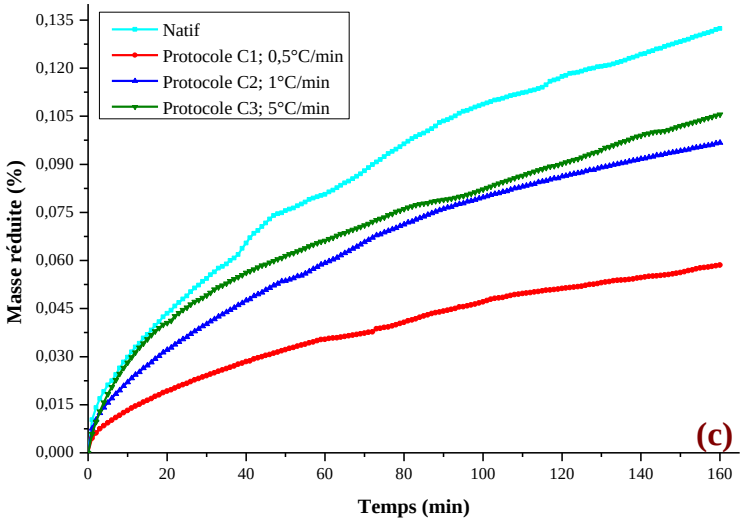


Figure III.21 : Effet du taux de chauffage sur l'évolution de la masse réduite au cours du temps : (a) "Protocole A" ; (b) "Protocole B" ; (c) "Protocole C"

III.3.2.2 Effet de la direction sur le coefficient de diffusion

Vu l'anisotropie du liège et pour de surmonter cet obstacle, on a étudié l'effet de la direction de découpage (Fig. III.22) sur la vitesse de désorption dans les trois directions (radiale, longitudinale et Tangentielle) du disque traité.

Au vu des résultats satisfaisants du cycle A avec le taux de chauffe 0.5°C/min, nous avons adopter le nouveau cycle de traitement optimisé (Fig. III.5).

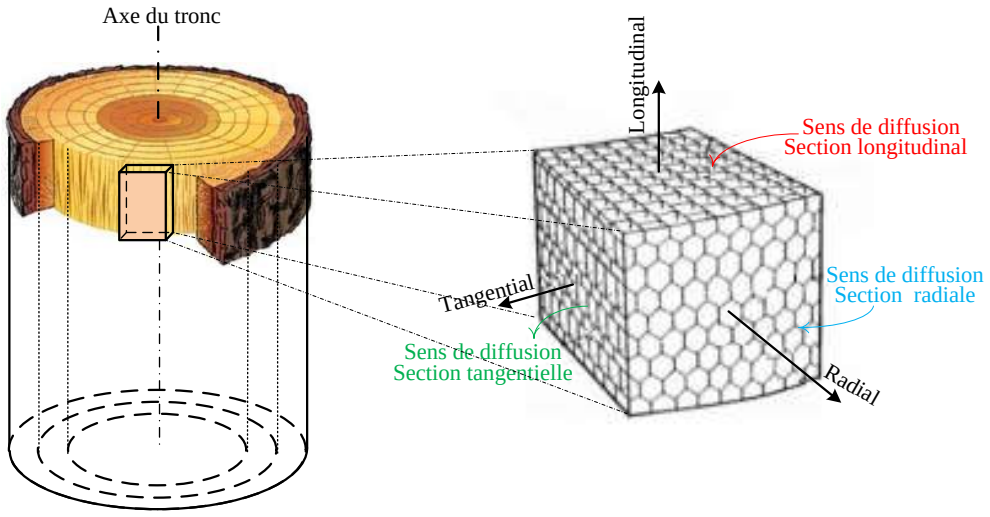


Figure III.22 : Différents sens de transfert des espèces chimiques.

Tableau III.6 : Données géométriques et structurales des copeaux de liège.

Sens de diffusion	***Epaisseur e (m)***	***Surface S (m^2)***	***Porosité ε (-)***
Longitudinal	$5.11x10^{-3}$	$5.0264x10^{-3}$	0,365
Radial	$5.15x10^{-3}$	$5.0264x10^{-3}$	0,365
Tangentiel	$5.13x10^{-3}$	$5.0264x10^{-3}$	0,365



Figure III.23 : coupeaux de liège en forme disque

Les échantillons utilisés sont des disques de liège dont les cellules sont orientées pour chaque direction à 90° (Tableau III.6) (Fig. III.23). Le soluté utilisé est le *NaCl (0,7 M)* avec une température de réalisation d'expérience fixée à *25°C* sous agitation de vitesse égale à 120 tr/min, ce protocole a été testé par Kermezli et al. [10, 48, 72, 111] dans plusieurs travaux.

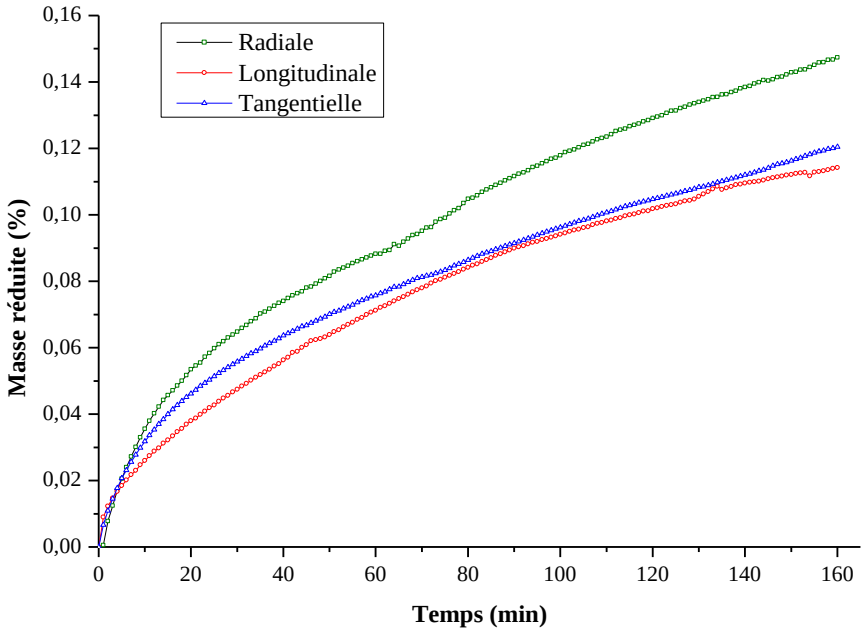


Figure III.24 : Effet des directions sur l'évolution de la masse réduite du milieu de diffusion en fonction du temps.

D'après la figure III.24, la diffusion de l'espèce chimique dans la direction radiale est beaucoup plus rapide que dans les directions longitudinale et tangentielle. La direction radiale est en effet la voie privilégiée dans la morphologie du liège pour la diffusion a cause de la disposition des cellules bien arrangées dans le sens radial. La vitesse de transfert dans la direction longitudinale est sensiblement plus importante que la direction tangentielle.

III. 4 Modélisation

Contrairement aux d'autres recherches utilisant des logiciels de calcul pour déterminer les paramètres du transfert de matière dans les matériaux poreux, notre présent travail dans cette partie, l'objectif est de déterminer le Dapp dans le coupeau de liège sous l'influence de certains paramètres tel que la forme de l'échantillon, la direction de coupe, la qualité et le protocole de traitement. Pour cela, en adoptant des techniques mathématiques basant sur le bilan de matière, tout en adjoignant des hypothèses simplificatrices, afin de décrira le phénomène physique à travers un modèle mathématique. Après la formulation mathématique du modèle et sur la base des solutions développées dans la littérature pour des matériaux analogues, nous avons comparé les valeurs du coefficient de transfert ainsi que l'influence de la direction de transfert dans les différents matériaux.

L'objectif de cette modélisation est de valider la réelle aptitude du modèle à prédire les différents profils de concentration avec le temps et dans l'espace constituant le matériau en fonction des paramètres liés aux conditions opératoires.

La Modélisation mathématique en régime transitoire repose sur le bilan massique de l'espèce chimique diffusante à travers l'épaisseur de disque. En utilisant la transformée de Laplace, l'expression analytique de la variation de la masse réduite de l'espèce diffusante prend la forme :

$$\frac{m_t}{m_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \left\{ \frac{1}{(2n+1)^2} \cdot \exp\left(- \frac{(2n+1)^2 \cdot \pi^2 \cdot D_{i\,app}}{4 l^2} \cdot t \right) \right\} \qquad \text{(III.4)}$$

Sachant que :

$$\frac{m_t}{m_\infty} = \frac{Concentration\ instantanée}{Concentration\ \text{à}\ l'équilibre} \qquad \text{(III.5)}$$

Avec : m_t la masse de la substance libérée à l'instant t ; m_∞ la masse de la substance transférée après désorption totale du copeau à un temps infini.

Un programme en langage Matlab a été élaboré pour le calage des résultats expérimentaux avec l'expression analytique de la solution obtenue à partir du modèle, pour le cas de la géométrie retenue du disque.

III.5 Résultats de la modélisation et discussions

L'illustration de l'équation III.4 du modèle est donnée par les figures III.29-31, on constate que les points expérimentaux sont juxtaposés sur le modèle avec une fluctuation de l'allure expérimentale à différentes directions.

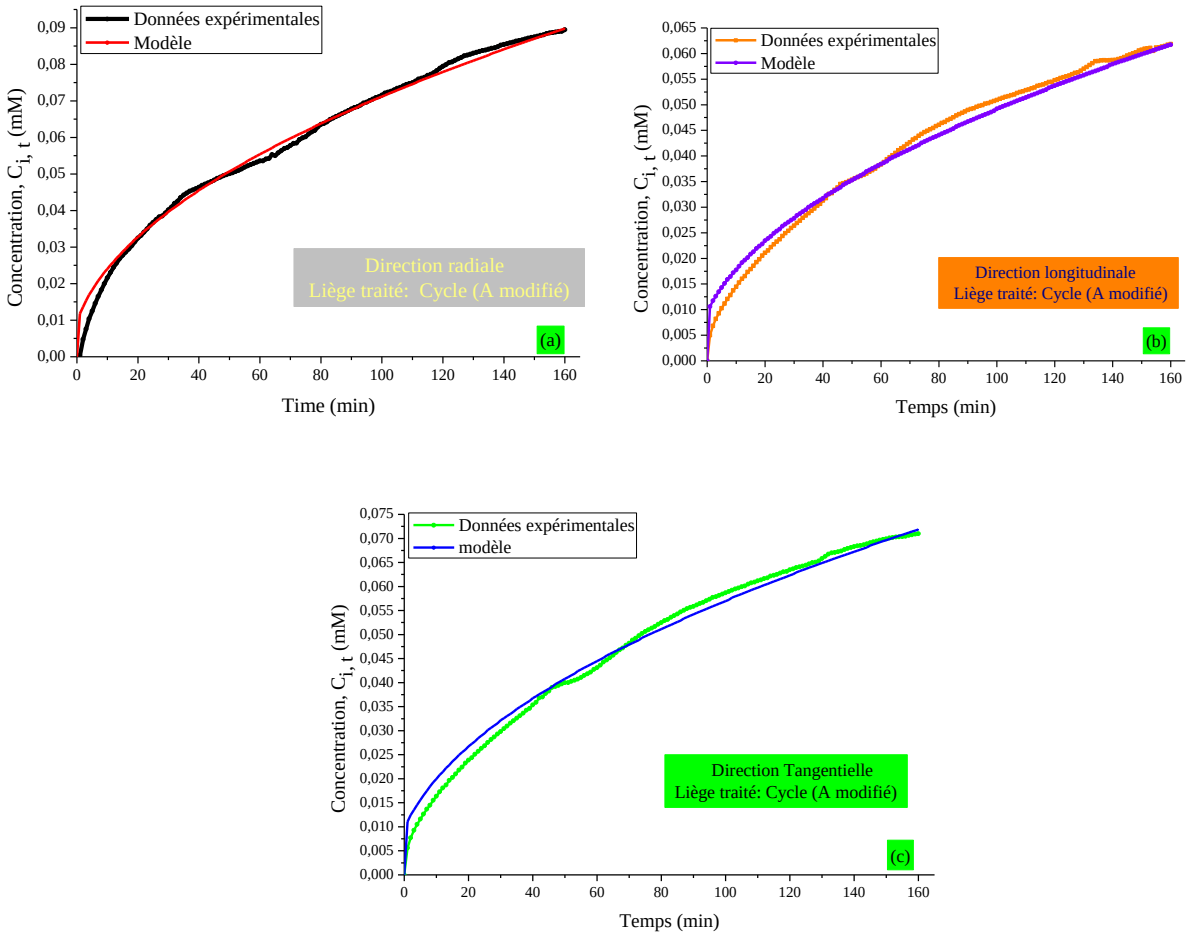


Figure III.25 : Validation du modèle : Effet de la direction de diffusion sur l'évolution de la masse réduite au cours du temps : (a) Radiale ; (b) Longitudinale ; (c) Tangentielle

Tableau III.7 : Coefficients de diffusion pour différentes directions de diffusion.

Directions de découpage	Radiale	Tangentielle	Longitudinale
Coefficient de diffusion apparent (m^2/s)	$D_R = 7{,}31x10^{-12}$	$D_T = 5{,}23x10^{-12}$	$D_L = 4{,}5110^{-12}$

D'après les figures III.25- a, b et c, on remarque que le modèle décrit d'une façon satisfaisante les résultats expérimentaux de la masse réduite sous l'influence de la direction de diffusion en régime transitoire avec ceux obtenus par la modélisation. Toutefois, on met l'accent sur l'importance du sens de diffusion où on établit que $D_R > D_T > D_L$ (Tableau III.7).

III. 6 Optimisation

Dans l'étape finale de la détermination du Dapp, après le calage visuel du modèle avec les données expérimentales, on a exploré une nouvelle approche d'optimisation avec une meilleure précision, visant à diminuer l'erreur de calage.

Le choix de Bat-Algorithme (BA) parmi d'autres algorithmes existants, sous une entente générale qui est l'un des algorithmes d'optimisations métaheuristiques modernes développé par Xin-She Yang en 2010 [112]. Il est dû aussi au fait que celui-ci est basé sur le comportement d'écholocation de micro chauve-souris avec des fréquences et des niveaux d'impulsion variables afin d'améliorer la diversité des solutions dans la population. Il s'avère, donc, très efficace pour trouver la solution optimale dans l'espace de recherche d'une fonction objective.

Cependant, BA utilise à la fois l'accord de fréquence, le volume sonore 'Loudness' et l'émission d'impulsion. L'utilisation de la fréquence fournit un moyen de contrôle adaptatif de la façon dont les chauves-souris se déplacent. En outre, le contrôle de l'équilibre de l'exploration et de l'exploitation de l'algorithme est assuré par l'utilisation du volume sonore 'Loudness' et du taux d'émission des pulsations.

L'algorithme BA a l'avantage de la simplicité et de la flexibilité. En effet, il est très facile à mettre en œuvre. Cet algorithme simple peut être très flexible pour résoudre un large éventail de problèmes. Il peut être appliqué dans presque tous les domaines de l'optimisation, des classifications, planification, et autres [113].

Cet algorithme est basé sur les trois règles parfaites suivante [112] :

- ✓ Pour toutes les chauves-souris, lorsque la recherche d'une proie utilise une technique d'écholocalisation pour déterminer la distance afin de localiser leur victime et peuvent "connaître" la différence entre les aliments (proies) et les obstacles de fond ;
- ✓ Chaque chauve-souris vole aléatoirement de la position x_i avec la vitesse v_i et une fréquence f_{min}, en faisant varier la fréquence f et le volume sonore 'Loudness' A_0 pour chasser leur victime. Ils peuvent réguler automatiquement la fréquence de leurs impulsions spéciales et ajuster le taux r ∈ [0, 1], en fonction de la proximité de leur proie ;

✓ Bien que le volume sonore A_i varie de diverses manières, supposons que A_i diminue de haute valeur A_0 à une valeur faible $A_{\min}$;

✓ f est compris dans une plage $[f_{min}, f_{\max}]$.

On a appliqué notre base des données expérimentale, avec la fréquence (Dapp) obtenue par le calage visuel, au calcul via le Bat-Algorithme. L'algorithme a permis de déterminer un coefficient de diffusion avec une précision telle que l'erreur est de l'ordre de 10^{-7}.

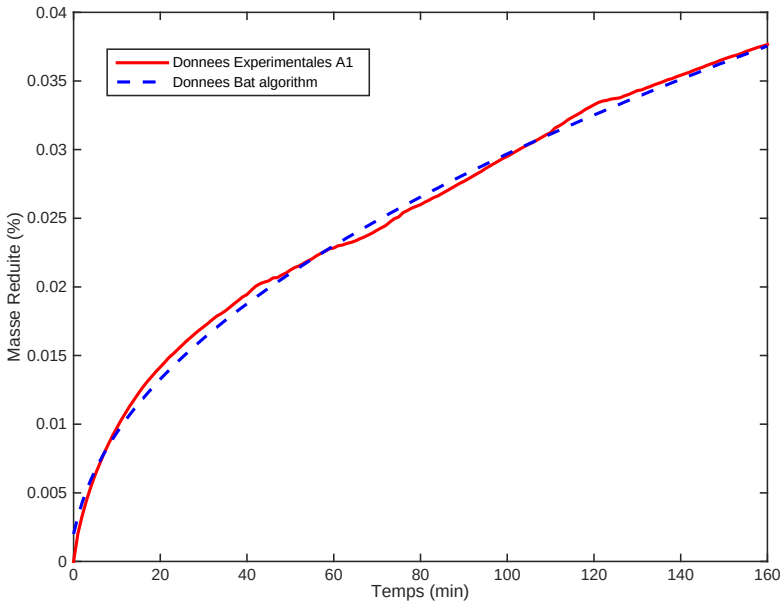


Figure III.26 : Optimisation du coefficient de transfert massique par BA 'Protocole A modifié'

Le résultat d'optimisation illustré dans la figure III.26, concernant le coefficient de diffusion, montrent que notre algorithme est bien optimisé. L'allure obtenue est nettement convaincante et le résultat est très satisfaisant.

III.7 Isolation vibratoire

III.7.1 Sources de vibrations

Les vibrations sont des sources de nuisance pour le fonctionnement des machines ou des installations de précision. Il convient donc autant que possible de les réduire et d'éviter qu'elles se transmettent. Les diverses machines doivent d'abord être isolées de leur support au moyen de dispositifs amortisseurs appropriés. L'isolation consiste essentiellement à choisir des dispositifs qui, par leurs masses, leurs raideurs et leurs matériaux, contribuent

efficacement à limiter la transmission des vibrations entre diverses machines ou entre un équipement et son environnement.

Afin de réduire la transmission des vibrations sur une structure ou une machine, il est important de créer une discontinuité par un isolant. Les panneaux de liège surcomprimés sont naturels et offrent des caractéristiques techniques particulièrement appréciées dans le génie civil, l'isolation de machines-outils, l'isolation de dallages à forte densité. Ils supportent élastiquement des pressions élevées sous charge et maintiennent leur efficacité dans le temps.



Figure III.27 : Différents supports de vibration en liège

III.7.2 Enjeux du liège traité

Vu la compétitivité des matériaux naturels ou synthétiques dans le domaine d'isolation, on constate que la caractéristique d'amortissement du liège naturel ne présente pas une valeur encourageante à la concurrence, grâce à son expérience dans les applications. Les panneaux de liège naturels Ayant des facteurs d'amortissement élevés, en raison de la structure à cellules fermées du liège remplie d'air, il dissipe l'énergie des vibrations en chaleur de faible qualité à chaque cycle de vibration, ce qui entraîne une faible amplification à la résonance, ce qui confère à nos matériaux une efficacité opérationnelle dans un large gamme de fréquences. Notre approche se concentre sur la nécessité de contrôler les vibrations avant qu'elles n'atteignent la structure (et donc plus près de la source de vibration), empêchant que les vibrations structurelles se transforment en bruit aérien.

Les solutions à base de liège traité pour l'isolation des vibrations représentent un progrès dans la réponse à ces mégatendances : Maximiser le confort et protéger les équipements ; Isoler la source des vibrations est essentiel non seulement pour protéger la qualité de vie des personnes, mais cela permet également de protéger les équipements contre les effets dégénératifs à long terme des vibrations.

Traitement de liège donne des performances élevées : Alors que le liège a un facteur de d'amortissement plus élevé que le caoutchouc - qui est essentiel à la fonction d'amortissement et à la dissipation d'énergie qui en résulte. Le traitement du liège en tant que matériau naturel apporte une telle perfection et des caractéristiques supplémentaires en tant que matériau d'isolation des vibrations.

III.7.3 Liège en anti-vibration

Le liège aggloméré expansé le plus dense est utilisé en supports antivibratoires, (180–200 kg/m^3). Il est principalement appliqué comme amortisseur dans le support des machines, comme moyen de réduire la transmission des vibrations de la machine en fonctionnement à sa base structurelle [114]. Il est également utilisé comme sous-couche pour revêtement de sol stratifié. En termes de performances en tant qu'isolant anti-vibration, le liège permet une fréquence de résonance plus faible et une plus grande résonance amplification.

En ce qui concerne la densité, plus la valeur est basse, plus la fréquence de résonance augmente, avec l'amplification de résonance est grande [115]. La fréquence naturelle (f) du liège, comme support antivibratoire, est liée à la déformation maximale finale du matériau (d) sous une charge statique spécifique, via la formule :

$$f = 5\sqrt{d} \qquad \text{(III.6)}$$

Puisque F est la fréquence de vibration de la machine à isoler (qui est connue), F / f doit être supérieur à 4 fois pour que les vibrations soient efficacement réduites avec d en centimètre [116, 117]. Si on augmente l'épaisseur du liège, sa fréquence naturelle diminue, ce qui améliore le coefficient d'amortissement et assure un bon maintien pour machines dont la vitesse de rotation est supérieure à 1200 tr/min [118].

Le tableau III.8 donne les pressions maximales extrêmes recommandées pour le liège anti-vibration en fonction de l'épaisseur en relation avec la durée de vie, utilisation en continu pendant plus de 25ans, et d'autres machines ont été isolées avec du liège en 1927 et il était encore utilisé en 1956 cité par [117].

Tableau III.8 : Pressions maximales recommandées

Densité kg/m^3	180	250
Epaisseur cm	2,5	10
Pression daN/cm^2	1,5	2,5

III.7.4 Protocole expérimental

Les changements apportés à la structure physico-chimique du liège, par traitement THT et ébullition, sont confirmés par le bais des analyses IR et MEB avec un ordre de changement structurel justifié par la détermination du coefficient de diffusion de matière pour différents protocoles de la direction de coupe et de traitement. Les tests suivants nous donneront le type de protocole adéquat optimal à l'amortissement.

Le présent travail expérimental consiste en une étude des propriétés mécaniques de liège naturel et traité en amortissement vibratoire. Être un matériau anisotrope, des tests d'amortissement uniaxiale ont été réalisés sur des échantillons cylindrique de 6 cm de rayon et une épaisseur de 1cm, par un dispositif Spectra-Quest_Vibration Fundamental (Fig. III.28), Hall technologique, Université de Médéa.



Figure III.28 : Analyseur de vibration Spectra-Quest_Vibration Fundamental "Laboratoire de Médéa"

Le protocole à pour but de déterminer la fréquence naturelle et la puissance des signaux avec le disque amortisseur en liège naturel ou traités. A travers ces données on peut déterminer l'amélioration apportée au liège dont sa nature finale.

III.7.5 Modélisation d'isolation

III.7.5.1 Caractérisation dynamique

Habituellement, des méthodes de mesure des vibrations résonantes sont utilisées pour caractériser les propriétés dynamiques des matériaux viscoélastiques linéaires. Certaines de ces méthodes nécessitent un équipement spécifique et d'autres dépendent de conditions aux limites spécifiques qui peuvent ne pas être faciles à obtenir dans la pratique.

Dans un premier temps, et pour ne pas s'écarter des procédures normalisées, des tests expérimentaux ont été réalisés pour le liège dans notre hall universitaire, laboratoire de mécanique.

Pour la modélisation physique du mouvement oscillatoire et l'amortissement causé par le liège on doit modéliser d'abord la structure du liège, représenté dans la figure, afin de l'intégrer dans l'équation de mouvement.

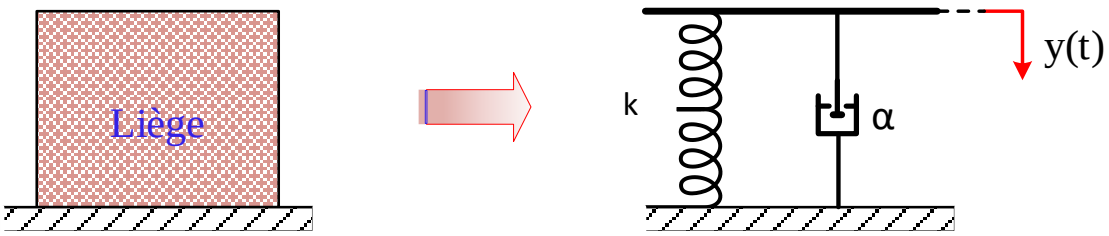


Figure III.29 : Analogie mécanique du liège

Nous assimilons l'élasticité du matériau à celle d'un ressort de raideur k et les pertes énergétiques par frottement à celle ayant lieu dans un amortisseur de coefficient. Le ressort ainsi l'amortisseur considérés sont associés en parallèle. On additionne le poids du liège à la masse du disque qui porte le capteur.

III.7.5.2 caractérisation mécanique du liège dans un système

Dans le schéma, ci-contre, on modélise l'isolation du liège dans un système mécanique. La masse m dans notre cas représente le poids du support en liège et le disque métallique, une force d'excitation (entrée), à l'aide d'un excitateur de vibration, est appliquée à une extrémité de l'éprouvette tandis qu'à l'extrémité opposée, un accéléromètre mesure l'accélération correspondante (sortie). En reliant les signaux de sortie et d'entrée à chaque fréquence, on obtient ce que l'on appelle habituellement en analyse modèle une courbe de fonction de réponse en fréquence (FRF).

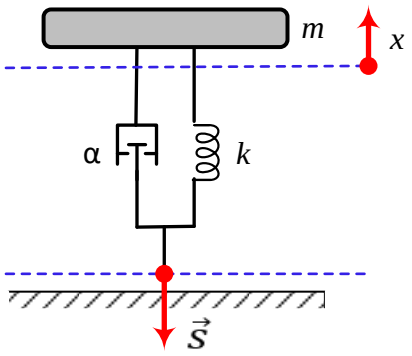


Figure III.30 : Protocole d'analyse des vibrations

III.7.6 Transmission et amortissement

Les deux caractéristiques d'un isolateur de vibrations qui définissent son efficacité sont la transmissibilité et l'amortissement. La fonction principale de l'amortissement dans un isolateur est de limiter la transmissibilité de l'isolateur à la fréquence de résonance du système. La transmissibilité est la capacité de l'isolateur à transmettre ou à atténuer la force vibratoire ou le mouvement de l'objet d'entraînement à l'objet entraîné. La transmissibilité peut faire référence à la transmission de force, vitesse, accélération, etc. à travers les courbes des tests qui seront représentées à la sortie sur PC, indiquent la quantité d'isolation de vibration fournie pour la fréquence de résonance naturelle du système avec isolateur.

L'identification expérimental des paramètres du système à travers : la fréquence de résonance, le déphasage et la puissance du signal. L'analyse de ces paramètres conduit à déterminer le meilleur protocole de traitement des échantillons pour l'amortissement vibratoire.

A l'instant t = 0, la masse est à l'équilibre le console commence à vibrer avec un déplacement sinusoïdale vertical $s = s_0 \sin\omega t$ par rapport à la position d'équilibre. Le coupeau de liège a un coefficient α.

On cherche d'abord la déformation (écrasement du liège) à l'équilibre avant le début des vibrations du console : L'énergie potentielle du système s'écrit :

$$U = \frac{1}{2}k(s + x + x_0)^2 + mgx \qquad \text{(III.7)}$$

A l'équilibre la dérivée de l'énergie potentielle s'annule $\frac{\partial U}{\partial x} = 0$, donc :

$$\frac{\partial U}{\partial x} = k(s + x + x_0) + mg = 0 \qquad \text{(III.8)}$$

Mais aussi, à l'équilibre, le consol est au repos donc s = 0 et x = 0, on obtient :

$$kx_0 + mg = 0 \ \rightarrow \ x_0 = -\frac{mg}{k} \qquad \text{(III.9)}$$

En utilisant le principe fondamental de la dynamique pour déterminer l'équation différentielle du mouvement.

Les forces qui agissent sur le système sont le poids, la tension du ressort et la force de frottement qui dépend de la vitesse relative à l'amortissement interne de l'amortissement du liège, le bilan de la dynamique s'écrit :

$$m\ddot{x} = -mg - k(s + x + x_0) - \alpha(\dot{x} + \dot{s}) \qquad \text{(III.10)}$$

Après réarrangement :

$$m\ddot{x} = -\underbrace{(mg + kx_0)}_{=0} - k(s + x) - \alpha(\dot{x} + \dot{s}) \qquad \text{(III.11)}$$

Donc l'équation différentielle du mouvement devient :

$$m\ddot{x} = -k(s + x) - \alpha(\dot{x} + \dot{s}) \qquad \text{(III.12)}$$

On doit trouver la solution permanente comportant l'amplitude et la phase.

L'équation précédente peut être simplifié comme suit (noter qu'on utilise la notation complexe) :

$$\begin{aligned} m\ddot{x} + \alpha\dot{x} + kx &= -ks_0\, sin\omega t - \alpha\omega s_0\, cos\omega t \\ &= ks_0\, cos\left(\omega t + \frac{\pi}{2}\right) - \alpha\omega s_0\, cos\omega t \\ &= Re\left(ks_0 e^{j\frac{\pi}{2}}\, e^{i\omega t} - \alpha\omega s_0 e^{j\omega t}\right) \\ &= Re\left((jk - \alpha\omega)s_0 e^{j\omega t}\right) \end{aligned} \qquad \text{(III.13)}$$

Le nombre complexe $jk - \alpha\omega$ peut être écrit sous la forme polaire :

$jk - \alpha\omega = \sqrt{(k^2 + (\alpha\omega)^2)}e^{j\varphi}$ Tel que $\varphi = arctan - \frac{k}{\alpha\omega}$ donc :

$$\begin{aligned} m\ddot{x} + \alpha\dot{x} + kx &= Re\left(\sqrt{k^2 + (\alpha\omega)^2}\, e^{j\varphi}\, s_0 e^{j\omega t}\right) \\ &= Re\left(s_0 \sqrt{k^2 + (\alpha\omega)^2}\, e^{j(\omega t + \varphi)}\right) \\ &= s_0 \sqrt{k^2 + (\alpha\omega)^2}\, cos(\omega t + \varphi) \end{aligned} \qquad \text{(III.14)}$$

Qu'on peut écrire sous la forme :

$$\ddot{x} + \frac{\alpha}{m}\dot{x} + \frac{k}{m}x = \frac{s_0\sqrt{k^2+(\alpha\omega)^2}}{m}\,cos(\omega t + \varphi) \qquad \text{(III.15)}$$

Pour revenir à la forme canonique : en posant : $\omega_0^2 = \frac{k}{m} \quad et \quad z = \frac{\alpha}{2m}$ que devient :

$$\begin{aligned}\ddot{x} + 2z\dot{x} + \omega_0^2 x &= \frac{s_0\sqrt{k^2+(\alpha\omega)^2}}{m}\,cos(\omega t + \varphi) \\ &= s_0\sqrt{(\omega_0^2)^2 + (2z\omega)^2}\,cos(\omega t + \varphi) \\ &= s_0\sqrt{\omega_0^2 + 4z^2\omega^2}\,cos(\omega t + \varphi)\end{aligned} \qquad \text{(III.16)}$$

III.7.7 Simulation de modèle par MATLAB

La modélisation par Simulink du MATLAB est une étape fondamentale pour notre stratégie de simulation du système physique. Ce module sert à donner une vision sur l'influence de l'amortissement du liège dans le système, avec une flexibilité introduire les différents paramètres d'excitations et du matériau (masse, raideur et le coefficient d'amortissement).

Le système global comporte l'analogie mécanique du matériau (liège) (Fig. III.31), une partie essentielle de l'étude avec des différents paramètres jointement au bloc d'excitation a des excitations de nature des signaux échelons et sinusoïdes (Fig.III.32).

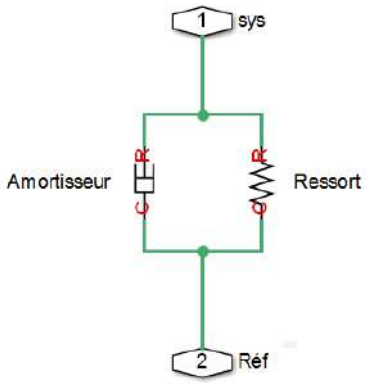


Figure III.31 : Analogie du liège en Simscape

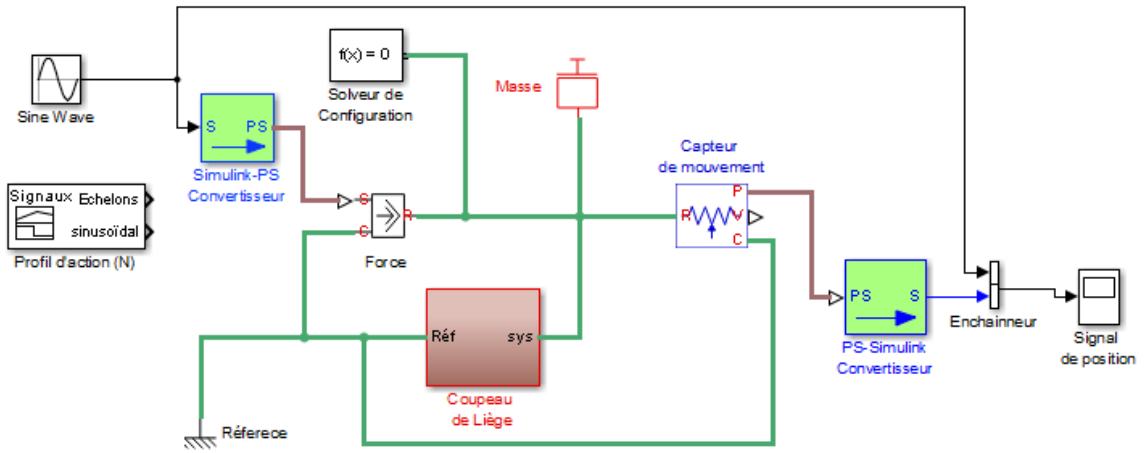


Figure III.32 : Réseaux physiques du système d'amortissement du liège par Simscape du Matlab

L'évaluation de l'amortissement nécessite l'application d'une large gamme de données pour les éléments du système influençant la sortie (Tableau III.9).

Tableau III.9 : Paramètres du système pour les différents tests.

N° Figure	Excitation	Masse (kg)	Coefficient d'amortissement N/(m/s)	Raideur N/m
01	Echelons	30	50	1000
02	Echelons	30	50	3000
03	Echelons	30	100	1000
01	Sinusoïdale	3	50	1000
02	Sinusoïdale	30	50	1000
03	Sinusoïdale	30	100	1000
04	Sinusoïdale	30	50	3000
05	Sinusoïdale	30	50	3000
06	Sinusoïdale	30	25	1000
07	Sinusoïdale	100	25	1000
08	Sinusoïdale	100	25	500

On a testé notre système par deux excitations (Echelons et sinusoïdal) pour visualiser l'influence d'amortissement (Fig. III.33).

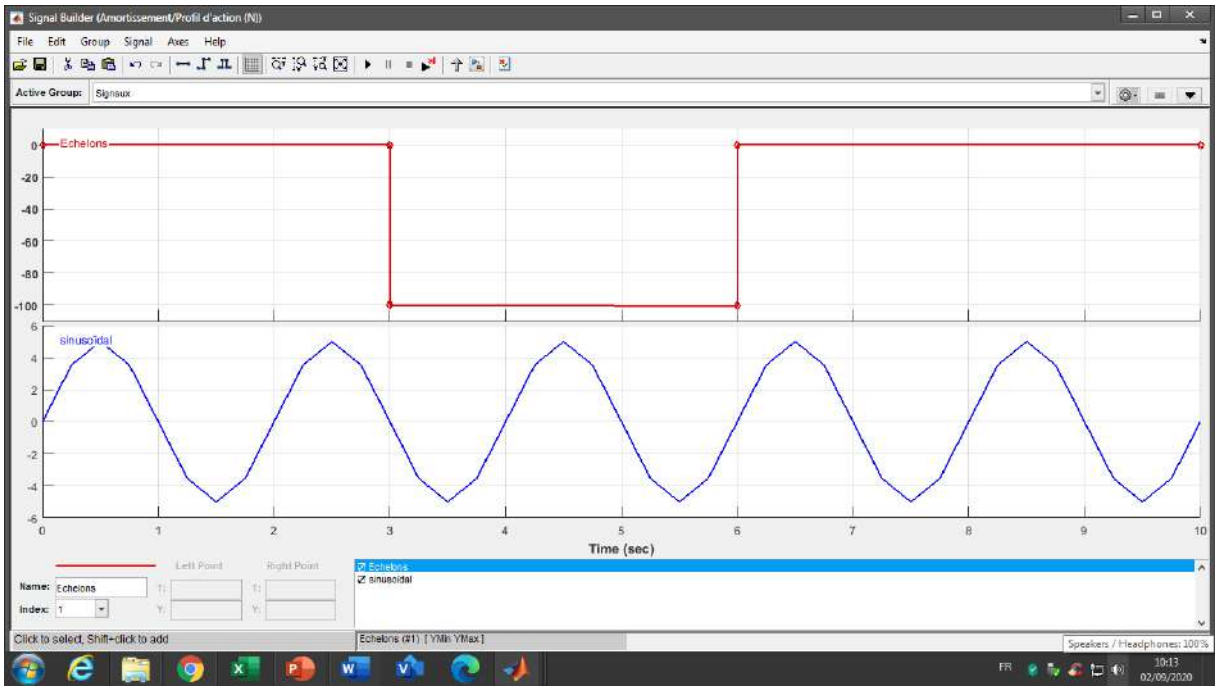


Figure III.33 : signaux des excitations

L'ensemble des figures III.34 représente les sorties l'excitation échelon, l'augmentation de la masse provoque une augmentation des pics, tandis que le coefficient d'amortissement a un effet positif sur la stabilité de système.

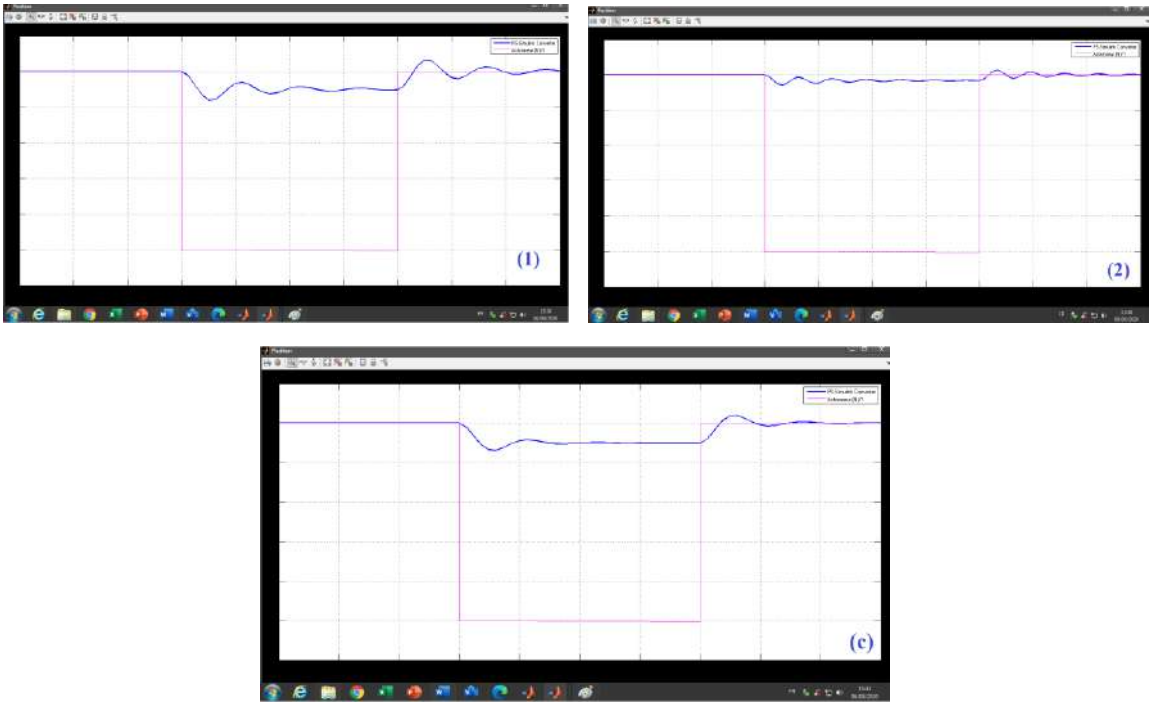


Figure III.34 : Représentation de la réponse du système d'une entrée échelons

Les figures III.35 donnent l'effet des paramètres du liège sur la sortie du système avec une excitation sinusoïdale, la masse provoque des oscillations amplifiées.

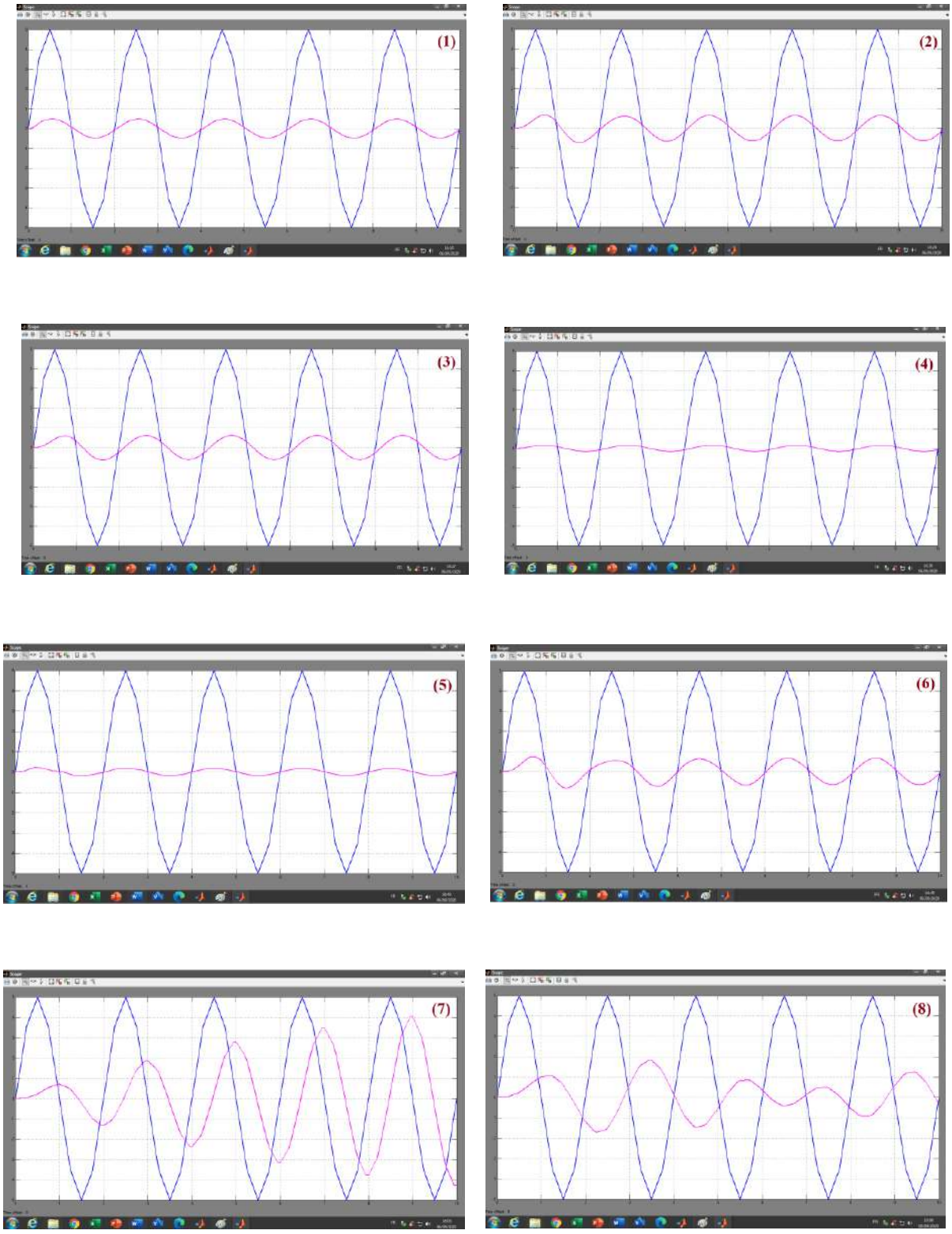


Figure III.35 : Représentation de la réponse du système d'une entrée sinusoïdale

Les résultats de simulation montrent l'influence des paramètres qui entrent en jeux dans la performance des systèmes d'amortissement de vibration, ces paramètres sont l'amortissement et la raideur du liège avec la masse globale. L'augmentation de la masse provoque des oscillations amplifiées non amorties, tandis que l'augmentation de la raideur provoque une atténuation des vibrations.

III.8 Conclusion

Le liège a des caractéristiques d'isolation vibratoire importantes compétitives à d'autres biomatériaux ou aux matériaux à base de pétrole. Pour élargir l'écart de la capacité d'isolation du liège on a traité ce matériau. Comme il a été constaté que le processus de THT et ébullition entraînait des améliorations morphologiques physico-chimiques du liège qui mène à une diminution du coefficient du transfert massique (Dapp).

L'hémicellulose était le premier composant le plus dégradé des cellules de liège au cours du traitement. Dans le cas du traitement par THT où la température atteint 260°C, les deux polymères structuraux, la subérine et la lignine, de la paroi cellulaire du liège se dégradent et provoquent des flambements à la paroi. Ces modifications sont la source de l'amélioration structurelle de liège.

Par cette modification thermique, certaines propriétés mécaniques du liège sont améliorées, mais la propriété la plus importante du liège traité thermiquement par rapport au liège non traité est que le coefficient de diffusion est démuni dans le cas traité, ainsi que le coefficient de diffusion dans est meilleur dans la direction longitudinale que tangentielle et par un degré important dans la direction radiale. Les produits de liège n'ayant pas une grande valeur commerciale en tant que telle peut être traités thermiquement, ce qui permet de pousser les études dans ce sens. Le liège de reproduction traité aura un gain d'avantage pour une utilisation en aggloméré. La partie de l'étude expérimentale du liège traité dans le domaine d'amortissement vibratoire s'est limitée à l'encoche théorique et la simulation par Matlab qui a donné d'avantage une prés déduction des paramètres, ceci est pour force majeure liée à la pandémie Covid 19, ce qui a rendu impossible l'accès au laboratoire.

Conclusion Générale

L'intérêt croissant pour les produits durables a stimulé la recherche scientifique sur les applications utilisant le liège de reproduction, un matériau naturel et recyclable.

Bien qu'il soit actuellement utilisé pour l'isolation thermique et acoustique, ce matériau présente un grand potentiel pour supporter de lourdes charges, isoler les vibrations et absorber les chocs. En plus ce matériau est une alternative plus durable aux autres produits non respectueux de l'environnement couramment utilisés.

Dans cette étude, une caractérisation complète du comportement de liège lorsqu'ils sont soumis à des infiltrations d'humidité prolongées a été réalisée, dans le but d'évaluer l'isolation en matière et ses performances dynamiques de vibration.

Cependant, Les résultats suggèrent en outre que la forme physique naturelle de liège peut s'améliore par traitement. Pour cella on a proposé un traitement écologique THT et ébullition contribue à améliorer les capacités d'isolation. Ce cycle est le fruit d'une synthèse de plusieurs travaux qui ont donnés un cycle plus optimal.

En suite, nous avons étudié l'impact de la direction de diffusion sur la cinétique de désorption d'un soluté imprégnant ce matériau dans le cas native et traité, par notre cycle A modifié optimiser en énergie. L'analyse de l'évolution de la concentration du milieu récepteur vis-à-vis la plaquette de liège a permis l'accès aux grandeurs d'intérêt telles que le coefficient de transfert de matière apparent et la tortuosité du milieu. Une augmentation plus accrue a été observée dans les trois directions pour les mettre dans l'ordre suivant : $D_{NR} > D_{NL} > D_{NT}$. On constate que le traitement thermique a apporté des améliorations profondes dans la structure mécanique du biomatériau. La conjugaison du sens de coupe ainsi que les modifications structurales obtenues par traitement ont contribué à l'augmentation de la résistance du transfert massique dans les sens de transfert par rapport au liège de reproduction natif. L'ordre décroissant des coefficients de diffusion a été maintenu dans le sens radial et inversé pour les deux autres directions après traitement du copeau : $D_R > D_T > D_L$. Cela est dû au froissement causé par le THT, notant que ces coefficients de transfert ont conservé leur ordre de grandeur même près optimisation.

La deuxième partie de l'étude est la détermination de la capacité d'amortissement du liège a la vibration, on a simulé l'analogie mécanique du liège dans un système oscillatoire par le bais d'un programme Matlab dont la bibliothèque Simscape. Les résultats de simulation seront une base très bénéfique pour le banc d'essai de notre laboratoire pour la détermination et l'identification des paramètres du liège tel que le coefficient d'amortissement et la raideur.

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

[1] Pereira, H. (2013). Variability of the chemical composition of cork. BioResources, 8(2), 2246-2256.

[2] Carvalho, J.S. (1968). Cork Chemistry. *Boletim Junta Nacional da Cortiça*, *357*, 3-11.

[3] Holloway, P. J. 1972: The composition of suberin from the colks of Quercus suber L. and Betulapendula Roth. Chem. Phys. Lipids 9: 158-170

[4] Leite, C., Oliveira, V., Miranda, I., & Pereira, H. (2020). cork oak and climate change: Disentangling drought effects on cork chemical composition. *Scientific reports*, *10*(1), 1-8.

[5] ConsoGlobe2019 https://www.consoglobe.com/

[6] Gil L. Cork composites: A review. Materials. 2009;2:776–789. doi: 10.3390/ma2030776.

[7] Gil L., Moiteiro C. Ullmann's Encyclopedia of Chemical Technology. 6th ed. Wiley-VCH Verlag ; Berlin, Germany : 2003. Cork.

[8] P. Jové, M. À. Olivella, and L. Cano, "Study of the variability in chemical composition of bark layers of Quercus Suber L. from different production areas," Bioresources, vol. 6, no. 2, pp. 1806–1815, 2011.

[9] F. M. A. Fonseca, "Growth and quality of cork potential of microdensitometry" in National Forest Congress. (1994). Universidade De Trásos Montes E Alto Douro, 15 A 17DEz, pp. 267–271.

[10] Kermezli, T., Douani, M., & Announ, M. (2019). Enhancement of Mechanical Properties of Cork Through Thermal High-Temperature Treatment (THT) and Boiling. *Arabian Journal for Science and Engineering*, *44*(6), 5603-5611.

[11] Surová D, Surový P, Ribeiro NA, Pinto-Correia (2011) Integration of landscape preferences to support the multifunctional management of the Montado system. Agroforest Syst. doi: 10.1007/s10457-011-9373-8

[12] Pinto-Correia, T., Ribeiro, N., & Sá-Sousa, P. (2011). Introducing the montado, the cork and holm oak agroforestry system of Southern Portugal. Agroforestry Systems, 82(2), 99.

[13] APCOR (2012) 'Cortiça Cork', www.apcor.pt/userfiles/File/Publicacoes/ anuario2012.pdf (last accessed November 2014).

[14] Cooke, G. B., & Ebert, M. S. (1942). U.S. Patent No. 2,293,805. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[15] Cumbre, F., Lopes, F., & Pereira, H. (2000). The effect of water boiling on annual ring width and porosity of cork. Wood and fiber science, 32(1), 125-133.

[16] Anjos, O., Pereira, H., & Rosa, M. E. (2008). Effect of quality, porosity and density on the compression properties of cork. Holz als Roh-und Werkstoff, 66(4), 295.

[17] Fonseca, A. L., Brazinha, C., Pereira, H., Crespo, J. G., & Teodoro, O. M. N. D. (2013). Permeability of Cork for Water and Ethanol. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 61(40), 9672–9679. doi:10.1021/jf4015729

[18] Pereira, H. (2007). Cork: Biology, Production and Uses, Elsevier, Amsterdam.

[19] Tsakiris, A., Kandylis, P., Bekatorou, A., Kourkoutas, Y., & Koutinas, A. A. (2010). Dry red wine making using yeast immobilized on cork pieces. Applied biochemistry and biotechnology, 162(5), 1316-1326.

[20] Arteiro, A., Reis, A. L., Nóvoa, P. J., Silva, L. F., Zupan, M., & Marques, A. T. (2013). Low velocity impact and flexural performance of sandwich structures with cork and polymer foam cores. Ciência & Tecnologia dos Materiais, 25(2), 79-84.

[21] Champney, R. P. (1944). U.S. Patent No. 2,339,458. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[22] Lima, V. N., Oliveira-Tintinno, C.D., Santos, E.S., Morais, L.P., Tintino, S.R., Freitas, T.S., Geraldo, Y.S. Pereira R.L., Cruz, R.P., Menezes, I.R., Coutinho, H.D. (2016). Antimicrobial and enhancement of the antibiotic activity by phenolic compounds: Gallic acid, caffeic acid and pyrogallol. Microbial Pathogenesis, 99, 56-61.

[23] Král P, Límek P, Mishra PK, Rademacher P, Wimmer R (2014) Preparation and characterization of cork layered composite plywood boards. Bioresources 9(2):1977–1985

[24] Sen, A., Olivella, M. A., Fiol, N., Miranda, I., Villaescusa, I., and Pereira, H. (2012b). "Removal of chromium (VI) in aqueous environments using cork and heat-treated cork samples from Quercus cerrisand Quercus suber," BioResources 7(4), 4843-4857.

[25] Castro O, Silva JM, Tessaleno D, Silva A, Gil L (2010) Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures. Mater Design 31:425–432

[26] Gil, L. Cork as a Building Material. Technical Manual; APCOR: Santa Maria de Lamas, Portugal, 2007.

[27] Abenojar, J., Barbosa, A. Q., Ballesteros, Y., del Real, J. C., Da Silva, L. F. M., & Martínez, M. A. (2014). Effect of surface treatments on natural cork: surface energy, adhesion, and acoustic insulation. Wood science and technology, 48(1), 207-224.

[28] Lança, M.C.; Neagu, E.R.; Silva, P.; Gil, L.; Marat-Mendes, J. Study of electrical properties of natural cork and two derivative products. Mater. Sci. Forum 2006, 514-516, 940-944.

[29] Pereira C, Caldeira F, Ferreira JMF, Irle MA (2012) Characterization of cement-bonded particleboards manufactured with maritime pine, blue gum and cork grown in Portugal. Eur J Wood Prod 70(1–3):107–111

[30] Tewari, V. K., & Dewangan, K. N. (2009). Effect of vibration isolators in reduction of work stress during field operation of hand tractor. Biosystems Engineering, 103(2), 146–158. doi:10.1016/j.biosystemseng.2009.03.002

[31] Walsh, J., Kim, H. I., & Suhr, J. (2017). Low velocity impact resistance and energy absorption of environmentally friendly expanded cork core-carbon fiber sandwich composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 101, 290-296.

[32] Gest, H. (2005). The remarkable vision of Robert Hooke (1635-1703): first observer of the microbial world. Perspectives in biology and medicine, 48(2), 266-272.

[33] Gibson, L. J., Easterling, K. E., and Ashby, M. F. (1981). "The structure and mechanics of cork," Proc. Roy. Soc. London A 377(1769), 99-117. DOI: 10.1098/rspa.1981.0117

[34] Graça, J., & Pereira, H. (2004). The periderm development in Quercus suber. Iawa Journal, 25(3), 325-335.

[35] Miranda, I., Gominho, J., & Pereira, H. (2013). Cellular structure and chemical composition of cork from the Chinese cork oak (Quercus variabilis). Journal of wood science, 59(1), 1-9.

[36] Pereira, H. (2015). The Rationale behind Cork Properties: A Review of Structure and Chemistry. BioResources, 10(3). doi:10.15376/biores.10.3.pereira

[37] Silva S.P., Sabino M.A., Fernandes E.M., Correlo V.M., Boesel L.F., Reis R.L., (2005), Cork: Properties, capabilities and applications. International Materials Reviews, 50: 345-365.

[38] Pereira, H. (2007). The chemical composition of cork. Cork: biology, production and uses, 55-99.

[39] Gil L., Moiteiro, C., (2002). Cork: Ullmann encyclopedia of industrial chemistry, Weinhein, Wiley-VCH, 9: 503-522.

[40] Silva, M. (2010). Cork - Its characteristics and properties. Apontamentos de Tecnologia dos Produtos Florestais, Universidade de Trás os Montes e Alto Douro–UTAD, Vila Real

[41] Duarte, A. P., & Bordado, J. C. (2015). Cork–a renewable raw material: forecast of industrial potential and development priorities. Frontiers in Materials, 2, 2.

[42] Pereira, H. Chemical composition and variability of cork from Quercus suber L. Wood Sci. Technol. 22, 211–218 (1988).

[43] Graça, J. & Pereira, H. Methanolysis of bark suberins: Analysis of glycerol and acid monomers. Phytochem. Anal. 11, 45–51 (2000).

[44] Conde, E. et al. Variability of Suberin Composition of Reproduction Cork from Quercus suber Throughout Industrial Processing. Holzforsch. - Int. J. Macromol. 53, 56–62 (2005).

[45] Jerman, M., Palomar, I., Kočí, V., & Černý, R. (2019). Thermal and hygric properties of biomaterials suitable for interior thermal insulation systems in historical and traditional buildings. Building and Environment, 154, 81-88.

[46] Khoukhi, M. (2018). The combined effect of heat and moisture transfer dependent thermal conductivity of polystyrene insulation material: Impact on building energy performance. Energy and buildings, 169, 228-235.

[47] Le, V. T., Goo, N. S., & Kim, J. Y. (2019). Experimental investigation on thermal contact resistance of alumina fibrous insulation material with Ti-6Al-4V alloy at high temperature and its effective thermal conductivity. Heat and Mass Transfer, 55(6), 1705-1721.

[48] Kermezli, T., Bensmaili, A., Amokrane, K. (2013). Mechanical behavior of cork modified by heat treatment at high temperature. Mechanics, 19(4), 424-428.

[49] Briga-Sa, A., Nascimento, D., Teixeira, N., Pinto, J., Caldeira, F., Varum, H., & Paiva, A. (2013). Textile waste as an alternative thermal insulation building material solution. Construction and Building Materials, 38, 155-160. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.08.037

[50] El Hajj, N., Mboumba-Mamboundou, B., Dheilly, R. M., Aboura, Z., Benzeggagh, M., & Queneudec, M. (2011). Development of thermal insulating and sound absorbing agro-sourced materials from auto linked flax-tows. Industrial Crops and Products, 34(1), 921-928.

[51] Sargianis, J. J., Kim, H. I., Andres, E., & Suhr, J. (2013). Sound and vibration damping characteristics in natural material-based sandwich composites. Composite Structures, 96, 538-544.

[52] Tewari, V. K., & Dewangan, K. N. (2009). Effect of vibration isolators in reduction of work stress during field operation of hand tractor. Biosystems Engineering, 103(2), 146-158.

[53] Rosa, M. E., Pereira, H., & Fortes, M. A. (2007). Effects of hot water treatment on the structure and properties of cork. Wood and Fiber Science, 22(2), 149-164.

[54] J. Zach, A. Korjenic, V. Petránek, J. Hroudová, T. Bednar, Performance evaluation and research of alternative thermal insulations based on sheep wool, Energy Build. 49 (2012) 246–253.

[55] Vaz, M. F., and Fortes, M. A. (1998). Friction properties of cork. J. Mater. Sci. 33, 2087–2093. doi:10.1023/A:1004315118535

[56] Fortes, M. A., and Rosa, M. E. (1988). Cork density: factors that influence it. Boletim do Instituto dos Produtos Florestais – Cortiça 593, 65–68

[57] Gil, L. (1998). Cortiça: Produção, Tecnologia e Aplicacação. Lisbon: INETI.

[58] Fortes, M. A., and Nogueira, M. T. (1989). The Poisson effect in cork. Mater. Sci. Eng. A 122, 227–232. doi:10.1016/0921-5093(89)90634-5

[59] Medeiros, H. (1945). Why Cork Insulation? Boletim da Junta Nacional de Cortiça 76, 165–170.

[60] Pereira, H. (1988). Chemical composition and variability of cork from Quercus suber L. Wood Science and Technology, 22(3), 211–218. doi:10.1007/bf00386015

[61] Anjos, O., Pereira, H., & Rosa, M. E. (2008). Effect of quality, porosity and density on the compression properties of cork. Holz als Roh-und Werkstoff, 66(4), 295. DOI :10.1007/s00107-008-0248-2

[62] Quénard, D. (1989). Adsorption et transfert d'humidité dans les matériaux hygroscopiques: approche du type percolation et expérimentation (Doctoral dissertation, Toulouse, INPT).

[63] Perre, P., Zohoun, S., & Brandao, A. (1996). Détermination de la diffusivité massique en régime permanent : résultats d'une campagne de mesure sur différentes essences tempérées et tropicales. In Sciences et industries du bois. Colloque (pp. 157-164).

[64] Wong, C. L., Soriano, A. N., & Li, M. H. (2009). Infinite dilution diffusion coefficients of [Bmim]-based ionic liquids in water and its molar conductivities. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 40(1), 77-83.

[65] Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. Journal of the American chemical society, 60(2), 309-319.

[66] Dent, R. W. (1977). A multilayer theory for gas sorption: Part i: Sorption of a single gas. Textile Research Journal, 47(2), 145-152.

[67] Thompson, T. L., Peart, R. M., & Foster, G. H. (1968). Mathematical simulation of corn drying—a new model. Transactions of the ASAE, 11(4), 582-0586.

[68] Pálková, Z., Rudolfová, M., Georgin, E., Ayoub, M. W. B., Fernicola, V., Beltramino, G., Heinonen, M. (2017). Effect of handling, packing and transportation on the moisture of timber wood. International Journal of Thermophysics, 38(10), 153.

[69] Basunia, M., & Abe, T. (2001). Moisture desorption isotherms of medium-grain rough rice. Journal of Stored Products Research, 37(3), 205–219. doi:10.1016/s0022--474x(00)00022-9.

[70] Mohamed, A., Kouhila, M., Jamali, A., Lahsasni, S., & Mahrouz, M. (2005). Moisture sorption isotherms and heat of sorption of bitter orange leaves (Citrus aurantium). Journal of food Engineering, 67(4), 491-498.

[71] Van Der Berg, C.; Bruin, S. 1981. Water activity and its estimation in food systems; theoretical aspects. In Water Activity: Influences on Food Quality, (L.B. Rockland and G.F. Stewart, eds.) pp. 1-61, Academic Press, New York.

[72] Kermezli, T., Bensmaili, A., Benrekia, F., Amokrane, K. (2012). Experimental and ANN Estimation of the Mechanical Behavior for Cork under the Influence of Heat Treatment in Isothermal Conditions. Contemporary Engineering Sciences, 5(9), 447-453.

[73] Zimmermann, H. M., Hartmann, K., Schreiber, L., & Steudle, E. (2000). Chemical composition of apoplastic transport barriers in relation to radial hydraulic conductivity of corn roots (Zea mays L.). Planta, 210(2), 302-311.

[74] Lopes, P., Saucier, C., & Glories, Y. (2005). Nondestructive colorimetric method to determine the oxygen diffusion rate through closures used in winemaking. Journal of agricultural and food chemistry, 53(18), 6967-6973.

[75] Claude, V. J., Bruno, G., & Cécile, C. (2011). Oxygen transmission rate of screwcaps by chemoluminescence and air/capsule/headspace/acidified water system. In 33rd World Congress of Wine 8th General Assembly of the OIV, Tbilissi.

[76] Bunner, D. (2010). La mesure de l'oxygène dans les bouteilles par chimiluminescence. Le Vigneron Champenois, 131(1), 84-101.

[77] Sanchez, J.; Aracil, J.-M. Permeabilite´´ gazeuse de differents´ obturateurs. Bull. O.I.V. 1998, 71, 279−283.

[78] Faria, D. P., Fonseca, A. L., Pereira, H., & Teodoro, O. M. N. D. (2011). Permeability of Cork to Gases. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 59(8), 3590–3597. doi:10.1021/jf200491t

[79] Fonseca, A. L., Brazinha, C., Pereira, H., Crespo, J. G., & Teodoro, O. M. N. D. (2013). Permeability of Cork for Water and Ethanol. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 61(40), 9672–9679. doi:10.1021/jf4015729

[80] Mouchot, N., Wehrer, A., Bucur, V., & Zoulalian, A. (2000). Indirect determination of tangential and radial steam diffusivity of beech. Annals of Forest Science, 57(8), 793-801.

[81] Kermezli, T., Announ, M., & Bensmaili, A. (2016). The effect of the heat treatment level HT on the mechanical behavior of cork. Mechanika, 22(1), 73-78.

[82] Ma, X. M., Lu, R., & Miyakoshi, T. (2014). Application of pyrolysis gas chromatography/mass spectrometry in lacquer research: a review. Polymers, 6(1), 132-144.

[83] Sutter, B., Mcadam, A. C., Mahaffy, P. R., Ming, D. W., Edgett, K. S., Rampe, E. B., ... & Steele, A. (2017). Evolved gas analyses of sedimentary rocks and eolian sediment in Gale Crater, Mars: Results of the Curiosity rover's sample analysis at Mars instrument from Yellowknife Bay to the Namib Dune. Journal of Geophysical Research: Planets, 122(12), 2574-2609.

[84] Phillips, D. C., & Smith, J. D. (1990). U.S. Patent No. 4,913,843. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[85] Picazo-Ródenas, M. J., Royo, R., Antonino-Daviu, J., & Roger-Folch, J. (2013). Use of the infrared data for heating curve computation in induction motors: Application to fault diagnosis. Engineering Failure Analysis, 35, 178-192.

[86] Gaisford, S., Kett, V., & Haines, P. (Eds.). (2016). Principles of thermal analysis and calorimetry. Royal society of chemistry.

[87] Mydłowska, K., Myśliński, P., Ratajski, J., Gilewicz, A., & Jędrzejewski, R. (2017). Analysis of thermal stability of CrCN coatings deposited on nitrided substrates using modulated temperature thermodilatometry. Archives of Metallurgy and Materials, 62(2), 771-776.

[88] Yang, L., & Thomason, J. L. (2013). The thermal behaviour of glass fibre investigated by thermomechanical analysis. Journal of materials science, 48(17), 5768-5775.

[89] Zeltmann, S. E., Prakash, K. A., Doddamani, M., & Gupta, N. (2017). Prediction of modulus at various strain rates from dynamic mechanical analysis data for polymer matrix composites. Composites Part B: Engineering, 120, 27-34.

[90] Alhijjaj, M., Belton, P., Fabian, L., Wellner, N., Reading, M., & Qi, S. (2018). Novel Thermal Imaging Method for Rapid Screening of Drug–Polymer Miscibility for Solid Dispersion Based Formulation Development. Molecular pharmaceutics, 15(12), 5625-5636.

[91] Astafyev, A., Lysenko, E., & Surzhikov, A. (2018). Thermomagnetometry analysis of lithium ferrites. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 1-5.

[92] Rancourt, J. D., & Taylor, L. T. (1986). Applications of thermoelectrometry to metal-ion modified polyimide films. Journal of thermal analysis, 31(5), 1131-1141.

[93] Foller, B., Holub, M., & Šesták, J. (2014). Acoustic composite laminates with unidirectional fiber reinforcement by novel pultrusion drawing. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 116(2), 703-707.

[94] Castro, G., Garrido, P. F., Amigo, A., & Brocos, P. (2018). Boosting the use of thermoacoustimetry in micellization thermodynamics studies by easing an objective determination of the cmc. Fluid Phase Equilibria, 478, 1-13.

[95] Balek, V., Bydžovský, J., Drochytka, R., Buntsewa, I. M., & Beckman, I. N. (2013). Hydration of tricalciumsilicate (Ca 3 SiO 5) investigated by emanation thermal analysis. Journal of thermal analysis and calorimetry, 111(1), 335-339.

[96] Phillips, D. C., & Smith, J. D. (1990). U.S. Patent No. 4,913,843. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[97] Pansu, M., Gautheyrou, J., Aventurier, A., Feller, C., & Bottner, P. (2003). L'analyse du sol : minéralogique, organique et minérale.

[98] Cai, J., Xu, D., Dong, Z., Yu, X., Yang, Y., Banks, S. W., & Bridgwater, A. V. (2018). Processing thermogravimetric analysis data for isoconversional kinetic analysis of lignocellulosic biomass pyrolysis: Case study of corn stalk. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 82, 2705-2715.

[99] Delgado, G. E., Sierralta, N., Quintero, M., Quintero, E., Moreno, E., Flores-Cruz, J. A., & Rincón, C. (2018). Synthesis, structural characterization and differential thermal analysis of the quaternary compound Ag2MnSnS4. Revista Mexicana de Física, 64(3), 216-221.

[100] Farah, J. S., Silva, M. C., Cruz, A. G., & Calado, V. (2018). Differential calorimetry scanning: current background and application in authenticity of dairy products. Current Opinion in Food Science.

[101] Bertheussen, E., Abghoui, Y., Jovanov, Z. P., Varela, A. S., Stephens, I. E., & Chorkendorff, I. (2017). Quantification of liquid products from the electroreduction of CO2 and CO using static headspace-gas chromatography and nuclear magnetic resonance spectroscopy. Catalysis Today, 288, 54-62.

[102] Yan, X., Sokol, E., Li, X., Li, G., Xu, S., & Cooks, R. G. (2014). On-line reaction monitoring and mechanistic studies by mass spectrometry: Negishi cross-coupling, hydrogenolysis, and reductive amination. Angewandte Chemie International Edition, 53(23), 5931-5935.

[103] Cordeiro, N., Neto, C. P., Rocha, J., Belgacem, M. N., & Gandini, A. (2002). The organogold fractionation of cork components. Holzforschung, 56(2), 135-142.

[104] Kelley, D. C., Williamson, M., Moncla, B. M., & Herbert Jr, K. H. (2005). U.S. Patent No. 6,953,501. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[105] Laks, P., & Heiden, P. A. (2003). U.S. Patent No. 6,521,288. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[106] Kocaefe, D., Poncsak, S., Doré, G., & Younsi, R. (2008). Effect of heat treatment on the wettability of white ash and soft maple by water. Holz als roh-und werkstoff, 66(5), 355-361.

[107] Rosa, M. E., Pereira, H., & Fortes, M. A. (2007). Effects of hot water treatment on the structure and properties of cork. Wood and Fiber Science, 22(2), 149-164.

[108] Anjos, O., Pereira, H., & Rosa, M. E. (2010). Tensile properties of cork in the tangential direction: variation with quality, porosity, density and radial position in the cork plank. Materials & Design, 31(4), 2085-2090.

[109] Shangguan, W., Chen, Z., Zhao, J., & Song, X. (2018). Thermogravimetric analysis of cork and cork components from Quercus variabilis. Wood Science and Technology, 52(1), 181-192.

[110] Yu H, Liu F, Ke M, Zhang X. (2015). Thermogravimetric analysis and kinetic study of bamboo waste treated by Echinodontium taxodii using a modified three-parallel-reactions model. Bioresour Technol 185 :324–330

[111] Kermezli, T.; Announ, M.; Bensmaili, A. The effect of the heat treatment level HT on the mechanical behavior of cork. Mechanika 21(1), 8–11 (2016). https://doi.org/10.5755/j01.mech.22.1.12252

[112] Yang, X.S.; Gandomi, A.H. Bat algorithm: a novel approach for global engineering optimization. Engineering Computations. 29(5), 464–483 (2012)

[113] Alavi, A.H. and Gandomi, A.H. (2011), A robust data mining approach for formulation of geotechnical engineering systems. International Journal of Computer Aided Methods in Engineering-Engineering Computations, Vol. 28 No. 3, pp. 242-74. Science, 19(2).

[114] Medeiros, H. ABC Insulation corkboard. Ed. JNC, Porto.

[115] Prates, MJL. (1993). Characteristics and Mechanical Behavior of Agglomerates. Negros de Cortica. Dissertacao docurso de Mestradoem Engenharia Mecanica, IST, Lisbon

[116] Fernndez, LV. (1974). Study of the quality of acoustic and vibrating cork agglomerates AITIM, Serie C, n. 62, Madrid

[117] Fernandez, LV. (1987). Bol. IPF-Cortiçan. 587, p 222–229

[118] Andrade, A. (1948). Bol. JNC, n. 122, p 61–66