

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة غرداية

N° d'enregistrement

Université de Ghardaïa

كلية العلوم والتكنولوجيا

Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم هندسة طرائق

Département de Génies des procédés

Mémoire de fin d'étude, en vue de l'obtention du diplôme

Master

Domaine : Sciences et Technologie

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Thème

**Fabrication d'un dispositif pour isolation électrique à
Haut Tension par des matériaux nano composites**

Présenté par :

Safa DAOUDI

Hind ZEGHOUDI

Soutenue publiquement le 18 / 12 / 2025.

Devant le jury composé de :

Kheira BOUAMER

MCB

Université Ghardaïa

Président

Farid TOUAITI

MCB

Université Ghardaïa

Encadrant

Hamed BOUKHARI

MCB

Université Ghardaïa

Examinateur

République Algérienne Démocratique et
Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieur Et
de La Recherche Scientifique

Université de Ghardaïa



Incubateur Université de Ghardaïa

Faculté des sciences et techniques
Département de génie des procédés

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de MASTER en
génie chimique dans le cadre de la résolution ministérielle 008 modifiant
la résolution 1275

Mémoire de fin d'études – startup/brevet

Thème :

Fabrication d'un dispositif pour isolation électrique à
Haut Tension par des matériaux nano composites

Préparé par les étudiants :

- DAOUDI Safa
- ZEGHOUDI Hind

l'encadrant :

Dr. TOUAITI Farid

Année universitaire : 2024-2025

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



جامعة غرداية



حاضنة الأعمال جامعة غرداية

كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم هندسة الطائق

مذكرة تخرج لنيل شهادة ماستر في الهندسة الكيميائية وفق القرار الوزاري 008 المعدل للقرار 1275
شهادة تخرج - مؤسسة ناشئة / براءة اختراع

عنوان:

تصنيع جهاز لعزل الجهد الكهربائي العالي باستخدام مواد نانوية مركبة

تحت إشراف:

د. طويطي فريد

من إعداد الطالبين:

► داودي صفاء
► الزغودي هند

الموسم الجامعي: 2024 / 2025 م



2025

الفراء

في يوم تخرّجي، هذا اليوم الذي انتظرته لسنوات، لا يمكن أن يمر دون أن أقدم فيه امتناني لأغلى الأشخاص في حياتي

إِلَى وَالْدَّيِ الْكَرَامِ،

أنتم الأصل والبداية. أنت من علمتني معنى الصبر والإصرار، ومن منحتني الثقة لأحوال أحلامي إلى حقيقة. شكرًا على كل دعاء، وكل توجيه، وكل لحظة دعم جعلتني أؤمن بنفسي أكثر

إلى أخي الكباري،

التي كانت دوماً الأم الثانية، والسد الذي لا يميل. ومعها أبناؤها الذين أضفوا على حياتي فرحاً وبركة

إلى أخواتي البنات،

قوتي، وبهجمتي، وشريكات نجاحي في كل خطوة

وإلى أخي،

الرجل الذي كان دعمه حاضرًا بصمت، بقلب كبير لا يتغير ومعه أبناؤه الذين زادوني محبة ودفناً

والى إخوتي الأولاد،

رفقة طيبة وسند صادق، وفرحتهم اليوم تزيد من فرحتي.

وَلَا أَنْسَى جَدْتِي، رَحْمَهَا اللَّهُ،

التي ظلت بركتها ودعواتها ترافقني، حتى بعد رحيلها. اليوم أفرج لنفسي، وأفرح لروحها، وأقول لها: تميّّز حضورك بيننا، وأنا على يقين أنك فخورة بي من عليائك

وإلى صديقتي زهرة بن علية،

التي كانت دائمًا نموذجًا للوفاء، ورفيقه درب في الدراسة ودعيًا صادقًا في كل مراحل هذا المشوار. حضورها بجانبي كان نقطة قوّة أعتزّ بها

هذا الإنجاز أقدمه لكم جميـعاً... فنجـاحـي منـكم ولـكم، وبـوـجـودـكـم فـقـطـ اـكتـسـبـ طـعـمـهـ الحـقـيقـيـ

حفظكم الله ورعاكم، وجعلكم تاجاً فوق رأسي دائمًا.

داؤدی صفائع

إِهْدَاءٌ

إلى من كانت ولا تزال أول الحكاية وآخر الأمان..... أمي الغالية.

إليك يا من تعلم قلبي منها معنى التضحية، وأدرك عقلي بفضلها أن الأحلام لا تُصنع إلا بالصبر والدعاء والعمل.

يا أمي...

كنت اليد التي ترفعني كلما تعثرت، والعين التي تبصر في النور مهما اشتدت العتمة، والقلب الذي وسع ضعفي وقوّتي معًا. هذا التخرج ليس شهادة نجاح فحسب، بل هو خلاصة سنين حملت فيها عني أكثر مما أحتمل، وسعّيت لأكون أفضل مما أتوقع. لك أهدي ثمرة جهدي، وطريق عمري، وكل خطوة أضاءتها دعواتك. أدامك الله حيّاً لروحي، ونوراً لطريقي، وفخراً لا ينطفئ.

وإلى خالي العزيز... الرجل الذي كان في مقام الأب،

إلى من ربانى بحنان ومسؤولية، وملأ غيابات الأيام بحضوره، ووقف في حياتي موقف السند الثابت الذي لا يتغير. شكرًا لك يا خالي على كل ما قدمته، على صدرك الرحيم، وعلى قوتك التي استندت إليها في أصعب لحظات طريقي. كنت الدرع، والكلمة الطيبة، والخطوة التي سبقتني لتسهّل عليّ ما بعدها. وما هذا التخرج إلا امتداد لجميلك الذي لن أنساه ما حييت.

وإلى أولاد وبنات خالي، الذين كانوا لي في مقام الإخوة،

إلى دفءكم، ووقفتكم، ومشاعركم النقيّة التي كانت دائمًا سندًا لي في كل مراحل الطريق. وجودكم حولي كان دعماً صادقاً يزيدني قوة ويسعّري بأن العائلة نعمة لا تُقدر.

وإلى زوجة خالي الحنونة،

إليك يا من احتضنتني بروح الأم، وبطبيعة القلب، وبرقة المشاعر التي لا تنسى. شكرًا لحنانك، ولو قوفك، ولا بتسامتاك التي كانت تسقى كلماتك في دعم لا ينقطع.

وبيّن أيديكم أضع هذا العمل بكل فخر وامتنان، راجيةً أن يكون على قدر ما بذلتموه من حبٍ وتعب، وأن يكون خطوة أولى في طريق إنجازاتٍ تليق بكم وبفتكم بي.

الزغودي هند

Remerciements

نتوجّه بأسى عبارات الشكر والتقدير إلى كل من ساهم في تكويننا الأكاديمي والمهني، وإلى كل من كان له دور مباشر أو غير مباشر في دعمنا ومساندتنا طوال مسيرتنا.

ال TEAM بيداغوجي:

ننقدّم بخالص الامتنان إلى دكاترتنا الكرام:

الدكتور طويطي فريد، الدكتور بوكاري حامد، رئيسة قسم هندسة الطرائق

الدكتورة بوعامر خيرة، الدكتورة رعاش إيمان، الدكتور رشيد حاج عيسى،

الدكتورة بن طرفة جهاد والدكتور سامي زيد المال

على ما قدّموه من خبرة قيمة، وتجيئات بناءة، وتعامل مهني رفيع المستوى.

لقد كان لإخلاصكم في أداء رسالتكم الأثر الأكبر في تقدمنا وفهمنا، وفي ترسیخ المبادئ العلمية

والأخلاقية التي نعتزّ بها اليوم.

ال TEAM الإداري والمسؤولون:

نرفع شكرًا واحترامًا إلى: السيد العميد سعدونی رضوان

وإلى مسؤولي مخبر هندسة الطرائق:

عوف جابر، بن النذير صليحة، صديقي عبد الباسط، دربالي إيمان

وإلى رئيس قسم الهندسة المدنية: بولمعيز الطيب

وإلى مسؤول مخبر الهندسة المدنية: اسماعيل بوزيد وإلى مسؤولة المخبر NNV: خلود، بشير

وإلى مسؤول مخبر الهندسة الميكانيكية: بن بادة حمد والأستاذ بكار بلقاسم

على الجهود المبذولة في تهيئة الظروف الأكاديمية والمخبرية الملائمة لنا، وعلى التنظيم

المحكم الذي ساهم في تسهيل مسارنا البحثي.

كما ننقدّم بالشكر إلى أمانة قسم الهندسة المدنية: عبد الفتاح،

على تعاونه المهني، وتسهيله المستمر للإجراءات الإدارية التي رفقت مسيرتنا البحثية.

شركة سونلغاز:

ننوجّه بوافر الشكر والتقدير إلى طاقم مؤسسة سونلغاز، وعلى رأسهم السادة لкусن معمّر، لкусن محمد، شامخة طاهر، وحيمودة لخضر، أولاد علي زوير

على الاستقبال المهني الرّاقي، وعلى الظروف العملية التي وفرتّوها خلال فترة التدريب. لقد أتحتم لنا فرصة حقيقة لاكتساب مهارات ميدانية مهمة، من خلال توجيهاتكم الدقيقة والتزامكم، وروح المسؤولية التي ميّزت عملكم. وأعبر لكم عن امتناننا للثقة والدعم الذين كان لهما أثر إيجابي في تطوير قدراتنا المهنية.

شركة ALFA PIPE:

ننقدّم بالشكر الجزيّل إلى شركة ALFA PIPE على دعمكم الكبير خلال فترة التدريب والاختبارات العملية. لقد ساعدتمونا في إنجاز المهام الصعبة، وصنعتم الأدوات والحلول اللازمة لتسهيل عملنا، وصبرتم معنا أثناء جميع المشاكل والتحديات التي واجهتنا أثناء التجارب. تجربتنا معكم كانت فرصة قيمة للتعلم من فريق محترف، وإدراك قيمة التعاون والمرونة في مواجهة الصعوبات، وهو درس سيظل راسخاً في مسیرتنا المهنية.

كما ننقدّم بخالص الامتنان إلى طاقم إدارة ALFA PIPE ، وعلى رأسهم السادة:

بوخطة خالد، معمّر، ياسين

على الدعم المستمر، والتوجيه المهني، وعلى الحرص على توفير بيئة عمل منظمة واحترافية، ساهمت جميعها في نجاحنا وإتمام مهمتنا بنجاح.

مخبر الميكانيك: شكر خاص للسيد مصطفى ماحافيض وباقى الطاقم على الصبر، والتوجيه، وتوفير كل الأدوات اللازمة لإنجاز الاختبارات.

مخبر الكيمياء: شكر للسيد شريف سليمان، والسادة مصطفى وإسماعيل، وباقى الطاقم، على التعاون المتواصل والدعم التقني الذي ساهم في إنجاح التجارب العملية.

ننقدّم بالشكر لكل شخص وقف معنا في هذا الطريق، قدم نصيحة، دعمًا، أو مساعدة خلال هذا المسار. هذا النجاح هو ثمرة جهود جماعية، وامتداد لتوجيهاتكم ودعمكم المستمر. راجيتنا من الله التوفيق في المرحلة القادمة، وأن نكون دائمًا عند حسن الظن.

الزغودي هند

داودي صفاء

Résumé

Ce travail porte sur l'élaboration d'un matériau composite innovant destiné à l'isolation électrique haute tension (HT), à base de résine phénol-formaldéhyde (PF) renforcée par des nanocristaux de cellulose (CNC) extraits du bois blanc. La méthodologie adoptée comprend l'extraction de la cellulose suivie d'une hydrolyse acide pour obtenir la nano cellulose, ainsi que la synthèse de la résine PF selon deux formulations différentes. Les composites ont été préparés par moulage en incorporant le CNC à deux proportions (90 %–10 % et 75 %–25 % respectivement pour PF et CNC).

Les échantillons ont été caractérisés par diverses physico-chimique, mécanique et électrique techniques, dont la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie UV-Visible et FTIR, l'essai de choc et de traction ainsi que la mesure de la résistivité électrique. Les résultats révèlent que l'incorporation des CNC améliore significativement la stabilité thermique, la résistance mécanique et les propriétés isolantes. Ces résultats ouvrent des perspectives prometteuses vers le développement de matériaux écologiques et performants pour des applications industrielles exigeantes.

Mots-clés : Résine phénol-formaldéhyde (PF), Nanocristaux de cellulose (CNC), Isolation électrique haute tension.

Abstract

This study focuses on the development of an innovative composite material designed for high-voltage (HT) electrical insulation, based on phenol-formaldehyde (PF) resin reinforced with cellulose nanocrystals (CNC) extracted from white wood. The experimental approach involved two main steps: extraction of cellulose followed by its conversion into nanocellulose through acid hydrolysis, and synthesis of PF resin in two different formulations depending on the phenol/formaldehyde ratio. The composites were fabricated by molding, incorporating CNC at two proportions (90%–10% and 75%–25% for PF and CNC, respectively).

The obtained samples were characterized using several physico-chemical, mechanical, and electrical techniques, including scanning electron microscopy (SEM), UV-Visible spectroscopy and FTIR, impact and tensile testing, as well as electrical resistivity measurement. The results demonstrated that CNC incorporation significantly enhances the thermal stability, mechanical strength, and insulating properties of the composites. This work highlights the potential of bio-based nanocomposites as eco-friendly and high-performance materials for demanding industrial applications.

Keywords: Phenol-formaldehyde resin (PF), Cellulose nanocrystals (CNC), High-voltage electrical insulation.

المُلْخَص

يتناول هذا العمل تطوير مادة مبتكرة موجهة للعزل الكهربائي عالي التوتر، اطلاقاً من راتج الفينول-فورمالدهيد (PF) المدعّم بنانوكريستالات السليلوز (CNC) المستخلصة من الخشب الأبيض. ارتكز المنهج التجاري على مرحلتين أساسيتين: استخلاص السليلوز وتحويله إلى نانو سليلوز بواسطة التحلل المائي الحمضي، وتحضير راتج PF بصيغتين مختلفتين وفق نسب الفينول/الفورمالدهيد. بعد ذلك، تم تشكيل المركبات عن طريق القولبة بإدماج الـ CNC بنسبة 10%-25% و 90% (لكل من CNC و PF على التوالي).

حضرت العينات المحضرّة لعدة اختبارات فيزيائية-كيميائية، ميكانيكية وكهربائية، شملت المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)، التحليل الطيفي بالأشعة فوق البنفسجية-المريئة وتحت الحمراء، اختبار الصدمة والشد بالإضافة إلى المقاومية الكهربائية. أظهرت النتائج أن إدماج الـ CNC يُحسن بشكل ملحوظ الاستقرار الحراري، المقاومة الميكانيكية والخصائص العازلة للمركب. يفتح هذا العمل آفاقاً واعدة لتطوير مواد حيوية صديقة للبيئة وذات أداء عاليٍ موجهة للتطبيقات الصناعية المتطلبة.

الكلمات المفتاحية: راتنج الفينول-فورمالديهد(PF) ، نانوكريستالات السيلولوز(CNC) ، العزل الكهربائي عالي التوتر.

Liste des abréviations

CNC	Nanocristaux de Cellulose
PF	Résine Phénol-Formaldéhyde
MEB	Microscope Électronique à Balayage
UV-Vis	Ultraviolet-Visible Spectrophotometry
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
TGA	Thermogravimetric Analysis
DSC	Differential Scanning Calorimetry
HT	Haute Tension
TEMPO	l'oxydation au 2,2,6,6-tétraméthylpipéridine-1-oxyle
PVA	Poly (acétate de vinyle)
PLA	Acide polylactique
PE	Polyéthylène
PP	Polypropylène
CNF	Cellulose Nanofibrillée
Xc	taux de cristallinité
ζ	le potentiel
DMF	Diméthyle formamide
Phén	Phénol
Forma	Formaldéhyde
Et	Module de Young (élasticité)
σ_m	la contrainte maximale
ϵ_m	l'élongation maximale

Listes des Figures

Figure I.1 : Leo Baekeland, inventeur de la Bakélite	14
Figure I.2 : Structure comparée des résines Résol et Novolac.....	15
Figure I.3 : Schéma de synthèse des résines Résol et Novolac.....	16
Figure I.4 : Processus de réticulation du PF (stades A, B, C).....	18
Figure I.5 : Plaque en résine phénolique renforcée (Tufnol).....	20
Figure I.6 : Applications industrielles des résines phénoliques.....	22
Figure I.7 : Structure du bois (cellulose, hémicellulose, lignine).....	23
Figure I.8 : Étapes d'extraction de la cellulose à partir du bois.....	24
Figure I.9 : Les types de la matière cellulosique.....	28
Figure I.10 : Image TEM des nanocristaux de cellulose (CNC).....	29
Figure I.11 : Vue d'ensemble des propriétés des nanocristaux de cellulose.....	30
Figure I.12 : Structure chimique de la cellulose.....	31
Figure II.1 : La sciure de bois.....	45
Figure II.2 : Tamis utilisé pour la granulométrie ($80 \mu\text{m} < d < 63 \mu\text{m}$).....	45
Figure II.3 : Poudre de bois blanc.....	46
Figure II.4 : Trempage du bois dans l'eau chaude.....	46
Figure II.5 : Traitement acide (HCl, 85°C).....	47
Figure II.6 : Traitement alcalin (NaOH).....	47
Figure II.7 : Blanchiment avec l'hypochlorite de sodium (NaClO).....	48
Figure II.8 : Cellulose extraite et séchée.....	48
Figure II.9 : Solution de cellulose avant hydrolyse.....	49
Figure II.10 : CNC obtenu après séchage	49
Figure II.11 : Préparation de la résine PF.....	50

Liste des Figures

Figure II.12 : Synthèse de PF/CNC composite	51
Figure II.13 : Étapes de séchage et de moulage du composite	52
Figure II.14 : Viscosimètre.....	53
Figure II.15 : appareil calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	54
Figure II.16 : appareil d'UV-Visible	54
Figure II.17 : Spectrophotomètre FTIR (Bruker) CRAPCI Laghouat.....	55
Figure II.18 : image de l'appareil Charpy 450 J et l'échantillon PF.....	56
Figure II.19 : microscope électrique à balayage	57
Figure II.20 : Schéma de mesure de résistivité électrique (4 points measurement lay-out)....	58
Figure II.21 : Schéma de mesure de constante diélectrique μ_r	59
Figure II.22 : Image des échantillons utilisés dans la mesure de constante diélectrique μ_r	59
Figure III.1 : Les solutions produites à processus d'extraction de la cellulose.....	61
Figure III.2 : Pâte de cellulose.....	62
Figure III.3 : Spectre UV-Visible de la cellulose et absorbance maximale à 259 nm.....	63
Figure III.4 : Suspension de CNC obtenue après filtration.....	63
Figure III.4 : Suspension colloïdale de CNC.....	63
Figure III.5 : Courbe DSC de la résine PF II pure (test 1).....	66
Figure III.6 : Courbe DSC de la résine PF II + 10 % CNC (test 1).....	67
Figure III.7 : Courbe DSC de la résine PF II + 25 % CNC (test 1).....	67
Figure III.8 : analyse FTIR de la résine PF II	71
Figure III.9 : analyse FTIR de PF II + 10 % CNC.....	72
Figure III.10 : analyse FTIR de PF II + 25 % CNC.....	73
Figure VI.1 : Filtration sous vide du CNC.....	90
Figure VI.2 : Courbe DSC de la résine PF pure (Test 2).....	91

Liste des Figures

Figure VI.3 : Courbe DSC de la résine PF + 10 % CNC (Test 2).....	91
Figure VI.4 : Courbe DSC de la résine PF + 25 % CNC (Test 2).....	91
Figure VI.5 : micrographie MEB – vue générale de la surface.....	96
Figure VI.6 : micrographie MEB – détails morphologique.....	97
Figure VI.7 : micrographie MEB – structure à fort grossissement	97

Listes des Tableaux

Tableau I.1 : Comparaison des propriétés des résines phénoliques	17
Tableau I.2 : Méthodes d'obtention des CNC : avantages et limites	26
Tableau I.3 : Méthodes d'incorporation des CNC dans les polymères	33
Tableaux II.1 : Les matériaux utiliser.....	43
Tableaux II.2 : Les appareils utiliser	44
Tableau II.3 : Formulation de La résine	50
Tableau II.4 : Synthèse de résine avec CNC	51
Tableau III.1 : Viscosité des deux formulations de résine Résol	64
Tableau III.2 : Résultats d'analyse thermique (DSC)	65
Tableau III.3 : Étude comparative entre les trois échantillons.....	70
Tableau III.4 : étude comparative du résultat du choc.....	74
Tableau III.5 : étude comparative du résultat du traction.....	74
Tableaux III.6 : comparatif des valeurs initiales et finales de PF.....	76
Tableaux III.8 : comparatif des valeurs initiales et finales.....	78
Tableau VI.1 : Résulta d'échantillon pur à 10 V	85
Tableau VI.2 : Résulta d'échantillon pur à 32 V	85
Tableau VI.3 : Résulta d'échantillon pur à 64 V	86
Tableau VI.4 : résulta d'échantillon PF II + 10% de CNC à 10 V.....	93
Tableau VI.5 : résulta d'échantillon PF II + 10% de CNC à 32 V.....	94
Tableau VI.6 : résulta d'échantillon PF II + 10% de CNC à 64 V.....	94
Tableau VI.7 : résulta d'échantillon PF II + 25% de CNC à 10 V.....	95
Tableau VI.8 : résulta d'échantillon PF II + 25% de CNC à 32 V.....	95
Tableau VI.9 : résulta d'échantillon PF II + 25% de CNC à 64 V.....	96

Tableaux des matières

Résumé	0
Abstract	1
2.....	الملخص
Liste des abréviations.....	3
Listes des Figures.....	4
Listes des Tableaux.....	7
Introduction Générale.....	11
I.1. Les Résines Phénoliques Thermodurcissables (Résol et Novolac).....	14
I.1.1. Définition et classification.....	14
I.1.2. Synthèse chimique des résines phénoliques.....	15
I.1.3. Structure moléculaire et réticulation.....	17
I.1.4. Propriétés des résines phénoliques.....	19
I.1.5. Domaines d'application industriels.....	21
I.2. La Nano-cellulose.....	22
I.2.1. Le bois comme source de cellulose.....	22
I.2.2. Les nanocristaux de cellulose (CNC).....	24
I.2.2.1. Caractéristiques structurales et dimensionnelles.....	27
I.2.2.2. Propriétés des CNC.....	29
I.3.1. Techniques d'incorporation de la CNC.....	32
I.3.2. Compatibilité chimique avec la résine phénolique.....	34
I.3.3. Améliorations apportées (résistance, stabilité, isolation).....	35
I.3.4. Applications industrielles.....	35
I.4.1. Régimes de tension.....	37
I.5. Matériaux isolants utilisés en haute tension.....	38
I.6. Intérêt des résines phénoliques renforcées (CNC).....	38
II.1. Introduction.....	41
II.2. Objectif de l' etude.....	41
II.3. Matériaux.....	42
II.3. Préparation de la poudre de bois blanc.....	43

Liste des Tableaux

II.3.1. Extraction de la cellulose.....	45
II.3.2. Fabrication de cristaux nano-cellulose.....	47
II.3.3. Synthèse de La résine phénol-formaldéhyde.....	48
II.3.4. Préparation des PF / CNC composite.....	49
II.3.5. Mise en forme (Moulage).....	50
II.4. Methodes de caractérisation des produits.....	51
II.4.1. Viscosimètre.....	51
II.4.2. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	52
II.4.3. Spectrophotomètre UV-Visible.....	53
II.4.4. Spectrophotomètre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR – Bruker).....	54
II.4.5. Le test de choc (Impact Test).....	54
II.4.6. Le test de Traction.....	55
II.4.7. Microscope électronique à balayage (MEB).....	56
II.4.8. Appareil de mesure de la constante diélectrique.....	56
II.4.9. Mesures des caractéristiques électrique.....	57
III. Introduction	60
III.1. Extraction du cellulose.....	60
III.2. Caractérisation de la cellulose extraite du bois blanc.....	61
III.2.1. Analyse UV-Visible.....	61
III.3. Caractérisation de la cellulose nanocristalline (CNC).....	62
III.4. La viscosité de résine Résol.....	62
III.5. Analyse thermique par DSC.....	63
III.6. Analyse des spectres FTIR.....	67
III.7. Test du Choc.....	73
III.8. Étude comparative des résistivité électriques (ρ).....	74
III.8.1. Les résultats de PF Pure.....	74
III.8.2. les résultats de l'échantillon renforcé à 10 % de CNC.....	75
III.8.3. les résultats de l'échantillon renforcé à 25 % de CNC.....	76
III.9. Étude comparative des constants Diélectrique (μ).....	77
III.10. MEB.....	77
IV. Conclusion Générale.....	80

Liste des Tableaux

V.Références.....	82
VI Annex.....	89

Introduction Générale

Dans un contexte mondial marqué par la transition vers des technologies plus durables et respectueuses de l'environnement, le développement des matériaux composites biosourcés s'impose comme une alternative prometteuse aux matériaux conventionnels [1]. Ces matériaux, issus de ressources renouvelables, combinent les avantages des polymères avec ceux des renforts nanostructurés d'origine naturelle, permettant d'atteindre des performances mécaniques, thermiques et électriques élevées, tout en réduisant l'impact environnemental. Les matériaux composites polymériques renforcés par la nanocellulose représentent ainsi une alternative durable et prometteuse face aux matériaux conventionnels. [2].

Parmi les systèmes les plus étudiés dans cette catégorie figurent les résines phénoliques thermodurcissables, reconnues pour leur excellente résistance thermique, leur stabilité dimensionnelle, leur comportement au feu, ainsi que leur aptitude à être transformées en matrices rigides et durables. Ces propriétés remarquables expliquent leur large utilisation dans des applications industrielles exigeantes telles que l'aéronautique, l'électronique et l'isolation électrique [3]. L'intégration de nanocristaux de cellulose (CNC), dérivés de matières lignocellulosiques telles que le bois blanc, dans ces matrices polymériques ouvre de nouvelles perspectives dans la formulation de matériaux composites avancés, alliant hautes performances et durabilité environnementale [4].

Les CNC, grâce à leur rigidité, leur surface fonctionnelle et leur compatibilité avec certains polymères, peuvent améliorer de manière significative les propriétés mécaniques ainsi que la résistance diélectrique des matériaux composites dans lesquels ils sont incorporés [5]. Ces propriétés rendent les composites à base de résine phénol-formaldéhyde renforcée par les CNC particulièrement attrayants pour des applications exigeantes telles que l'isolation électrique à haute tension (HT). Dans ce domaine, les matériaux doivent résister à des conditions extrêmes, incluant des températures élevées, des contraintes électriques et des sollicitations mécaniques importantes. Grâce à leur stabilité thermique, leur faible conductivité électrique et leur bonne résistance au vieillissement, ces composites se présentent comme des candidats prometteurs pour remplacer les isolants synthétiques traditionnels tels que le verre ou certaines céramiques [6].

L'intégration de nanocristaux de cellulose (CNC), dérivée de matières lignocellulosiques telles que le bois blanc, dans des matrices de résine phénol-formaldéhyde ouvre de nouvelles perspectives pour la formulation de composites avancés. En particulier, l'incorporation de

Introduction générale

seulement 3 % de CNC en poids dans la résine améliore sensiblement les propriétés mécaniques, la viscosité et la morphologie du matériau résultant [7].

L'objectif principal est d'évaluer la performance du composite obtenu en tant qu'isolant pour des applications haute tension, tout en étudiant les interactions entre la matrice polymère et la phase dispersée nanocellulosique. Les résultats attendus permettront de mieux comprendre les effets de la charge sur la structure et les propriétés du matériau, et contribueront à la valorisation de ressources naturelles locales dans la fabrication de matériaux techniques, durables et compétitifs sur le plan industriel [8].

Afin de répondre à ces objectifs, cette étude est structurée en trois chapitres principaux:

Le premier chapitre présente le cadre théorique nécessaire à la compréhension du sujet, en abordant les résines phénoliques, la nanocellulose, les matériaux composites ainsi que les principes de l'isolation électrique haute tension.

Le deuxième chapitre décrit les matériaux utilisés et les méthodes expérimentales mises en œuvre pour l'extraction de la CNC, la préparation de la résine phénol-formaldéhyde, l'élaboration des composites et les techniques de caractérisation appliquées.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse et à la discussion des résultats obtenus concernant les propriétés morphologiques, mécaniques, thermiques et électriques des formulations étudiées, afin d'évaluer l'impact réel du renfort nanocellulosique sur les performances du matériau.

Chapitre I :

Recherche Bibliographies

I.1. Les Résines Phénoliques Thermodurcissables (Résol et Novolac)

I.1.1. Définition et classification

Les résines phénoliques constituent l'une des premières familles de polymères synthétiques à avoir été développées industriellement. Issues de la réaction entre le phénol et un aldéhyde, généralement le formaldéhyde, ces résines thermodurcissables ont été mises au point au début du 20^{em} siècle par Leo Baekeland (1863-1944), marquant la naissance de la Bakélite, considérée comme le premier polymère synthétique.[9]

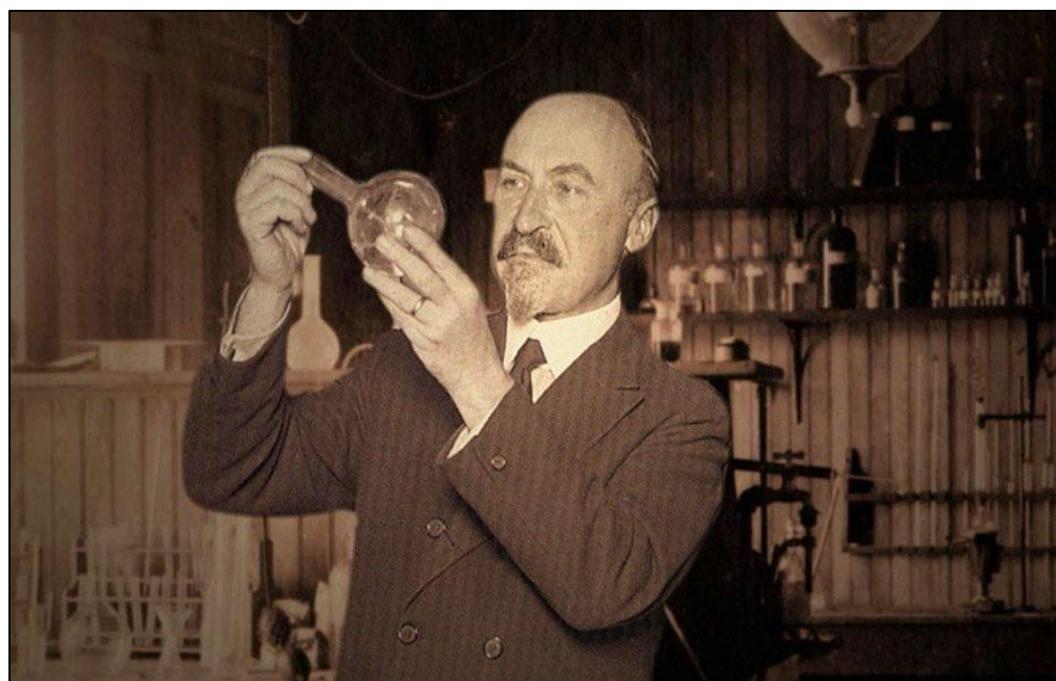


Figure I.1: Leo Baekeland, inventeur de la Bakélite. [10]

Ces polymères se distinguent par une excellente stabilité thermique et chimique, une bonne résistance au feu, ainsi qu'une adhérence remarquable sur divers matériaux. Une fois réticulées, elles forment un réseau tridimensionnel rigide, infusible et insoluble, ce qui les rend idéales pour des utilisations dans des conditions extrêmes. [11]

Les résines phénoliques sont largement utilisées dans les adhésifs, les matériaux d'isolation, les bois techniques, les pièces de friction, ainsi que dans les domaines électrique et électronique.

On distingue principalement deux types de résines phénoliques thermodurcissables :

- Les **résines Résol**, qui durcissent sous l'effet de la chaleur sans ajout d'agent externe

- Les **résines Novolac**, qui nécessitent un agent de durcissement pour former leur structure finale.

Ces deux classes se différencient par leur méthode de fabrication, leur structure chimique et leurs domaines d'application spécifiques, ce qui leur confère des propriétés adaptées à divers besoins industriels.[12]

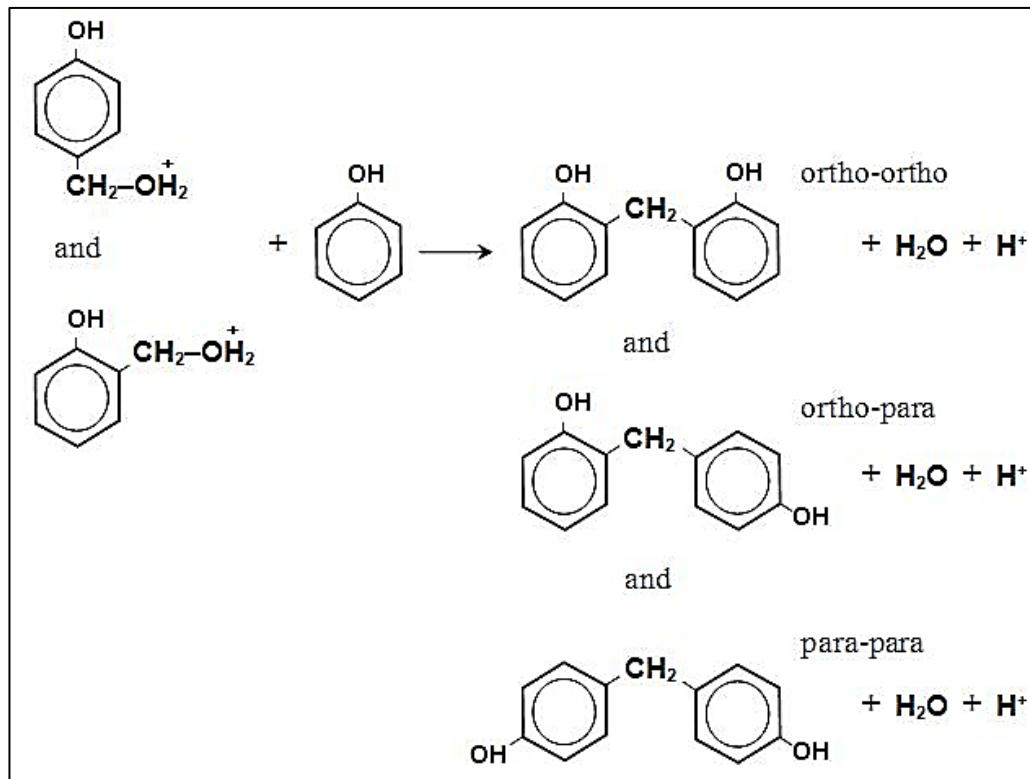


Figure I.2 : Structure de résine [13]

I.1.2. Synthèse chimique des résines phénoliques

La synthèse des résines phénoliques repose sur une réaction de polycondensation entre le phénol (C₆H₅OH) et le formaldéhyde (CH₂O), dont le mécanisme varie selon les conditions de réaction, notamment le milieu (acide ou basique) et le rapport molaire (F/P) comme indique la figure I.3.

- **En milieu basique** (NaOH, KOH), avec un rapport F/P ≥ 1 , on obtient les résines Résol, le formaldéhyde réagit avec le phénol pour former des intermédiaires hydroxyméthylés (méthylol-phénols), qui subissent des réactions de condensation menant à une structure tridimensionnelle ramifiée. Ces résines sont autodurcissantes, c'est-à-dire qu'elles se réticulent à la chaleur sans ajout d'agent externe [14].

- **En milieu acide** (HCl , H_2SO_4), avec un rapport $\text{F/P} < 1$, la réaction forme des résines Novolac, de structure linéaire. Celles-ci nécessitent un agent de réticulation tel que l'hexaméthylènetétramine (HMTA) pour développer un réseau tridimensionnel à haute température [15].

La compréhension de ces mécanismes est essentielle pour adapter les propriétés thermomécaniques et diélectriques des résines selon les besoins industriels, notamment pour les dispositifs soumis à des conditions extrêmes comme l'isolation électrique à haute tension HT [16].

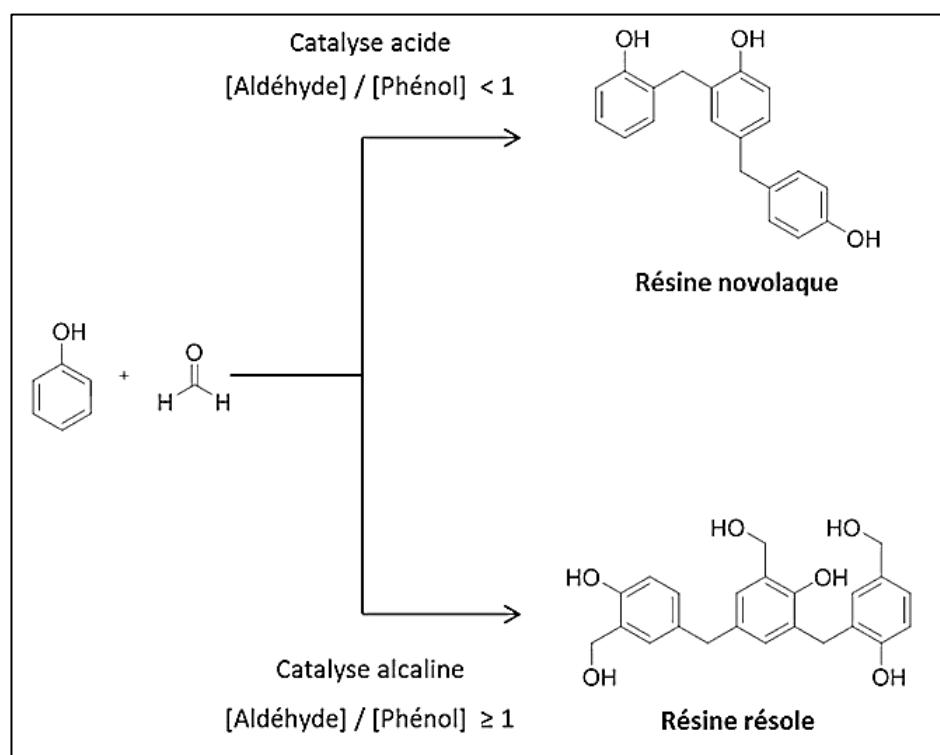


Figure I.3 : Schéma de synthèse des résines Résol et Novolac [17]

En complément, le tableau N°:01 présente une comparaison synthétique des principales caractéristiques des résines Résol et Novolac.

Tableau I.1 : Comparaison des propriétés des résines phénoliques Résol et Novolac

Propriété	Résol	Novolac
Milieu de synthèse	Basique (NaOH, KOH)	Acide (HCl, H ₂ SO ₄)
Rapport des réactifs formaldéhyde/phénol	$F/P \geq 1$	$F/P < 1$
Structure moléculaire	Ramifiée avec des groupes méthylol ($-\text{CH}_2\text{OH}$)	Linéaire avec des ponts méthylène ($-\text{CH}_2-$) entre les noyaux phénoliques
Réticulation	Spontanée à la chaleur (autodurcissante)	Nécessite un agent de réticulation (ex. HMTA)
Comportement thermique	Thermodurcissable	Thermoplastique → devient thermodurcissable après durcissement
Solubilité	Partiellement soluble dans l'eau	Insoluble
Applications typiques	Isolateurs électriques, colles, revêtements résistants à la chaleur	Matériaux de friction, moulages techniques

I.1.3. Structure moléculaire et réticulation

Les résines phénoliques présentent des réseaux polymériques dont la structure finale est fortement influencée par les conditions de synthèse, la nature des réactifs, et surtout le mécanisme de réticulation mis en œuvre. La diversité des architectures moléculaires obtenues joue un rôle déterminant dans les performances mécaniques, thermiques et diélectriques du matériau final [18].

Dans le cas des résines Résol, la structure ramifiée obtenue permet un degré de réticulation élevé grâce à la présence de multiples groupes fonctionnels réactifs. Ces groupements méthylène et méthylol offrent plusieurs sites d'interconnexion, permettant la formation rapide

d'un réseau tridimensionnel homogène et dense lors de l'application de la chaleur. Ce réseau confère à la résine une rigidité structurelle élevée et une excellente résistance à la déformation thermique, ce qui la rend particulièrement adaptée aux conditions extrêmes de température ou de sollicitation électrique [19]

En revanche, les résines **Novolac**, de structure linéaire, offrent une meilleure stabilité dimensionnelle avant réticulation. L'introduction d'un agent réticulant comme l'hexaméthylènetétramine (HMTA) est indispensable pour former un maillage moléculaire transversal. Ce mécanisme repose sur la libération contrôlée de formaldéhyde à partir du durcisseur, permettant la création de nouvelles liaisons pente méthylène entre les chaînes polymériques. La densité du réseau final peut ainsi être ajustée en fonction des besoins de performance, ce qui offre une certaine flexibilité dans le contrôle des propriétés du matériau [20].

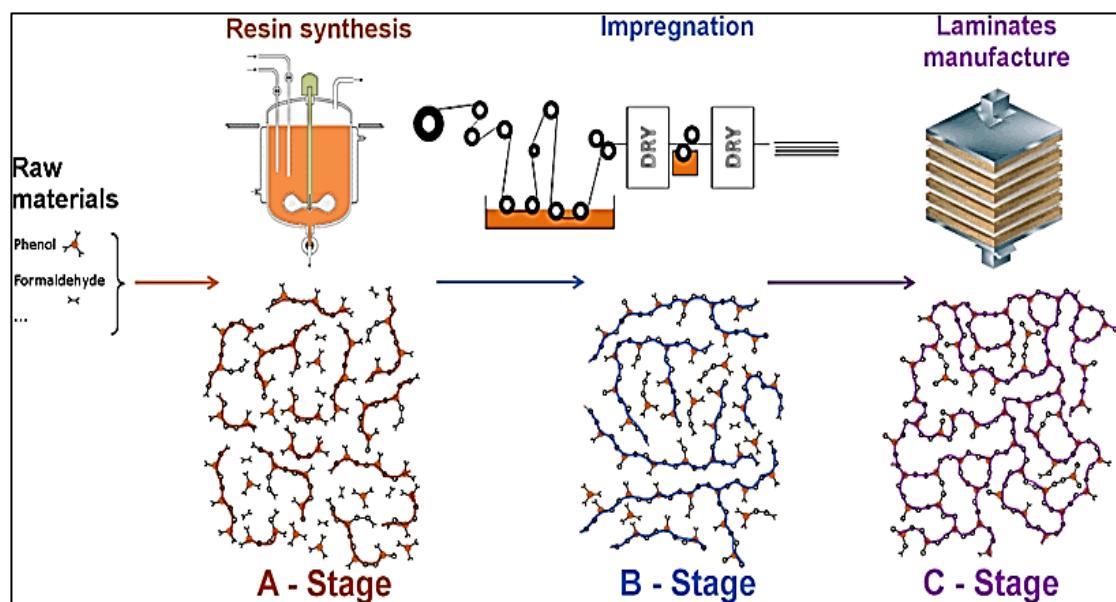


Figure I.4 : Processus de réticulation du PF (stades A, B, C) [21].

Le schéma du figure (4) met en évidence la progression de la polymérisation, depuis un état soluble et malléable (**stade A**) vers une résine partiellement réticulée (**stade B**), jusqu'à une structure finale rigide et insoluble (**stade C**). Ce processus est crucial pour le moulage et le traitement des résines thermodurcissables, notamment dans les industries où la stabilité dimensionnelle et la résistance à long terme sont primordiales.

Enfin, la compréhension fine du processus de réticulation permet de moduler les propriétés finales du matériau, en agissant sur la température et, la concentration en durcisseur, ainsi que

la structure initiale du prépolymère. Ces paramètres sont essentiels pour optimiser les performances des composites à base de résine phénolique dans les applications exigeantes telles que l'isolation électrique haute tension, les composants électroniques ou les systèmes de freinage.[21]

I.1.4. Propriétés des résines phénoliques

Les résines phénoliques sont reconnues pour leurs performances élevées dans des environnements industriels extrêmes, ce qui justifie leur large utilisation dans les domaines électrique, automobile, aéronautique et de construction. Leurs propriétés physico-chimiques sont directement liées à leur structure polymérique rigide et à la nature des liaisons formées lors de la réticulation. Elles combinent résistance thermique, stabilité chimique, rigidité mécanique et excellentes caractéristiques d'isolation électrique.

Après une réticulation complète, les résines phénoliques deviennent quasiment inertes face à de nombreux agents chimiques. Leur réseau tridimensionnel dense empêche la pénétration de solvants polaires et non polaires, ce qui limite leur dégradation chimique. Elles sont particulièrement résistantes aux acides minéraux concentrés comme HCl ou H_2SO_4 [22], et conservent leur intégrité chimique même après une exposition prolongée à des températures élevées.

En revanche, leur comportement dans des milieux basiques est moins favorable, notamment pour les résines Résol, en raison de la possible hydrolyse des groupements méthylol [23]. En raison de leur sensibilité, l'utilisation de ces matériaux est limitée dans les environnements alcalins à haute température. Afin d'évaluer leur stabilité chimique, des essais normalisés, tels que l'ASTM D619-21, sont employés car ils reposent sur des protocoles fiables et reproductibles. [24]

D'un point de vue mécanique, les résines phénoliques offrent un compromis entre rigidité, dureté et résistance à l'impact. Leurs valeurs de résistance à la traction (50–80 MPa) et en flexion (70–120 MPa) les positionnent parmi les polymères les plus performants dans les applications structurelles [25]. Leur module d'élasticité (E) élevé (jusqu'à 16 GPa) reflète leur faible déformabilité, ce qui est particulièrement recherché dans les pièces nécessitant une stabilité dimensionnelle.

L'introduction de nanorenforts tels que la cellulose nanocristalline (CNC) permet une amélioration notable des propriétés mécaniques. En effet, la dispersion homogène de ces renforts dans la matrice polymère améliore la résistance à la propagation des fissures, augmente la ténacité et réduit la fragilité globale du matériau [26].

Les résines phénoliques jouent un rôle clé dans les systèmes d'isolation électrique grâce à leurs excellentes performances diélectriques. Elles se caractérisent par une rigidité diélectrique élevée (jusqu'à 200 kV/cm), une résistivité volumique importante (10^{11} – 10^{13} $\Omega \cdot \text{cm}$) et une constante diélectrique modérée ($\epsilon_r \approx 3$ –8), ce qui permet une isolation stable sous des tensions électriques élevées [27].

Leur faible facteur de dissipation ($\tan \delta < 0,02$) signifie qu'elles perdent très peu d'énergie sous forme de chaleur lorsqu'elles sont soumises à un champ électrique alternatif, un atout crucial dans les dispositifs de moyenne et haute tension. De plus, leur performance demeure stable sous l'effet de l'humidité ou des cycles thermiques, ce qui les rend conformes aux normes internationales telles que l'IEC 60243-1 [28].



Figure I.5 : Plaque en résine phénolique renforcée (Tufnol) [29].

Ce type de matériau comme indique la figure I.5 illustre concrètement les propriétés mécaniques (rigidité, résistance à l'impact) et électriques (isolation diélectrique) des résines phénoliques une fois réticulées. L'utilisation de renforts comme la fibre de coton ou de verre

dans des matrices phénoliques permet d'améliorer davantage la stabilité dimensionnelle et la durabilité du produit final dans les milieux thermiquement contraignants.

I.1.5. Domaines d'application industriels

Les résines phénoliques sont largement utilisées dans l'industrie (figure I.6) en raison de leur combinaison unique de résistance thermique, chimique, mécanique et électrique. Leur réseau polymère fortement réticulé leur confère une excellente stabilité dimensionnelle et une durabilité exceptionnelle, même sous des conditions extrêmes de température, de pression ou d'humidité.

Dans le secteur électrique et électronique, elles servent à la fabrication de pièces isolantes pour transformateurs, disjoncteurs et tableaux de distribution, ainsi qu'à la production de circuits imprimés (PCB) grâce à leur faible constante diélectrique, leur stabilité thermique et leur résistance à l'arc électrique [30].

Elles sont également utilisées dans les matériaux de friction tels que les garnitures de frein, disques d'embrayage et plaquettes, capables de résister à des températures supérieures à 300 °C et adaptées aux exigences de l'automobile, de l'aviation et du ferroviaire [31].

Par ailleurs, ces résines entrent dans la formulation de revêtements et d'adhésifs industriels résistants aux produits chimiques et à l'humidité, notamment pour la protection anticorrosion des structures métalliques et comme colles thermodurcissables dans l'industrie du bois [32]. Enfin, leur résistance à la chaleur et leur inertie chimique justifient leur emploi dans l'électroménager et les biens de consommation, tandis que leur compatibilité avec des charges naturelles comme les nanocristaux de cellulose (CNC) en fait des candidates prometteuses pour le développement de matériaux isolants durables destinés aux systèmes électriques modernes.

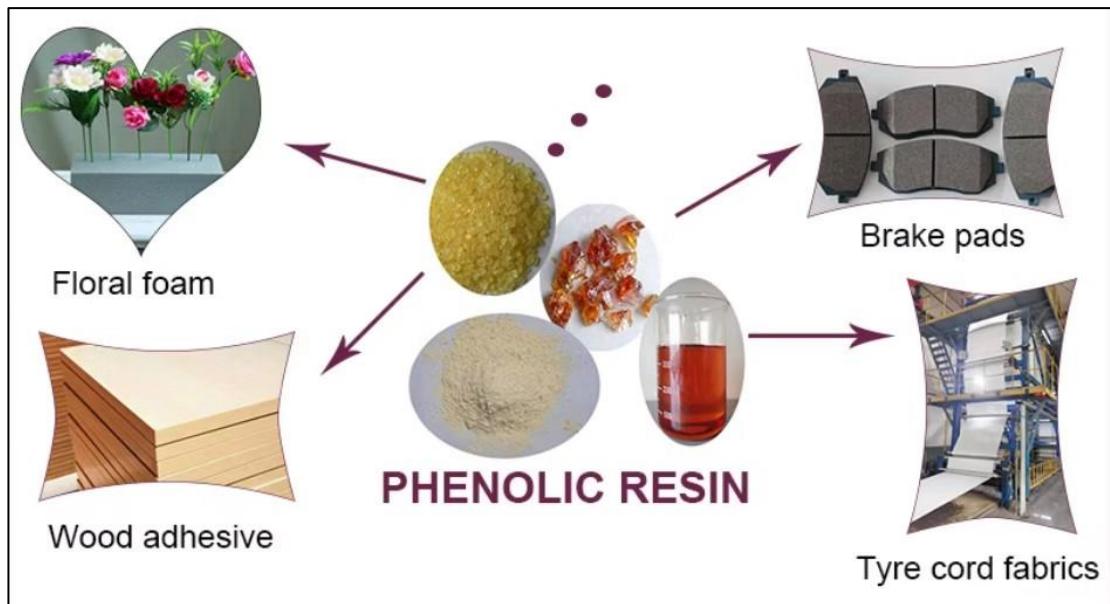


Figure I.6 : Applications industrielles des résines phénoliques [33]

I.2. La Nano-cellulose

La nano-cellulose représente une forme avancée de cellulose aux dimensions nanométriques, obtenue à partir de sources végétales comme le bois, les herbes... etc. Elle se décline principalement en deux types : les nanocristaux de cellulose (CNC) et les nanofibrilles de cellulose (CNF), présentant des propriétés mécaniques et de surface uniques, idéales pour les matériaux composites.[34]

I.2.1. Le bois comme source de cellulose

Le bois constitue l'une des principales ressources lignocellulosiques exploitées pour l'obtention de la cellulose, en raison de sa disponibilité, son faible coût et sa facilité de transformation. En plus de sa richesse en cellulose (jusqu'à 45 % selon l'essence), il offre une structure cellulaire complexe et hiérarchique qui facilite la séparation des constituants par des traitements chimiques ou mécanochimiques. [35]

Cette composition confère au bois des propriétés mécaniques naturelles remarquables, issues de l'agencement ordonné de ses microfibrilles de cellulose, partiellement cristallines. Ces caractéristiques en font un candidat idéal pour la production de cellulose purifiée, puis de nanocristaux de cellulose (CNC), aux propriétés physico-chimiques renforcées.

Le bois blanc, en particulier, se distingue par son faible taux en lignine colorée et une grande pureté en cellulose, facilitant son traitement par des méthodes douces de préhydrolyse et de blanchiment. Son utilisation est privilégiée dans les protocoles de laboratoire, car elle permet d'obtenir une cellulose de haute qualité, compatible avec des applications dans les domaines biomédicaux, composites, et isolants électriques [36].

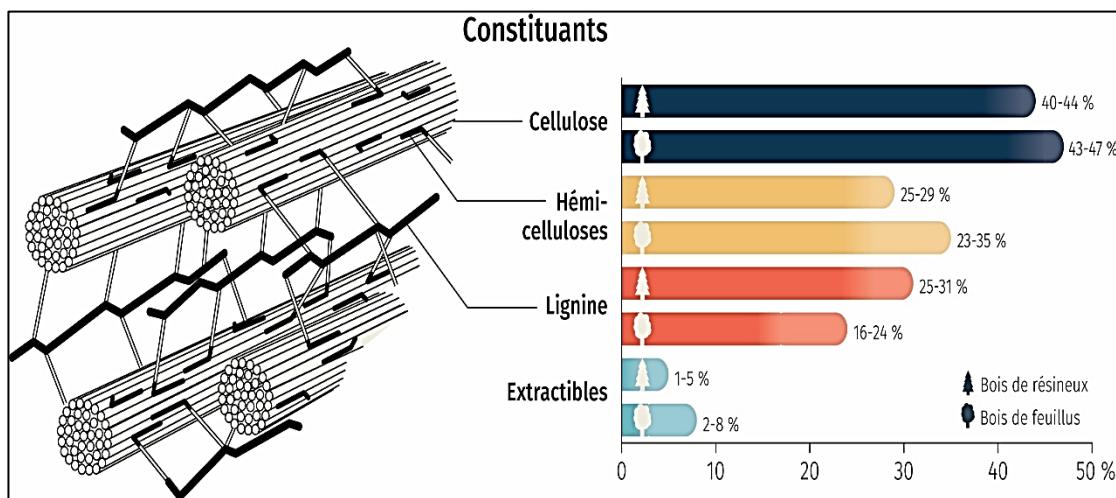


Figure I.7 : Structure du bois (cellulose, hémicellulose, lignine) [37]

Le bois est un matériau lignocellulosique complexe, constitué principalement de cellulose (40–50 %), d'hémicellulose (20–30 %) et de lignine (20–30 %), formant une matrice tridimensionnelle rigide.

L'extraction de la cellulose à partir du bois repose sur l'élimination progressive des constituants non cellulosiques, principalement la lignine et l'hémicellulose. Cette opération est cruciale pour obtenir une cellulose purifiée adaptée à la production de nanomatériaux, notamment les nanocristaux de cellulose (CNC).

Les principales étapes des procédés chimiques d'extraction sont :

1. **Traitement alcalin (soudage):** Le bois broyé est traité avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), parfois combinée avec d'autres agents comme le sulfite de sodium. Cette étape dissout partiellement les hémicelluloses et fragilise la structure lignocellulosique.
2. **Blanchiment (oxydation):** Cette étape vise à éliminer la lignine résiduelle. Elle utilise des agents oxydants comme le peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), l'hypochlorite de sodium (NaClO) ou des systèmes alternatifs plus écologiques comme le peracétate. Le

blanchiment augmente la blancheur, la pureté, et prépare la cellulose pour l'hydrolyse acide.

3. **Lavages successifs** : Des lavages à l'eau distillée permettent d'éliminer les résidus de produits chimiques et les matières solubles, garantissant une cellulose neutre, sans contaminants.
4. **Séchage ou dispersion aqueuse** : Selon l'application, la cellulose peut être conservée en suspension aqueuse ou séchée sous forme de poudre.

Le **rendement** et la **qualité finale** de la cellulose dépendent fortement des conditions opératoires : température, concentration des réactifs, durée de traitement. Une extraction bien contrôlée permet d'obtenir une cellulose hautement cristalline, avec des propriétés physico-chimiques adaptées à la nanostructuration [38].

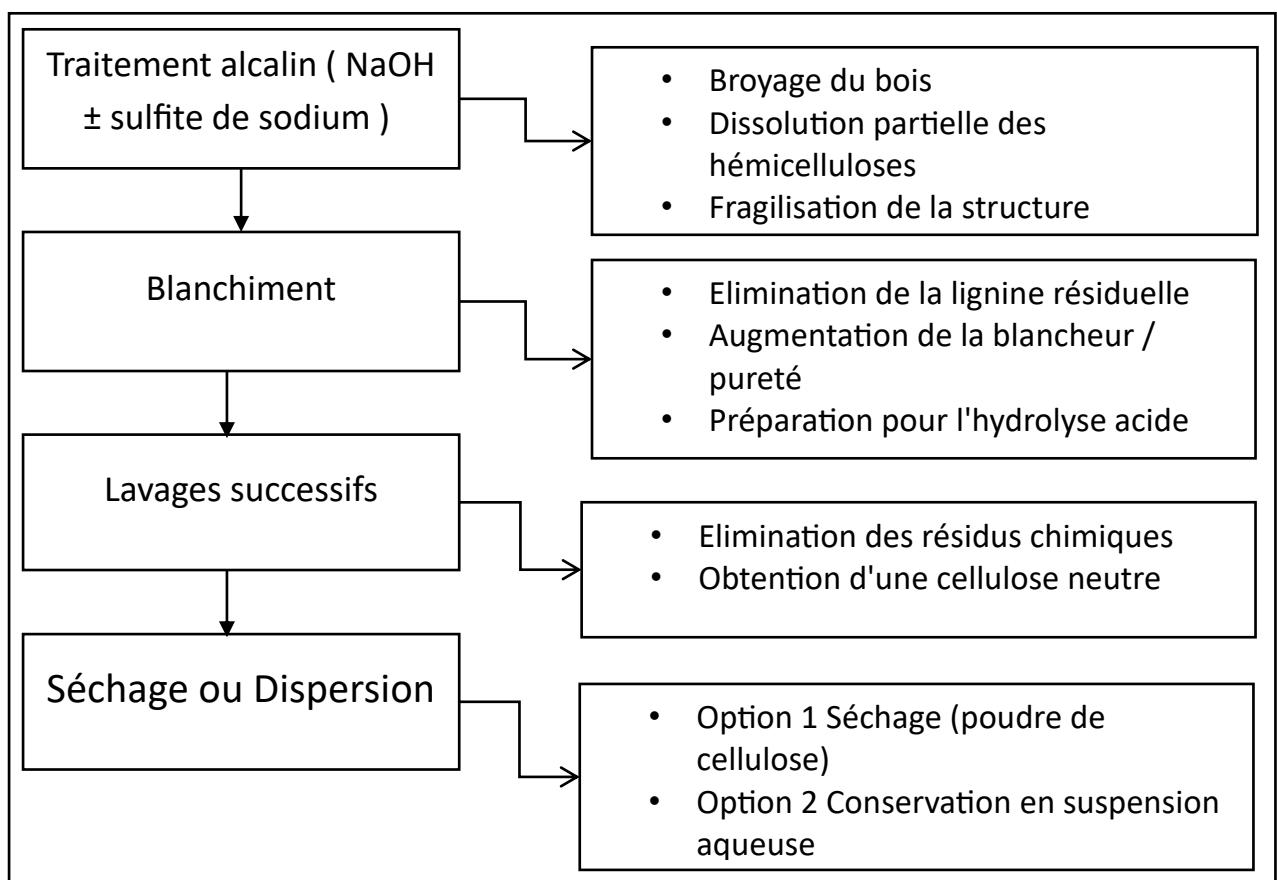


Figure I.8 : Étapes d'extraction de la cellulose à partir du bois

I.2.2. Les nanocristaux de cellulose (CNC)

Les nanocristaux de cellulose (CNC) sont généralement obtenus par hydrolyse acide de la cellulose purifiée. Cette technique repose sur la dégradation sélective des zones amorphes de la

cellulose, tout en préservant les régions cristallines, ce qui permet d'extraire des cristaux rigides de dimensions nanométriques.

Hydrolyse avec acide sulfurique : Ce procédé utilise de l'acide sulfurique concentré (60–65 %) à une température modérée (45–60 °C) pendant 30 à 60 minutes. Il permet de dépolymérisé les zones amorphes et ; formé de groupes sulfate à la surface des CNC, ce qui améliore leur stabilité colloïdale en suspension aqueuse grâce à la répulsion électrostatique. Cette méthode est la plus courante mais il existe aussi d'autres méthodes possibles comme :

1. **Hydrolyse à l'acide chlorhydrique (HCl)** : produit des CNC sans charge de surface, mais avec une plus grande tendance à l'agrégation.
2. **Hydrolyse enzymatique** : basée sur l'utilisation de cellulases, elle est plus respectueuse de l'environnement, bien que son rendement soit souvent inférieur.
3. **Procédés mécano-chimiques** : combinent des actions mécaniques (ultrasonication, broyage à billes) avec des traitements chimiques doux.
4. **Pré-traitements auxiliaires** : comme l'oxydation TEMPO, l'ozonation ou le peracétate, qui facilitent l'hydrolyse ou modifient la surface des CNC pour des applications spécifiques.

Le choix de la méthode dépend des propriétés recherchées. Les CNC sulfatés sont privilégiés pour les suspensions aqueuses stables, tandis que les CNC neutres sont plus adaptés aux matériaux composites [40].

Tableau I.2 : Méthodes d'obtention des CNC (avantages et limites)

Méthode	Réactif principal	Avantages	Inconvénients	Applications
Hydrolyse sulfurique	H_2SO_4 (60–65 %)	<ul style="list-style-type: none"> CNC très stables en suspension aqueuse Production bien maîtrisée 	<ul style="list-style-type: none"> Présence de groupes sulfate Sensible à la chaleur 	Encres, hydrogels, films transparents
Hydrolyse chlorhydrique	HCl concentré	<ul style="list-style-type: none"> CNC sans charge de surface Plus neutre chimiquement 	<ul style="list-style-type: none"> Moins stables en suspension Risque d'agrégation 	Composites polymers
Hydrolyse enzymatique	Cellulases	<ul style="list-style-type: none"> Méthode verte, sans acide fort Moins de dégradation de surface 	<ul style="list-style-type: none"> Temps de réaction long Faible rendement 	Cosmétiques, biomédecine
Procédés mécano-chimiques	NaOH + ultrasons ou broyage	<ul style="list-style-type: none"> Procédés combinés 	<ul style="list-style-type: none"> Coût énergétique élevé CNC de cristallinité variable 	Renforts pour matériaux composites
Prétraitements oxydants	TEMPO, ozone, peracétate, etc.	<ul style="list-style-type: none"> Fonctionnalisation possible Préparation de CNC modifiés 	<ul style="list-style-type: none"> Complexité de mise en œuvre Coût élevé 	Nanocomposites spécialisés, matrices fonctionnelles

I.2.2.1. Caractéristiques structurales et dimensionnelles

Les nanocristaux de cellulose (CNC) sont des nano-objets rigides obtenus à partir des régions cristallines de la cellulose. Leur morphologie, leur structure interne et leur surface chimique dépendent fortement du type de cellulose source et de la méthode d'hydrolyse utilisée. Les dimensions typiques du CNC sont :

- **Longueur** varie entre **100 et 500 nm**, parfois jusqu'à 1 μm selon la source (coton, bois, algues).
- **Diamètre** varie entre **5 et 20 nm**, ce qui leur donne une forme fibrillaire ou aciculaire (bâtonnets).
- **Rapport d'aspect élevé (L/D)** varie de **50–100**, favorable au renforcement mécanique dans les matériaux composites.

De point de vue structurale, les CNC adoptent majoritairement une structure de type cellulose I (native), avec $X_c > 60\%$. Cette structure est responsable de leur rigidité, leur résistance thermique, et leur stabilité dimensionnelle.**[41]**

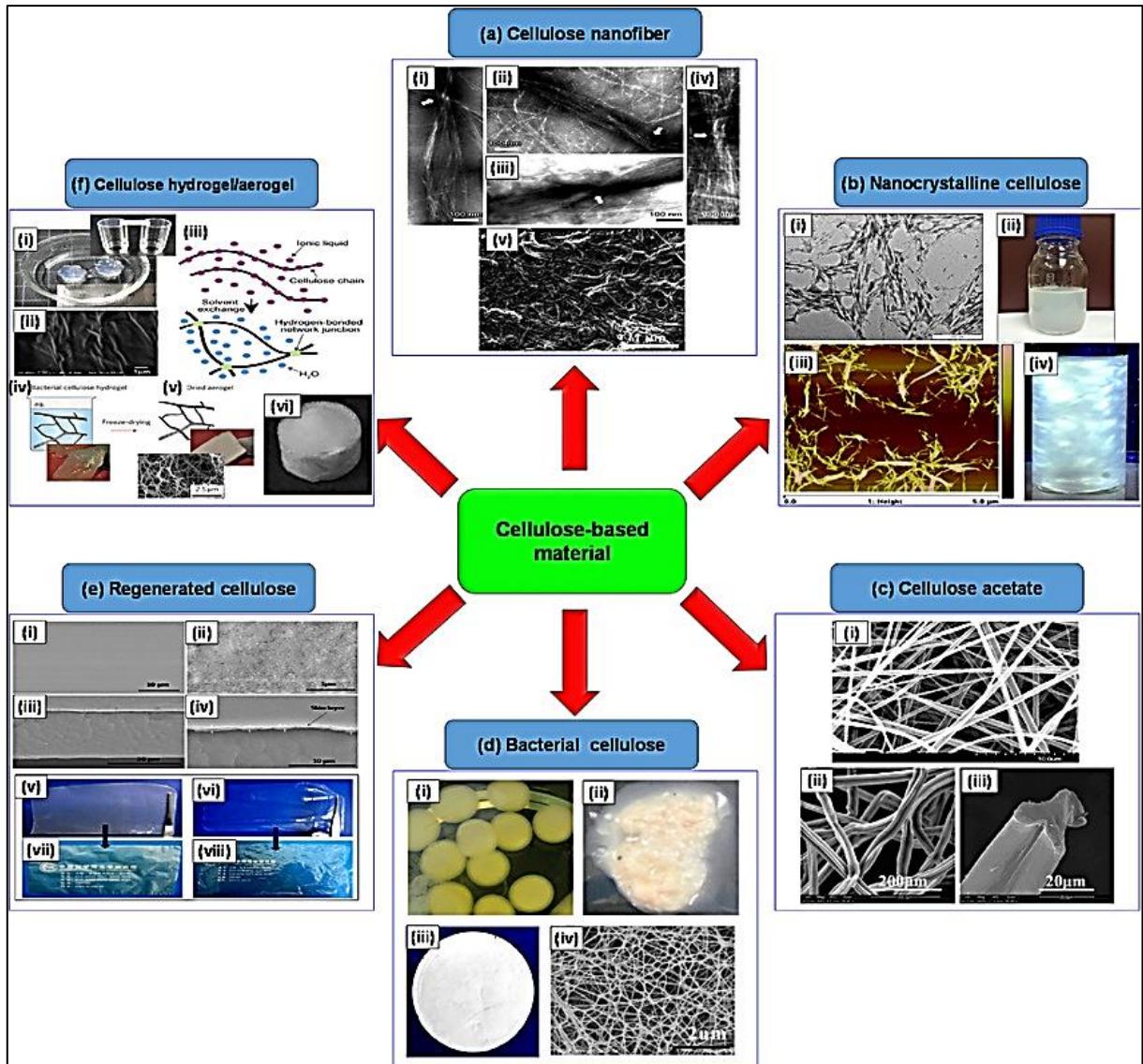


Figure I.9 : Les types de la matière cellulosique [42]

A l'état liquide suspension, les CNC sulfatés (issus de l'hydrolyse H_2SO_4) peuvent former des structures colloïdales ordonnées, notamment des phases nématiques ou cholestériques, visibles par microscopie polarisante. Cette auto-organisation est exploitée dans les films optiques et les matériaux intelligents.

La surface des CNC est riche en groupes hydroxyle ($-OH$), ce qui permet des modifications chimiques variées comme l'estérification ou, silanisation, oxydation TEMPO ou bien Compatibilité avec des matrices hydrophobes (résines, polymères)

Cette surface réactive est un point clé pour l'intégration des CNC dans les systèmes composites, car elle conditionne l'adhésion interfaciale, la dispersion, et les propriétés finales [43].

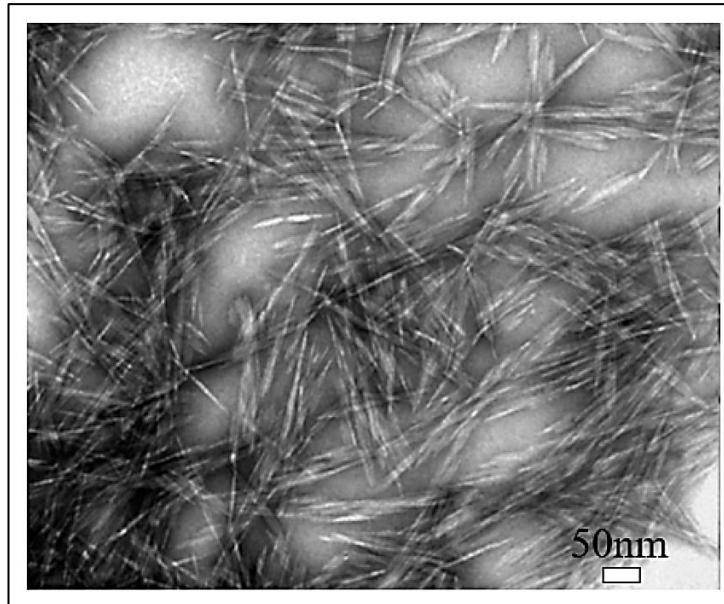


Figure I.10 : Image TEM des nanocristaux de cellulose (CNC) [44]

Les CNC apparaissent sous forme de bâtonnets rigides, de quelques centaines de nanomètres de longueur, montrant une bonne dispersion et une morphologie cristalline bien définie.

I.2.2.2. Propriétés des CNC

Les nanocristaux de cellulose (CNC) présentent un ensemble de propriétés exceptionnelles qui en font l'un des nanomatériaux les plus prometteurs pour le renforcement de matrices polymères et la fabrication de matériaux multifonctionnels.

Les nanocristaux de cellulose (CNC) présentent des propriétés remarquables qui en font des renforts très prometteurs dans les matériaux composites. Sur le plan mécanique, ils se distinguent par une rigidité élevée, avec un module d'elasticité (Young) "E" compris entre 100 et 150 GPa, comparable à celui de l'acier, ainsi qu'une résistance à la traction pouvant atteindre 7,5 GPa, ce qui permet leur efficacité même à faibles teneurs (1–5 % en masse) dans les nanocomposites polymères. Sur le plan thermique, leur température de dégradation varie selon le procédé de production : entre 180 et 220 °C pour les CNC sulfatés, en raison de la présence de groupes sulfate thermolabiles, et jusqu'à 260 °C pour les CNC neutres (issus d'une hydrolyse HCl ou enzymatique). Cette caractéristique autorise leur incorporation dans des polymères thermodurcissables tels que les résines phénoliques, sous réserve d'un contrôle rigoureux des conditions de mise en œuvre.[45]

D'un point de vue chimique, la surface hydroxylée des CNC offre de multiples possibilités de modifications fonctionnelles, comme l'hydrophobisation ou le greffage de chaînes polymères, permettant ainsi une compatibilité ajustable avec différentes matrices organiques ou inorganiques, tout en assurant une bonne stabilité en milieu acide et neutre. Sur le plan optique et colloïdal, les CNC en solution aqueuse sont capables de former des structures cholestériques qui diffractent la lumière, ouvrant des perspectives d'applications en optoélectronique, capteurs et revêtements intelligents. De plus, leur stabilité colloïdale est excellente dans des milieux légèrement acides, particulièrement pour les CNC sulfatés dont le potentiel ζ est inférieur à -30 mV. [46]

Enfin, d'autres atouts viennent renforcer leur intérêt, notamment leur biocompatibilité et biodégradabilité, qui les rendent adaptés aux applications biomédicales, ainsi que leur faible densité ($\sim 1,6$ g/cm³), avantageuse pour le développement de matériaux légers [47].

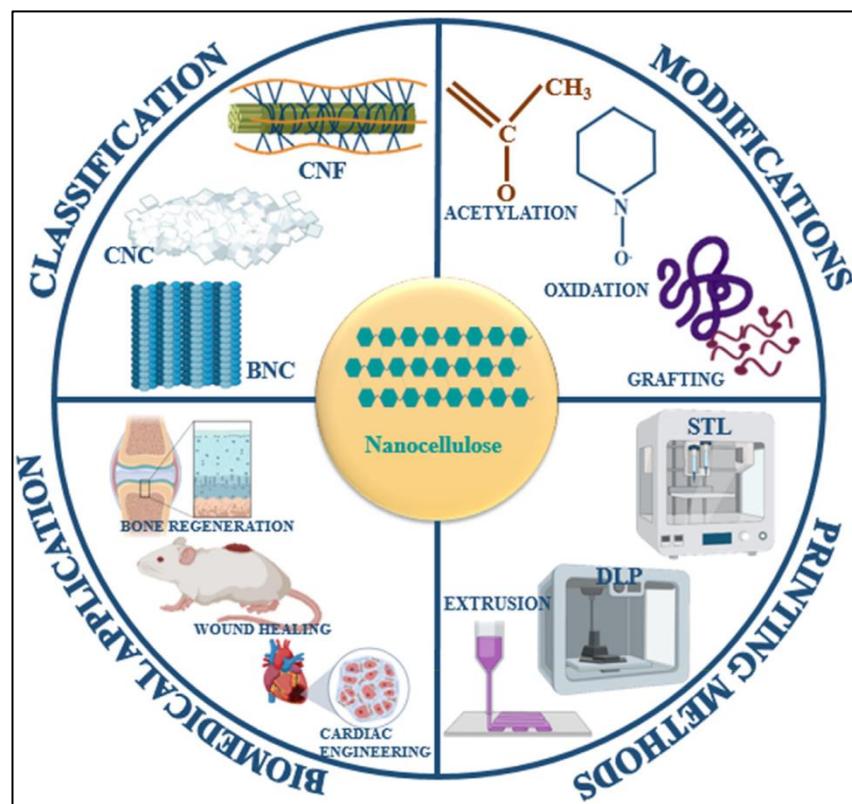


Figure I.11 : Vue d'ensemble des propriétés des nanocristaux de cellulose [48]

I.3. Les Nano-composites de cellulose

Les nanocomposites à base de cellulose représentent une nouvelle génération de matériaux multifonctionnels, associant une matrice polymère (thermodurcissable ou thermoplastique) à

des renforts nanostructurés comme les nanocristaux de cellulose (CNC). Ces matériaux visent à combiner légèreté, résistance, durabilité et respect de l'environnement.

Un matériau composite est dit nanocomposite si au moins une des phases dispersées possède une dimension nanométrique (généralement inférieure à 100 nm). L'intégration de ces nanomatériaux dans une matrice continue, le plus souvent polymérique, permet d'améliorer significativement les propriétés mécaniques, thermiques, électriques et barrières du matériau final, même à faible taux de charge.[49]

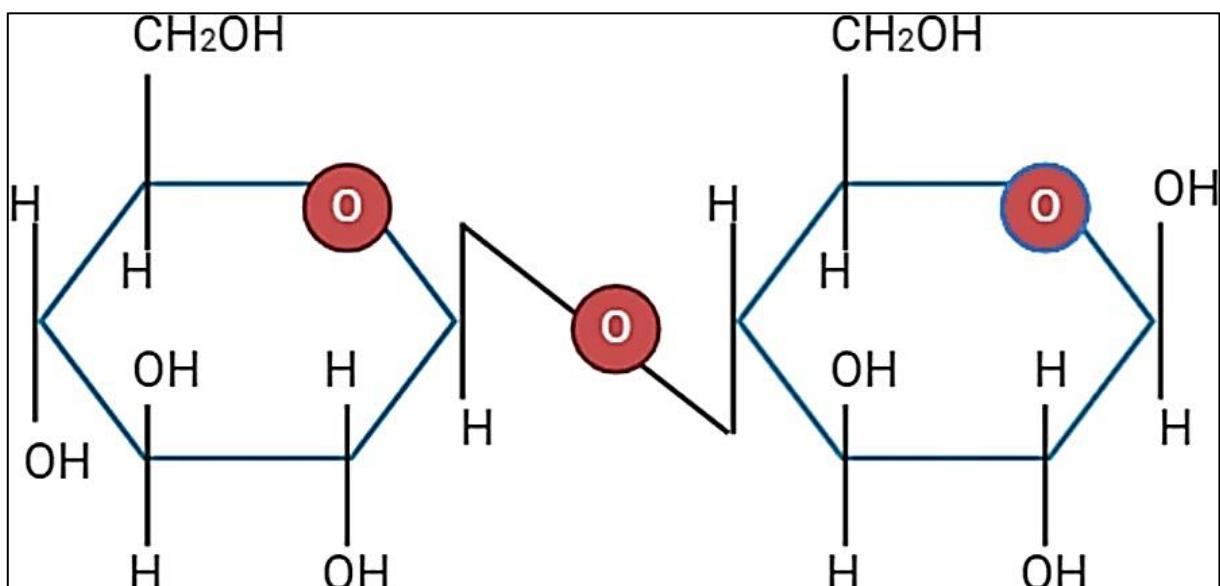


Figure I.12 : Structure chimique de la cellulose [50]

Parmi les nanocomposites émergents, ceux à base de cellulose suscitent un intérêt croissant en raison de l'intégration de nanocristaux (CNC) ou de nanofibrilles de cellulose (CNF) comme agents de renforcement. Cette approche repose sur leurs propriétés intrinsèques remarquables, telles qu'une rigidité spécifique élevée, une faible densité d'environ 1,6 g/cm³, ainsi qu'un caractère renouvelable, biodégradable et biocompatible, ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications avancées dans les matériaux durables et fonctionnels.[50]

Les nanocomposites peuvent classifier selon plusieurs critères comme :

1. **Nature de la matrice :**

- **Thermoplastiques** : poly (acide lactique) (PLA), poly (acétate de vinyle) (PVA), poly (éthylène téréphtalate) (PET) .
- **Thermodurcissables** : résines époxy, phénoliques, polyuréthanes
- **Matrices naturelles** : amidon, gélatine, alginates

2. Type de renfort :

- **CNC (nanocristaux de cellulose)** : structures rigides et cristallines en forme de bâtonnets
- **CNF (nano-fibrilles de cellulose)** : réseaux souples, flexibles et entrelacés
- **Cellulose bactérienne** : structure réticulée produite par synthèse microbienne

3. Morphologie de la dispersion :

- **Nano-composites isotropes** : dispersion homogène des charges
- **Nano-composites anisotropes** : structure en couches orientées ou alignées (conférant une anisotropie fonctionnelle) [51].

I.3.1. Techniques d'incorporation de la CNC

L'incorporation des nanocristaux de cellulose (CNC) dans des matrices polymères constitue une étape critique dans la fabrication des nano-composites. Elle conditionne non seulement la dispersion des charges, mais aussi l'adhésion interfaciale et, par conséquent, les performances mécaniques, thermiques et fonctionnelles du matériau final.[52]

Selon la nature de la matrice (thermoplastique, thermodurcissable ou biosourcée) et la compatibilité chimique avec les CNC, plusieurs méthodes peuvent être utilisées comme indique le **Tableau 3**

Tableau I.3 : Méthodes d'incorporation des CNC dans les polymères

Technique	Mélange en solution	Extrusion fondue	Polymerisation in situ	Impregnation / revêtement
Type de polymère	PVA, amidon, chitosane	PLA, PE, PP	Résines phénoliques, époxy	Films, textiles, couches
Avantages	Bonne dispersion, contrôle de l'orientation	Procédé industriel, rapide	Forte adhésion interfaciale, stabilité	Applications optiques/fonctionnelles
Limitations	Inadapté aux polymères insolubles	Dégénération thermique	Complexité de formulation possible des CNC	Limité à des structures minces ou poreuses

- **Mélange en solution** : Les CNC et le polymère sont dissous simultanément dans un solvant commun, avant de couler la solution dans un moule et d'évaporer le solvant. [53]
- **Mélange par extrusion fondu** : Ce procédé consiste à incorporer mécaniquement les CNC dans une matrice polymérique chauffée, généralement au moyen d'une extrudeuse bi-vis. [54]
- **Polymérisation in situ**: Les CNC sont induits avant ou au cours de la polymérisation du monomère dans la matrice. [55]
- **Imprégnation ou revêtement**: Les CNC peuvent également être appliqués sous forme de couche de surface ou imprégnés dans une matrice poreuse. [56]

I.3.2. Compatibilité chimique avec la résine phénolique

L'intégration des nanocristaux de cellulose (CNC) dans une matrice de résine phénolique pose un défi majeur lié à la compatibilité chimique entre les deux composants. En effet, la résine phénolique est hydrophobe (surtout après réticulation), tandis que les CNC sont naturellement hydrophiles en raison de leur surface riche en groupes hydroxyle (–OH). Cet aspect peut révoquer des problèmes d'incompatibilité qui nous effectuons les aspects suivants :

- **Dispersion limitée** des CNC dans la résine sans prétraitement.
- **Agrégation des CNC** due à des interactions hydrogène fortes.
- **Faible Adhésion interface** entre les phases, limitant le transfert de charge mécanique.[57]

Plusieurs approches ont été développées afin d'améliorer la compatibilité des CNC avec les matrices polymériques, en particulier les résines phénoliques. La première consiste en la **modification de surface** des CNC par différentes voies, telles que l'estérification (par exemple, l'acétylation des CNC), la salinisation à l'aide d'agents silanes fonctionnels, ou encore le greffage de chaînes alkyles, ce qui permet de réduire leur affinité pour l'eau et d'optimiser leur dispersion dans la matrice. Une seconde stratégie repose sur l'**utilisation de solvants ou de dispersants intermédiaires** (comme le DMF, l'acétone ou des systèmes de solvants mixtes), facilitant une intégration plus homogène des nanocristaux. Par ailleurs, la **polymérisation in situ** constitue une méthode particulièrement efficace : elle consiste à mélanger les CNC avec les monomères (phénol et formaldéhyde) avant la réticulation, favorisant ainsi une interaction chimique directe grâce à la réactivité des groupes hydroxyles avec le formaldéhyde, conduisant à la formation de ponts méthylène covalents. Enfin, l'emploi de **compatibilisant chimiques**,

tels que des résines modifiées (portant des groupements hydroxyles ou carboxyles) ou des agents de couplage spécifiques, permet également de renforcer l'adhésion interfaciale et d'assurer une meilleure stabilité de la structure nano composite [58].

I.3.3. Améliorations apportées (résistance, stabilité, isolation)

L'intégration des nanocristaux de cellulose (CNC) dans une matrice phénolique représente une stratégie innovante qui permet d'améliorer sensiblement les performances globales du matériau composite, et ce, même à de faibles teneurs en charge (de l'ordre de 1 à 10 % en masse). Sur le plan mécanique, l'ajout de CNC se traduit par une augmentation notable du module de Young (E) pouvant atteindre 30 %, ainsi qu'une amélioration de la résistance à la flexion et à l'impact, grâce à la capacité des CNC à freiner la propagation des fissures et à renforcer la ténacité du réseau phénolique réticulé. Sur le plan thermique, la rigidité des nanocristaux limite la mobilité des chaînes polymériques, induisant une élévation de la température de dégradation thermique de l'ordre de 20 à 30 °C et une meilleure stabilité globale confirmée par les analyses thermogravimétriques. Par ailleurs, ces composites présentent une absorption d'eau réduite, liée à la densification du réseau polymérique, ce qui diminue la perméabilité à l'oxygène et à la vapeur d'eau et améliore la stabilité dimensionnelle sous conditions hygrométriques variables. Du point de vue électrique, l'incorporation des CNC n'altère pas la rigidité diélectrique de la matrice, mais peut l'améliorer légèrement si la formulation est bien optimisée, tout en réduisant le facteur de perte diélectrique, en particulier à haute fréquence, ouvrant ainsi la voie à des applications avancées dans l'isolation électrique et l'électronique. Enfin, l'un des avantages majeurs réside dans la dimension environnementale : d'origine biosourcée et biodégradables, les CNC permettent d'élaborer des composites phénoliques contenant jusqu'à 70 à 90 % de contenu renouvelable, ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications durables dans les secteurs de l'automobile, de l'électronique, des revêtements fonctionnels ou encore de l'isolation thermique et électrique [59].

I.3.4. Applications industrielles

Les nano-composites à base de nanocristaux de cellulose (CNC) trouvent aujourd'hui un intérêt croissant dans diverses industries en raison de leur profil écologique, leurs propriétés mécaniques renforcées, et leur bonne stabilité thermique et diélectrique.

Au secteur de l'électronique et de l'isolation électrique, Les résines phénoliques renforcées par CNC sont utilisées dans plusieurs applications comme :

- La fabrication de pièces isolantes pour transformateurs, disjoncteurs, et tableaux électriques, les cartes de circuits imprimés (PCB) où une stabilité thermique et une isolation fiable sont requises, les coques de composants électroniques nécessitant légèreté et résistance.
- Les composites de CNC sont utilisés comme Matériaux de construction et de revêtement, Grâce à leur résistance à l'humidité, à la chaleur et leur provenance biosourcée, ces composites sont utilisés dans : les panneaux techniques ignifuges, les revêtements décoratifs résistants à l'abrasion, les adhésifs industriels haute performance.
- Dans le secteur de l'automobile et du transport, les composites à base de résine phénolique renforcée par des CNC suscitent un intérêt croissant grâce à leur combinaison de légèreté et de résistance, permettant la réalisation de pièces structurelles, de garnitures intérieures, de composants non porteurs et de certains éléments de freinage où les résines phénoliques sont déjà bien établies. Parallèlement, des travaux récents soulignent leur potentiel dans des domaines émergents, notamment dans la fabrication d'emballages biodégradables à haute performance répondant aux exigences de durabilité, ainsi que dans le développement de capteurs intelligents exploitant les propriétés particulières des CNC. Ces nanocristaux offrent également de nouvelles perspectives pour la conception de dispositifs optiques et de films fonctionnels dotés de propriétés directionnelles, ouvrant ainsi la voie à des applications technologiques innovantes [60].

I.4. Isolement Électrique

L'isolation électrique désigne la capacité d'un matériau à empêcher le passage du courant électrique entre deux conducteurs. Un bon isolant présente une faible conductivité électrique, une forte résistivité volumique, ainsi qu'une rigidité diélectrique élevée [61].

Les isolants sont essentiels dans les dispositifs haute tension (HT) pour prévenir les courts-circuits, et protéger les équipements et les utilisateurs ainsi que Maintenir la performance électrique sur le long terme.

Un bon matériau isolant doit satisfaire plusieurs critères essentiels, notamment une rigidité diélectrique élevée ($E_c > 100 \text{ kV/cm}$), une faible constante diélectrique (ϵ_r) afin de limiter l'accumulation de charges, un facteur de dissipation réduit ($\tan \delta$), une résistivité volumique supérieure à $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ ainsi qu'une stabilité thermique et environnementale remarquable. À cet égard, les résines phénoliques, en particulier lorsqu'elles sont renforcées par des CNC, parviennent à combiner ces propriétés électriques à une excellente résistance mécanique, ce qui en fait des candidates prometteuses pour des applications d'isolation avancée [62].

Les matériaux isolants destinés aux applications haute tension doivent présenter une résistance adaptée à des conditions particulièrement sévères. Ils doivent en effet supporter des températures élevées (jusqu'à $180\text{--}220^\circ\text{C}$), résister à l'humidité et à la condensation, sources potentielles d'effets corona et de décharges partielles, tout en conservant leur intégrité face aux contraintes mécaniques telles que les vibrations et les pressions. À cela s'ajoute la nécessité de tolérer le vieillissement électrique induit par des tensions prolongées ou transitoires, ainsi que l'exposition aux rayonnements UV et à la pollution industrielle. Le choix du matériau isolant doit ainsi intégrer l'ensemble de ces sollicitations afin de garantir une performance durable en service [63].

I.4.1. Régimes de tension

Les isolants électriques doivent présenter une rigidité diélectrique adaptée selon le régime de tension : basse (LT), moyenne (MT) ou haute tension (HT). La rigidité diélectrique, exprimée en kV/mm , indique la capacité d'un matériau à résister à un champ électrique sans claquage.

Pour des valeurs :

- **Basse tension (LT)** : jusqu'à 1 kV , rigidité diélectrique $\approx 10\text{--}20 \text{ kV/mm}$.
- **Moyenne tension (MT)** : $1\text{--}50 \text{ kV}$, rigidité diélectrique $\approx 20\text{--}50 \text{ kV/mm}$.

- **Haute tension (HT)** : >50 kV, rigidité diélectrique $\approx 50 - 150$ kV/mm. [75]

I.5. Matériaux isolants utilisés en haute tension

Parmi les matériaux classiques utiliser comme isolant électrique on peut citer :

- Les Céramiques : alumine, porcelaine (excellente rigidité, cassants).
- Les Polymères : époxy, silicone, polyéthylène (flexibles mais parfois peu stables).
- La résine phénolique, en tant que polymère, offre un bon compromis entre rigidité, tenue thermique et stabilité électrique. [64].

Les composites modernes cherchent à remplacer ou améliorer ces matériaux avec des solutions plus durables et performantes.

I.6. Intérêt des résines phénoliques renforcées (CNC)

Les résines phénoliques renforcées par des nanocristaux de cellulose offrent :

- Une rigidité diélectrique comparable aux polymères techniques,
- Une meilleure stabilité thermique et environnementale,
- Une réduction du poids,
- Une amélioration de la durabilité écologique,
- Une compatibilité avec les normes haute tension.

Ces matériaux sont donc candidats idéaux pour l'isolation dans les transformateurs, isolateurs suspendus, et composants de lignes HT [65].

Chapitre II:

Matériel et méthodes

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, plusieurs matériaux et méthodes ont été utilisés pour élaborer un isolant électrique à haute tension à base de nano composites. Les étapes expérimentales sont présentées selon l'ordre chronologique : préparation des matières premières (bois blanc et réactifs), extraction de la cellulose et des CNC, synthèse de la résine phénol-formaldéhyde et son renforcement par les CNC, mise en forme du composite, puis caractérisation de ses propriétés comme matériau isolant.

II.2. Objectif de l' étude

L'objectif principal de cette étude est de développer et d'évaluer un matériau composite à base de poudre de bois blanc et de résine phénol-formaldéhyde en tant qu'isolateur électrique. Ce travail vise à analyser les performances du matériau en termes de propriétés électriques et mécaniques afin de déterminer son adéquation pour des applications dans le domaine de l'isolation électrique.

Les objectifs spécifiques de cette étude sont les suivants :

1. Développer un matériau composite innovant en combinant la CNC avec une résine phénol-formaldéhyde tout en optimisant les paramètres de formulation et de fabrication.
2. Caractériser les performances électriques du composite en évaluant sa résistivité, sa constante diélectrique et l'influence de la composition sur son comportement isolant.
3. Évaluer les propriétés mécaniques du matériau en déterminant la dureté, la résistance et l'impact du renfort lignocellulosique sur sa structure.
4. Analyser la relation microstructure–propriétés en étudiant la distribution des constituants et en comparant les performances du composite avec celles des isolateurs conventionnels.

II.3. Matériaux

Dans ce travail expérimental, nous avons utilisé plusieurs matières premières dans différentes étapes et protocoles. Le bois blanc a servi de source lignocellulosique pour l'extraction de la cellulose, tandis que le phénol et le formaldéhyde ont été employés pour la synthèse de la résine. Des réactifs chimiques tels que NaOH, HCl et NaClO ont été utilisés pour le traitement et la purification, avec recours à l'eau distillée pour le lavage et la dilution.

Tableaux II.1 : les matériaux utiliser

Composants	Formel chimique	Utilisation
Bois blanc de menuiserier	$(C_6H_{10}O_5)_n$	Matière première lignocellulosique pour l'extraction de la cellulose.
Phénol	C_6H_5OH	Composant principal de la résine.
Formaldéhyde (37%)	CH_2O	Agent de réticulation.
Hydroxyde de sodium	NaOH	Pour le traitement alcalin.
acid chlorhydrique	HCl	pour neutraliser la soude et rétablir le pH
Peroxyde d'hydrogène (12%)	NaClO	Agent de blanchiment.
Eau distillée	H_2O	Utilisée dans toutes les étapes de nettoyage et de dilution.

Nous avons utilisé un ensemble d'appareils de laboratoire et d'analyse permettant d'assurer la préparation, la caractérisation et l'évaluation des échantillons. Ces équipements, allant du matériel classique de synthèse aux instruments de mesure physico-chimiques et mécaniques, ont été essentiels pour garantir la fiabilité et la précision des résultats obtenus.

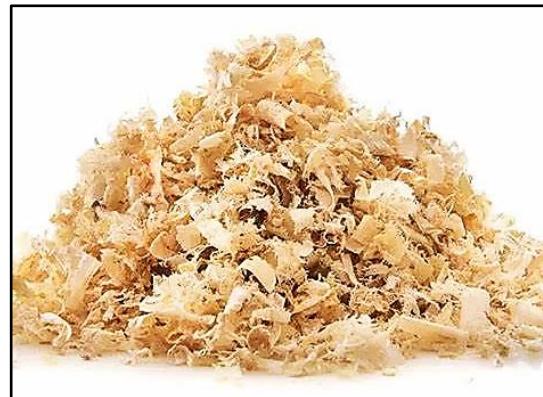
Tableaux II.2 : les appareils utiliser

Appareil	La marque	Utilisation
Agitateur magnétique avec plaque chauffante	Boievopeak	Homogénéisation et chauffage des solutions
Réacteurs en verre (béchers, ballons ,)	PYREX	Préparation et conduite des réactions
Filtration sous vide	Boievopeak	Séparation rapide solide/liquide
Viscomètre	Thermo scientific	Mesure de la viscosité
Spectrophotometer UV-Visible	SECOMAN	Analyse d'absorbance et de concentration
Etuve	Memmert	Séchage des échantillons
PH mètre	Boievopeak	Mesure du Ph
Pendule charpy 450J	Conrlolab	Mesure de la résistance aux chocs
Calorimètre différentiel à balayage	METTLER TOLEDO	Étude des transitions thermiques
Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier	BRUKER	Identification des groupes fonctionnels

Dans le cadre d'attendre les objectifs selinés plusieur étapes et protocles sont effectuer. La section qui suit explique les different etapes en détails

II.3. Préparation de la poudre de bois blanc

La poudre de bois blanc est obtenue à partir la sciure de bois (figure II.1) , qui subit plusieurs traitements :

**Figure II.1 : La sciure de bois**

- Lavage du bois blanc (sciure) à l'eau pour enlever les impuretés.
- Séchage au soleil pendant plusieurs heures jusqu'à élimination de l'humidité.
- Broyage mécanique pour obtenir une poudre fine.
- Tamisage avec un tamis de 63 µm pour uniformiser la taille des particules (figure II.2).

**Figure II.2 : Tamis utilisé pour la granulométrie ($80 \mu\text{m} < d < 63 \mu\text{m}$).**

Stockage de la poudre dans un récipient hermétique à l'abri de l'humidité comme indique la figure II.3 .

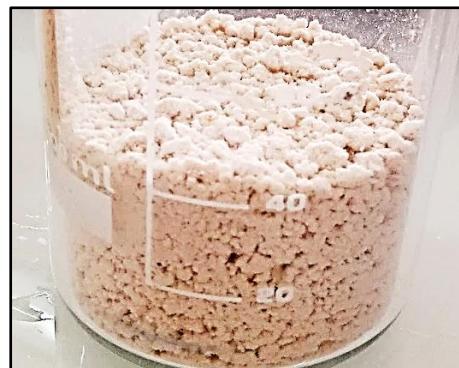


Figure II.3 : poudre de bois blanc

II.3.1. Extraction de la cellulose

L'extraction du cellulose de la scuise de bois comence par la preparations des deferent ayant "solvants". Une solution d'acide chlorhydrique (HCl, 12 %) a été préparée en diluant 41 mL de solution commerciale dans un volume final de 500 mL d'eau distillée. Parallèlement, une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH, 1 M) a été obtenue en dissolvant 20 g de NaOH solide puis en complétant à 500 mL avec de l'eau distillée. Enfin, une solution d'hypochlorite de sodium (NaClO, 12 %) a été utilisée telle quelle à raison de 200 mL, sans dilution préalable.

La premiere etape dans le procede comence par l'elimination des phenoliques et la pectine polysacharides. On a peser 50 g de pouder de bois a taille 63µm et on la tremper dans de l'eau chaude (T= 80 °C) pendant 10 minutes come indiquer dans Figure II.4 .

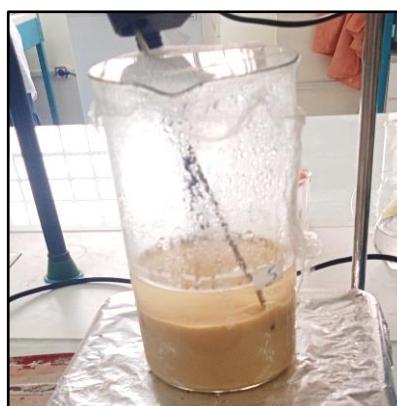


Figure II.4 : Trempage du bois dans l'eau chaude

La deuxième étape la masse de bois est immerser dans une solution d'**acide chlorhydrique (HCl)** chauffée à **85°C** dans un bain-marie pendant **30 minutes** ; figure II.5 Pour éliminer pectine polysaccharides. Cette étape est répétée deux fois.



Figure II.5 : Traitement acide (HCl, 85°C)

Dans la troisième étape, pour éliminer les hémicelluloses, qui constituent un réseau amorphe autour des microfibrilles de cellulose. Traitement à l'hydroxyde de sodium du masse de bois est effectuer par l'immersion du bois dans une solution d'**hydroxyde de sodium (NaOH)** chauffée à **85°C** pendant **30 minutes**. Répétée cette étape **trois fois** pour garantir une dissolution complète des hémicelluloses come indiquer dans l'image 6.

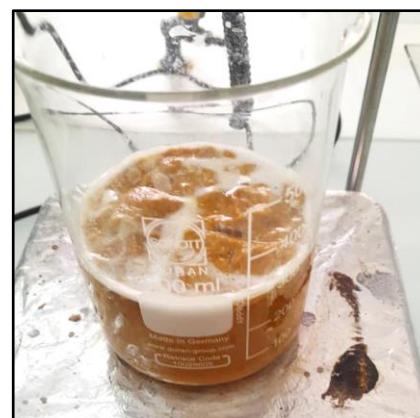


Figure II.6 : Traitement alcalin (NaOH)

La quateréme étape dans le procede de preparation du cellulose constitu immersion de la matière dans une solution d'hypochlorite de sodium (NaClO) 12% chauffée à 95°C pendant 60 minutes. répétée cette étape deux fois pour éliminer les résidus colorés et assurer une cellulose d'une blancheur optimale. pour dégrader des chromophores résiduels et oxydation des impuretés résiduelles pour obtenir une cellulose d'une grande pureté. come indiquer dans la figure II.7.



Figure II.7 : Blanchiment avec l'hypochlorite de sodium (NaClO).

A fin , le cellulose est préparé comme indique la masse de cellulose obtenue après la procédure de fabrication (figure II.8).



Figure II.8 : Cellulose extraite et séchée.

II.3.2. Fabrication de cristaux nano-cellulose

la fabrication des cristaux de nanocellulose (CNC) a été réalisée par hydrolyse acide à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique (HCl 12 %), préparée en diluant 104,6 mL d'HCl dans un volume final de 250 mL. Dans un premier temps, la cellulose brute a été rincée à deux reprises, puis immergée dans la solution acide. Le mélange a été maintenu sous agitation à une température comprise entre 50 et 60 °C pendant une durée de 1 h 20 min (Figure II.1). À la fin du traitement, la réaction d'hydrolyse a été arrêtée par dilution du milieu réactionnel avec un volume équivalent d'eau distillée, suivie d'un brassage de 5 minutes. La suspension obtenue a ensuite été filtrée sous vide afin de séparer les CNC (Figure VI.1) (annex). Le résidu solide

(figure II.10) a été rincé deux fois à l'eau distillée, puis placé dans une étuve pour séchage et conservation



Figure II.2: Solution de cellulose avant hydrolyse acide.

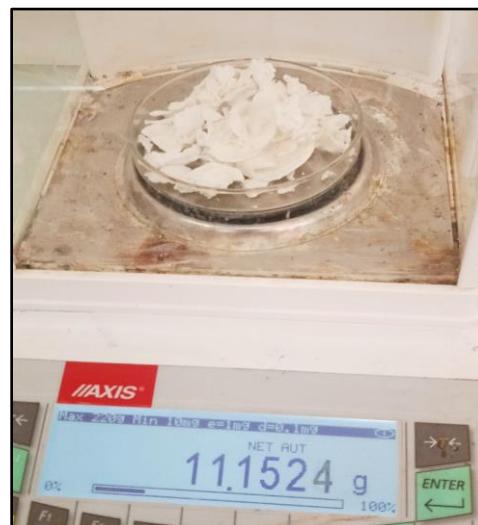


Figure II.10: CNC obtenu après séchage.

II.3.3. Synthèse de La résine phénol-formaldéhyde

La résine phénol-formaldéhyde est généralement préparée sous forme liquide à plusieurs étapes. On commence par la **Mélange et formulation par la préparation** de la résine en mélangeant le phénol et le formaldéhyde sous des conditions spécifiques (température ($T = 85^\circ\text{C}$), pH [9-10], catalyseur (NaOH (20%))) afin d'obtenir une réticulation optimale (figure II.11).

La viscosité de la résine est ajustée en fonction du mode d'imprégnation ou de mélange avec la poudre de bois. Comme indiqué dans le **Tableau II.3**.

Tableau II.3 : Formulation de La résine

Class	I			II		
identification	[1:2]			[1:1.5]		
Composant	Phén	Forma	NaOH	Phén	Forma	NaOH
Quantité	18.8 g	33 ml	4.6 ml	10 g	15 ml	3.6 ml
Nº: de moles	0.2 mol	0.4 mol	—	0.106 mol	0.213 mol	—
pH du solution	9.35			9.04		
Masse molaire (M)	94.11	30.03	—	94.11	30.03	—



Figure II.11: Préparation de la résine PF.

II.3.4. Préparation des PF / CNC composite

La résine est préparée en mélangeant le phénol et le formaldéhyde et CNC sous des conditions spécifiques (température ($T= 85^{\circ}\text{C}$), pH [9-10], catalyseur (NaOH) 20%) afin d'obtenir une réticulation optimale. Comme indiqué dans le Tableau 2 class 1 :

Tableau II.4 : Synthèse de résine avec CNC

Composantes	Phén (g)	CNC (g)	Forma (ml)	NaOH 20% (ml)	pH
Pur	18.8	0	33	4.6	9.35
90/10	16.92	1.88	33	2.4	9.3
75/25	14.1	4.7	33	1.2	9.47
50/50	51.6	9.4	33	1.1	9.04



Figure II.12 : Synthèse de PF / CNC composite

II.3.5. Mise en forme (Moulage)

Lors de l'étape de moulage, le mélange obtenu est coulé dans un moule aux dimensions de 10,5 cm de longueur, 2,5 cm de largeur et 1 cm d'épaisseur. Le moule est ensuite placé dans un four à une température initiale de 90 °C comme indique la figure II.13. La température est augmentée de manière progressive jusqu'à atteindre 120 °C. Ce processus de durcissement dure environ trois heures.

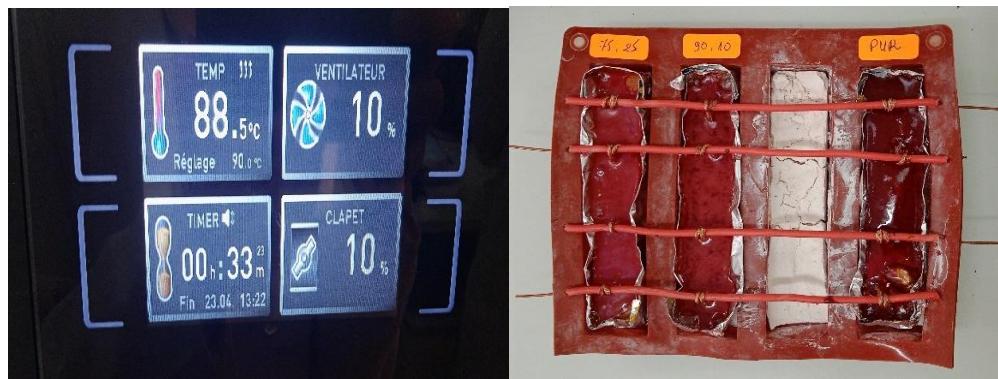


Figure II.13 : Étapes de séchage et de moulage du composite

II.4. Méthodes de caractérisation des produits

Afin de mener une étude approfondie des échantillons ciblés, il est indispensable de recourir à des techniques d'analyse variées, avancées et performantes. Dans le cadre de notre travail, nous avons effectué des analyses à l'aide de différentes méthodes pour évaluer différentes propriétés physiquo-chimique, thermique comme la viscosimétrie, calormètre à balyage defférentielle (DSC), la microscopie électrique et spectroscopies.

Ci-dessous, nous présentons un aperçu des techniques utilisées pour la caractérisation des particules et des nanocomposites.

II.4.1. Viscosimètre

Le viscosimètre (figure II.14) à corps chutant est un dispositif permettant de mesurer la viscosité des liquides, y compris sous hautes pressions. Son principe repose sur l'observation du temps de chute d'un corps solide (bille ou cylindre) à travers le liquide étudié. Ce temps, associé aux caractéristiques géométriques et à la densité du corps, permet de calculer la viscosité dynamique du fluide selon des équations dérivées de la loi de Stokes. Celle-ci relie la vitesse limite de chute d'une bille à la viscosité du fluide, en tenant compte de l'équilibre entre la gravité, la poussée d'Archimède et la force de frottement visqueux. La viscosité est alors donnée par la relation :

$$\eta = K \times t$$

où :

- η : est la viscosité dynamique (en mPa·s)
- K : est la constante spécifique à la bille (ici approximativement $0,00735 \text{ mPa}\cdot\text{s}^2/\text{cm}^3$)

- t : est le temps de chute (en secondes) [66]



Figure II.14 : Viscosimètre

Le mesure du viscosité du résine prépares peut nous aidée sur l'effet du CNC sur la mélange du composite.

II.4.2. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Le DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une technique d'analyse thermique permettant de quantifier les flux de chaleur liés aux transitions physiques et aux réactions chimiques d'un matériau en fonction de la température. Elle permet notamment de déterminer la température de transition vitreuse (Tg), les températures de fusion (Tm), l'enthalpie de cristallisation, ainsi que les cinétiques de réticulation des résines thermodurcissables. Dans ce projet, les analyses DSC ont été effectuées au niveau du laboratoire **ALFA PIPE**, disposant d'un équipement calibré et adapté aux mesures de haute précision. Le recours à cette technique avait pour objectif d'évaluer la stabilité thermique, la capacité de réticulation et le comportement thermo-réactif des résines phénoliques pures et renforcées par la CNC. L'analyse de ces paramètres est indispensable pour valider la compatibilité du matériau avec les exigences de l'isolation électrique haute tension, notamment en termes de résistance à la chaleur, de stabilité dimensionnelle et de durabilité en service. [67]

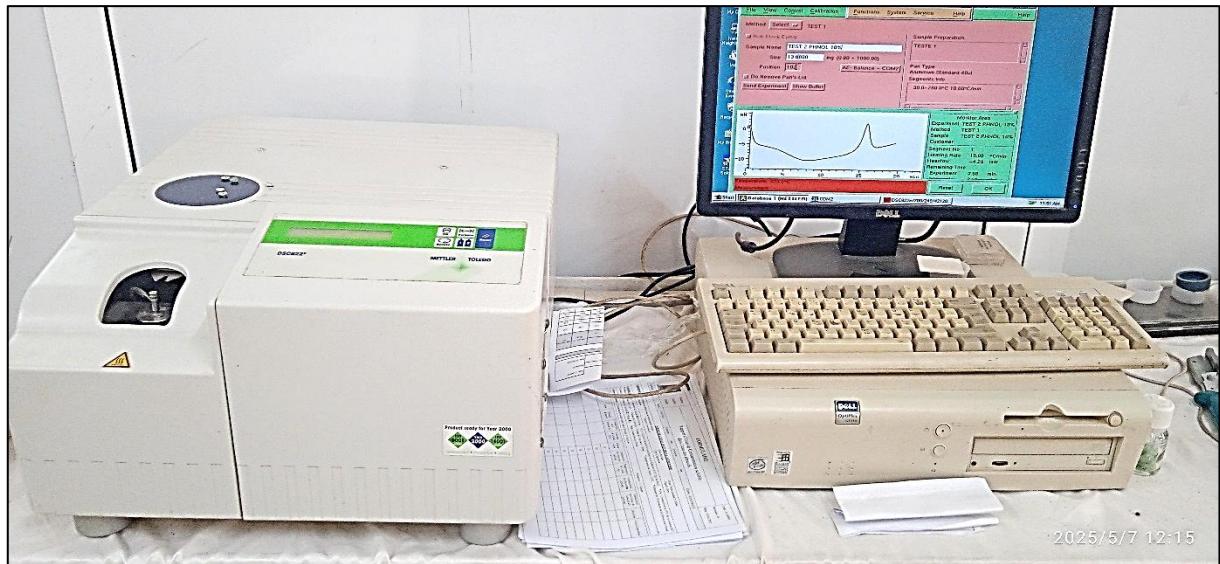


Figure II.15 : Appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

II.4.3. Spectrophotomètre UV-Visible

Le spectrophotomètre UV-Visible est un appareil analytique utilisé pour mesurer l'absorbance ou la transmittance d'une solution en fonction de la longueur d'onde, généralement dans la région ultraviolet (200–400 nm) et visible (400–800 nm) du spectre électromagnétique (figure II.16). Cette technique repose sur la loi de Beer-Lambert, qui établit une relation directe entre l'absorbance et la concentration de l'espèce absorbante. Le spectrophotomètre UV-Vis est largement employé pour la détermination quantitative de la concentration de substances chimiques, l'étude des transitions électroniques des molécules, ainsi que le suivi cinétique de réactions chimiques et biochimiques.^[68] cette technique a été utiliser pour confirmer le produits obtenu est effectivement le cellulose et pour identifier le degré de pureté.



Figure II.16 : appareil d'UV-Visible

II.4.4. Spectrophotomètre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR – Bruker)

Le spectrophotomètre FTIR (Fourier Transform Infrared) est un instrument analytique utilisé pour identifier les groupes fonctionnels d'un matériau à partir de l'absorption des rayons infrarouges par les liaisons chimiques (groupe fonctionnelle) [69].

Chaque liaison absorbe une fréquence spécifique, donnant ainsi une empreinte spectrale caractéristique. Le principe repose sur un interféromètre de Michelson qui module le faisceau IR, ensuite transmis à travers l'échantillon, puis converti en spectre grâce à la transformée de Fourier [70].

Cet appareil (figure II.17) est largement utilisé pour la caractérisation des polymères et composites, permettant de suivre les modifications chimiques induites par différents traitements.



Figure II.17 : Spectrophotomètre FTIR (Bruker) CRPCI Laghouat

II.4.5. Le test de choc (Impact Test)

Le test de choc est une méthode largement utilisée pour évaluer la ténacité, la résilience et le comportement à la rupture des matériaux polymériques et composites, en mesurant leur capacité à absorber l'énergie lors d'un impact brusque [71]. Le principe de l'essai repose sur l'impact d'un marteau pendulaire sur un échantillon fixé, tandis que l'énergie absorbée est déterminée à partir de la différence entre l'énergie initiale du pendule et l'énergie résiduelle après le choc [72]. Cet essai est généralement réalisé conformément aux normes ISO 179 (Charpy) ou ISO 180 (Izod), à l'aide d'un appareil similaire à celui illustré dans la figure II.18.

Dans le cadre de ce travail, les tests de choc ont été effectués au Laboratoire de Mécanique des Matériaux de l'Université de Laghouat, disposant d'un pendule d'impact calibré et adapté aux

essais normalisés. Les échantillons utilisés présentaient des dimensions standards de 8 cm × 1 cm × 1 cm × 1 cm, assurant une répartition homogène des contraintes au moment de l’impact et permettant une comparaison fiable entre la résine phénolique pure et les composites renforcés par 10 % et 25 % de CNC.

Le choix de cet essai visait à déterminer l’énergie absorbée avant la rupture, paramètre directement lié à l’intégrité structurelle, à la cohésion interne et à la résilience du composite. Une énergie absorbée plus élevée traduit une meilleure compatibilité et une intégration plus cohérente du renfort CNC au sein de la matrice phénolique, ce qui confirme l’amélioration potentielle des performances mécaniques du matériau.

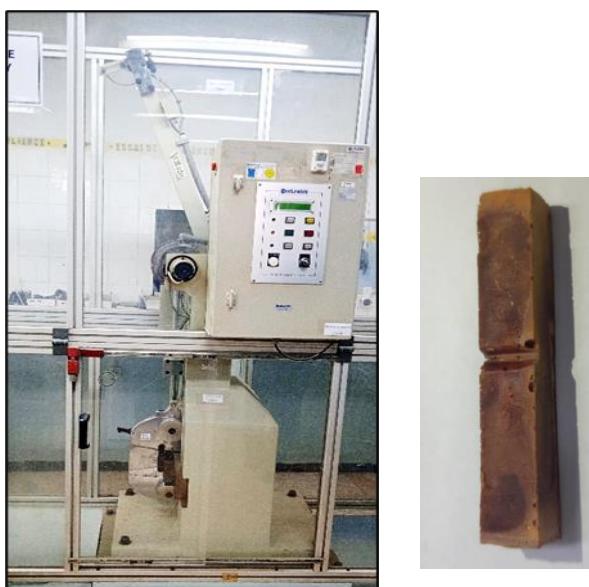


Figure II.18 : Image de l’appareil Charpy 450 J et l’échantillons PF

II.4.6. Le test de Traction

L’essai de traction a été réalisé afin de déterminer le comportement mécanique des échantillons de résine phénol-formaldéhyde pure et renforcée par différents taux de CNC. Les tests ont été effectués à l’aide d’une machine de traction universelle équipée de capteurs de force de haute précision à l’entreprise ALFAPIPE. Chaque échantillon est fixé entre deux mors, puis soumis à une charge croissante appliquée à vitesse constante jusqu’à la rupture. Les paramètres mécaniques obtenus, tels que la déformation maximale (ϵ_m), la contrainte maximale (σ_m) la résistance à la traction et le module d’élasticité (E_t), permettent d’évaluer l’influence du renfort cellulosique sur la rigidité et la ductilité du matériau. Les échantillons ayant les dimensions universel 110 mm×20mm× 3mm.

II.4.7. Microscope électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) (figure II.19) est une technique performante permettant d'obtenir des images à très haute résolution de la surface d'un échantillon, avec un agrandissement pouvant atteindre plusieurs centaines de milliers de fois. Le principe repose sur l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la matière, produisant différents signaux (électrons secondaires, rétrodiffusés, etc.) qui révèlent la morphologie, la taille et la structure de la surface avec une grande précision. Cette méthode s'applique aussi bien aux matériaux organiques et inorganiques. [73]

Le MEB utilisé dans cette étude appartient à CRAPC Ouragla les images de topographie du MEB peuvent nous indiquer la distribution des particules CNC dans la matrice phénolique.



Figure II.19 : Microscope Electronique à Balayage

II.4.8. Appareil de mesure de la constante diélectrique

Cet appareil permet de déterminer la capacité d'un matériau à stocker une charge électrique sous l'effet d'un champ appliqué. Le principe repose généralement sur un condensateur plan dans lequel l'échantillon est inséré entre deux électrodes. La mesure de la capacité obtenue, comparée à celle du condensateur à vide, permet de calculer la constante diélectrique relative (ϵ_r). Cette caractéristique est essentielle pour l'évaluation des matériaux isolants utilisés dans

les applications à haute tension, car elle renseigne sur leurs performances en termes d'isolation et de stockage d'énergie électrique.[74]

II.4.9. Mesures des caractéristiques électrique (résistivité ρ et la constante diélectrique μ)

La caractérisation des propriétés électriques est un aspect important pour ces échantillons car l'utilisation final de ces matériaux est dans le secteur d'isolation électrique. Tous développement dans ce secteur doit prendre en considération l'évaluation de la caractéristique électrique comme la résistivité et le constant diélectrique.

La résistivité électrique des échantillons a été déterminée afin d'évaluer leur capacité d'isolation, un paramètre essentiel pour les matériaux destinés aux applications en haute tension. Les mesures ont été réalisées en utilisant un montage de type électrode plan-plan (Figure II-20), où l'échantillon est placé entre deux électrodes métalliques parfaitement parallèles. Une tension continue (DC) est appliquée à différentes valeurs, et le courant traversant l'échantillon est enregistré à l'aide d'un micro-ampèremètre à haute sensibilité.

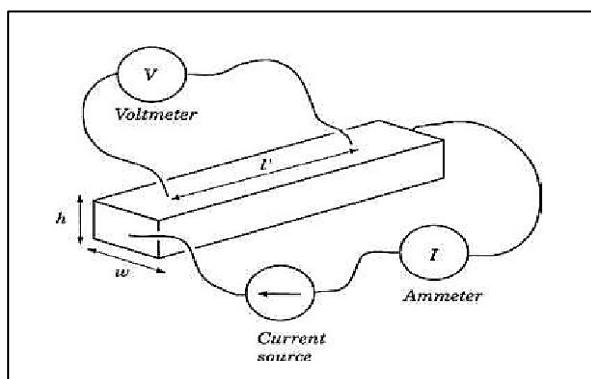


Figure II.20: Schéma de mesure de résistivité électrique (4 points measurement lay-out)

La résistivité volumique (ρ_v) est ensuite calculée à partir de la relation :

$$\rho_v = (R \times A) / L$$

où

R : la résistance mesurée

A : la surface de l'électrode en contact avec l'échantillon

L : l'épaisseur de ce dernier.

Cette méthode permet de comparer l'effet du taux d'incorporation du CNC sur les performances électriques des résines phénoliques, en particulier la stabilité du courant, la résistance initiale, et l'évolution du comportement isolant sous différentes tensions (V= 10, 32 et 64V).

La mesure de constant diélectrique d'un matériau permet de déterminer sa capacité à stocker une charge électrique sous l'effet d'un champ appliqué comme indique la norme ASTM D150. Le principe repose généralement sur un condensateur plan dans lequel l'échantillon est inséré entre deux électrodes. La mesure de la capacité obtenue, comparée à celle du condensateur à vide, permet de calculer la constante diélectrique relative (μ_r). Cette caractéristique est essentielle pour l'évaluation des matériaux isolants utilisés dans les applications à haute tension, car elle renseigne sur leurs performances en termes d'isolation et de stockage d'énergie électrique.[74]

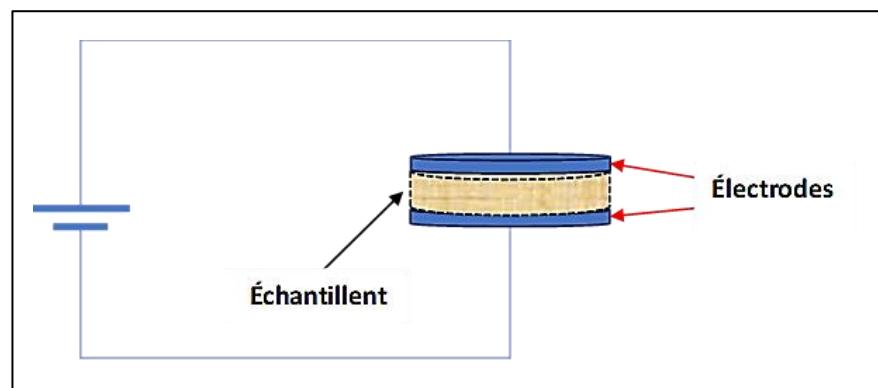


Figure II.21: Schéma de mesure de constant diélectrique μ_r

Les échantillons utilisés dans ce test sont des disques (Figure II.22) de 40mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur



Figure II.22: Image des échantillons utilisés dans la mesure de constant diélectrique μ_r

Chapitre III :

Résultats et Discussions

III. Introduction :

Ce chapitre est dédié à la présentation et à l'analyse critique des résultats expérimentaux obtenus lors de la mise en œuvre des différentes étapes de notre travail. Les résultats incluent l'extraction et la caractérisation de la cellulose nanocristalline (CNC) à partir de la sciure de bois blanc, la synthèse de la résine phénol-formaldéhyde (PF), ainsi que l'élaboration des matériaux composites. Les échantillons obtenus ont été soumis à divers tests physico-chimiques, mécaniques et électriques afin d'évaluer leurs performances en tant qu'isolants électriques pour les applications à haute tension. Une attention particulière a été portée à l'effet de l'incorporation de la CNC sur les propriétés globales du composite, en comparant les résultats expérimentaux aux données de la littérature scientifique.

III.1. Extraction du cellulose

Au cours du processus d'extraction de la cellulose de la sciure de bois blanc, des solutions ont été produites à chaque étape pour que :

- Etape I : Tremper en l'eau donne un résidu liquide aqueux de sucres
- Etape II : Tremper en HCl donne un résidu liquide de pectines solubles dans l'acide (2 fois)
- Etape III : Tremper en NaOH donne un résidu liquide Solution d'hémicelluloses (3 fois)
- Etape IV : Blanchiment en solution NaClO donne un résidu liquide de lignine (3 fois)

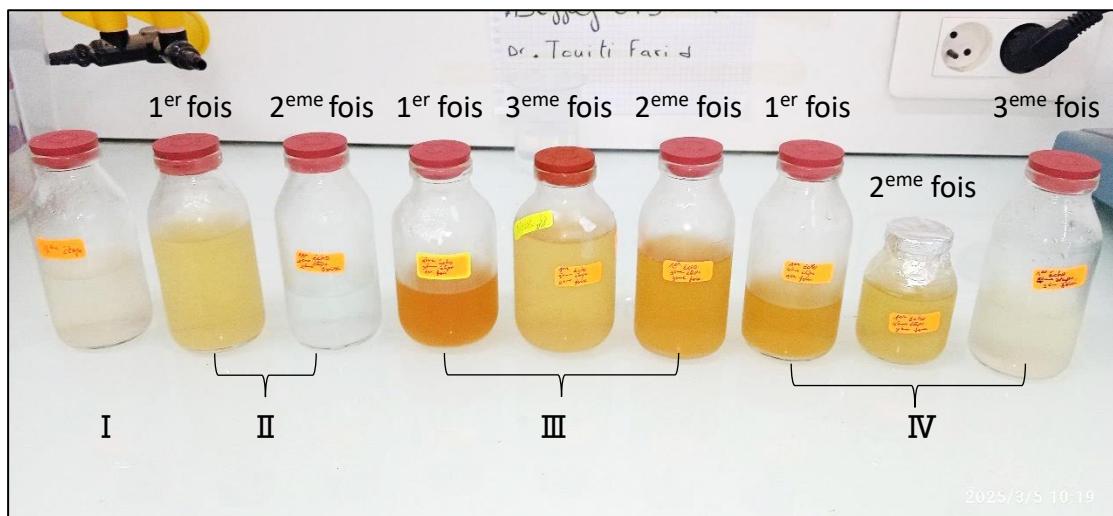


Figure III.1 : Les solutions produites a processus d'extraction la cellulose.

Le processus d'extraction de la cellulose était d'environ 4 heures et 30 min. À la fin de l'extraction A été obtenu une pâte blanche de cellulose (fig.III.2).



Figure III.2 : La pâte de cellulose

III.2. Caractérisation de la cellulose extraite du bois blanc

III.2.1. Analyse UV-Visible

Lors de l'analyse UV-Visible effectuée sur la solution obtenue après l'extraction de la cellulose, un pic d'absorbance a été observé à une longueur d'onde de **259 nm**, (figure 22) avec une absorbance de **8,2%** .

Ce résultat met en évidence la présence de faibles quantités de composés organiques résiduels, probablement des traces de lignine ou des sous-produits issus de la dégradation partielle de la cellulose.

La valeur relativement faible de l'absorbance suggère que la concentration de ces impuretés est minime, ce qui témoigne de l'efficacité globale du procédé d'extraction. Par ailleurs, le pourcentage de pureté mesuré pour l'échantillon analysé est de **82,7 %**, confirmant ainsi la bonne qualité de la cellulose obtenue à partir du bois blanc (figure 23) .

Cette résultat est coherent avec les valeurs indiquées dans la littérature [250-300 nm] avec une valeur typique de 270 nm [76]

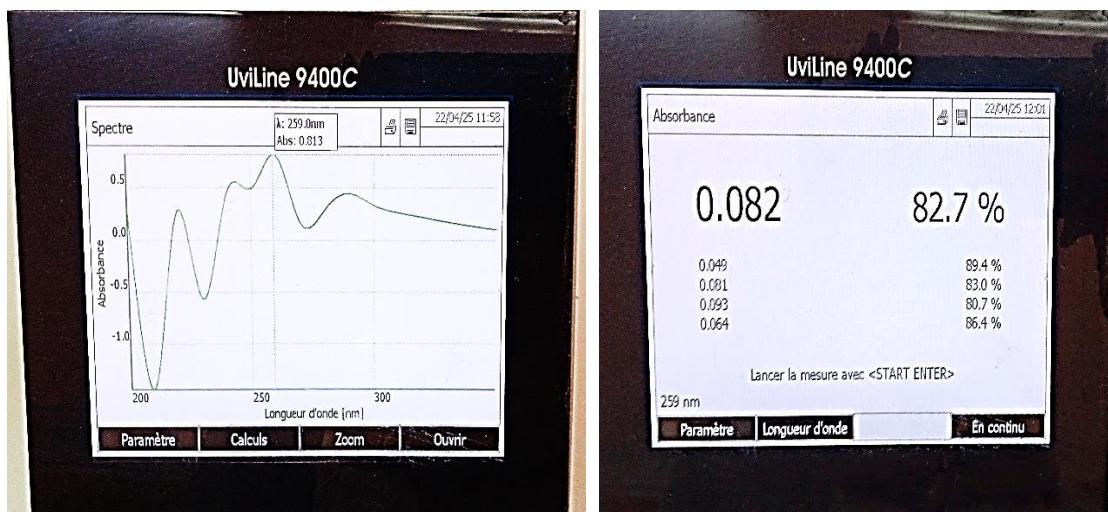


Figure III.3 : Spectre UV-Visible de la cellulose et absorbance maximale à 259 nm

III.3. Caractérisation de la cellulose nanocristalline (CNC)

Après l’hydrolyse acide de la cellulose (cf. Chapitre II), une suspension colloïdale légèrement opalescente a été obtenue, indiquant la présence de nanoparticules de cellulose nanocristalline bien dispersées dans le milieu aqueux (figure III.4) . Cette apparence est typique d’une bonne formation des CNC.



Figure III.4 : Suspension de CNC obtenue après filtration.

III.4. La viscosité de résine Résol

Dans le but d’évaluer l’effet du rapport molaire phénol/formaldéhyde sur la viscosité, deux types de résine phénol-formaldéhyde de type résol ont été synthétisés :

- **Formulation PF I** : rapport Phénol/Formaldéhyde = [1:2]

- **Formulation PF II** : rapport Phénol/Formaldéhyde = [1:1,5]

Les temps moyens mesurés ont permis d'obtenir les résultats suivants :

Tableau III.1 : Viscosité des deux formulations de résine Résol

Formulation	Rapport Ph/For	Temps moyen (s)	Viscosité estimée (mPa·s)
PF I	1:2	336	2,47
PF II	1:1,5	45,63	0,34

Ces résultats montrent clairement que la viscosité augmente avec la teneur en formaldéhyde. La formulation I (1 :2), plus réticulée, présente une viscosité significativement plus élevée en raison d'un plus grand nombre de liaisons méthylène formées lors de la polymérisation. À l'inverse, la formulation II (1 :1,5) reste plus fluide, ce qui peut être favorable pour certaines applications nécessitant une bonne imprégnation ou un moulage facile. Le choix du rapport phénol/formaldéhyde peut donc être ajusté en fonction des propriétés recherchées dans le matériau final.

III.5. Analyse thermique par DSC

L'analyse thermique différentielle (DSC) a été réalisée afin d'évaluer le comportement thermique et l'enthalpie de transition des différentes formulations de résine phénol-formaldéhyde (PF), avec ou sans renforcement par la cellulose nanocristalline (CNC). Trois types d'échantillons ont été analysés : PF II pur, PF II avec 10 % de CNC, et PF II avec 25 % de CNC .

Tableau III.2 : Résultats d'analyse thermique (DSC)

Échantillon	Test	Masse (mg)	ΔH (J/g)	T_g (°C)	T_c (°C)	T_f (°C)
PF II pur	1	41.4	56.33	120	175	205
	2	16.7	55.39	118	170	201
	Δ		55.86	119	172.5	203
PF II + 10 % CNC	1	13.8	27.16	105	140	185
	2	13	26.85	140	160	195
	Δ		27	122.5	150	190
PF II + 25 % CNC	1	12	78.54	125	170	210
	2	15.5	58.56	120	150	208
	Δ		68.55	122.5	160	209

L'analyse thermique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été effectuée pour évaluer le comportement thermique des différentes formulations de résine phénol-formaldéhyde (PF), à savoir :

- La résine PF II pure (sans renfort),
- La résine PF II contenant 10 % de CNC,
- La résine PF II contenant 25 % de CNC.

Les courbes DSC obtenues (Figure III.5 et figure III.6 et figure III.7) révèlent des différences notables en termes d'enthalpie de transition (ΔH) selon la composition des échantillons.

Pour la **résine PF pure**, les résultats montrent un pic de transition avec une enthalpie modérée de fusion ($\Delta H \approx 56,33$ J/g dans le premier test), ce qui indique un réseau polymère stable sans interaction extérieure.

En revanche, l'ajout de **10 % de CNC** conduit à une baisse significative de l'enthalpie ($\Delta H \approx 27$ J/g), suggérant une légère perturbation de la structure de la matrice due à l'introduction des nanocristaux, qui peuvent limiter localement la mobilité thermique.

Fait intéressant, l'échantillon contenant **25 % de CNC** montre une nette augmentation de ΔH (jusqu'à 78,54 J/g dans le premier test). Cette hausse peut s'expliquer par une meilleure interconnexion entre la CNC et les chaînes de PF, favorisant un réseau plus dense et plus énergétiquement stable.

Il faut noter aussi que l'incorporation de 25% CNC a bloqué totalement la mobilité moléculaire au résumé PF II car on observe l'absence totale de zone exothermique dans l'intervalle $T_g < T < T_m$ ce qui indique une structure dure et serrée.

Globallement, les résultats obtenus confirment que l'incorporation de CNC modifie significativement les propriétés thermiques de la résine, ce qui est crucial pour l'évaluation de sa stabilité en conditions de température élevée, notamment pour des applications dans l'isolation électrique.

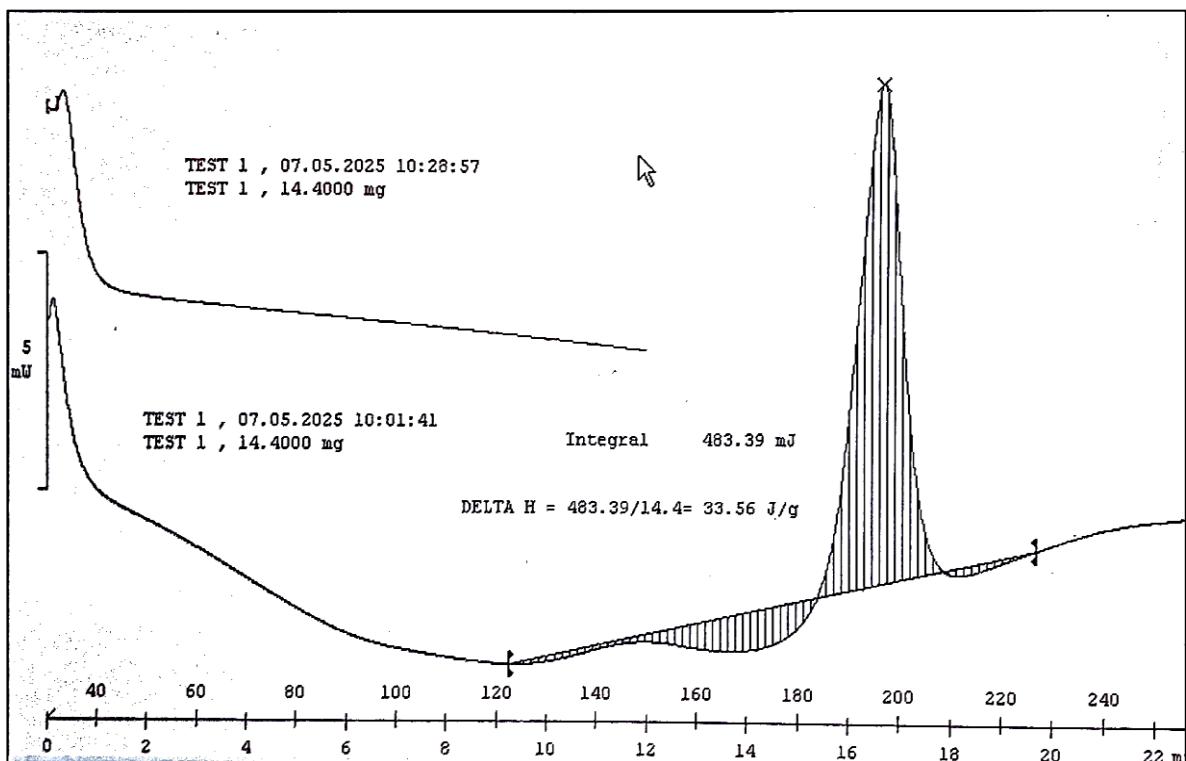


Figure III.5 : Courbe DSC de la résine PF II pure (Test 1).

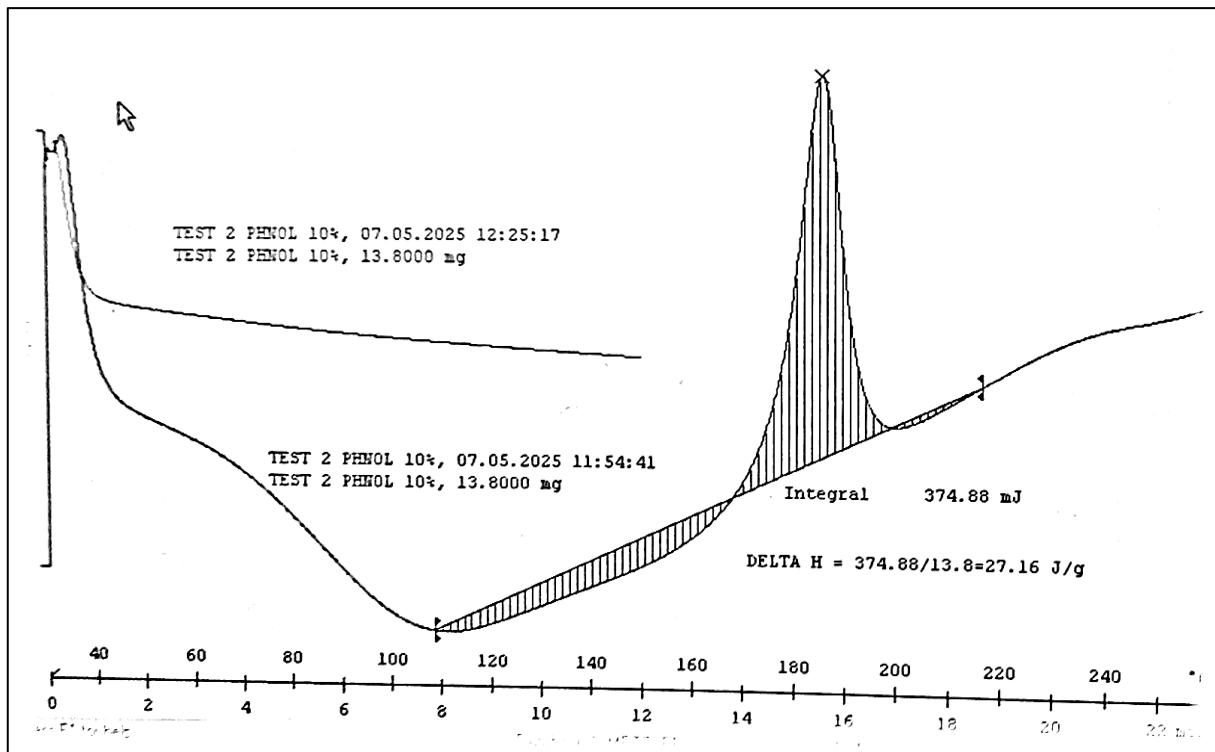


Figure III.6 : Courbe DSC de la résine PF II + 10 % CNC (Test 1).

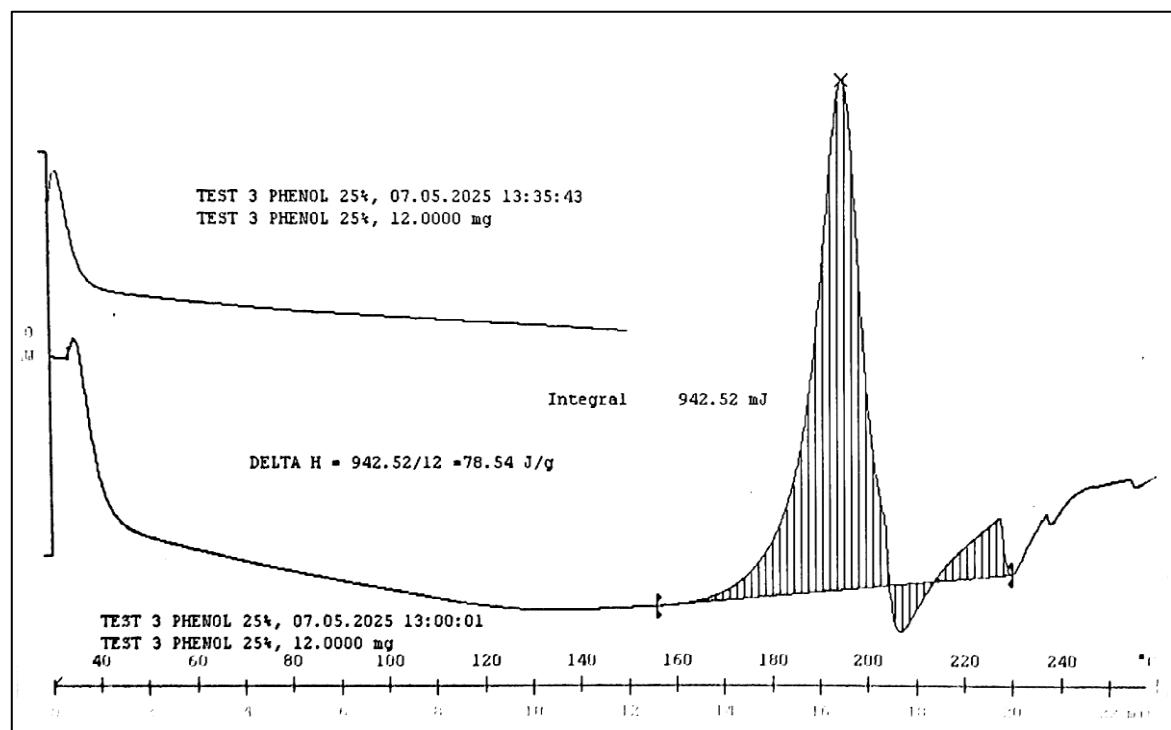


Figure III.7 : Courbe DSC de la résine PF II + 25 % CNC (Test 1)

III.6. Analyse des spectres FTIR

L'analyse FTIR réalisée sur la résine phénolique pure (PFR) et ses composites modifiés avec 10 % et 25 % de nanocristaux de cellulose (CNC) révèle des modifications structurales significatives induites par l'incorporation des CNC.

Résine phénolique pure (PFR)

Le spectre FTIR de la résine PFR présente des bandes caractéristiques des structures aromatiques typiques des résines phénoliques :

- Les bandes autour de **1478 cm⁻¹**, **1400 cm⁻¹** et **1375 cm⁻¹** sont associées aux vibrations de déformation C–H et aux liaisons C=C aromatiques.
- Les bandes entre **1239 cm⁻¹** et **1071.5 cm⁻¹** correspondent aux vibrations C–O, indiquant la présence de groupes hydroxyles ou éthers.
- Les bandes en dessous de **815 cm⁻¹** traduisent les déformations hors plan des cycles aromatiques.
- Une large bande d'elongation O–H autour de **3350 cm⁻¹** témoigne de la présence de groupements hydroxyles libres ou faiblement liés.

Ces résultats confirment la structure typique d'une résine phénolique non modifiée.

Composite PF + 10 % CNC

L'ajout de 10 % de CNC entraîne l'apparition de nouvelles bandes et le déplacement de certaines existantes :

- Les bandes à **2980 cm⁻¹** et **2917 cm⁻¹** indiquent des vibrations d'elongation C–H aliphatiques, suggérant une interaction entre les chaînes carbonées des CNC et la matrice phénolique.
- La bande à **1460 cm⁻¹**, attribuée à une vibration C=C de type cétone, pourrait refléter une oxydation partielle ou une nouvelle liaison formée.
- Les bandes à **1210 cm⁻¹** et **1140 cm⁻¹** sont caractéristiques des liaisons C–O dans les éthers et alcools secondaires, ce qui confirme une modification chimique de la matrice.
- La présence d'une bande à **618 cm⁻¹** (C=C alcène) suggère une structure plus complexe que celle de la résine pure.

- L'intensification progressive des bandes situées à **1239 cm⁻¹**, **1153 cm⁻¹** et **1041 cm⁻¹**, associées respectivement aux vibrations C–O, C–O–C et aux groupements oxygénés caractéristiques de la cellulose et du CNC, est perceptible.

Ces observations indiquent que les CNC interagissent avec la résine, modifiant sa structure chimique sans altérer complètement sa nature aromatique.

Composite PF + 25 % CNC

L'augmentation de la teneur en CNC à 25 % accentue les modifications observées :

- Les bandes à **2940 cm⁻¹** et **2850 cm⁻¹** traduisent une forte présence de groupes aliphatiques.
- L'apparition d'une bande à **1730 cm⁻¹**, associée au groupement carbonyle (C=O), indique une oxydation plus marquée ou la formation de nouvelles liaisons.
- La région entre **1600 cm⁻¹** et **1250 cm⁻¹** montre une densité accrue de bandes aromatiques et C–O, témoignant d'une structure plus réticulée.
- L'annotation "S–S" dans la zone **500–1000 cm⁻¹** suggère la présence de liaisons disulfure, rarement observées dans les résines phénoliques, ce qui pourrait résulter d'une interaction spécifique entre les CNC et la matrice.
- L'intensité très forte des bandes O–H (~3350 cm⁻¹) et des bandes C–O / C–O–C (1260–1020 cm⁻¹) confirme une interaction chimique marquée entre CNC et résine.

Ces résultats montrent que l'ajout de CNC à haute teneur induit une transformation chimique plus profonde, possiblement liée à une réticulation ou à une oxydation accrue de la résine.

Conclusion comparative

- L'ajout de CNC modifie clairement la structure chimique de la résine phénolique.
- À 10 %, on observe des interactions modérées (groupes éther, alcools).
- À 25 %, des groupes carbonyles et disulfures apparaissent, indiquant une transformation plus profonde, possiblement une réticulation ou une oxydation accrue.

Ces résultats confirment que l'incorporation de CNC dans la résine phénolique influence fortement sa structure chimique et ouvre la voie à des propriétés nouvelles et potentiellement améliorées.

Tableau III.3 : étude comparative entre les trois échantillons

Paramètre	PF II	PF II +10% CNC	PF II +25% CNC
Intensité bande O–H (~3350)	Moyenne	Forte	Très forte
Bandes C–O / C–O–C (1260–1020)	Présente (modérée)	Plus intense	Très intense
Structure aromatique	Conservée	Conservée	Conservée
Interaction CNC–résine	Aucune	Début d'interaction	Interaction chimique marquée
Potentiel isolant (corrélé)	Faible	Moyen	Élevé

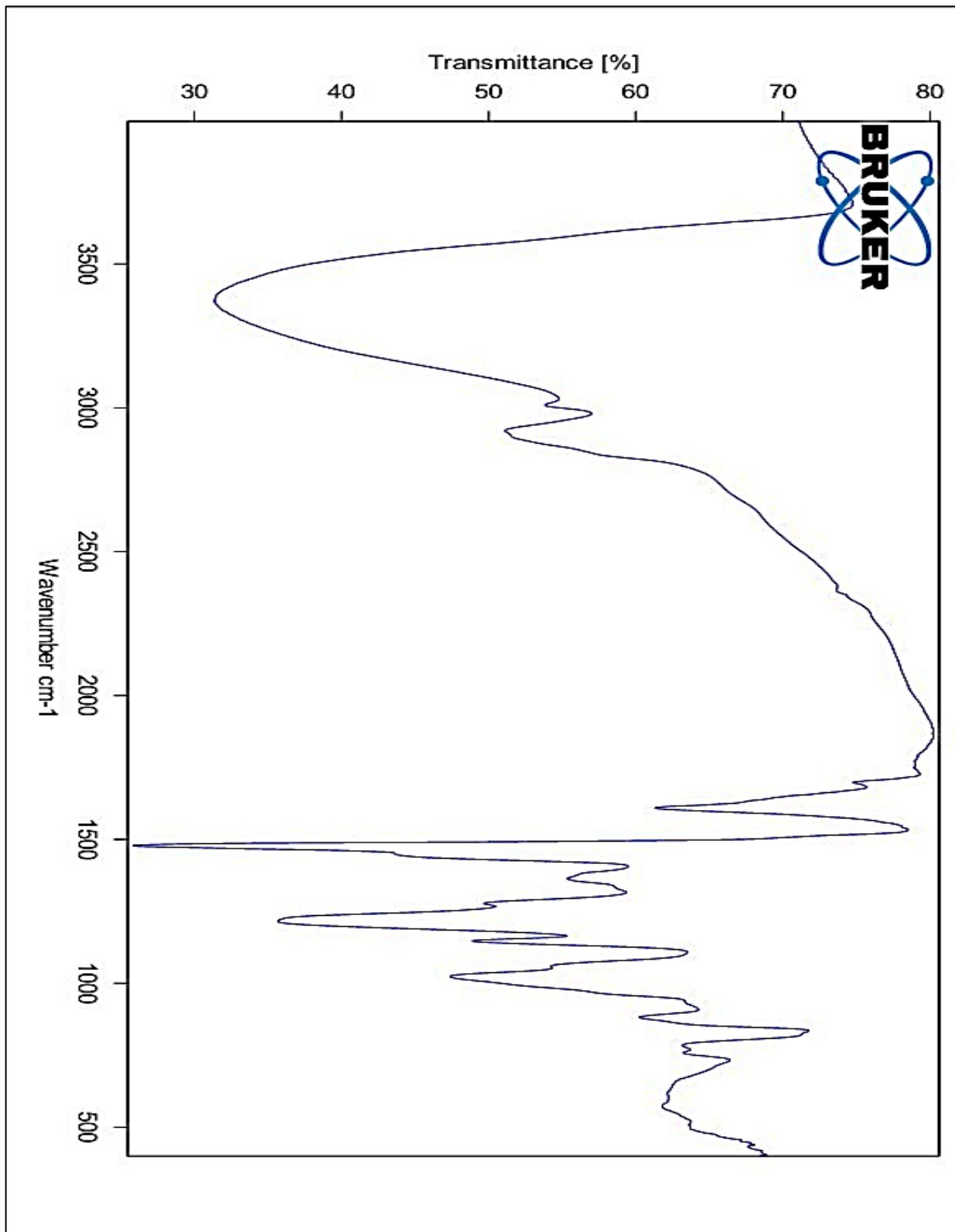


Figure III.8 : Analyse FTIR de la résine PF II

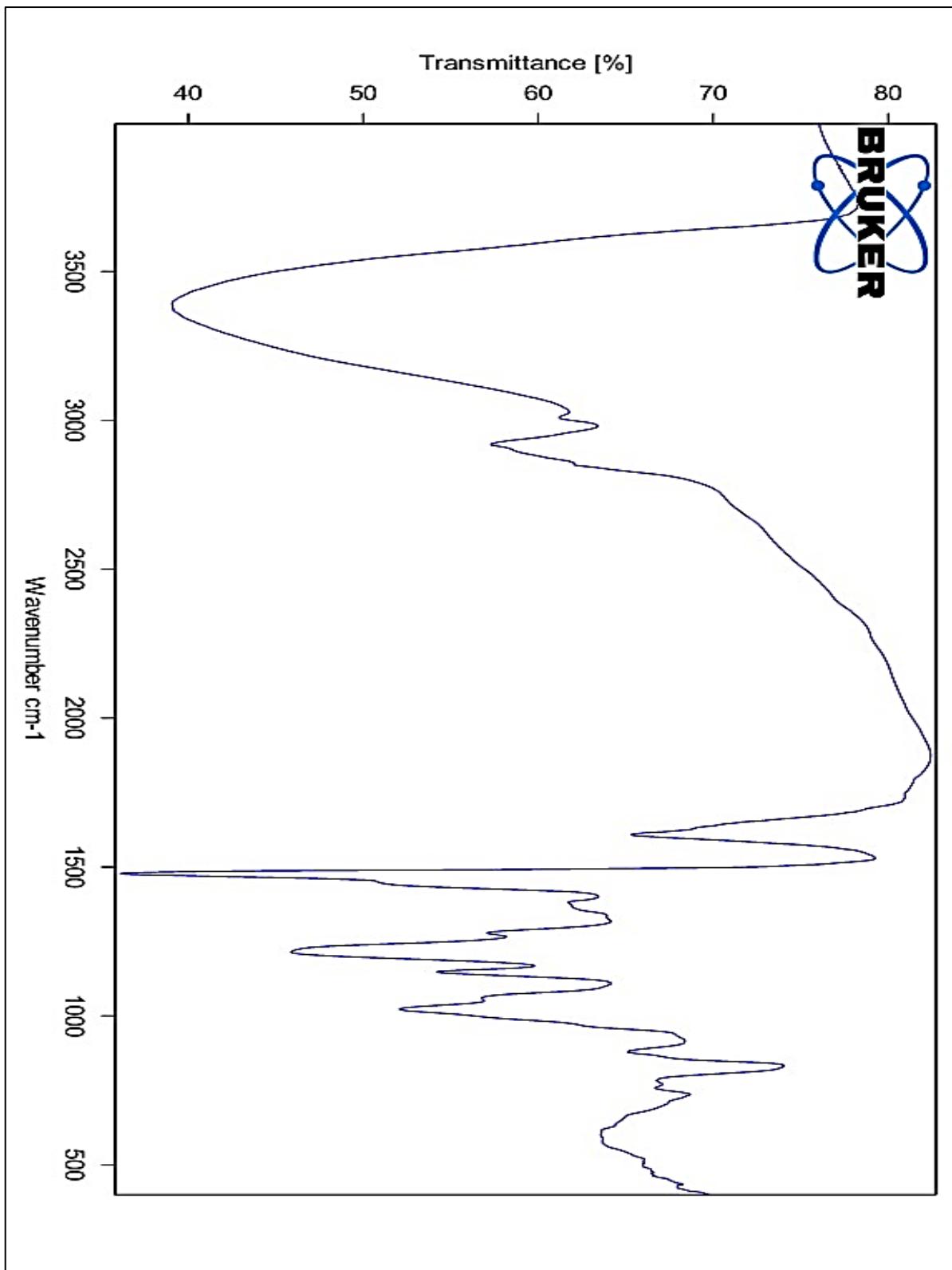


Figure III.9 : Analyse FTIR de la résine PF II + 10 % de CNC

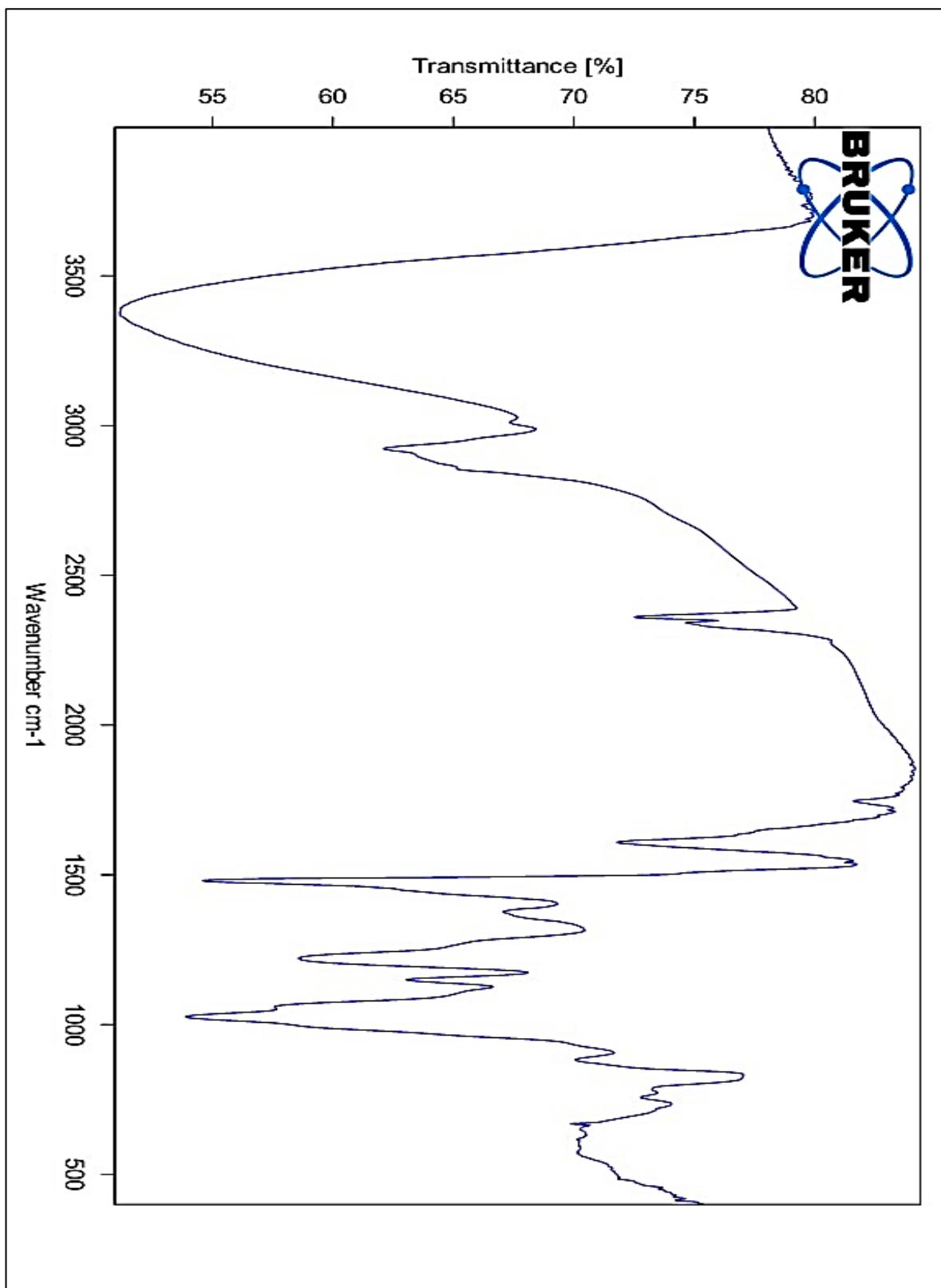


Figure III.10 : Analyse FTIR de la résine PF II + 25 % CNC

III.7. Test du Choc

Les résultats du test de choc au tableau 3 montrent que le comportement mécanique des matériaux varie directement avec la teneur en CNC. La résine phénolique pure présente une capacité d'absorption d'énergie modérée (0.4J), tandis que l'ajout de 10 % de CNC n'entraîne aucune amélioration notable, indiquant que cette proportion reste insuffisante pour renforcer efficacement la matrice ou limiter la formation de zones fragiles. En revanche, la formulation contenant 25 % de CNC affiche la plus grande énergie absorbée ($\approx 0.6J$), traduisant une meilleure ténacité et une redistribution plus efficace des contraintes au sein du réseau polymère.

Tableau III.4 : étude comparative du résultat du choc

	PF	PF II + 10% CNC	PF II + 25% CNC
$\Phi(J)$	0.441	0.294	0.5886

Une teneur élevée en CNC peut améliorer significativement la résistance au choc au condition qu'une bonne adhérence doit être assurée entre la surface hydrophilie du CNC et le nature hydrophobique de la résine tout en gardant une dispersion optimale du CNC dans la matrice thermodurcissable de PF.

Le Tableau III.3 présente les valeurs de déformation maximale (ϵ_m), de contrainte maximale (σ_m) et de module d'élasticité (E_t) pour différents échantillons de résine phénolique pure et renforcée par différentes proportions de nanocellulose (CNC). On observe que l'échantillon pur présente une déformation maximale ($\epsilon_m \approx 12\%$) et une contrainte maximale faible ($\sigma_m \approx 1,14$ MPa), indiquant une rigidité typique d'un polymère thermodurcissable non modifié.

Tableau III.5 : étude comparative du résultat du traction

	σ_m (MPa)	ϵ_m (%)	E_t (GPa)
PF Pure	1.144	12.7	38.5
PF +10% CNC	2.94±1.2	4.32±1.39	45.3
PF +25% CNC	2.9	4.1	81.1
PF +50% CNC	0.353	0.036	-

L'ajout de 10 % de CNC entraîne une réduction de la déformation maximale ($\epsilon_m \approx 4.3\%$) accompagner d'une augmentation de la contrainte maximale ($\sigma_m \approx 3$ MPa), suggérant que l'incorporation d'un faible pourcentage de renfort nanocellulosique (CNC) améliore à la résistance au déformation mécanique. Pour l'échantillon renforcé à 25 % de CNC, on note une diminution de la déformation maximale ($\epsilon_m \approx 4.1$) par rapport à 10 % CNC, tandis que la contrainte maximale reste constante ($\sigma_m \approx 2.9$ MPa), ce qui indique que les concentrations optimales de CNC pour avoir une propriétés mécanique satisfaisant est envirent 25% et une

concentration plus élevée de CNC peuvent réduire l'élasticité. L'échantillon à 50 % de CNC montre des valeurs très faibles de déformation et de contrainte ($\epsilon_m \approx 0,036$ et $\sigma_m \approx 0,353$ MPa), ce qui reflète une rigidité excessive et une fragilité due à un surchargement en nanocellulose, compromettant l'intégrité mécanique et l'homogénéité structural du composite.

Le module d'élasticité (Et) du ces échantillons montre une augmentation claire avec l'incorporation du CNC dans la matrice car ces particules de CNC bloquent les mouvement moléculaire et introduit une résistance intrinsèque de la phase cristalline à la matrice, ce que fait réduire la déformation totale du composite et augment le module d'élasticité de 38 pour la résine pure jusqu'à 81 avec 25% de CNC. L'augmentation de la concentration du CNC a 50% a engendré une agrégation de la particule dans la matrice ce qu'explique la chute catastrophique des caractéristiques mécanique.

Ces résultats démontrent que l'optimisation de la teneur en nanocellulose est cruciale pour obtenir un équilibre entre rigidité, ductilité et résistance mécanique dans les composites à base de résine phénolique.

III.8. Étude comparative des résistivité électriques (ρ)

Le mesure de résistivité des échantillons à utiliser 3 niveaux de voltage (10, 32 et 64 V).

III.8.1. Les résultats de PF Pure

Pour la résine pure de phénol formaldéhyde à 10 V la résistance R1 commence à 733,5 k Ω à 0 s puis diminue graduellement à environ 547,4 k Ω à 180 s. La résistivité volumique ρ_1 suit le même comportement : elle passe de 29 341 $\Omega \cdot \text{m}$ à 21 894 $\Omega \cdot \text{m}$. Cette baisse s'explique par un léger réchauffement ou une réorganisation interne du matériau sous l'effet de la tension, permettant un passage de courant plus facilité.

À 32 V, la résistance R2 du PF est supérieure à R1 : elle commence à 1,12 M Ω et descend jusqu'à 1,01 M Ω . La résistivité volumique ρ_2 passe de 44 782 $\Omega \cdot \text{m}$ à 40 595 $\Omega \cdot \text{m}$. Le courant plus élevé (4,5 μA) permet une meilleure lecture des propriétés réelles du matériau à haute tension, montrant un comportement plus stable mais toujours isolant.

À 64 V, la résistance R3 est plus faible (début à 545 k Ω , fin à 495 k Ω) comparée à R2. Toutefois, la résistivité ρ_3 reste considérable (21 839 → 19 839 $\Omega \cdot \text{m}$), indiquant toujours un comportement globalement isolant, mais moins performant que sous 32 V. Cette chute peut être due à une

légère polarisation interne, ou à l'apparition de canaux de fuite microscopiques sous tension élevée. Comme indique tableaux 12.

La résistivité maximale est obtenue à 32 V, ce qui suggère que cette tension permet une meilleure stabilisation de l'isolant pur. La résistivité la plus faible est mesurée à 64 V, ce qui pourrait indiquer un début de dégradation ou perte de l'efficacité isolante sous contrainte électrique élevée.

Tableaux III.6 : comparatif des valeurs initiales et finales de PF

Tension appliquée	Résistance initiale (Ω)	Résistance finale (Ω)	Résistivité initiale ($\Omega \cdot m$)	Résistivité finale ($\Omega \cdot m$)
10 V	733 545	29 341	547 364	21 894
32 V	1 119 555	44 782	1 014 889	40 596
64 V	545 978	21 839	495 978	19 839

L'échantillon de résine phénolique non renforcé montre un comportement globalement isolant, avec des valeurs élevées de résistivité volumique, surtout à 32 V. Toutefois, on observe une baisse progressive des performances isolantes avec le temps et l'augmentation de la tension, ce qui met en évidence les limites de la résine seule en tant que matériau isolant pour des applications à haute tension.

III.8.2. les résultats de l'échantillon renforcé à 10 % de CNC

Pour la résine phénol formaldéhyde renforcer par 10% de CNC À 10 V la résistance (R_1) diminue légèrement de 2400 Ω à 2361 Ω au bout de 180 secondes. De même, la résistivité volumique (ρ_1) passe de 96 à 94,44 $\Omega \cdot m$, ce qui indique une bonne stabilité du comportement isolant du matériau sous faible tension.

À 32 V, la résistance (R_2) décroît de 6288,33 Ω à 3654,17 Ω , tandis que la résistivité volumique (ρ_2) chute de 251,53 à 146,17 $\Omega \cdot m$. Cette baisse progressive est liée à la polarisation interne du matériau, mais les valeurs restent élevées, montrant une capacité d'isolation renforcée.

À 64 V, la résistance (R_3) passe de 4188,33 Ω à 2782,5 Ω , et la résistivité volumique (ρ_3) de 167,53 à 111,3 $\Omega \cdot m$. Malgré la tension élevée, le matériau conserve des valeurs de résistivité significatives, ce qui prouve la tenue mécanique et électrique de l'échantillon. Comme indique tableaux 13.

Ces résultats mettent en évidence que plus la tension augmente, plus les résistances initiales sont élevées, ce qui montre la capacité du matériau à résister au courant électrique au départ.

La diminution au cours du temps est relativement modérée, traduisant la stabilité électrique du composite

Tableaux III.7 : comparatif des valeurs initiales et finales

Tension appliquée	R_0 (Ω)	R_{180} (Ω)	ρ_0 ($\Omega \cdot m$)	ρ_{180} ($\Omega \cdot m$)
10 V	2400	2361	96	94,44
32 V	6288	3654	251,53	146,17
64 V	4188	2782	167,53	111,3

L'échantillon renforcé par 10 % de nanocristaux de cellulose (CNC) présente un comportement nettement supérieur à celui de la résine pure. Les valeurs initiales élevées de résistivité volumique (jusqu'à 251,53 $\Omega \cdot m$) traduisent une amélioration notable des propriétés d'isolation électrique.

La stabilité du matériau sous faible et moyenne tension, ainsi que sa tenue sous 64 V, confirment une bonne dispersion des CNC dans la matrice, agissant comme barrière efficace contre le passage du courant. Ce matériau s'avère donc hautement prometteur pour les applications d'isolation électrique haute tension, alliant performance, stabilité et durabilité.

III.8.3. les résultats de l'échantillon renforcé à 25 % de CNC

Pour la résine phénol formaldéhyde renforcer par 25% de CNC à 10 V, la résistance R_1 diminue légèrement de 311 857 Ω à 260 857 Ω au bout de 180 secondes. La résistivité volumique ρ_1 passe de 12 474 $\Omega \cdot m$ à 10 434 $\Omega \cdot m$. Cette baisse est progressive mais modérée, traduisant une bonne stabilité du comportement isolant même avec une charge importante en CNC.

À 32 V, R_2 passe de 359 814 Ω à 342 465 Ω , et ρ_2 de 14 392 $\Omega \cdot m$ à 13 698 $\Omega \cdot m$. Le taux de diminution est faible et régulier, ce qui montre une meilleure résistance interne à la conduction due à une dispersion plus dense des CNC dans la matrice polymère.

À 64 V, R_3 baisse de 40 075 Ω à 36 700 Ω , et ρ_3 de 1 603 $\Omega \cdot m$ à 1 468 $\Omega \cdot m$. Bien que les valeurs absolues soient plus faibles que sous 32 V, elles restent très correctes vu l'intensité élevée, suggérant une structure composite cohésive et résistante. Comme indique tableaux 14.

Ces résultats démontrent que l'échantillon avec 25 % de CNC conserve une excellente tenue électrique, en particulier sous 32 V, avec des valeurs de résistivité les plus élevées.

Tableaux III.8 : comparatif des valeurs initiales et finales

Tension appliquée	R_0 (Ω)	R_{180} (Ω)	ρ_0 ($\Omega \cdot m$)	ρ_{180} ($\Omega \cdot m$)
10 V	311 857	260 857	12 474	10 434
32 V	359 814	342 465	14 392	13 698
64 V	40 075	36 700	1 603	1 468

L'échantillon renforcé à 25 % de CNC présente des propriétés isolantes supérieures, marquées par une résistivité volumique initiale élevée (jusqu'à 14 392 $\Omega \cdot m$ sous 32 V). La faible variation des valeurs au fil du temps traduit une meilleure dispersion des charges nanométriques et une structure interne plus homogène. Bien que la résistivité sous 64 V soit inférieure aux autres tensions, elle reste acceptable et constante, prouvant la robustesse électrique du composite même en conditions sévères. Ainsi, cette formulation est très adaptée aux applications d'isolation haute tension, notamment là où la durabilité et la stabilité sont primordiales.

Il est important de noter que L'échantillon PUR présente une excellente isolation électrique, avec les résistivités les plus élevées. L'ajout de CNC à 10% permet de maintenir un bon niveau d'isolation, bien que légèrement réduit. L'ajout de CNC à 25% réduit significativement la résistivité, diminuant les performances d'isolation.

III.9. Étude comparative des constants Diélectrique (μ)

III.10. MEB

Les analyses EDX réalisées sur les trois échantillons – à savoir la résine phénolique pure (A), la résine renforcée par 10% de CNC (B) et celle renforcée par 25% de CNC (C) – mettent en évidence une évolution élémentaire cohérente avec l'incorporation progressive du nano-renfort cellulosique. De manière générale, une diminution systématique du pourcentage massique du carbone est observée en passant de l'échantillon A vers B puis C. Cette diminution traduit l'introduction d'un second constituant, le CNC, dont la composition chimique intrinsèque est relativement plus riche en oxygène que la matrice phénolique. Ce comportement est corrélé à une augmentation notable du taux d'oxygène dans les échantillons renforcés, ce qui confirme la présence effective du CNC au sein de la matrice polymérique. La hausse de l'oxygène dans les échantillons B et C témoigne également de l'abondance des groupements hydroxyles –OH portés par le CNC, susceptibles d'interagir avec les groupements phénoliques de la résine. Ces interactions, majoritairement de nature hydrogène ou éventuellement par formation de liaisons secondaires, traduisent une amélioration de l'adhésion interfaciale entre le renfort cellulosique et la matrice thermodurcissable. Une telle évolution est particulièrement recherchée dans les

systèmes composites, puisqu'elle conditionne directement la stabilité chimique, les propriétés mécaniques et, dans notre cas, l'aptitude à l'isolation électrique. La présence résiduelle de sodium dans les trois matériaux s'explique par l'utilisation de NaOH lors de la synthèse de la résine. Sa proportion diminue légèrement avec l'augmentation du CNC, suggérant soit un meilleur lavage du matériau à forte teneur en CNC, soit une dilution naturelle liée à la variation de composition globale. La présence d'or dans les analyses est quant à elle attribuée au dépôt métallique (sputtering) nécessaire pour assurer la conduction lors de l'analyse MEB/EDX. Les variations observées entre les différentes zones d'analyse reflètent essentiellement des différences locales d'épaisseur du dépôt et n'affectent pas l'interprétation globale. Ainsi, l'ensemble des résultats EDX confirme de manière claire et cohérente l'incorporation des fractions croissantes de CNC dans les échantillons B et C. L'évolution combinée des teneurs en carbone et en oxygène met en évidence la bonne dispersion du renfort et son interaction avec la résine phénolique. Ces conclusions corroborent les attentes théoriques relatives à la nature chimique du CNC et constituent un indicateur favorable quant à l'amélioration potentielle des performances électriques et mécaniques du composite final.

L'étude de la morphologie des compostes enchantais B et C indique une présence de certains taux de bulle d'aire incorporé l'ure de l'incorporation du CNC dans la matrice, il est aussi clair de l'enchantant A que le type de facture est fragile due aux présences des extrémité pointue et l'absences d'aucun trace d'élongation ou rétrécissement dans la surface de facture.

La faible magnitude de l'immigrée présenter ne peut pas nous donner une idée claire sur la distribution du CNC dans la matrice. Mais on peut dire que il ya un manque d'adhérence entre la phase de renfort et celle de la matrice.

Conclusion Générale

IV. Conclusion Générale

Ce travail s'inscrit dans une démarche visant à développer un matériau d'isolation électrique à haute tension alliant performance, durabilité et efficacité, à travers l'élaboration d'un nano composite innovant à base de résine phénol-formaldéhyde (PF) renforcée par des nanocristaux de cellulose (CNC). L'étude a été menée selon une approche méthodologique complète comprenant :

- L'extraction de la cellulose à partir du bois blanc,
- L'obtention des CNC par hydrolyse acide,
- La synthèse contrôlée de la résine PF,
- La formulation de composites PF/CNC avec différentes teneurs en renfort.

Les résultats obtenus ont démontré que l'intégration progressive des CNC dans la matrice PF a permis une amélioration remarquable des propriétés du matériau final. En effet :

- ✓ La stabilité thermique a été significativement renforcée, ce qui confère au composite une meilleure tenue face aux hautes températures
- ✓ La résistance mécanique a présenté une nette augmentation, en particulier aux tests de choc et de traction
- ✓ Les caractéristiques électriques ont montré une élévation de la résistivité et une amélioration de la capacité d'isolation, éléments essentiels pour les applications Haute Tension.

Parmi les formulations étudiées, la composition contenant 25 % de CNC s'est distinguée comme étant la plus performante, offrant un excellent équilibre entre rigidité, stabilité structurelle et efficacité électrique. Ce pourcentage représente ainsi un compromis optimal entre renfort mécanique et homogénéité de dispersion dans la matrice polymère.

Au regard de ces résultats, le nano composite PF/CNC apparaît comme une solution alternative prometteuse aux isolants conventionnels. Son caractère biosourcé, sa légèreté, sa stabilité thermique et ses propriétés isolantes en font un candidat solide pour une utilisation dans des environnements industriels exigeants, notamment dans les systèmes d'isolation Haute Tension.

En conclusion, ce travail ouvre la voie à de nouvelles perspectives de recherche, notamment l'optimisation de la modification de surface des CNC, l'étude du vieillissement électrique à long terme, ainsi que la possibilité de développer des matériaux d'isolation entièrement biosourcés. Ces axes de développement permettront d'améliorer davantage la fiabilité, la durabilité et la compétitivité de ces nouveaux nano composites dans le domaine de l'ingénierie électrique.

Références

V. Références

- [1] Nagaraja, S., Anand, P. B., Kumar, M. K., & Ammarullah, M. I. (2024). Synergistic advances in natural fibre composites: a comprehensive review of the eco-friendly bio-composite development, its characterization and diverse applications. *RSC Advances*, 14, 17594–17611.
- [2] Das, O., Samanta, A., & Bhowmick, B. (2023). Nanocellulose-based polymer composites: Recent developments and future perspectives. *Carbohydrate Polymers*, 301, 120384.
- [3] Pilato, L., & Knop, A. (2021). *Phenolic Resins: A Century of Progress*. Springer
- [4] Kargarzadeh, H., Ioelovich, M., Ahmad, I., Thomas, S., & Dufresne, A. (2022). *Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites*. Wiley-VCH.
- [5] Habibi, Y. (2020). Key advances in the chemical modification of nanocelluloses. *Chemical Society Reviews*, 49(14), 3846–3884
- [6] Wang, H., Xu, Y., Zhang, L., & Liu, Y. (2021). Recent advances in cellulose nanocrystals reinforced polymer composites for electrical insulation applications. *Carbohydrate Polymers*, 267, 118216.
- [7] Kawalerczyk, J., Dziurka, D., Mirski, R., Siuda, J., & Szentner, K. (2020). The effect of nanocellulose addition to phenol-formaldehyde adhesive in water-resistant plywood manufacturing. *BioResources*, 15(3), 5388–5401.
- [8] Reddy, J. P., Rhim, J. W., & Misra, M. (2018). Cellulose nanocrystals: synthesis, functional properties, and applications. *Nanomaterials*, 8(5), 277.
- [9] Pilato, L. A. (Ed.). (2010). *Phenolic resins: A century of progress*. Springer
- [10] Daily Inventors. (2024, November 1). Leo Baekeland: The father of plastics. Daily Inventors.
- [11] Gardziella, A., Pilato, L. A., & Knop, A. (2000). *Phenolic resins: Chemistry, applications, standardization, safety and ecology* (2nd ed.). Springer.
- [12] Gardziella, A., Pilato, L. A., & Knop, A. (2000). *Phenolic Resins: Chemistry, Applications, Standardization, Safety and Ecology* (2nd ed.). Springer-Verlag.

- [13] Plenco. (n.d.). Phenolic Novolac and Resol Resins. Plenco.
- [14] Stevens, M. P. (2009). *Polymer Chemistry: An Introduction*. Oxford University Press .
- [15] Gardziella, A., Pilato, L., Knop, A. (2000). *Phenolic Resins: Chemistry, Applications, Standardization, Safety and Ecology*. Springer .
- [16] Knop, A., & Pilato, L. A. (1985). *Phenolic Resins*. Springer .
- [17] Foyer, G. (2015). Synthèse de résines phénoliques bio-sourcées sans formaldéhyde pour l’industrie aérospatiale (Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier). Thèses.fr.
- [18] Pizzi, A. (1997). Phenolic Resin Adhesives. In: *Handbook of Adhesive Technology*. CRC Press.
- [19] Zhang, Y., Guo, Z., Wang, X., & Liu, Y. (2021). Phenolic resins and composites: Recent advances and applications. *Polymer Testing*, 97, 107120.
- [20] Stevens, M. P. *Polymer Chemistry: An Introduction* (3rd ed., Chap. 7). Oxford University Press.
- [21] Thébault, M., Kandelbauer, A., Müller, U., Zikulnig-Rusch, E., & Lammer, H. (2017). Factors influencing the processing and technological properties of laminates based on phenolic resin impregnated papers. *European Journal of Wood and Wood Products*, 75(6), 785–806.
- [22] Goodman, S. H. (2002). *Handbook of Thermosetting Plastics* (3rd ed.). William Andrew Publishing.
- [23] Gardziella, A., Pilato, L. A., & Knop, A. (2000). *Résines phénoliques*. Springer-Verlag.
- [24] ASTM D619-21. (2021). *Standard Test Methods for Phenolic Resins*. ASTM International.
- [25] Nielsen, L. E. (1974). *Mechanical Properties of Polymers and Composites*. Marcel Dekker.
- [26] Zhang, L., Chen, H., et al. (2019). *Journal of Materials Science*, 54(12), 8912–8925.

- [27] Blythe, A. R. (2005). *Electrical Properties of Polymers*. Cambridge University Press.
- [28] ASTM International. (2013). *ASTM D149-13: Standard Test Method for Dielectric Breakdown Voltage and Dielectric Strength of Solid Electrical Insulating Materials*.
- [29] Gardziella, A., Pilato, L. A., & Knop, A. (2000). *Phenolic Resins: Chemistry, Applications, Standardization, Safety and Ecology* (2nd ed.). Springer.
- [30] Gardziella, A., Pilato, L. A., & Knop, A. (2000). *Résines phénoliques*. Springer-Verlag.
- [31] Kutz, M. (2011). *Applied Plastics Engineering Handbook* (Chap. 12). William Andrew Publishing.
- [32] Goodman, S. H. (2002). *Handbook of Thermosetting Plastics* (3rd ed.). William Andrew Publishing.
- [33] Thébault, M., Kandelbauer, A., Müller, U., Zikulnig-Rusch, E., & Lammer, H. (2017). Factors influencing the processing and technological properties of laminates based on phenolic resin impregnated papers. *European Journal of Wood and Wood Products*, 75(6), 785–806.
- [34] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*, 110(6), 3479–3500.
- [35] Fengel, D., & Wegener, G. (1989). *Wood: Chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter.
- [36] Klemm, D., Heublein, B., Fink, H.-P., & Bohn, A. (2005). Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material.
- [37] Daher, H. (2024). *Comportement thermo-hygro-mécanique du bois soumis à des sollicitations accidentielles d'incendie* [Thèse de doctorat, École doctorale Science, Ingénierie et Environnement]. Laboratoire Navier & CSTB.
- [38] Kargarzadeh, H. et al. (2017). *Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites*. Wiley.
- [40] Huang, J., Dufresne, A., & Lin, N. (2019). *Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Materials*. Wiley.

- [41] Moon, R. J., Martini, A., Nairn, J., Simonsen, J., & Youngblood, J. (2011). Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, 40(7), 3941–3994.
- [42] Mohamed, M. A., Abd Mutualib, M., Mohd Hir, Z. A., Zain, M. F. M., Mohamad, A. B., Minggu, L. J., Awang, N. A., & Salleh, W. N. W. (2017). An overview on cellulose-based material in tailoring bio-hybrid nanostructured photocatalysts for water treatment and renewable energy applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 103, 1232–1256.
- [43] Habibi, Y. (2014). *Cellulose Nanocrystals: Properties, Production and Applications*. Wiley.
- [44] Guo, A., Sun, Z., Sathitsuksanoh, N., & Feng, H. (2020). A review on the application of nanocellulose in cementitious materials. *Nanomaterials*, 10(12), 2475.
- [45] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*, 110(6), 3479–3500.
- [46] Revol, J. F., Bradford, H., Giasson, J., Marchessault, R. H., & Gray, D. G. (1992). Helicoidal self-ordering of cellulose microfibrils in aqueous suspension. *International Journal of Biological Macromolecules*, 14(3), 170–172.
- [47] Abitbol, T., et al. (2016). Nanocellulose: A Sustainable Nanomaterial for Advanced Applications. RSC.
- [48] Randhawa, A., Dutta, S. D., Ganguly, K., Patil, T. V., Patel, D. K., & Lim, K.-T. (2022). A review of properties of nanocellulose, its synthesis, and potential in biomedical applications. *Bioengineering*, 9(1), 7.
- [49] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*
- [50] Sonowal, D., & Wani, K. M. (2025). Comprehensive review of cellulose nanocrystals: preparation, properties, modifications and applications. *Bulletin of the National Research Centre*, 49, 55. Et fig 12
- [51] Kargarzadeh, H., Mariano, M., Huang, J., Lin, N., Ahmad, I., Dufresne, A., & Thomas, S. (2017). Recent developments on nanocellulose reinforced polymer nanocomposites: A review. *Polymer*, 132, 368–393.

- [52] Moon, R. J., Martini, A., Nairn, J., Simonsen, J., & Youngblood, J. (2011). Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, 40(7), 3941–3994.
- [53] Oksman, K., Aitomäki, Y., Mathew, A. P., Siqueira, G., Zhou, Q., Butylina, S., Tanpichai, S., Zhou, X., & Hooshmand, S. (2016). Review of the recent developments in cellulose nanocomposite processing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 83, 2–18.
- [54] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*, 110(6), 3479–3500.
- [55] Liu, D., Chen, X., Yue, Y., Chen, M., Wu, Q., & Wang, P. (2011). Structure and rheology of nanocrystalline cellulose reinforced polyacrylamide hydrogels. *Colloid and Polymer Science*, 289(5-6), 603–611.
- [56] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*, 110(6), 3479–3500.
- [57] Li, X., Wu, Y., & Song, J. (2018). Recent advances in cellulose nanocrystals reinforced phenolic resins: Challenges and opportunities. *Carbohydrate Polymers*, 181, 654–664.
- [58] Pizzi, A. (2019). *Phenolic Resins and Nanocomposites*. Springer.
- [59] Yu, Z., Wang, W., & Chen, L. (2020). Cellulose nanocrystals reinforced phenolic resins: Structure, properties, and applications. *Composites Part B: Engineering*, 184, 107741.
- [60] Mohanty, M., et al. (2023). Sustainable High-Voltage Insulators from Bio-Based Composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 140(12), e53622.
- [61] Ghosh, H., et al. (2021). *Electrical Insulation for High-Voltage Systems*. Springer.
- [62] Zhang, L., et al. (2023). *Polymer Dielectrics for Energy Storage*. ACS Publications.
- [63] Zhang, X., Tu, Y., Cheng, Y., & Li, S. (2021). Aging characteristics and mechanisms of composite insulators in high-voltage applications: A review. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, 28(5), 1647–1658.
- [64] Fernandez, A. (2023). *Advanced Insulating Materials for Power Equipment*. Elsevier.

- [65] Huang, Y., et al. (2022). Materials Today Energy, 25, 100991.
- [66] Ducoulombier, D., Lazarre, F., Saint-Guirons, H., & Xans, P. (1986). Viscosimètre à corps chutant permettant de procéder à des mesures de viscosité de liquides sous hautes pressions. Revue de l’Institut Français du Pétrole, 41(1), 83-92.
- [67] Giron, D. (2013). Analyse thermique différentielle et calorimétrie différentielle à balayage (ATD et DSC) : principes et applications. Université du Québec à Trois-Rivières. Dépôt institutionnel
- [68] Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2017). Principles of Instrumental Analysis (7th ed.). Cengage Learning.
- [69] Pavia, D. L., Lampman, G. M., & Kriz, G. S. (2014). Introduction to Spectroscopy (5th ed.). Cengage Learning.
- [70] Griffiths, P. R., & de Haseth, J. A. (2007). Fourier Transform Infrared Spectrometry (2nd ed.). John Wiley & Sons.
- [71] Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2018). Materials Science and Engineering: An Introduction (10th ed.). Wiley.
- [72] ASTM International. (2010). ASTM D6110-10: Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics. ASTM International.
- [73] Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Joy, D. C., Lyman, C. E., Echlin, P., Lifshin, E., ... & Sawyer, L. (2017). Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. Springer.
- [74] Barsoukov, E., & Macdonald, J. R. (2005). Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications. Wiley-Interscience.
- [75] Csanyi, E. (n.d.). *Dielectric Strength of Insulator Materials*. EEP – Electrical Engineering Portal. Retrieved from
- [76] K.Facklr , L.G.Thygesen , microspectroscopy as applied to the study ey wood molecular structure wood sci technol (2013) . 47 : 203-22

Annex

VI. Annex



Figure VI.1: Filtration sous vide du CNC.

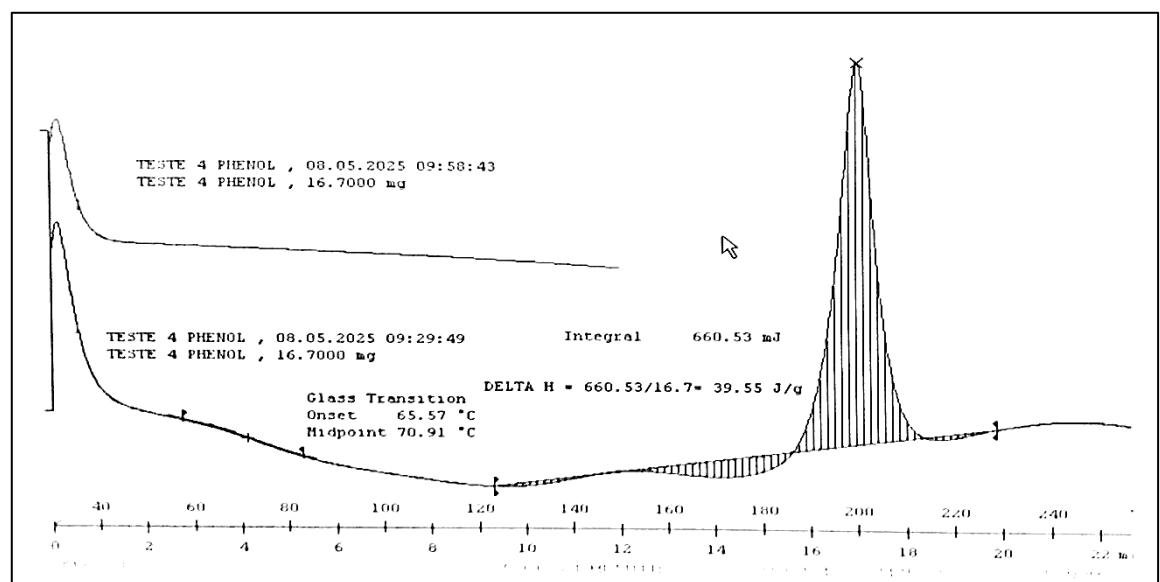


Figure VI.2 : Courbe DSC de la résine PF pure (Test 2).

Annex

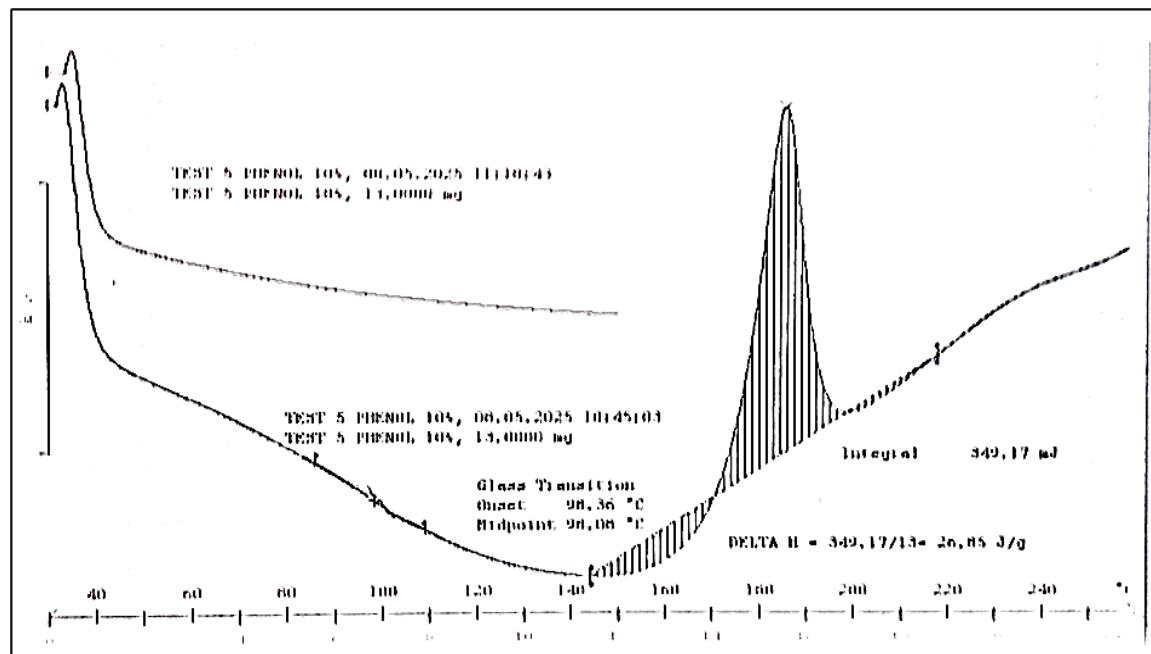


Figure VI.3 : Courbe DSC de la résine PF + 10 % CNC (Test 2).

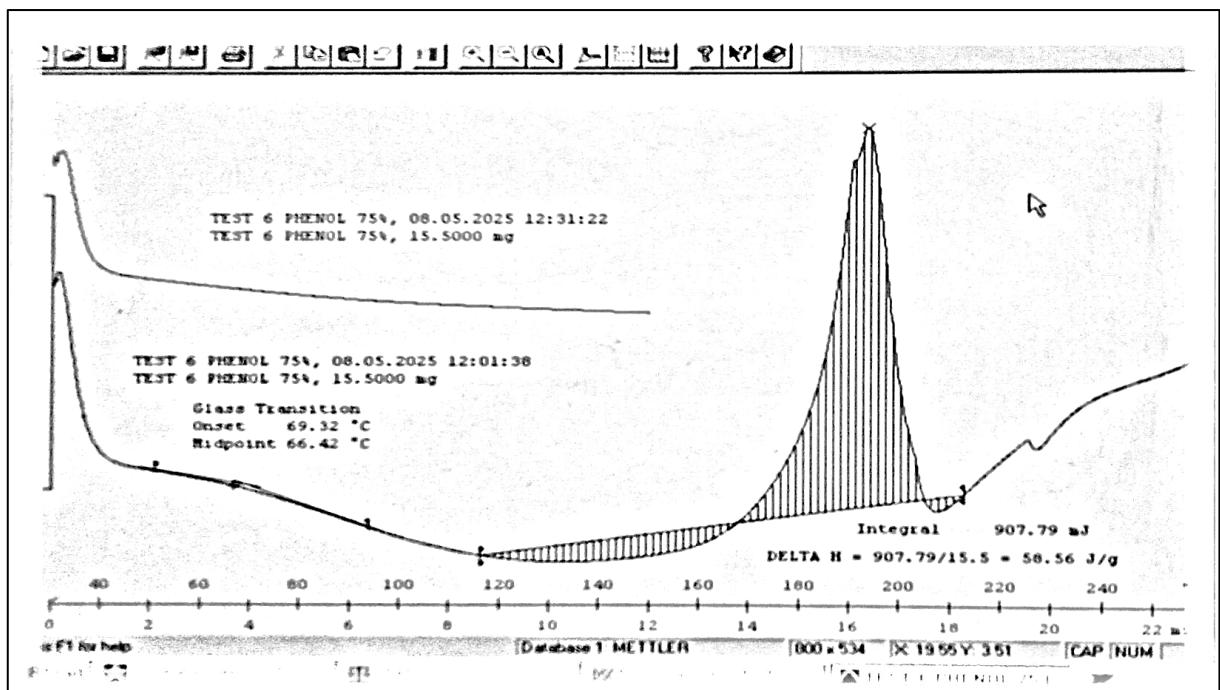


Figure VI.4 : Courbe DSC de la résine PF + 25 % CNC (Test 2)

Annex

Tableau VI.1 : résulta d'échantillon pur à 10 V

t(s)	10 V			
	V (mv)	I (μ A)	R (Ω)	ρ ($\Omega \cdot m$)
0	806.9	1.1	733545.455	29341.8182
15	708.6	1.1	644181.818	25767.2727
30	679.2	1.1	617454.545	24698.1818
45	661.5	1.1	601363.636	24054.5455
60	650	1.1	590909.091	23636.3636
75	643.8	1.1	585272.727	23410.9091
90	632.2	1.1	574727.273	22989.0909
105	629.7	1.1	572454.545	22898.1818
120	624.6	1.1	567818.182	22712.7273
135	619.1	1.1	562818.182	22512.7273
150	609.6	1.1	554181.818	22167.2727
165	606.4	1.1	551272.727	22050.9091
180	602.1	1.1	547363.636	21894.5455

Tableau VI.2 : résulta d'échantillon pur à 32 V

t(s)	32 V			
	V2 (mv)	I2(μ A)	R (Ω)	ρ ($\Omega \cdot m$)
0	5.038	4.5	1119555.56	44782.2222
15	4.96	4.5	1102222.22	44088.8889
30	4.9	4.5	1088888.89	43555.5556
45	4.855	4.5	1078888.89	43155.5556
60	4.813	4.5	1069555.56	42782.2222
75	4.776	4.5	1061333.33	42453.3333
90	4.746	4.5	1054666.67	42186.6667
105	4.709	4.5	1046444.44	41857.7778
120	4.68	4.5	1040000	41600
135	4.641	4.5	1031333.33	41253.3333
150	4.618	4.5	1026222.22	41048.8889
165	4.591	4.5	1020222.22	40808.8889
180	4.567	4.5	1014888.89	40595.5556

Annex

Tableau VI.3 : résultats d'échantillon pur à 64 V

t(s)	64 V			
	V3(mV)	I3(µA)	R (Ω)	ρ (Ω·m)
0	5.023	9.2	545978.261	21839.1304
15	4.942	9.2	537173.913	21486.9565
30	4.891	9.2	531630.435	21265.2174
45	4.847	9.2	526847.826	21073.913
60	4.807	9.2	522500	20900
75	4.77	9.2	518478.261	20739.1304
90	4.737	9.2	514891.304	20595.6522
105	4.705	9.2	511413.043	20456.5217
120	4.675	9.2	508152.174	20326.087
135	4.641	9.2	504456.522	20178.2609
150	4.613	9.2	501413.043	20056.5217
165	4.586	9.2	498478.261	19939.1304
180	4.563	9.2	495978.261	19839.1304

Tableau VI.4 : résultats d'échantillon PF II + 10% de CNC à 10 V

t(s)	10 V			
	V(v)	I(mA)	R (Ω)	ρ (Ω·m)
0	2.4	1	2400	96
15	2.528	1	2528	101.12
30	2.523	1	2523	100.92
45	2.493	1	2493	99.72
60	2.473	1	2473	98.92
75	2.447	1	2447	97.88
90	2.428	1	2428	97.12
105	2.414	1	2414	96.56
120	2.402	1	2402	96.08
135	2.391	1	2391	95.64
150	2.38	1	2380	95.2
165	2.37	1	2370	94.8
180	2.361	1	2361	94.44

Annex

Tableau VI.5 : résulta d'échantillon PF II + 10% de CNC à 32 V

t(s)	V(v)	I(mA)	32 V	
			R (Ω)	ρ ($\Omega \cdot m$)
0	7.546	1.2	6288.33333	251.533333
15	7.279	1.2	6065.83333	242.633333
30	7.061	1.2	5884.16667	235.366667
45	6.835	1.2	5695.83333	227.833333
60	6.553	1.2	5460.83333	218.433333
75	6.209	1.2	5174.16667	206.966667
90	5.86	1.2	4883.33333	195.333333
105	5.405	1.2	4504.16667	180.166667
120	5.125	1.2	4270.83333	170.833333
135	4.891	1.2	4075.83333	163.033333
150	4.679	1.2	3899.16667	155.966667
165	4.546	1.2	3788.33333	151.533333
180	4.385	1.2	3654.16667	146.166667

Tableau VI.6 : résulta d'échantillon PF II + 10% de CNC à 64 V

t(s)	V(v)	I(mA)	64 V	
			R (Ω)	ρ ($\Omega \cdot m$)
0	5.026	1.2	4188.33333	167.533333
15	4.538	1.2	3781.66667	151.266667
30	4.388	1.2	3656.66667	146.266667
45	4.297	1.2	3580.83333	143.233333
60	4.114	1.2	3428.33333	137.133333
75	3.996	1.2	3330	133.2
90	3.879	1.2	3232.5	129.3
105	3.778	1.2	3148.33333	125.933333
120	3.672	1.2	3060	122.4
135	3.58	1.2	2983.33333	119.333333
150	3.496	1.2	2913.33333	116.533333
165	3.408	1.2	2840	113.6
180	3.339	1.2	2782.5	111.3

Annex

Tableau VI.7 : résulta d'échantillon PF II + 25% de CNC à 10 V

t(s)	10 V			
	V(mv)	I(µA)	R (Ω)	ρ (Ω·m)
0	2.183	7	311857.143	12474.2857
15	2.05	7	292857.143	11714.2857
30	2.006	7	286571.429	11462.8571
45	1.975	7	282142.857	11285.7143
60	1.953	7	279000	11160
75	1.933	7	276142.857	11045.7143
90	1.911	7	273000	10920
105	1.897	7	271000	10840
120	1.889	7	269857.143	10794.2857
135	1.863	7	266142.857	10645.7143
150	1.848	7	264000	10560
165	1.831	7	261571.429	10462.8571
180	1.826	7	260857.143	10434.2857

Tableau VI.8 : résulta d'échantillon PF II + 25% de CNC à 32 V

t(s)	32 V			
	V(mv)	I(µA)	R (Ω)	ρ (Ω·m)
0	7.736	21.5	359813.953	14392.5581
15	7.625	21.5	354651.163	14186.0465
30	7.562	21.5	351720.93	14068.8372
45	7.529	21.5	350186.047	14007.4419
60	7.495	21.5	348604.651	13944.186
75	7.472	21.5	347534.884	13901.3953
90	7.45	21.5	346511.628	13860.4651
105	7.434	21.5	345767.442	13830.6977
120	7.416	21.5	344930.233	13797.2093
135	7.399	21.5	344139.535	13765.5814
150	7.383	21.5	343395.349	13735.814
165	7.375	21.5	343023.256	13720.9302
180	7.363	21.5	342465.116	13698.6047

Annex

Tableau VI.9 : résultats d'échantillon PF II + 25% de CNC à 64 V

t(s)	64 V			
	V(mV)	I(mA)	R (Ω)	ρ (Ω·m)
0	16.03	0.4	40075	1603
15	15.94	0.4	39850	1594
30	15.8	0.4	39500	1580
45	15.69	0.4	39225	1569
60	15.57	0.4	38925	1557
75	15.44	0.4	38600	1544
90	15.36	0.4	38400	1536
105	15.25	0.4	38125	1525
120	15.14	0.4	37850	1514
135	15.03	0.4	37575	1503
150	14.91	0.4	37275	1491
165	14.79	0.4	36975	1479
180	14.68	0.4	36700	1468

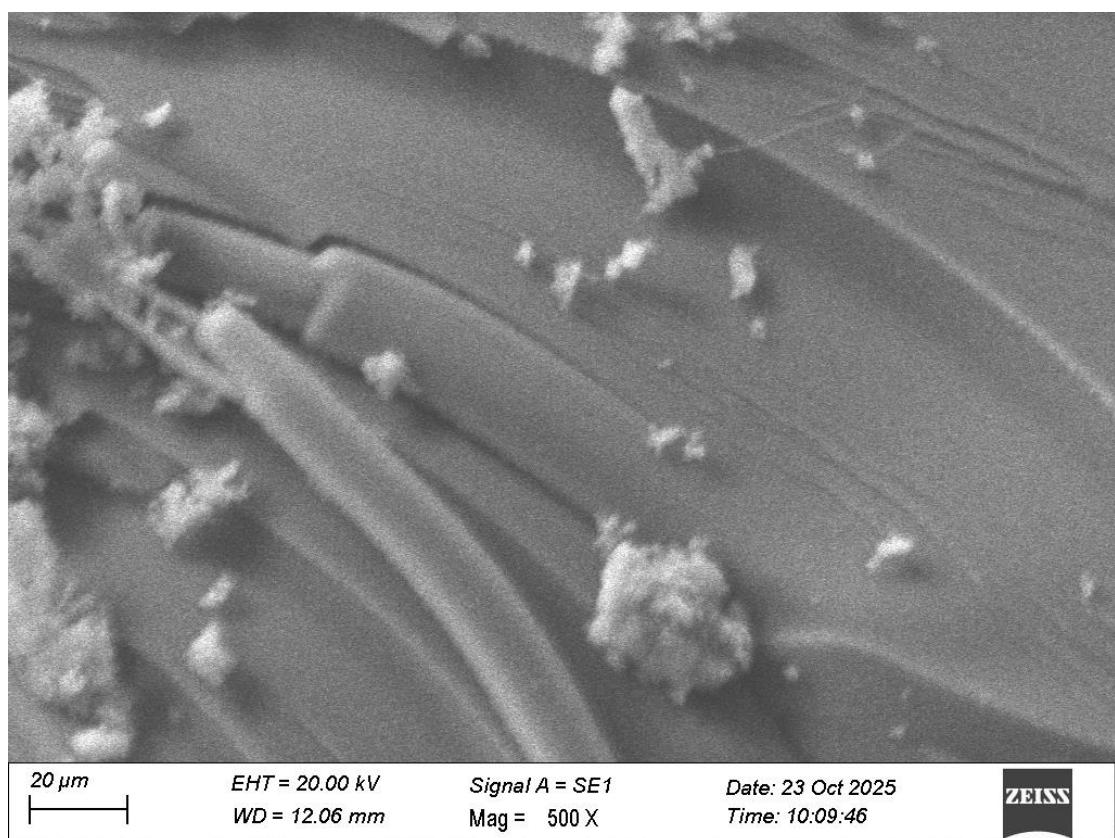


Figure VI.5 : micrographie MEB – vue générale de la surface

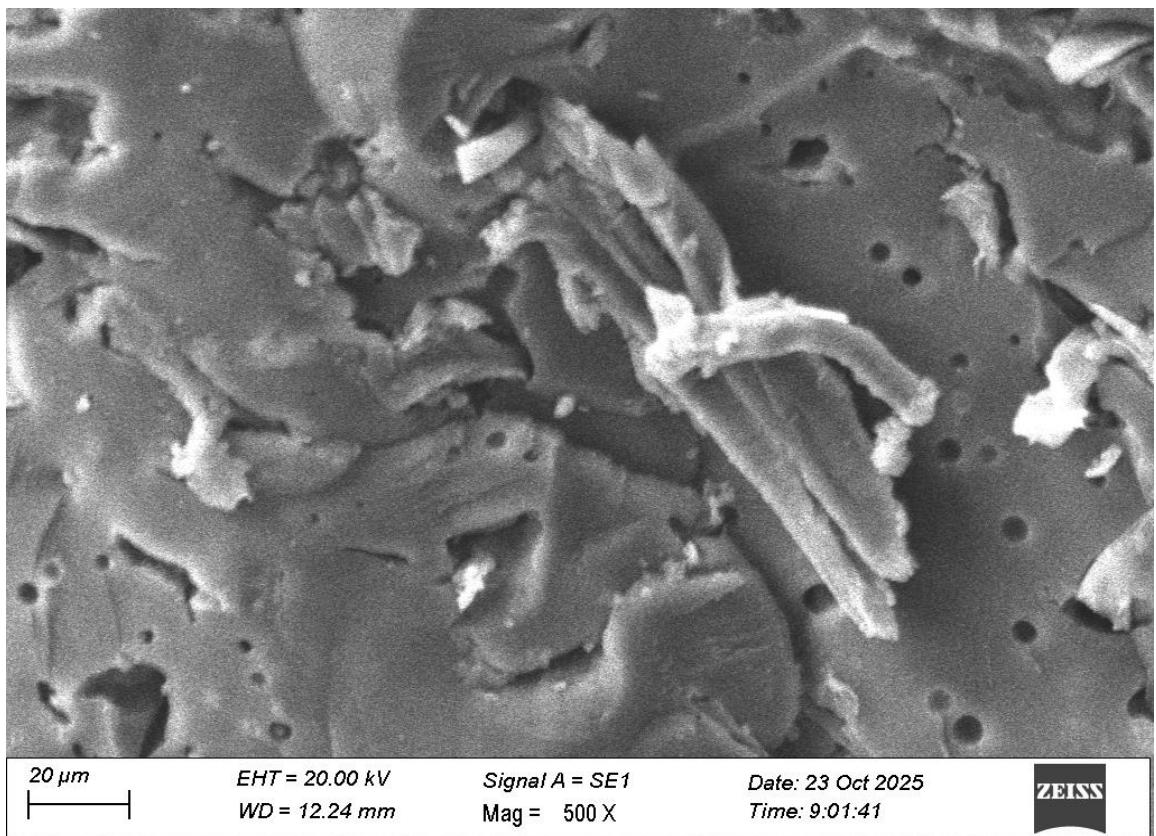


Figure VI.6 : micrographie MEB – détails morphologique

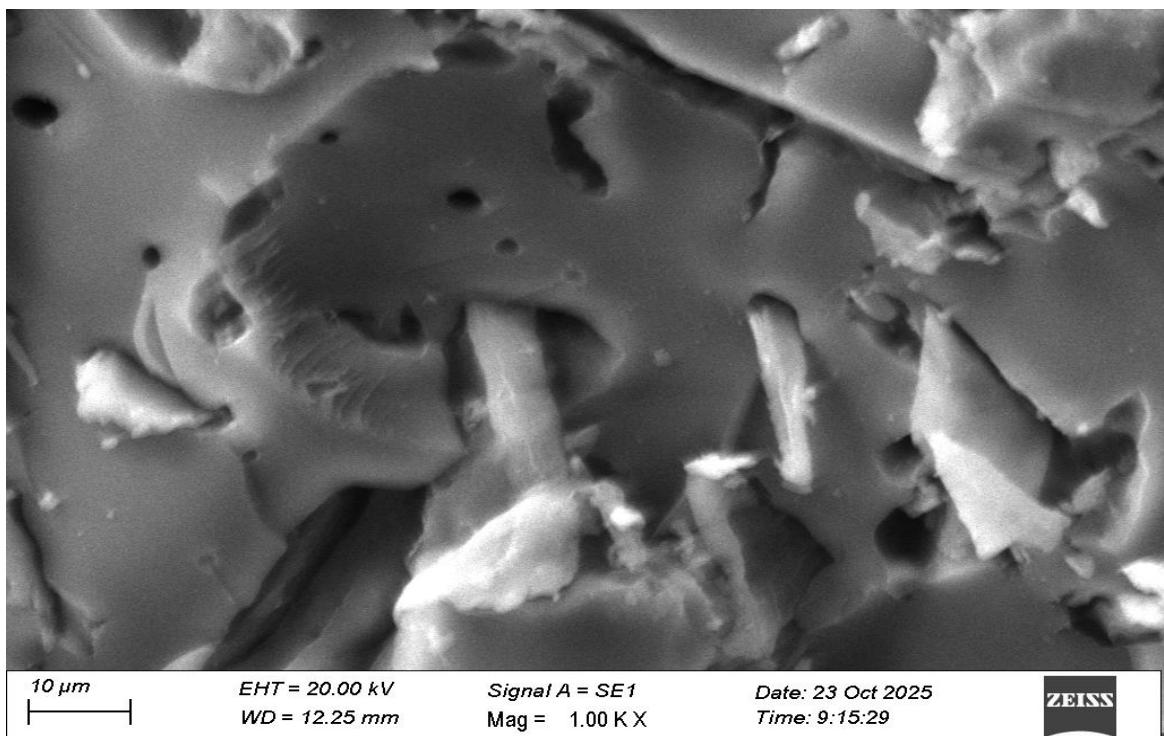


Figure VI.7 : micrographie MEB – structure à fort grossissement

Partie STARTUP



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



جامعة غرداية

عنوان:

تصنيع جهاز لعزل الجهد الكهربائي العالي باستخدام مواد
نانوية مركبة

العلامة التجارية:



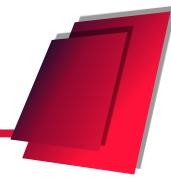
الاسم التجاري:

HISOLS

2025 / 2024

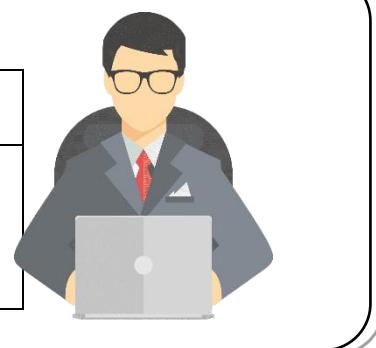


بطاقة معلومات



1- فريق الاشراف:

فريق الاشراف	
الشخص:	المشرف الرئيسي: (01)
التخصص:	طوبطي فريد
هندسة طرائق	



2- فريق العمل:

الكلية	التصنيف	فريق المشروع
علوم وتكنولوجيا	هندسة كيميائية	الطالبة: داودي صفاء
علوم وتكنولوجيا	هندسة كيميائية	الطالبة: الزغودي هند





فهرس المحتويات

المحور الأول: تقديم المشروع

1	1. فكدة المشروع (أصل المقرح)
1	2. القيم المقرحة
2	3. فريق العمل
2	4. أهداف المشروع
4	5. جدول زمني لتحقيق المشروع

المحور الثاني: الجوانب الابتكارية

6	1. طبيعة الابتكارات
6	2. مجالات الابتكارات

المحور الثالث: التحليل الاستراتيجي للسوق

8	1. عرض القطاع السوقى
9	2. قياس شدة المنافسة
10	3. الاستراتيجية التسويقية

المحور الرابع: خطة الإنتاج والتنظيم

12	1. عملية الإنتاج
12	2. الموردين
13	3. اليد العاملة
14	4. الشراكات الرئيسية

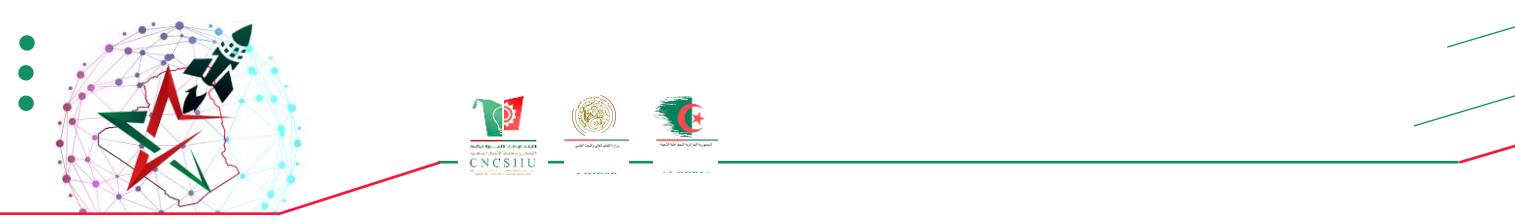
المحور الخامس: الخطة المالية

16	1. التكاليف والاعباء
17	2. رقم الأعمال
18	3. جدول حسابات النتائج المتوقعة
19	4. خطة الخنزير

المحور السادس: المنوج الأولي التجربى

21	1. المنوج التجربى
----	-------	-------------------





المحور الأول

تقديم المشروع





المحور الأول

تقديم المشروع

1. فكرة المشروع (الحل المقترن)

تطوير مادة نانوية مركبة عازلة كهربائياً عالية الأداء.

موجهة لتطبيقات العزل الكهربائي عالي التوتر (سونلغاز).

تعتمد على راتنج (الفينول-فورمالدهيد) مدعم بنانوكريستالات السيليلوز.

مراحل الإنجاز:

1. تحضير المواد الأولية.
2. تصنيع الراتنج والمركب.
3. التشكيل والمعالجة.
4. التوصيف والاختبارات.

الهدف: إنتاج نموذج أولي مطابق للمعايير.

التنفيذ في البداية بمخبر جامعة غرداية → ثم نقل المشروع نحو التجسيد الصناعي مع الشركاء.

2. القيم المقترنة:

الحداثة: تطوير مادة عازلة كهربائياً جديدة صديقة للبيئة وغير متوفرة سابقاً في السوق الوطني.

الأداء: خواص كهربائية وميكانيكية عالية تنافس المواد المستوردة.

التكيف: اعتماد مواد طبيعية محلية ومعاد تدويرها لتقليل تكلفة الإنتاج.

إنجاز المهمة: رفع كفاءة أنظمة العزل الكهربائي وتقليل الأعطال لدى المؤسسات الطاقوية.

التصميم: إمكانية تخصيص الأبعاد والأشكال حسب متطلبات شركات الكهرباء والصناعات.

السعر: منتج محلي عالي الجودة بسعر تنافسي مقارنة بالمستورد.

خفض التكاليف: تقليل النفقات بفضل المواد الأولية المتوفرة محلياً.

الحد من المخاطر: تقليل احتمالات التسربات أو الأعطال الكهربائية.

سهولة الوصول: توفير بديل محلي وتقليل الاعتماد على الاستيراد.

الملاءمة/سهولة الاستخدام: منتجات مصممة لتكون سهلة التركيب والاستعمال.



3. فريق العمل:

✓ يتكون فريق المشروع من الآتي:

الطالبة 01: داودي صفاء، تخصص هندسة كيميائية، قامت بدورات تدريبية في مجال ابتكار المواد المركبة، التحاليل الفيزيائية والكيميائية، وتسخير المشاريع الابتكارية في إطار القرار الوزاري 1275.

الطالبة 02: الزغودي هند، تخصص هندسة كيميائية، قامت بدورات تدريبية في مجال استخلاص المواد النباتية من مصادر طبيعية، تطوير المواد العازلة، والجودة الصناعية.

ويتمثل دور الطالبة داودي صفاء في الجوانب التقنية والتطبيقية، من تحضير العينات، إجراء التجارب الميدانية، والمساهمة في تحسين جودة المنتج النهائي وفقاً للمعايير الصناعية.

يتمثل دور الطالبة الزغودي هند في تسخير المشروع، البحث عن الأسواق المحتملة، التواصل مع الشركاء، والمساهمة في التسويق العلمي والابتكاري للمنتج.

✓ التنظيم المناسب (توزيع المهام والمسؤوليات).

داودي صفاء: تتکفل بجانب تحضير راتنج الفينول-فورمالدهيد، اختبار الزوجة، وتحليل المادة كيميائياً باستخدام أجهزة مثل UV-Vis و FTIR.

الزغودي هند: تشرف على استخلاص السليلوز النانوي البلوري (CNC)، تحضير النانو-مركب، وتنفيذ اختبارات العزل الكهربائي مثل اختبار الثابت العازل والمقاومة الحجمية.

تم جميع المهام في تنسيق تام، ضمن خطة عمل أسبوعية يتم من خلالها تقسيم المسؤوليات حسب التخصص والمهارة.

✓ طرق التفاعل والتواصل بين الفريق.

يعتمد الفريق على التواصل المستمر داخل بيئة العمل (المخبر الجامعي)، إلى جانب استعمال وسائل رقمية مثل Google Drive لتبادل الوثائق والنتائج، و WhatsApp للتنسيق السريع.

تعقد اجتماعات دورية أسبوعية لمتابعة التقدم، تحليل البيانات، وتحطيط المراحل المقبلة.

كما يتم توثيق جميع الخطوات في دفاتر مخبرية خاصة لضمان دقة العمل وسهولة تتبع تطويره.

يخطط الفريق مستقبلاً لتوسيع التشكيلة من خلال ضم تقنيين مختصين في الكهرباء الصناعية

وخبراء في تطوير المنتجات، إلى جانب الاستعانة بمستشارين أكاديميين ومهنيين من أجل المرور من

النموذج الأولي إلى الإنتاج الصناعي والتسويق الفعلي.

4. أهداف المشروع:

نسعى إلى أن نصبح المنتج رقم واحد في الجزائر في مجال العوازل الكهربائية عالية التوتر المصنوعة من مواد نباتية طبيعية خلال أول 5 سنوات، مع استهداف حصة سوقية تصل إلى 35% من السوق الوطني.



على المدى القريب (1-2 سنوات)

- تطوير نموذج أولي فعال للمادة العازلة.
- الحصول على شهادات المطابقة (معايير الجودة الكهربائية).
- استهداف حصة سوقية أولية بـ 3% عبر فروع سونلغاز والمؤسسات الصغيرة.

على المدى المتوسط (3-5 سنوات)

- الانتقال إلى التصنيع شبه الصناعي بشراكة صناعية أو في إطار مؤسسة ناشئة.
- توسيع شبكة الزبائن لتشمل المؤسسات العمومية والخواص في مجال الطاقة والصيانة.
- بلوغ حصة سوقية بين 10% و15% وطنياً.

على المدى البعيد (5 سنوات فأكثر)

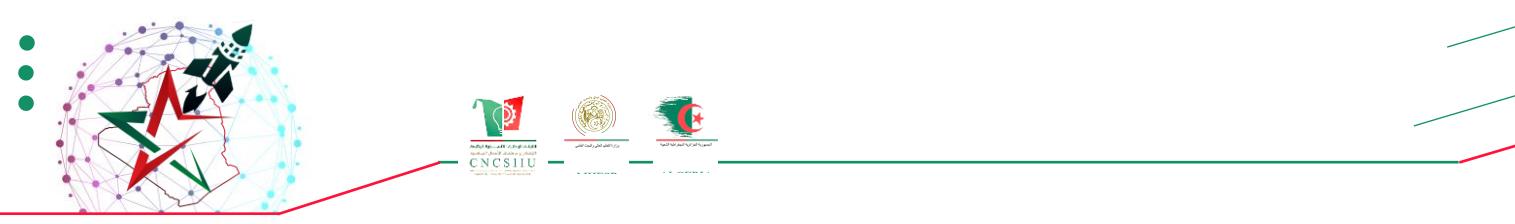
- تنوع أشكال العوازل المنتجة (أقراص، ألواح، قوالب تركيبية).
- التوجه نحو التصدير لأسواق إفريقية وغاربية.
- تثبيت مكانة المشروع كمزود رئيسي في الجزائر مع حصة تفوق 35% وطنياً.



5. جدول زمني لتحقيق المشروع:

الشهر أو الأسبوع

النتائج الرئيسية	7	6	5	4	3	2	1	الأعمال	
تحديد الموقع، تأسيس ملف قانوني وتقني						✓	✓	الدراسات الأولية: اختيار مقر الوحدة الإنتاجية، إعداد الوثائق	
تجهيز المعدات المخبرية والإنتاجية					✓	✓		طلب وشراء التجهيزات (أفران، قوالب، أجهزة اختبار...)	
بيئة عمل مناسبة وفق شروط السلامة				✓	✓			تهيئة وتجهيز مقر الإنتاج	
جاهزية خطوط التحضير والتشكيل			✓	✓				تركيب وتشغيل المعدات	
تخزين آمن للمواد وتحضير أولى للخلطات		✓						اقتناء المواد الأولية (راتنج، إضافات) CNC	
إنتاج أولى لاختبارات الجودة والتسويق	✓	✓						تحضير أول دفعة تجريبية من المنتج	
تقارير اختبار الجودة، ضبط المواصفات	✓	✓						تقييم وتحليل المنتج (اختبارات كهربائية وmekanikie)	
بداية التوزيع وبناء علاقات مع الزبائن	✓							إطلاق الإنتاج والتسويق الأولي	



المحور الثاني

الجوانب الابتكارية



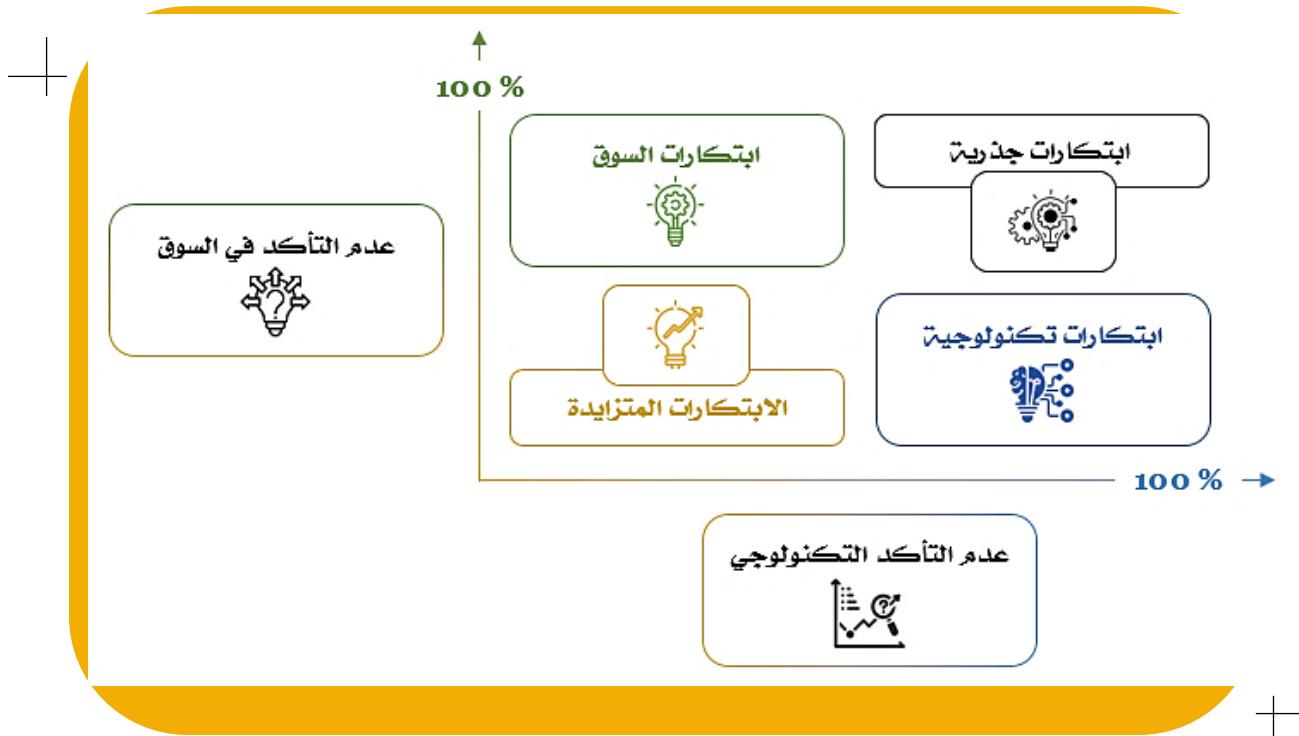


المحور الثاني

الجوانب الابتكارية

1. طبيعة الابتكارات:

ينبغي أن يحدد هنا طبيعة الابتكارات المعتمدة في المشروع:



2. مجالات الابتكارات:

من خلال الحالات السابقة يمكن ان يشمل الابتكار المجالات التالية:

- ✓ عمليات جديدة: تصنيع محلي مبتكر بمواد نانوية طبيعية وبتكلفة منخفضة مقارنة بالطرق المستوردة.
- ✓ تجارب جديدة: منتج محلي عالي الأداء وصديق للبيئة كبديل للمواد الكيميائية التقليدية، يعزز ثقة المؤسسات الجزائرية.
- ✓ ميزات جديدة: خصائص كهربائية وحرارية محسنة، خفة الوزن، مقاومة للرطوبة والحرارة، ملائم للعزل عالي التوتر.
- ✓ عملاء جدد: اسهداف ورشات الصيانة، شركات التوزيع، والفاعلين في مشاريع الطاقات المتجددة.
- ✓ عروض جديدة: منتج نانوي عازل وصديق للبيئة يُطرح لأول مرة في السوق الوطني.
- ✓ نماذج جديدة: نموذج أعمال يجمع بين التصنيع المحلي، البحث المخبري، والتسويق المباشر، مع إمكانية التوسيع



المحور الثالث

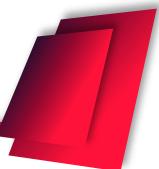
التحليل الاستراتيجي للسوق





المحور الثالث

التحليل الاستراتيجي للسوق



1. عرض القطاع السوقى:

✓ السوق المحتمل:

مؤسسات الكهرباء (سونلغاز وفروعها، الصيانة، النقل، التوزيع) ، شركات الشبكات الكهربائية والطاقات المتجددة ، ورشات الكهرباء الصناعية.

الحافز: الجودة، خفض التكاليف، بديل محلي صديق للبيئة.

التوزيع: عبر كامل التراب الوطني، خاصة المناطق الصناعية الكبرى.

الحجم: 50 فرع لسونلغاز ، عشرات المقاولات الخاصة ،آلاف الوحدات سنوياً.

✓ السوق المستهدف (الشريحة):

فروع سونلغاز (النقل، التوزيع، الصيانة).

بعض المقاولات الخاصة الكبرى.

✓ مبررات الاختيار

أكبر مستهلك للعوازل الكهربائية.

حاجة مستمرة ومتعددة.

تواافق مع سياسة الإحلال محل الواردات.

✓ إمكانية العقود

صفقات مع سونلغاز وفروعها.

شراكات مع ورشات ومقاولات خاصة.

اتفاقيات مستقبلية مع مشاريع الطاقات المتجددة.



2. قياس شدة المنافسة:

✓ المنافسون المباشرون

شركات أجنبية موردة للعوازل: أوروبا (فرنسا، ألمانيا، إيطاليا)، آسيا (الصين، كوريا الجنوبية...)

نقاط قوتهم: مواصفات عالمية + شبكة توزيع قوية.

نقاط ضعفهم: أسعار مرتفعة + تأخر التوريد + ضعف التكيف مع البيئة المحلية.

المنافسون غير المباشرين

ورشات محلية صغيرة: حلول يدوية/شبه صناعية، جودة ضعيفة.

مستوردو مواد بلاستيكية/عوازل عامة: غير مهيئة للجهاد العالي، تستخدم كبديل مؤقت.

✓ أعدادهم وحصصهم السوقية

مستوردون كبار 5-10: فاعلين يسيطرون على 80-90% من السوق.

ورشات محلية: كثيرة، غير منظمة وصعبة الحصر.

✓ نقاط قوتهم:

- توفر منتجاتهم بمواصفات دولية معروفة.
- وفرة العرض وتنوعه.
- شبكة توزيع قائمة منذ سنوات.

✓ نقاط ضعفهم:

- ارتفاع الأسعار بسبب التكاليف الجمركية واللوجستية.
- تأخر في التوريد خاصة في الفترات الحرجة.
- عدم توافق بعض المنتجات مع الخصوصيات البيئية والمناخية الجزائرية.
- عدم وجود دعم تقني أو خدمة ما بعد البيع محلياً.



3. الاستراتيجيات التسويقية

نعتمد في تسويق منتجاتنا على استراتيجية متوازنة وفعالة ترتكز على تقديم منتج عالي الجودة بسعر تنافسي، بفضل التحكم في تكلفة الإنتاج من خلال استعمال مواد أولية محلية وتقنيات تصنيع نانوية متقدمة، وهو ما يسمح لنا بتقليل الاعتماد على المواد المستوردة غالبية الشمن. نسعى إلى تمييز أنفسنا في السوق من خلال:

تسعير ذكي وتنافسي: حيث يتم ضبط الأسعار وفقاً لهيكل التكلفة المحلي المدروس، بما يسمح بجذب الزبائن الذين يبحثون عن بديل وطني أقل تكلفة دون المساس بالجودة.

ترويج موجه وفعال: عبر حملات تعريفية ميدانية موجهة للمؤسسات الطاقوية والمهنية (ورشات الكهرباء، وحدات التوزيع)، بالإضافة إلى تقديم عروض تجريبية مجانية.

قنوات توزيع مرنة: تشمل التوزيع المباشر للمؤسسات، التعاون مع ممثلي محليين في الولايات الصناعية، واستعمال أدوات رقمية مستقبلية لتسهيل الطلبيات والعقود.

خدمة ما بعد البيع: نولي اهتماماً خاصاً بالتواصل مع الزبائن عبر قنوات مباشرة (الهاتف، البريد، زيارات ميدانية)، مع إمكانية تطوير نظام شكاوى وملحوظات إلكتروني يضمن معالجة سريعة لأي إنشغال. نعتبر أن الزبائن هم رأس المال المؤسسة، لذا نحرص على بناء علاقات طويلة المدى قائمة على الثقة، الأداء، والاستجابة السريعة.



المحور الرابع

خطة الإنتاج والتنظيم





المحور الرابع

خطة الإنتاج والتنظيم



1. عملية الإنتاج:

تمر عملية إنتاج المادة العازلة الكهربائية في مشروعنا بعدة مراحل منظمة بدقة لضمان الجودة العالية للمنتج النهائي. وفيما يلي عرض مفصل لكل مرحلة:

إقتتاء المواد الأولية



- راتنج PF (عازل ممتاز + مقاومة حرارية).
- نانو كريستالات السيليكون (معزز ميكانيكي وحراري).
- إضافات (محفزات + مذيبات صديقة للبيئة).

التصنيع / الخلط



- خلط راتنج مع نانو كريستالات السيليكون بنسب مدروسة.
- التحكم في ظروف التفاعل (حرارة، زمن، الحموضة).

(Moulage)



- صب الخليط في قوالب (أقراص، شرائط....).
- تجفيف ومعالجة حرارية لضمان التصلب والخواص.

تكيف المنتج / فحص الجودة



- فحص بصري وتشذيب/صنفه.
- اختبارات أولية (مقاومة، ثبات، عزل).

التعينة والتغليف



- تغليف مضاد للرطوبة والصدمات.
- وسم كل وحدة برمز تعريفي (دفعة + تاريخ إنتاج).



✓ جودة المواد

يتم اختيار المواد الأولية وفق معايير جودة دقيقة، مع ضمان التخزين الجيد والمراقبة الدورية للحفاظ على خصائص العزل الكهربائي وثبات جودة المنتج النهائي.

2. **الامن الصناعي:** يولي المشروع أهمية كبيرة للأمن الصناعي من خلال احترام قواعد السلامة داخل وحدة الإنتاج، باستعمال معدات الوقاية الفردية، تأمين المعدات والمواد الكيميائية، وتنظيم فضاء العمل للحد من المخاطر المهنية وضمان سلامة العمال والمعدات.

3. التمويل:

✓ تحديد سياسة الشراء

مواد أولية: راتنج CNC ، PF ، مذيبات.

لوازم: معدات حماية، أواني، قوالب، مواد تنظيف.

تجهيزات: خلاطات، أفران، أجهزة تحليل (Viscosimètre، MEB، ...).

✓ تحديد اهم الموردين

محليون: مواد نباتية وكيميائية أساسية.

دوليون: أجهزة دقيقة ومكونات متقدمة.

✓ تحديد سياسة الدفع ووقت الاستلام

محليون: نقداً أو آجلة.

دوليون: دفع جزئي مسبق + تحويل بعد التسليم.

آجال التسليم: 3-7 أيام (محلي)، 20-45 يوم (مستورد).

4. اليد العاملة:

1. عدد المناصب

المرحلة الأولى: 8-12 منصب مباشر.

على المدى المتوسط: أكثر من 20 منصب.

2. التخصصات المطلوبة

مهندسو وتقنيون (كيمياء، بوليمرات، الكتروتقني).

عمال إنتاج وتشكيل.

أعوان مراقبة الجودة والتحليل.

إداريون وتقنيون دعم (تسخير، تسويق، لوجستيك).

3. مدة تسليم الأجر

تُصرف أجر العمال والمهندسين بصفة شهرية، مع احترام القوانين المعمول بها فيما يخص الأجر والاشتراكات الاجتماعية.

4. أماكن التوظيف

اليد العاملة متوفرة محلياً (غرداء، ورقلة، بسكرة، تمراست).

5. المناولة المحتملة

تصنيع القوالب.

خدمات التحليل المتقدم (MEB ، FTIR).

النقل والتوزيع

4. الشراكات الرئيسية :

يعتمد مشروعنا على شبكة من الشراكات المتنوعة لضمان التكامل في جميع مراحل الإنجاز، من البحث والتطوير إلى التصنيع والتسويق. ومن بين هذه الشراكات:

✓الحاضنات الجامعية

• حاضنة جامعة غرداء: مراقبة المشروع في إعداد نموذج العمل، التكوين الريادي، التقديم للمسابقات، والاستفادة من فضاء العمل والتجهيزات.

✓الموردون المحليون والدوليون

• موردو المواد الكيميائية (PF ، محفزات، مذيبات).



- موردو المعدات التحليلية والتقنية (أفران، خلاطات، أجهزة تحليل).

✓ المخابر الجامعية والعلمية

- مخابر الهندسة الكيميائية ومخابر التحاليل الفيزيائية لتوفير الدعم العلمي والتحاليل الدقيقة .

✓ الهيئات العمومية

- سونلغاز كشريك استراتيجي محتمل في التجريب والتوزيع ضمن مشاريع الطاقة.
- ANSEJ / CNAC للمراقبة والدعم في التأسيس.
- مراكز البحث مثل CRNA أو CDER في مجال المواد والعزل.

✓ المؤسسات المالية

- البنوك المحلية: لتمويل المعدات الثقيلة والمرحلة الصناعية.
- صندوق تمويل الابتكار (في إطار القرار الوزاري 1275) لغطية جزء من تكاليف التطوير والمنذجة.



المحور الخامس

الخطة المالية





المحور الخامس

الخطة المالية

1. التكاليف والأعباء:

✓ أولاً: التكاليف الاستثمارية (ثابتة)

- معدات التحضير (خلاطات، قوالب، أفران) 900,000 دج
- أجهزة تحليل (Viscosimètre, MEB, UV,...): 1,500,000 دج
- تجهيز فضاء العمل 500,000 دج
- التطوير والندجة 300,000 دج
- التسويق الرقمي والمنصة 300,000 دج
- المجموع التقديري: ~ 3,500,000 دج

✓ ثانياً: التكاليف التشغيلية (متغيرة / شهرية)

- المواد الأولية (CNC, PF, مذيبات): 100,000 دج
- الرواتب 250,000 دج
- الكهرباء، الماء والصيانة 60,000 دج
- التغليف والنقل 40,000 دج
- الإجمالي الشهري: ~ 450,000 دج

✓ طرق ومصادر الحصول على التمويل.

- حاضنة الجامعة (القرار 1275): تمويل أولي بـ 800,000 دج.
- برامج الدعم العمومي (ANSE - CNAC):
- شراكات صناعية محتملة: مع سونلغاز أو مؤسسات طاقوية (تجربة/طلبات مسبقة).
- قرض بنكي: قصير أو متوسط الأجل لتغطية الاستثمارات الثقيلة.
- مساهمات شخصية/عائلية: لتمويل النفقات الاستعجالية.

✓ كيفية استرداد الأموال (جدول العوائد).

السنة	التكاليف الإجمالية (دج)	رقم الأعمال (دج)	الأرباح المتوقعة	نسبة استرداد رأس المال
السنة 1	5,500,000	7,000,000	1,500,000	43%
السنة 2	6,000,000	10,000,000	4,000,000	85%
السنة 3	6,500,000	14,000,000	7,500,000	100% + توسيع



2. رأس المال العام

يمثل رأس المال العام إجمالي الأموال المخصصة لتأسيس المشروع، ويشمل التكاليف الاستثمارية والتشغيلية الأولية الازمة لانطلاق النشاط.

3. رقم الأعمال :

يمثل رقم الأعمال إجمالي المداخيل الناتجة عن بيع المنتج العازل الكهربائي) المصنوع من راتنج PF المعزز بـ (NCF) لفائدة المؤسسات الصناعية، وخاصة شركات الكهرباء والطاقة.

✓ فرضية تسويقية أساسية:

- سعر بيع الوحدة 15,000 دج
- القدرة الإنتاجية الأولية 300 وحدة/شهر
- فترة التسويق التجاري: 3 أشهر
- انطلاق التوزيع التجاري بداية من الشهر الرابع

✓ رؤية تفاؤلية (Scénario optimiste)

تفترض تسويق ناجح، دعم من شركاء صناعيين، وتوسيع سريع في السوق:

رقم الأعمال المتوقع	عدد الوحدات المباعة	السنة
37,500,000 دج	2,500 وحدة	السنة 1
67,500,000 دج	4,500 وحدة	السنة 2
90,000,000 دج	6,000 وحدة	السنة 3

يتوقع استرجاع رأس المال خلال 18 شهراً، مع توسيع تدريجي في الحصة السوقية.

✓ رؤية تفاؤلية (Scénario pessimiste)

تفترض تأخر في الترويج، بعض الصعوبات في التوزيع أو انخفاض الطلب:

رقم الأعمال المتوقع	عدد الوحدات المباعة	السنة
18,000,000 دج	1,200 وحدة	السنة 1
30,000,000 دج	2,000 وحدة	السنة 2
45,000,000 دج	3,000 وحدة	السنة 3

في هذا السيناريو، نحتاج إلى دعم إضافي مالي وتسويقي لتسريع الأداء.



4. جدول حسابات النتائج المتوقعة:

✓ جدول النتائج المتوقعة - السنة المحاسبية الأولى

العنصر	القيمة (دج)
رقم الأعمال (إجمالي المبيعات)	7,500,000
تكلفة المواد الأولية	1,200,000
الأجور والرسوم الاجتماعية	2,500,00
تكاليف الطاقة والصيانة	600,000
تكاليف النقل واللوجستيك	400,000
الإهلاكات (تجهيزات ومعدات)	500,000
التكاليف الإدارية والتسويق	300,000
مصاريف أخرى (تأمين، خدمات...)	200,000
مجموع الأعباء السنوية	5,700,000
صافي الربح (المبيعات - الأعباء)	1,800,000 دج

✓ جدول احتياجات رأس المال العامل (BFR)

العنصر	القيمة (دج)	ملاحظات
مخزون المواد الأولية	400,000	لتغطية شهرين من الإنتاج
ديون الزبائن (مدة التحصيل	800,000	أجل تحصيل من الزبائن: 30 يوم
ديون الموردين (مدة السداد	-500,000	أجل الدفع للموردين: 30 يوم
(مخزون + ديون الزبائن) - ديون الموردين	700,000 دج	تمثل الحاجة المؤقتة لرأس المال



✓ خطة الخزينة - السنة الأولى

الشهر	الإيرادات (دج)	النفقات (دج)	الرصيد الشهري (دج)	الرصيد التراكمي (دج)
جانفي	0	400,000	-400,000	-400,000
فيفري	0	400,000	-400,000	-800,000
مارس	2,000,000	500,000	+1,500,000	+700,000
أفريل	2,500,000	600,000	+1,900,000	+2,600,000
ماي	3,000,000	700,000	+2,300,000	+4,900,000
جوان	3,000,000	700,000	+2,300,000	+7,200,000
جويلية	3,000,000	700,000	+2,300,000	+9,500,000
أوت	2,500,000	600,000	+1,900,000	+11,400,000
سبتمبر	2,000,000	600,000	+1,400,000	+12,800,000
أكتوبر	1,500,000	600,000	+900,000	+13,700,000
نوفمبر	1,000,000	600,000	+400,000	+14,100,000
ديسمبر	1,000,000	600,000	+400,000	+14,500,000

ملاحظات:

- الإيرادات تبدأ فعلياً من شهر مارس، بعد انتهاء مرحلة التجريب والإنتاج الأولى.
- النفقات تشمل: المواد الأولية، أجور العمال، النقل، الصيانة، وتكاليف أخرى.
- الرصيد التراكمي يُظهر تطور السيولة في حساب المشروع شهرياً.



المحور السادس

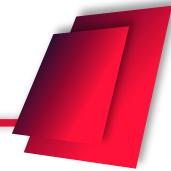
النموذج الأولي التجريبي





المحور السادس

النموذج الأولي التجريبي



النموذج الأولي التجريبي (Prototype Fonctionnel)

تمكننا من إنجاز نموذج أولي لمادة عازلة كهربائياً يعتمد على راتنج PF مدعّم بـ CNC ، يمثل الخطوة الأولى نحو المنتج الصناعي النهائي.

مراحل الإنجاز:

- تحضير المواد: استخلاص CNC وتحضير راتنج PF.
- ضبط التركيبة: تحديد نسب التعزيز المثلث.
- التشكيل (المولاج): صب تحت ضغط وحرارة مدرّوسة.
- الاختبارات الأولية: مقاومة، مقاومية، ثابت عازل، لزوجة.
- التوثيق: صور وفيديوهات تُثبت نجاح العملية.

ملاحظات:

- النموذج متوفّر فعلياً للعرض أمام لجنة التقييم.
- سيُعتمد كأساس لتطوير منتج صناعي نهائي مطابق للمعايير.





BMC

المشكلة

الاعتماد الكبير على العوازل الكهربائية المستوردة ذات التكلفة المرتفعة، طول أجل التوريد، وضعف التكيف مع الظروف المناخية المحلية

بدائل مستدامة استبدال العوازل المستوردة بمنتج محلي يعتمد على مواد طبيعية ويلقلل الأثر البيئي وتكليف النقل

القيمة المترددة
منتج وطني على الجودة، أداء كهربائي وحراري محسن، سعر تنافسي، صديق للبيئة، قابل للشخص حسب احتياجات الزبون

ورشات الصيانة الصناعية

شراحت العلاء
فروع سوتنغاز، مؤسسات الطاقة، المقاولات الكهربائية، ورشات الصيانة الصناعية

المقديس الرئيسية
عدد الوحدات المنتجة
والنوعية، نتائج اختبارات
الغزل، رقم الأعمال، صافي
الربح، مدة استرداد رأس المال

الحل المقترن
تصنيع عوازل
كهربائية عالية الجهد باستعمال مواد نانوية مركبة (ارتفاع PF مدعوم بـ CNIC محلية، عالية
الأداء وأقل تكلفة

المستخدمون الأولي
فروع سوتنغاز (النقل، التوزيع،
الصيانة) والمؤسسات المعمومية
الطاقة

ثبات التوزيع
البيع المباشر للمؤسسات،
صفقات واتفاقيات، شراكات
محليه، توزيع ميداني

هيكل التكاليف
تكاليف ثانية: معدات وتجهيزات.
تكاليف تشغيلية: مواد أولية، أجور، طاقة، نقل وتخزين

مصادر الإيرادات
بيع وحدات العمل الكهربائي، عقود تزويد طولية المدى



رقم: 260/ح.أ.ج.غ/2025

شهادة توطين مشروع مبتكر وفق القرار 008 المعدل والمتمم للقرار 1275

أنا الممضي أسفله، السيد: د/ طالب أحمد نور الدين

مسير حاضنة الأعمال: جامعة غرداية

المقر الاجتماعي/ العنوان: المنطقة العلمية، ص ب 455، غرداية، 47000، الجزائر

بتاريخ: 2025/04/10

رقم علامة الحاضنة: 1004253146

طبيعة المشروع: مؤسسة ناشئة

أشهد أن الطالب (ة) / الطلبة التالية أسماؤهم:

الكلية	التخصص	الطور الدراسي	الإسم واللقب
كلية العلوم والتكنولوجيا	هندسة كيميائية	M2	هند الزغودي
كلية العلوم والتكنولوجيا	هندسة كيميائية	M2	صفاء الداودي

تحت إشراف الأستاذ(ة) /الأستاذة التالية أسماؤهم:

الكلية	التخصص	الرتبة	الإسم واللقب
كلية العلوم والتكنولوجيا	هندسة طرائق	أستاذ محاضر	فريد الطبوطي

تم توطينه على مستوى حاضنة أعمال جامعة غرداية - مشروع تحت اسم:

Fabrication d'un dispositif pour isolation électrique a haut tension par des matériaux nano composites.

خلال السنة الجامعية: 2025/2024

سلمت هذه الشهادة بطلب من المعنى للإدلاء بها في حدود ما يسمح به القانون.

حرر في غرداية بتاريخ: 16/06/2025



Autorisation d'impression finale d'un mémoire de master

	Nom et prénom	Signature
Examinateur 1	BOUTKARZI Hind	
Examinateur 1		
Encadrant	Zouaïti Farid	
Co-encadrant	-	-

Soussigne Mr^e Bouziane Kheireddine

Président de jury des étudiant (s): Daoudi Sofi / Zghouchi Hind

Filière : Génie des procédés ; Spécialité : Génie chimique

Thème: Fabrication d'un dispositif pour isolation électrique en HT par des matériaux nano-composites

Autorise le (s) étudiant (s) mentionné (s) ci-dessus à imprimer et déposer leur (s) manuscrit final au niveau du département.

Ghardaïa le: 2020 جويلي 07

Président de jury



Le chef de département

