



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 وهران 2 محمد بن أحمد
Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed

معهد الصيانة و الأمن الصناعي
Institut de Maintenance et de Sécurité Industrielle

Département de Sécurité Industrielle et Environnement

MÉMOIRE

Pour l'obtention du diplôme de Master

Filière : Hygiène et Sécurité Industrielle
Spécialité : Sécurité Industrielle et Environnement

Thème

Valorisation des déchets à base de polyuréthane

Présenté et soutenu publiquement par :

ZEGHABI Aissa & CHEKNANE Abdelkader

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
Mme DERIAS Fatema Zohra	MCB	IMSI	Présidente
Mme HEBBAR Chafika	Pr.	IMSI	Encadrant
Mme OUIS Nora	MCA	USTO	Co-encadrant
Mr ADJELOUA Aziz	MCA	IMSI	Examineur

Année Universitaire
2025/2026

Résumé : L'accumulation de déchets polymères et le manque de leur dégradation accroissent les risques de problèmes environnementaux. Récemment, le recyclage des déchets polymères est devenu important et nécessaire face à la raréfaction des matières premières nécessaires à la synthèse des polymères. Le polyuréthane (PU), largement utilisé dans la vie moderne, son déchet nécessite une réutilisation afin d'éviter son accumulation dans l'environnement. Le déchet doit être vu et considéré comme une nouvelle source de matière première valorisable ; ceci répond au principe d'économie circulaire dans une approche de développement durable. Les polyuréthanes (PU) figurent parmi les polymères les plus toxiques, libérant des composés cancérigènes et écotoxiques ayant des impacts environnementaux néfastes. Les différentes techniques de recyclage et de valorisation démontrent que ce type de déchets peut être considéré comme une ressource potentielle plutôt qu'un simple résidu industriel. Les essais préliminaires de performance acoustique des mousses de polyuréthane récupérées au niveau du complexe GP1Z, réalisés à l'aide du tube de Kundt ont permis d'étudier l'influence de l'épaisseur et de l'état du matériau sur le coefficient d'absorption acoustique. Les résultats obtenus ont montré que les mousses de polyuréthane présentent une capacité d'absorption acoustique variable selon la fréquence d'excitation, l'épaisseur de l'échantillon et son degré de vieillissement. Les échantillons de PU étudiés ont ainsi révélé un potentiel préliminaire intéressant pour des applications d'isolation acoustique. Le polyuréthane rigide utilisé pour l'isolation thermique possède un potentiel acoustique modéré, qui diminue significativement avec l'usure et surtout avec la dégradation environnementale. L'épaisseur optimale se situe autour de 5 cm. Les résultats soulignent l'importance de protéger ce matériau contre les facteurs climatiques (rayons ultra-violet et humidité) s'il est destiné à être réutilisé de nouveau comme absorbeur acoustique. Parmi Les recommandations ouvrent la voie à des améliorations futures telles que le renforcement par des additifs naturels afin d'améliorer la porosité et les performances acoustiques de ce matériau.

Mots clés : Polyuréthane, valorisation, Isolation acoustique, Tube de Kundt, Complexe GP1z.

Abstract: The accumulation of polymer waste and the lack of degradation increase the risk of environmental problems. Recently, the recycling of polymer waste has become important and necessary in the face of the increasing scarcity of raw materials needed for the synthesis of polymers. Polyurethane (PU), widely used in modern life, requires reuse to prevent its accumulation in the environment. Waste must be seen and considered as a new source of valuable raw material; this meets the principle of circular economy in an approach to sustainable development. Polyurethanes (PU) are among the most toxic polymers, releasing carcinogenic and ecotoxic compounds with harmful environmental impacts. The various recycling and recovery techniques demonstrate that this type of waste can be considered as a potential resource rather than just an industrial residue. The preliminary acoustic performance tests of polyurethane foams recovered from the GP1Z complex, carried out using the Kundt tube, made it possible to study the influence of the thickness and the state of the material on the acoustic absorption coefficient. The results obtained showed that polyurethane foams exhibit a variable acoustic absorption capacity depending on the excitation frequency, the thickness of the sample and its degree of aging. The PU samples studied thus revealed an interesting preliminary potential for acoustic insulation applications. The rigid polyurethane used for thermal insulation has a moderate acoustic potential, which decreases significantly with wear and especially with environmental degradation. The optimal thickness is around 5 cm. The results highlight the importance of protecting this material against climatic factors (ultraviolet rays and humidity) if it is intended to be used

Keywords: Polyurethane, valorization, acoustic insulation, Kundt tube, GP1z complex.

ملخص: يؤدي تراكم نفايات البوليمر وعدم تحليلها إلى زيادة خطر حدوث مشاكل بيئية. في الآونة الأخيرة، أصبحت إعادة تدوير نفايات البوليمر مهمة وضرورية في مواجهة الندرة المتزايدة للمواد الخام اللازمة لتخليق البوليمرات. البوليمر يوريثان (PU)، المستخدم على نطاق واسع في الحياة الحديثة، تتطلب نفاياته إعادة الاستخدام لمنع تراكمها في البيئة. ويجب النظر إلى النفايات واعتبارها مصدرًا جديدًا للمواد الخام القيمة؛ وهذا يلبي مبدأ الاقتصاد الدائري في نهج التنمية المستدامة. تعد البوليمر يوريثان (PU) من بين البوليمرات الأكثر سمية، حيث تطلق مركبات مسرطنة وسامة للبيئة ذات تأثيرات بيئية ضارة. وتوضح تقنيات إعادة التدوير والاسترداد المختلفة أن هذا النوع من النفايات يمكن اعتباره موردًا محتملاً وليس مجرد بقايا صناعية. أتاح اختبار الأداء الصوتي الأولية لرغاوي البوليمر يوريثان المستردة من مجمع GP1Z، والتي تم إجراؤها باستخدام أنبوب كوندت، دراسة تأثير سمك المادة وحالتها على معامل الامتصاص الصوتي. وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن رغاوي البوليمر يوريثان تظهر قدرة امتصاص صوتية متغيرة اعتمادًا على تردد الإثارة وسمك العينة ودرجة شيخوختها. وهكذا كشفت عينات PU التي تمت دراستها عن إمكانات أولية مثيرة للاهتمام لتطبيقات العزل الصوتي. يتمتع البوليمر يوريثان الصلب المستخدم في العزل الحراري بإمكانات صوتية معتدلة، والتي تنخفض بشكل كبير مع التآكل وخاصة مع التدهور البيئي. السمك الأمثل هو حوالي 5 سم. يؤدي تراكم نفايات البوليمر وعدم تحليلها إلى زيادة خطر حدوث مشاكل بيئية. في الآونة الأخيرة، أصبحت إعادة تدوير نفايات البوليمر مهمة وضرورية في مواجهة الندرة المتزايدة للمواد الخام اللازمة لتخليق البوليمرات. وتسلب النتائج الضوء على أهمية حماية هذه المادة من العوامل المناخية (الأشعة فوق البنفسجية والرطوبة) إذا كان المقصود إعادة استخدامها كمتص للصوت. ومن بين التوصيات، أنها تمهد الطريق لتحسينات مستقبلية مثل التعزيز بالإضافة الطبيعية لتحسين المسامية والأداء الصوتي لهذه المادة.

الكلمات المفتاحية: البوليمر يوريثان، التثمين، العزل الصوتي، أنبوب كوندت، مجمع GP1z.

REMERCIEMENT

Nous remercions avant tout Allah, le Tout-Puissant, de nous avoir accordé la santé, la force, la patience et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à nos encadreuses, Madame Chafika Hebbar et Madame Nora Ouis, pour leur accompagnement, leur disponibilité, leurs précieux conseils et leur soutien constant tout au long de la réalisation de ce mémoire. Leurs orientations et leurs encouragements ont été d'une grande importance dans l'aboutissement de ce travail.

Nous adressons également nos sincères remerciements aux membres du jury, l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'examiner et d'évaluer notre travail.

Nous exprimons également notre reconnaissance à tous les enseignants de l'IMSI pour la qualité de leur enseignement, leurs conseils et les connaissances qu'ils nous ont apportées tout au long de notre parcours universitaire.

Nous remercions nos familles, nos proches et nos amis pour leur soutien moral, leurs encouragements et leur confiance, qui nous ont accompagnés durant toutes ces années d'études.

Enfin, nous adressons nos sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce mémoire.

DEDICACES

Avant tout, je rends grâce à Allah Tout-Puissant pour m'avoir accordé la santé, la patience, la volonté et la force nécessaires afin de mener à bien ce travail.

Je dédie ce modeste travail tout d'abord à mes très chers parents, pour leur amour, leurs sacrifices, leurs encouragements et leur soutien inconditionnel tout au long de mon parcours. Aucun mot ne saurait exprimer ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont fait pour moi.

À mes deux frères et à ma sœur, pour leur affection, leur présence à mes côtés et leur soutien constant dans les moments les plus importants de ma vie.

À une personne très chère à mon cœur, pour son soutien, sa confiance, ses encouragements sincères et sa présence discrète tout au long de mon parcours. Qu'elle trouve ici l'expression de ma profonde gratitude et de mon respect.

Mon binôme, Cheknane Abdelkader, pour sa patience à toute épreuve, son soutien indéfectible et son aide constante tout au long de ce projet.

À mes amis et à tous les étudiants que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant mon parcours universitaire, et plus particulièrement : Mahdjoub, Amine, Farouk, Hamouda, Youcef, Sedik, Oussama, Ali, Riad, Anes, Faycel, Yacine et Mostafa, avec qui j'ai partagé de nombreux moments de travail, d'entraide, de persévérance et de réussite. Merci pour votre amitié sincère et tous les souvenirs inoubliables que nous avons construits ensemble.

À mes amis de la résidence universitaire, pour les moments de fraternité, de solidarité et de bonne humeur qui ont rendu mon séjour universitaire plus agréable.

À mes encadreuses, Madame Chafika Hebbar et Madame Nora Ouis, pour leur accompagnement, leurs précieux conseils, leur disponibilité et leur soutien tout au long de la réalisation de ce mémoire. Je leur exprime ma profonde reconnaissance et mon grand respect.

À tous mes enseignants, qui ont contribué à ma formation académique et personnelle.

Enfin, à toutes les personnes qui m'ont soutenu de près ou de loin durant mon parcours universitaire.

Je dédie ce travail avec respect, reconnaissance et profonde gratitude.

ZEGHABI Aissa

DEDICACES

Avant toute chose, je remercie Allah, le Tout-Puissant, de m'avoir guidée et de m'avoir donné la santé, le courage et la détermination nécessaires pour réaliser ce travail.

Du plus profond de mon cœur, je dédie ce travail à :

Mes parents, pour leur amour, leur patience, leur confiance inébranlable et leurs prières qui m'ont accompagnée à chaque étape de mon parcours.

Mes trois précieuses sœurs et mon petit frère, pour leur présence, leur soutien discret et leurs encouragements constants.

À Ma chère famille, pour son affection et son appui indéfectible.

Mon binôme, Zeghabi Aïssa, pour sa patience à toute épreuve, son soutien indéfectible et son aide constante tout au long de ce projet.

Mes amis, et à tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin, chacun par son nom, pour leur amitié, leur encouragement et leur bienveillance.

Mes encadreuses, Madame Chafika Hebbar et Madame Nora Ouis, pour leur disponibilité, leurs précieux conseils, leur accompagnement attentif et leur soutien tout au long de la réalisation de ce travail. Je leur exprime ma profonde gratitude pour leur confiance, leur patience et leurs encouragements.

Toutes les personnes qui ont contribué à mon parcours et à la réalisation de ce travail, de près ou de loin, je témoigne toute ma gratitude pour leur aide, leur soutien et leurs encouragements.

CHEKNANE Abdelkader.

SOMMAIRE

REMERCIEMENT.....	i
DEDICACES.....	ii
DEDICACES.....	iii
SOMMAIRE.....	iv
Liste des figures.....	vi
Liste des tableaux.....	viii
Liste des abréviations.....	ix
Introduction Générale.....	1
Chapitre 1 : Connaissances bibliographiques sur le complexe GP1Z.....	4
Introduction.....	5
1.1 Présentation du complexe GP1z.....	5
1.1.1 Organigramme du complexe GP1z.....	6
1.1.2 Système management intégré au sein du complexe GP1z.....	7
1.1.3 Certification du SMQHSE du Complexe GP1z.....	7
1.2Activité du complexe GP1z.....	8
1.2.1Généralités sur le GPL.....	8
1.2.2 Consommation nationale en GPL.....	8
1.2.3 Risques du GPL.....	8
1.3Installations du complexe GP1Z.....	9
1.3.1 Installations de stockage d'alimentation.....	11
1.3.2 Installations de production.....	11
1.3.3 Installations de stockage des produits finis.....	12
1.3.4 Installations de chargement.....	12
1.3.5 Installations d'utilité.....	13
Conclusion.....	14
Bibliographie.....	16
Chapitre 2 : Synthèse bibliographique sur le polyuréthane.....	17
Introduction.....	18
2.1 Généralités sur le polyuréthane.....	18
2.1.1 Historique du polyuréthane.....	19
2.1.2 Structure chimique du polyuréthane.....	20
2.1.3 Formation du polyuréthane.....	28
2.1.4 Synthèse et formulation.....	28
2.2 Types de mousses de polyuréthane.....	36
2.2.1 Mousse de polyuréthane souple.....	36

2.2.2 Mousse de polyuréthane rigide	38
2.2.3 Polyuréthane thermoplastique (TPU)	40
2.3 Principes chimiques des polyuréthanes.....	41
2.3.1 Définition de la polymérisation	42
2.3.2 Polymérisation par étapes (polycondensation).....	42
2.3.3 Polyaddition	43
2.4 Applications des Polyuréthanes	44
Conclusion	46
Bibliographie	47
Chapitre 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane	48
Introduction :.....	49
3.1 Matériels et Méthodes.....	50
3.1.1 Echantillonnage.....	50
3.1.2 Matériel utilisé.....	51
3.1.3 Mode opératoire (Tube de Kundt)	52
3.2 Résultats et discussion	55
3.2.1 Paramètres acoustiques du PU non utilisé (vierge).....	55
3.2.2 Paramètres acoustiques du PU utilisé (déchet 1)	60
3.2.3 Paramètres acoustiques du PU (déchet 2 : exposé au soleil et à l'humidité)	65
3.2.4 Caractérisation des propriétés mécaniques	69
3.2.5 Analyse Thermique Différentielle.....	70
Conclusion.....	71
Bibliographie	72
Conclusion générale	74

Annexe : Norme ISO 10534-1

Liste des figures

	Page
Fig. 1.1 -Situation géographique du complexe GP1z.	5
Fig. 1.2- Organigramme du complexe GP1z	7
Fig. 1.3- Lignes d'alimentation en GPL	8
Fig. 1.5- Trains de traitement	10
Fig. 1.4- Bacs de stockage réfrigérés.	10
Fig. 1.7- Quais de chargement	10
Fig. 1.6- Sphères de stockage de la charge : 22 000 m ³	10
Fig. 1.8- Système de chargement de bateaux (jetées D1 et M6)	13
Fig. 1.9- Unité WWT phase 1	14
Fig. 1.10- Unité WWT phase 2	14
Fig. 2.1- Production mondiale de PU.....	19
Fig. 2.2- Structure générale des polyuréthanes	21
Fig. 2.3- Réaction de synthèse du polyuréthane.....	21
Fig. 2.4- Morphologie du polyuréthane : segments mous et segments durs	22
Fig. 2.5- Exemples de polyuréthanes commerciaux et leurs compositions chimiques	26
Fig. 2.6- Différentes applications du polyuréthane	27
Fig. 2.7- Principaux Isocyanates aromatiques commerciaux	27
Fig. 2.8- Isocyanates aliphatiques	28
Fig. 2.9- Résonance dans l'isocyanate	29
Fig. 2.10- Isocyanates communs.....	29
Fig. 2.11- Résonance dans l'isocyanate aromatique	30
Fig. 2.12- Autres isocyanates	30
Fig. 2.13- Voies de synthèse des uréthanes.....	42
Fig. 2.14- Polyaddition : synthèse du polyuréthane.....	43
Fig. 3.1- Echantillons de polyuréthane vierge (matière première)	50
Fig. 3.2- Echantillons de polyuréthane utilisé (déchet 1).	50
Fig. 3.3- Echantillons de PU (déchet 2) et exposé au soleil et à l'humidité.	51
Fig. 3.4-Dispositif expérimental du tube de Kundt utilisé pour les mesures acoustiques	51
Fig. 3.5-Machine d'essai de traction.	53
Fig. 3.6-Échantillons de PU découpés et préparés pour essais mécaniques	54
Fig. 3.7-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU vierge : épaisseur 3 cm).	55
Fig. 3.8-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU vierge : épaisseur 5 cm).	57
Fig. 3.9- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU vierge : épaisseur 7 cm).	59
Fig. 3.10- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet 1 : épaisseurs 3 cm).	60
Fig. 3.11-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet 1 : épaisseur 5 cm).	62
Fig. 3.12-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet1 : épaisseur 7 cm).	64
Fig. 3.13- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet 2 : épaisseur 3cm).	66
Fig. 3.14- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet 2 : épaisseur 5cm).	67
Fig. 3.15- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence (PU déchet 2 : épaisseur 7cm).	68
Fig. 3.16 -Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) du polyuréthane vierge.	70

Fig. 3.17-Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) du polyuréthane dégradé.	70
---	----

Liste des tableaux

Page

Tab. 2.1 - Composants des polyuréthanes et raisons de leur inclusion	25
Tab. 2.2- Avantages et inconvénients des différents polyols provenant de différentes sources	34
Tab. 2.3- Agents d'allongement de chaînes les plus utilisés	34
Tab. 2.4- Caractéristiques de différents allongeurs de chaînes et d'un réticulant	34
Tab. 2.5- Types importants de PU et exemples d'applications.....	37
Tab. 3.1- Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.....	55
Tab. 3.2-Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 5 cm) en fonction de la fréquence.....	57
Tab. 3.3- Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 7 cm) en fonction de la fréquence.....	58
Tab. 3.4- Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.	60
Tab. 3.5-Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 5 cm) en fonction de la fréquence.	61
Tab. 3.6- Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 7 cm) en fonction de la fréquence.	63
Tab. 3.7- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.	65
Tab. 3.8- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 5cm) en fonction de la fréquence.	67
Tab. 3.9- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 7cm) en fonction de la fréquence.	68
Tab. 3.10-Résultats de l'essai de traction du polyuréthane vierge.....	69

Liste des abréviations

A :Département Approvisionnement
ASI : Assistance sûreté interne
AVAL : Activité Aval de SONATRACH
BOG : Boil Off Gas
CO₂ : Dioxyde de carbone
D : La Direction
D*E : Département Exploitation
D*S : Sous Direction du personnel
DABCO : 1,4-Diazabicyclo[2.2.2]Octane
DBTL : Dilaurate de Dibutylétain
DMAc : Diméthylacétamide
DMF : Diméthylformamide
DMSO : Diméthylsulfoxyde
F : Département Finance
G :Département Maintenance
GP1Z : Grand Projet 1 de Zarzaïtine
GPL : Gaz de Pétrole Liquéfié
HDI : Hexaméthylène Diisocyanate
HMDI : Hydrogénaté Methylene Diphenyl Diisocyanate
HSE : Hygiène, Sécurité et Environnement
I : Département Sécurité
IPDI : Isophorone Diisocyanate
ISO : International Organization for Standardization
M :Département moyens généraux
MDI : Méthylène Diphényl Diisocyanate
OHSAS : Occupational Health and Safety Assessment Series
ORG : Organisation
P :Département Production
PCL : Polycaprolactone
PDI : Pressure Differential Indicator
PEG : Polyéthylène Glycol
PIR : mousse de polyisocyanurate
PIR : Polyisocyanurate
PPG : Polypropylène Glycol
PTMEG : Polytétraméthylène Éther Glycol
PU : Polyuréthane
QHSE : Qualité, Hygiène, Sécurité et Environnement
R :Département Ressources Humaines
RT : Relation de Travail
S :Administration et social
SMQHSE : Système de Management Qualité, Hygiène, Sécurité et Environnement
SWR : Standing Wave Ratio
T :Département Technique
TDI : Toluène Diisocyanate
TFT : Tin Fouyé Tabankort
THF : Tétrahydrofurane
TPU : Thermoplastic Polyurethane
W :Département Travaux neufs

INTRODUCTION GENERALE

Les industries et les villes qui grandissent ont fait augmenter énormément les déchets, notamment les plastiques ces dernières décennies et ça devient très difficile de gérer ces déchets pour protéger la nature et conserver les ressources. Les matériaux faits de polyuréthane sont particulièrement importants vu leurs utilisations dans beaucoup de domaines comme l'industrie, la construction, les voitures, l'emballage et l'isolation des maisons [2] [3]. Récemment, la pollution plastique à l'échelle mondiale est devenue une préoccupation croissante. Il est à noter que les polyuréthanes (PU) figurent parmi les polymères les plus toxiques, libérant des composés cancérogènes et écotoxiques ayant des impacts environnementaux néfastes [5] [6].

Les polyuréthanes (PU) sont des matériaux polymères reconnus pour leurs excellentes propriétés mécaniques, thermiques, chimiques et acoustiques. Leur polyvalence a favorisé leur développement industriel depuis leur découverte en 1937, conduisant à une production mondiale qui ne cesse d'augmenter. Toutefois, leur grande stabilité chimique et leur faible biodégradabilité rendent leur élimination difficile et contribuent à l'accumulation de quantités importantes de déchets. Face aux exigences du développement durable et de l'économie circulaire, la valorisation et le recyclage de ces matériaux apparaissent comme des solutions indispensables pour réduire leur impact environnemental.

Dans les complexes pétrochimiques et gaziers, comme par exemple le complexe GP1Z de SONATRACH situé à Arzew, les mousses de polyuréthane sont très utilisées pour isoler thermiquement les équipements, les canalisations et les installations de stockage pour une durée de trois ans. Pendant qu'ils sont en service, ces matériaux subissent beaucoup de changements dus à leur utilisation, à l'humidité, aux températures variantes et au soleil. Il faut donc les remplacer, ce qui produit une grande quantité de déchets à stocker. Il est donc nécessaire de trouver des solutions pour gérer et valoriser ces déchets de manière appropriée et conservatrice.

Les mousses de polyuréthane ont une caractéristique intéressante ; Au-delà de leur utilisation dans l'isolation thermique, elles peuvent absorber le son. Cela signifie que les déchets de polyuréthane pourraient être utilisés pour réduire les bruits. On pourrait les utiliser pour isoler les maisons et les bureaux. Cela aurait deux avantages : (i) Les déchets de polyuréthane ne seraient plus jetés. (ii) ils se comportent comme matériaux respectueux de l'environnement et sont rentables.

Le présent travail portera sur la valorisation des déchets de mousse de polyuréthane provenant du complexe GP1z. Nous allons évaluer leurs performances acoustiques. L'objectif principal consiste à connaître (i) comment l'état du matériau, qu'il soit du polyuréthane vierge, utilisé (déchet1) ou dégradé (déchet2) par les conditions environnementales, ainsi que son épaisseur, affecte son

CHAPITRE 1 : CONNAISSANCES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPLEXE GP1Z

coefficient d'absorption acoustique (ii) si ce déchet peut être réutilisé de nouveau pour l'isolation acoustique sans oublier l'idée que le déchet doit être vu et considéré comme une nouvelle source de matière première valorisable ; Ceci répond au principe d'économie circulaire dans une approche de développement durable [1]. La réalisation de cette expérimentation est basée sur l'utilisation du tube d'impédance appelé tube de Kundt.

Pour atteindre cet objectif, ce mémoire débute par une introduction et s'achève par une conclusion.

Le manuscrit est divisé en trois chapitres :

Le premier chapitre présente une description détaillée du complexe GP1z (lieu de notre stage) : situation géographique, ses activités, ses installations ainsi que les principales caractéristiques du gaz de pétrole liquéfié (GPL) et les procédés de traitement mis en œuvre au sein du complexe.

Le deuxième chapitre passe une synthèse bibliographique sur les polyuréthanes qui constituent une famille diversifiée de polymères obtenus par la réaction de diisocyanates et de polyols [4]. On y trouve des informations sur leur structure chimique, leurs propriétés, les procédés de leur fabrication, leurs domaines d'application, ainsi que les différentes méthodes de recyclage et de valorisation.

Le troisième chapitre présente la partie expérimentale. Il s'agit de la préparation des échantillons de mousse (ou éprouvettes) de polyuréthane. Il décrit également les essais acoustiques réalisés à l'aide du tube de Kundt, analyse et discute les résultats obtenus.

Enfin, une conclusion générale résume les résultats clés de l'étude et suggère des moyens d'améliorer la valorisation des déchets de polyuréthane pour l'isolation acoustique et les applications environnementales.

BIBLIOGRAPHIE

[1] Huysman, Sofie & De Schaepmeester, Jonas & Ragaert, Kim & Dewulf, Jo & De Meester, Steven, (2017). Performance indicators for a circular economy: A case study on post-industrial plastic waste, *Resources, Conservation & Recycling*, Elsevier, vol. 120(C), pages 46-54.

[2] Dahou, M., Mimoun, H., & Kaddour, O. (2018). Valorisation des déchets plastiques en produits à valeur énergétique. Première Conférence Nationale sur La Protection de l'Environnement et les Energies Renouvelables (CNPER1-18), Batna, Algérie.

[3] Synthesia Technology. Applications industrielles du polyuréthane [en ligne]. Blog de Synthesia Technology. [Consulté le 13 juin 2026]. Disponible à l'adresse : <https://blog.synthesia.com/fr/applications-industrielles-polyurethane>

[4] Liu, J., He, J., Xue, R., Xu, B., Qian, X., Xin, F., Blank, L.M., Zhou, J., Wei, R., Dong, W., Jiang, M., 2021. Biodegradation and up-cycling of polyurethanes: Progress, challenges, and prospects. *Biotechnol. Adv.* 48 (March), 107730. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2021.107730>.

[5] Yuan, Y, Lin, W, Xiao, Yi, Yu, B and Wang, W., 2022 - Advancements in Flame-Retardant Systems for Rigid Polyurethane Foam. *Journals Molecules*. <https://doi.org/10.3390/molecules28227549>. 1-19:pp.

[6] Zimmermann, L., Dierkes, G., Ternes, T. A., Völcker, C., & Wagner, M. (2019) - Benchmarking the in vitro toxicity and chemical composition of plastic consumer products. *Environmental Science & Technology*, 53, 11467–11477. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b02293>

Chapitre 1

*Connaissances
bibliographiques sur le
complexe GP1Z*

Introduction

Le complexe GP1Z (Grand Projet 1 de Zarzaïtine) est l'une des plus grandes unités de traitement et de liquéfaction du gaz de pétrole liquéfié (GPL) au monde. Implanté dans la zone industrielle d'Arzew [1], il constitue un pilier stratégique de l'activité aval de SONATRACH.

Ce chapitre est relatif à la description du complexe GP1z, ses activités, ses installations et son système de management intégré.

1. 1 Présentation du complexe GP1z

Le complexe GP1z (fig. 1), qui fait partie des six complexes de liquéfaction appartenant à l'activité (AVAL) de l'entreprise nationale SONATRACH, est situé sur le littoral de l'ouest algérien, à 40 km approximativement de la ville d'Oran et à 8 km de la ville d'Arzew. Il couvre une superficie de 120 hectares et est situé dans la zone industrielle d'Arzew. [1]



Figure 1.1-Situation géographique du complexe GP1z [1].

Fiche Technique du complexe GP1z

- **Raison Sociale** : Complexe GP1z
- **Superficie** : 120 hectares
- **Objet** : Séparation et liquéfaction du GPL
- **Produits finis** : Butane, Propane
- **Procédé Utilisé** : Distillation sous pression
- **Nombre de trains** : 09 trains
- **Constructeur** : Consortium japonais IHI-ITOCHU (ISHIKAWAJIMA HARIMA Heavy Industries)
- **Date de démarrage des travaux** : 10.11.1980
- **Date de Mise en Production du premier train Phase I** : 12.12.1983
- **Date de Mise en Production du premier train Phase II** : 24.02.1998
- **Date de Mise en Production du premier train Phase III** : 12.02. 2010

Caractéristiques

- **Capacité de production** : 09 millions de tonnes par an
- **Capacité Totale de Stockage** :
 - ✓ Stockage de la charge : 22 000 m³
 - ✓ Stockage des produits réfrigérés : 560 000 m³
 - ✓ Stockage des produits ambiants : 2 000 m³
- **Destination de la production** : les produits finis sont destinés à l'exploitation et au marché national
- **Source d'approvisionnement** : Champs gaziers et pétroliers du Sud.

1.1.1 Organigramme du complexe GP1z :

Le complexe GP1z (fig. 2) est composé d'une direction et deux sous-directions et des départements de contrôle :

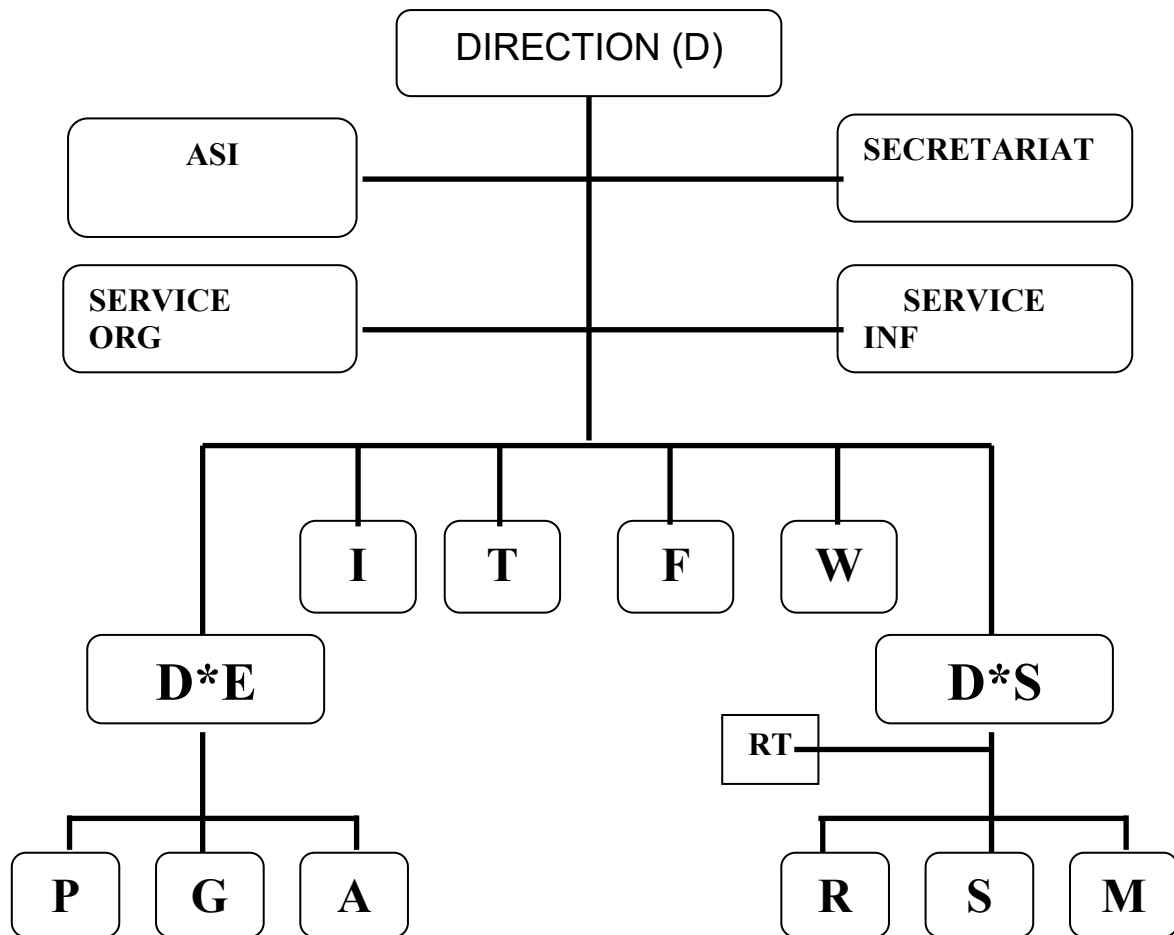


Figure 1.2- Organigramme du complexe GP1z[2].

1.1.2 Système management intégré au sein du complexe GP1z

Le complexe GP1Z a mis en place un Système de Management de la Qualité, Hygiène, Sécurité et Environnement (SMQHSE) conforme aux référentiels internationaux. Ce système intègre les exigences des normes ISO 9001, ISO 14001, assurant une gestion cohérente et structurée de l'ensemble des activités du complexe. [9]

1.1.3 Certification du SMQHSE du Complexe GP1z

Le complexe GP1z a eu trois certifications : ISO 14001 (version 2004) : Management Environnemental, ISO 9001 (version 2008) : Management de la Qualité et OHSAS 18001 (version 2007) : Santé et Sécurité au Travail. Le complexe n'est pas certifié dans le SMS&ST selon la norme ISO 45001 :2018 mais durant l'année 24-25, il a mené un projet innovant portant sur la mise en place du SMSST (norme ISO 45001 :2018). Ces certifications attestent de l'engagement du complexe envers les meilleures pratiques en matière de management intégré. [9]

1.2 Activité du complexe GP1z

1.2.1 Généralités sur le GPL

Le complexe a pour objectif le traitement d'une charge GPL venant de plusieurs gisements du sud algérien (Hassi Messaoud, Hassi R'Mel, ...) pour la production des produits Propane et Butane à basse température et à température ambiante. Il est dénommé JUMBO-GPL pour sa grande capacité de production.

À partir d'un traitement du GPL brut algérien en provenance des champs gaziers et pétroliers du sud, la production du complexe est de 10 800 000 tonnes/an de GPL : propane, butanes commerciaux et pentanes.

L'usine reçoit son alimentation de GPL (fig. 3) des sources suivantes : Hassi Messaoud, Hassi R'mel, Alrar, In Amenas, Tinfouyé Tabankor (TFT), Rhourd Nouss, Gassi Touil .[8]

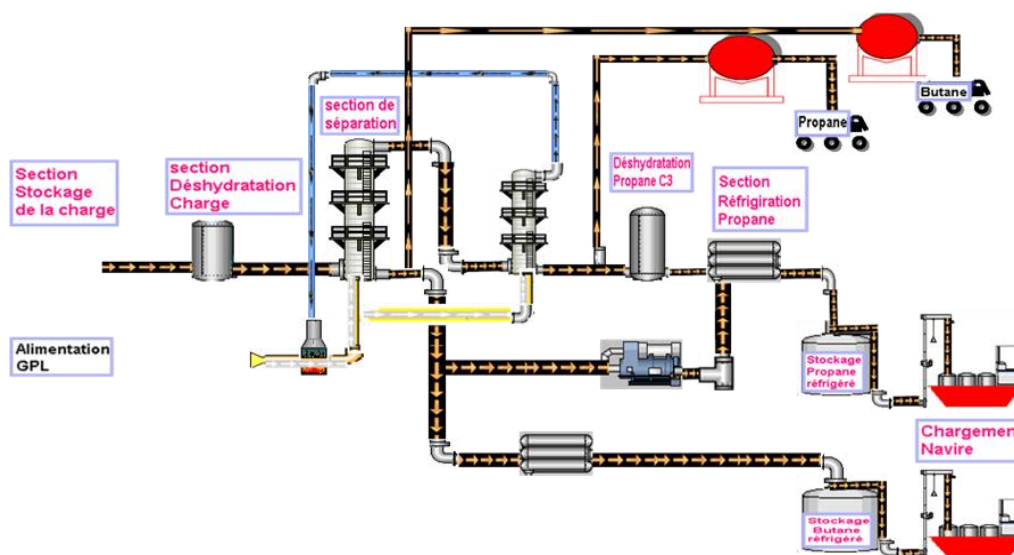


Figure 1.3- Lignes d'alimentation en GPL[10].

1.2.2 Consommation nationale en GPL

SONATRACH est classée 3^{ème} exportateur mondial de GPL. La production du complexe est destinée en grande partie à l'exportation, mais approvisionne également le marché national en butane et propane commerciaux, contribuant ainsi à la couverture des besoins énergétiques domestiques et industriels du pays. [6]

1.2.3 Risques du GPL

Le GPL est un gaz inflammable et explosif. Ses principaux risques sont :

- ✓ L'inflammation et l'explosion en cas de fuite ;
- ✓ Les risques de brûlure par contact avec le liquide réfrigéré (effet cryogénique) ;
- ✓ L'asphyxie en atmosphère confinée, et

✓ L'incendie.

Ces risques justifient la mise en place d'un système de prévention et d'intervention robuste au sein du complexe. [1]

1.3 Installations du complexe GP1Z

Le complexe GP1z dispose de nombreuses installations de production, de stockage et d'expédition. Voici les principales installations :

- 22 Sphères de stockage de la charge d'alimentation ;
- 09 trains de traitement (fig. 4) du GPL (capacité contractuelle 01 million de tonne/an) ;
- 04 Unités de liquéfaction des BOG (BOIL OFF GAZ) : 2 pour le butane et 2 pour le propane ;
- 04 Bacs de stockage de propane (fig. 5) à basse température : -41°C (capacité de chaque bac : $70\,000\text{ m}^3$) ;
- 04 Bacs de stockage de Butane à basse température : -6°C (capacité de chaque bac : $70\,000\text{ m}^3$) ;
- 04 Sphères de stockage de produits ambiants (propane, butane) ;
- 01 Sphère de stockage de GAZOLINE (capacité 500 m^3) ;
- 04 Salles de contrôles + 2 salles de supervision ;
- 02 Stations électriques alimentées par SONELGAZ ;
- 06 Générateurs assurant l'énergie de secours du complexe (02 pour chaque phase) ;
- 02 Quais de chargement (fig. 6) pouvant recevoir des navires d'une capacité entre $4\,000\text{ m}^3/\text{h}$ et $10\,000\text{ m}^3/\text{h}$ (D1 et M6)
- 01 Rampe de chargement de camions
- 01 Station pompe d'eau de mer
- 01 Système de télésurveillance
- 02 Unités de traitement des eaux usées [2]

CHAPITRE 1 : CONNAISSANCES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPLEXE GP1Z



Figure 1.5- Trains de traitement [4] .



Figure 1.4- Bacs de stockage réfrigérés [4].



Figure 1.7- Quais de chargement [4].



Figure 1.6-sphères de stockage de la charge : 22 000 m³[4].

CHAPITRE 1 : CONNAISSANCES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPLEXE GP1Z

1.3.1 Installations de stockage d'alimentation

Avant le stockage, le GPL brut passe d'abord par un collecteur équipé par un contrôleur de pression permettant le maintien d'une pression de service stable, puis traverse des filtres, chacun muni d'un PDI ($\Delta P=0,5$ bar), afin de signaler l'encrassement. Ensuite le GPL traverse les dégazeurs de la charge afin de séparer et purger les vapeurs du mélange vers les sphères d'alimentation.

Une fois que la charge est filtrée et dégazée, elle passe à travers six (06) démercuriseurs pour réduire sa teneur en mercure jusqu'à l'ordre de 5 ng/Nm^3 . À l'issue des démercuriseurs, la charge passe par des redresseurs pour rendre l'écoulement laminaire afin d'avoir une lecture correcte du débit et de la densité du GPL.

Les seize (16) sphères sont réparties en quatre (04) groupes comportant chacun quatre (04) sphères et deux (02) pompes d'alimentation.

1.3.2 Installations de production

1.3.2.1 Section de déshydratation

Le but de cette section est de réduire la teneur d'eau dissoute dans le GPL de 100 ppm à 5 ppm en poids, afin d'éviter la formation de glace et de bouchons de givre dans les parties froides de l'installation (réfrigération). Cette section comprend trois (03) colonnes d'adsorption à tamis moléculaires ; à tout instant il y a une colonne en service (en adsorption), l'autre en régénération et la dernière en attente.

Le GPL passe dans le sécheur qui est en adsorption du bas vers le haut ; l'humidité est extraite lors du passage du GPL à travers les tamis moléculaires. La durée de cette opération est de 36 heures. Les séquences de régénération comprennent : Drainage (1h), Dépressurisation (30 min), Réchauffage (11h) à 280°C , Refroidissement (5h) et Pressurisation (30 min). [5]

1.3.2.2 Section de séparation de GPL

Une fois le GPL sorti du déshydrateur, il subit un préchauffage assuré par trois (03) échangeurs (ou préchauffeurs) jusqu'à ce qu'il atteigne une température de 71°C et une pression de 20 bars. Les deux rebouilleurs assurent une meilleure séparation des gaz à la température de 180°C .

La section de séparation comprend trois (03) colonnes principales :

CHAPITRE 1 : CONNAISSANCES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPLEXE GP1Z

- Le fractionnateur : qui sépare les composants légers (C_1 , C_2 , C_3) en tête et lourds (C_4 , C_5) en bas de colonne.
- Le dééthaniseur : qui sépare le propane (C_3) de l'éthane et autres gaz légers pour l'obtenir pur.
- Le dépentaniseur : qui reçoit le butane et le pentane à partir du fond du fractionnateur, le butane en tête de colonne et le pentane au fond. [5]

1.3.3 Installations de stockage des produits finis

1.3.3.1 Section de stockage des produits

Le but de la section réfrigération est de refroidir les produits finis à leur température de stockage (-42°C pour le propane et -7°C pour le butane). Les produits sont réfrigérés par trois (03) échangeurs suivant un cycle fermé formant une boucle de réfrigération au propane. Le propane est évaporé dans les échangeurs de chaleur ; cette évaporation provoque l'abaissement de température du produit à réfrigérer. Les produits finis sont ensuite canalisés vers les bacs de stockage. Le stockage du GPL nécessite des conditions strictes de sécurité et de manipulation afin de prévenir les risques industriels. [1][7] [8]

1.3.3.2 Section de récupération des gaz évaporés (Boil Off Gas)

Les gaz d'évaporation provenant des différentes capacités de l'usine (bacs de stockage, évaporation des gaz des citernes et des navires en chargement) sont récupérés, liquéfiés par pressurisation au moyen d'un compresseur, refroidis à travers des aéroréfrigérants et renvoyés vers les bacs de stockage. La section récupération se compose de deux (02) ensembles indépendants : un pour le propane et un pour le butane [1].

1.3.4 Installations de chargement

1.3.4.1 Section de chargement de bateaux à basse température

Deux systèmes de chargement sont respectivement installés au bout des jetées D1 et M6 (fig. 9), avec les débits suivants :

- Propane : Max 10 000 m^3/h - Poste D1 : 4 000 m^3/h - Poste M6 : 10 000 m^3/h .
- Butane : Max 10 000 m^3/h - Poste D1 : 4 000 m^3/h - Poste M6 : 10 000 m^3/h .

Les gaz produits par évaporation au moment du chargement sont dirigés vers la section de récupération des gaz évaporés (BOG). [4]



Figure 1.8- Système de chargement de bateaux (jetées D1 et M6) [3].

1.3.4.2 Section de chargement de camions à température ambiante

Le chargement simultané de cinq (05) camions de propane commercial et un camion de pentane peut être effectué à température ambiante à partir de cinq (05) sphères de 500 m³ au moyen de pompes de chargement. Le chargement des sphères s'effectue à partir des sections de séparation et également à partir des bacs de stockage à basse température en passant par des réchauffeurs. [4]

1.3.5 Installations d'utilité

La section de l'huile chaude est utilisée comme source de chaleur pour le troisième réchauffeur, les rebouilleurs et finalement pour le gaz naturel de régénération utilisé à la section de déshydratation. L'huile sort du four à une température de 180°C. Le traitement des eaux usées comprend les unités suivantes :

- **WWT Phase 1 (14 M 0543)** : Traitement biologique à boues activées à aération prolongée - Eaux sanitaires - Débit : 200 m³/j - Rejet vers la mer (fig. 9).
- **Unité de déshuilage (14 M 0556)** : Séparation gravitaire - Eaux huileuses - Débit : 104 m³/j - Eaux traitées rejetées vers la mer, huiles récupérées par NAFTAL.
- **WWT Phase 2 (25 M 0543)** : Traitement biologique à boues activées accompagné d'un traitement physico-chimique - Eaux sanitaires - Débit : 55 m³/j (fig. 10).
- **Unité de neutralisation (05 M 0550)** : Neutralisation - Eaux chimiques - Débit : 4,5 m³/j - Eaux neutralisées rejetées vers la mer. [4]



Figure 1.9- Unité WWT phase 1 [4].



Figure 1.10- Unité WWT phase 2 [4].

Conclusion

Le complexe GP1Z constitue un site industriel d'envergure mondiale, doté d'installations de pointe pour le traitement, la liquéfaction et l'expédition du GPL. La maîtrise de ses activités et la gestion de ses installations requièrent un système de management HSE rigoureux et intégré, certifié selon les normes internationales.

La connaissance approfondie des différentes installations du complexe représente une étape essentielle pour comprendre les procédés industriels liés au traitement et au stockage du GPL ainsi que les risques associés à cette activité.

La valorisation des déchets de polyuréthane représente aujourd'hui un enjeu environnemental important dans les industries pétrochimiques. Le recyclage et la réutilisation de ces matériaux

CHAPITRE 1 : CONNAISSANCES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPLEXE GP1Z

permettent de réduire les impacts environnementaux, de limiter les déchets industriels et de contribuer au développement durable au sein des complexes industriels tels que GP1z.

Bibliographie

- [1] A. Mazouz et B. Amara, (2023). Étude de la faisabilité d'alimentation de deux trains avec une seule section d'huile chaude au complexe GP1/Z », Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Mostaganem, Algérie.
- [2] Y. Touileb et R. Rabehi (2018). Rapport de stage : Liquéfaction du GPL. Complexe GP1-Z », Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO), Oran, Algérie.
- [3] S. Segres, F. Saim, et A. Oneiter (2020). Influence du C₂ sur la température dans les bacs de stockage C₃ et sur la section BOG C₃ au niveau du complexe GP1/Z », Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Mostaganem, Algérie.
- [4] M. E. Chaki, (2015). Rapport de stage GP1/Z, Arzew, Algérie.
- [5] M. Sirat et A. Kheddam (2018). Rapport de stage, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf (USTO-MB), Oran, Algérie.
- [6] Ministère de l'Énergie et des Mines (2022). Bilan Énergétique National, Alger, Algérie, Rapport annuel.
- [7] C. Boudebza et F. K. Mohamed Benkoibiche (2023). Optimisation du débit de reflux au niveau du fractionnateur de complexe GP1/Z », Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Mostaganem, Algérie.
- [8] O. Habani et H. Adda (2019). Optimisation de la régénération de tamis moléculaires de la section déshydratation du complexe GP1/Z », Centre Universitaire Ahmed Ben Yahia El Wancharissi de Tissemsilt, Tissemsilt, Algérie.
- [9] M. BEKKAR et C.-E. Djellali (2020). Méthodologie d'évaluation des risques chimiques dans le complexe GP1Z », Mémoire de Master, Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed, Oran, Algérie.
- [10] Département Sécurité, SONATRACH GP1/Z. Documentation interne. (Document non publié).

Chapitre 2

*Synthèse bibliographique sur
le polyuréthane*

Introduction

Les polyuréthanes (PU) constituent une classe de matériaux polymères polyvalente, qui se distinguent de la majorité des plastiques par leur diversité structurale. Depuis leur invention en 1937 par le professeur Otto Bayer, grâce à la technique de polyaddition des d'isocyanates, l'industrie des PU n'a cessé de croître. Initialement développés comme alternative au caoutchouc durant la Seconde Guerre mondiale. Aujourd'hui, ils sont omniprésents sous diverses formes : mousses souples ou rigides, élastomères, revêtements, adhésifs et fibres synthétiques. Cette diversité d'applications découle de la chimie du groupement uréthane, issu de la réaction entre un isocyanate (-NCO) et un polyol (-OH). Par ailleurs, la stabilité chimique et la durabilité représentent aujourd'hui un défi environnemental majeur.

La production mondiale du PU est importante (dont une grande partie est destinée aux mousses rigides) ; ceci génère un volume considérable de déchets difficilement biodégradables dans les conditions naturelles. Face à l'épuisement des ressources pétrolières et à l'urgence écologique, la transition vers une économie circulaire devient essentielle.

L'objectif de ce travail est d'explorer une des voies de valorisation des déchets à base de polyuréthane, notamment à travers des approches de recyclage mécanique ou chimique. Cette démarche vise à transformer ces déchets en ressources à valeur ajoutée, tout en réduisant leur impact environnemental et en préservant les performances du matériau.[1]

2. 1 Généralités sur le polyuréthane

Les polyuréthanes (PU) sont une famille de polymères très polyvalents ; ils se caractérisent par la répétition du groupement uréthane (-NH-COO-). Leur diversité de structures et d'applications les rend uniques dans l'industrie des matières plastiques [1; 2; 3]. Les PU peuvent adopter différentes architectures :

- Thermoplastiques (TPU) : PU linéaires ou segmentés linéaires capables d'être transformés à l'état fondu.
- Thermodurcissables : réseaux tridimensionnels obtenus lorsqu'un réactif possède une fonctionnalité supérieure à deux.[3], [4]

Les PU segmentés, considérés comme des copolymères à blocs, sont constitués d'une alternance de segments souples et rigides. L'incompatibilité thermodynamique entre ces blocs conduit à un phénomène de micro-séparation de phases. Les segments souples apportent l'extensibilité et le caractère caoutchoutière au matériau. Les segments rigides sont formés par la réaction entre l'isocyanate et un allongeur de chaîne. [1; 2; 3]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

La production mondiale du PU sous ses différentes formes est en croissance depuis 2012 (fig. 2.1) atteignant près de 22 millions de tonnes en 2020 [1].

L'année 2022 a enregistré une production de 25 millions de tonnes où ses applications se répartissent principalement entre les mousses, les revêtements, les élastomères, les adhésifs et le secteur biomédical. Cependant, les PU font face à des défis environnementaux et sanitaires. Les recherches actuelles s'orientent donc vers le développement de polyols biosourcés et de polyuréthanes sans isocyanates. [2; 4; 6]



Figure 2.1- Production mondiale de PU [1].

2.1.1 Historique du polyuréthane

L'histoire du polyuréthane est marquée par une évolution importante. Le polyuréthane est passé d'une simple découverte en laboratoire à une multitude d'applications industrielles.

2.1.1.1 Découverte et premières recherches (1937)

Le polyuréthane a été découvert en 1937 par Otto Bayer et son équipe au sein des laboratoires Interessengemeinschaft Farbenindustrie AG. Farben à Leverkusen, en Allemagne [2]. Les premiers travaux portaient sur les produits issus de d'isocyanates aliphatiques et de diamines. C'est seulement plus tard que les propriétés intéressantes des polyuréthanes issus de d'isocyanates aliphatiques et de glycols ont été réellement comprises.[2]

2.1.1.2 Industrialisation et essor après-guerre (1952 - 1954)

La production à grande échelle a vraiment débuté après la seconde guerre mondiale.

1952 : Les poly isocyanates sont devenus disponibles sur le marché. La production reposait alors sur l'isocyanate de toluène et les polyols de type polyester.[2]

1952-1954 : Bayer a développé différents systèmes basés sur le couple polyester-poly isocyanate.[2]

2.1.1.3 Évolution des composants et fibres (1956 - 1960) : Les polyols polyesters ont été progressivement remplacés par les polyols polyéthers. En effet, ces derniers étaient moins chers, plus faciles à manipuler et offraient une meilleure stabilité hydrolytique.[2]

1956 : DuPont a introduit le poly (tétra méthylène éther) glycol, le premier polyol polyéther commercial.[2]

1957 : BASF et Dow Chemical ont produit des polyakène glycols. C'est durant cette période que Du Pont a créé la fibre Spandex, appelée Lycra.[2]

2.1.1.4 Développement des mousses (1960 - 1967) :

L'industrie du polyuréthane s'est ensuite diversifiée vers les matériaux alvéolaires.

1960 : Apparition des mousses de polyuréthane souples.[2]

1967 : Développement des mousses de polyuréthane rigides.[2]

2.1.1.5 Innovations technologiques (1969 - 1983) :

1969 : Introduction de la technologie PU RIM (Reaction Injection Moulding).[2]

1983 : Cette technologie a permis la création de la première automobile à carrosserie plastique aux États-Unis. [2]

2.1.1.6 Transition écologique et Ere moderne (Depuis 1990)

Les années 1990 ont marqué un tournant environnemental majeur. Les chlore-alcanes nocifs ont été progressivement remplacés par de nouveaux agents, tels que le dioxyde de carbone, le pentane ou des hydrofluorocarbures spécifiques. Le développement des technologies de revêtement par pulvérisation PU-polyurie et des systèmes à deux composants. Les tendances actuelles se concentrent sur l'utilisation de polyols issus d'huiles végétales, les polyuréthanes hybrides ou composites, et le développement de polyuréthanes sans isocyanate. [2]

2.1.2 Structure chimique du polyuréthane

Les polyuréthanes ont une structure chimique particulière caractérisée par des liaisons uréthanes répétées dans leur chaîne principale appelées aussi liaisons carbamates. Les polyuréthanes sont créés en mélangeant deux monomères principaux et parfois un allongeur de chaîne ; cela leur donne une structure plus complexe. [7]

2.1.2.1 Structure générale

La structure des polyuréthanes est basée sur une réaction de polyaddition exothermique. Cette réaction se produit entre deux composants clés : Le premier est un poly isocyanate organique.[7; 8] qui contient au moins deux groupements isocyanates réactifs (-NCO). Le second composant est un polyol ou macro monomère oligomérique, comme le polyéther, le polyester ou le polycarbonate, qui possède au moins deux fonctions hydroxyles (-OH). Cette réaction a un avantage industriel important ; elle ne libère généralement pas de sous-produits de faible masse molaire, comme l'eau ou l'alcool [7; 8]. La liaison uréthane formée assure la rigidité et la stabilité thermique du polymère final.

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

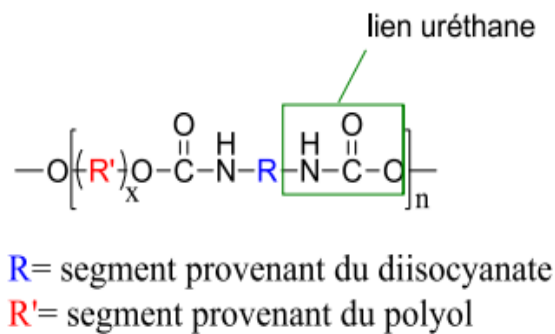


Figure 2.2- Structure générale des polyuréthanes [8].

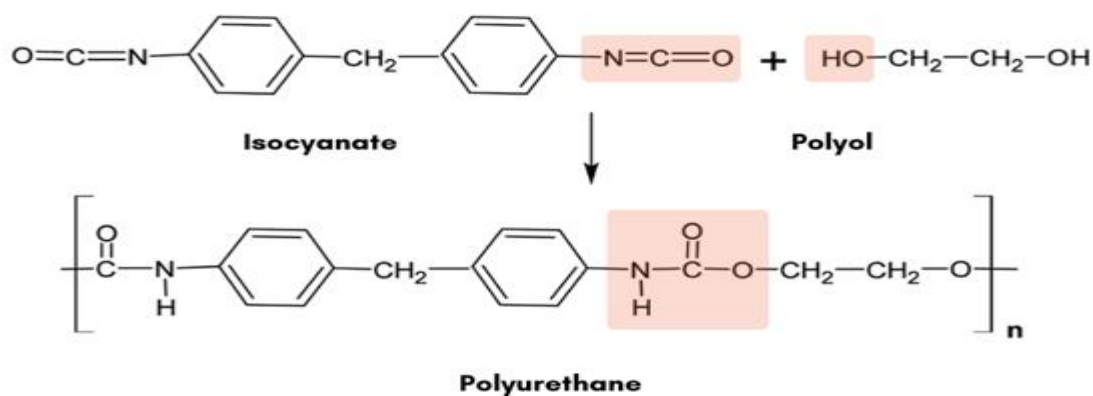


Figure 2.3– Réaction de synthèse du polyuréthane[9].

Organisation segmentée et morphologie

Les polyuréthanes, en particulier les types élastomères ou thermoplastiques, ont une architecture moléculaire unique constituée d'une structure en segments alternés (fig. 2.4) :

- **Segments souples** issus de polyols à longue chaîne, formant la matrice caoutchoutière qui donne au matériau sa flexibilité et son extensibilité. [7 ; 8]
- **Segments rigides** sont créés par la réaction entre un isocyanate et un allongeur de chaîne, comme le diol ou la diamine. Ces segments sont caractérisés par une forte densité de liaisons uréthane, ce qui leur confère une rigidité et une résistance particulières. [7 ; 8]

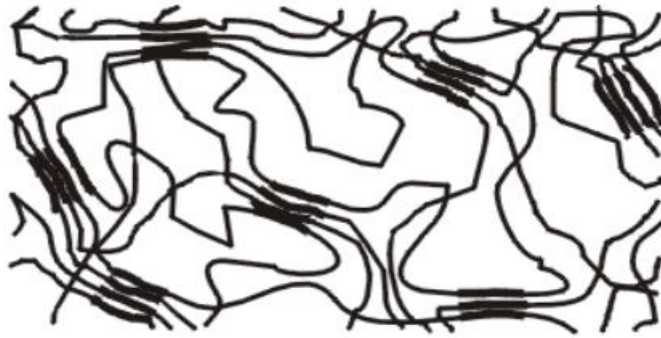


Figure 2.4- Morphologie du polyuréthane : segments mous (traits fins) et segments durs (traits épais) [8].

La surface du polyuréthane est dynamique ; elle peut réorganiser sa composition, en fonction de son environnement, (air ou milieu aqueux), afin de minimiser son énergie libre interfaciale [8]. Cette complexité structurale, qui inclut souvent d'autres types de liaisons, (comme les liaisons urée, éther, ester et allophanate), est à l'origine de la grande diversité des déchets de polyuréthane ; ce qui rend leur recyclage si difficile. [7]

2.1.2.2 Caractéristiques du PU

1. Propriétés physicochimiques du PU

Les propriétés physicochimiques des polyuréthanes proviennent directement de leur structure moléculaire qui est souvent décrite comme étant composée de segments. [7], [8]

- ✓ **Morphologie segmentée et séparation de phase** : Les polyuréthanes, Thermoplastiques (TPU), sont des copolymères à blocs constitués de segments souples, issus du polyol et de segments rigides, issus de l'isocyanate et de l'allongeur de chaîne. Ces segments alternent. [3; 7]

L'incompatibilité entre ces blocs est thermodynamique ; elle provoque une micro-séparation de phases à l'échelle nanométrique (d'environ 10 nm) qui crée des domaines rigides. [3; 8]

- ✓ **Transitions thermiques** : La phase souple a une température de transition vitreuse (T_{gSS}) généralement inférieure à la température ambiante. Par exemple, pour la polycaprolactone (PCL), elle est d'environ $-72\text{ }^{\circ}\text{C}$, ce qui donne à ce matériau son caractère élastomère. [3]

Les domaines rigides agissent comme des points de jonction physique. Ils ont leur propre température de transition vitreuse, que l'on abrège souvent par T_g qui se situe généralement entre 50 et $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les matériaux amorphes. Les domaines rigides semi-cristallins, ont une température de fusion, notée T_f [7]. L'écoulement visqueux du matériau se produit généralement entre 140 et $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. [3; 7]

- ✓ **Réversibilité thermique** : Les liaisons uréthane peuvent être thermiquement réversibles. En fonction de leur structure chimique (aromatique ou aliphatique), elles peuvent se décomposer et reformer les précurseurs d'origine à des températures variant entre $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. [1; 3 ; 5]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- ✓ **Propriétés physiques** : Les matériaux en question sont de très bons isolants thermiques. Leur conductivité thermique est faible, généralement entre 0,1 et 0,2 W/m.K. [3]

Les mousses ont une masse volumique qui varie de 10 à 800 kg/m³. Les formes compactes ont une masse volumique comprise entre 1000 et 1200 kg/m³. [3 ; 5]

- ✓ **Dynamique de surface** : La surface d'un matériau en polyuréthane (PU) est capable de s'adapter. Elle cherche à minimiser son énergie libre en fonction de son environnement. Quand le matériau est dans un milieu apolaire, comme l'air, les parties hydrophobes ont tendance à se déplacer vers la surface. Dans un milieu polaire, comme l'eau ou le corps humain, ce sont les segments hydrophiles qui deviennent plus importants. [8]

2. Solubilité et résistance chimique

La solubilité des polyuréthanes est complexe à généraliser car elle dépend étroitement de la réticulation et de la nature des segments. [10]

- ✓ **Bons solvants pour dissolution** : Les polyuréthanes linéaires se dissolvent bien dans des solvants polaires aprotiques. Citons par exemple le tétrahydrofurane (THF), le diméthylformamide (DMF), le diméthylacétamide (DMAc) et le diméthylsulfoxyde (DMSO). [2 ; 3 ; 8 ; 10]
- ✓ **Agents de gonflement** : Certains solvants, comme le toluène, le dichlorométhane, l'acétone et l'acétate d'éthyle, font gonfler la matrice sans la dissoudre nécessairement. [8 ; 10]

Les non-solvants comprennent l'eau et les alcools légers tels que l'éthanol et l'isopropanol. De plus, les alcanes comme l'hexane et le cyclohexane ont également peu d'effet de solvation sur le polyuréthane. [8 ; 10]

- ✓ **Stabilité chimique** : Les polyuréthanes à base de polyéthers sont sensibles à l'oxydation. En revanche, ceux à base de polyesters sont plus vulnérables à l'hydrolyse. [7 ; 8]

Les segments polycarbonates, quant à eux, offrent une excellente résistance à l'oxydation, surtout dans un environnement in vivo. [8]

3. Additifs

De nombreuses substances sont incorporées pour contrôler la réaction ou modifier les propriétés finales. [1 ; 2]

- **Catalyseurs** : Indispensables pour atteindre des vitesses de réaction industrielle. [2 ; 5]
- **Amines tertiaires**, comme le 1,4-Diazabicyclo [2.2.2] octane (DABCO), le et la triéthylamine, facilitent la polymérisation et la réaction d'expansion entre les isocyanates et l'eau. [2 ; 8 ; 10]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- **Composés organométalliques**, tels que les sels d'étain comme le dilaurate de dibutylétain (DBTL), sont très efficaces et favorisent particulièrement la formation de liaisons uréthanes, surtout lorsqu'il s'agit d'isocyanates aliphatiques. [2 ; 5 ; 8]
- **Allongeurs de chaîne et réticulant** : Ce sont des molécules avec une faible masse molaire. Des diols, comme le 1,4-butanediol, ou des triols, comme le glycérol, sont utilisés et servent à ajuster la dureté ou à créer un réseau thermodurcissable en trois dimensions. [1 ; 2 ; 3 ; 7 ; 8]
- **Agents de gonflement**, utilisés pour fabriquer des mousses peuvent être de deux types : physique ou chimique. Les agents physiques comprennent le HFC, le pentane et le dioxyde de carbone supercritique. Les agents chimiques peuvent être constitués d'eau qui réagit avec l'isocyanate pour libérer du dioxyde de carbone. [2 ; 3 ; 5 ; 10]
- **Tensio-actifs** : il s'agit de poly siloxanes qui sont essentiels pour stabiliser les bulles pendant la formation de la mousse. [1 ; 7 ; 10]
- **Fillers (ou charges)** qui comprennent la craie, le graphite, les oxydes métalliques ou le sulfate de baryum qui est souvent utilisé comme agent radio-opacifiant dans le domaine médical. [8 ; 10]
- **Antioxydants**, comme la Vitamine E, qui empêchent l'oxydation.

Les composants les plus courants que l'on peut trouver dans les PU typiques et les raisons de leur inclusion sont présentés dans le tableau 2.1.

2.1.2.3 Différentes familles de polyuréthanes

Les polyuréthanes peuvent être classés de différentes manières, en fonction de leur structure moléculaire, de la nature chimique de leurs composants ou de leur forme physique lorsqu'ils sont utilisés.

- **Classification selon l'architecture moléculaire**

La fonctionnalité des réactifs, c'est-à-dire le nombre de groupements réactifs par molécule, détermine la structure finale du matériau.

- ✓ **Polyuréthanes linéaires** : Obtenus à partir de monomères ayant exactement deux groupements réactifs, comme un diisocyanate et un diol. [3]
- ✓ **Polyuréthanes segmentés** (ou Elastomères thermoplastiques :TPU) : Ce sont des copolymères à blocs, constitués de segments souples, issus du polyol, et de segments rigides, issus de l'isocyanate et d'un allongeur de chaîne [3 ; 7]. Cette structure spéciale permet une micro-séparation de phases. C'est ce qui donne au matériau sa nature élastomère. [3]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- ✓ **Polyuréthanes réticulés** (ou thermodurcissables) : qui se forment lorsque l'un des réactifs a plus de deux groupements réactifs. Un exemple est le triol, comme le glycérol. Cela crée un réseau covalent tridimensionnel permanent. [3]

Tableau 2.1 - Composants des polyuréthanes et raisons de leur inclusion [1].

Additifs	Rôle / Fonction
Isocyanates	Responsables de la réactivité et du durcissement du PU.
Polyols	Contribuent à la formation de longues chaînes flexibles, donnant des polymères souples et élastiques.
Catalyseurs	Accélèrent la réaction entre les isocyanates et les polyols et permettent la polymérisation à des températures plus faibles.
Plastifiants	Réduisent la dureté du matériau et améliorent sa flexibilité.
Pigments	Permettent d'obtenir des PU colorés à des fins esthétiques.
Agents de réticulation /Allongeurs de chaîne (Cross-linkers/Chain extenders)	Modifient la structure moléculaire du PU et améliorent ses propriétés mécaniques.
Agents gonflants et tensioactifs (Blowing agents/Surfactants)	Favorisent la formation des mousses, contrôlent la génération des bulles et la structure cellulaire.
Charges (Fillers)	Réduisent les coûts de production et améliorent certaines propriétés telles que la rigidité et la résistance à la traction.
Retardateurs de flamme	Réduisent l'inflammabilité du matériau.
Retardateurs de fumée	Limitent la production de fumée lors de la combustion du matériau.

- **Classification selon la nature chimique du polyol**

La nature de la chaîne du polyol détermine les propriétés de résistance et de souplesse du polyuréthane (fig. 2.5).

- ✓ **Polyéther uréthanes** (PEUR) sont à base de polyols polyéthers, tels que le polyéthylène glycol (PEG), le polypropylène glycol (PPG) et le poly (tétra méthylène éther) glycol (PTMEG)[7], [8]. Ils sont appréciés pour leur souplesse à froid et leur excellente résistance à l'hydrolyse. Cependant, ils sont sensibles à l'oxydation. [2 ; 7]
- ✓ **Polyester uréthanes** (PESTUR) sont à base de polyesters aliphatiques, tels que les polyadipates et la polycaprolactone (PCL). Ils offrent de meilleures propriétés mécaniques et une meilleure tenue en température. Cependant, ils sont plus sensibles à l'humidité, ce qui peut entraîner une hydrolyse. [7 ; 8]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- ✓ **Polycarbonate-uréthanes**, qui utilisent des segments polycarbonates qui offrent une excellente stabilité chimique et une résistance supérieure à l'oxydation in vivo. Cela les rend idéaux pour les implants médicaux à long terme. [7 ; 8]

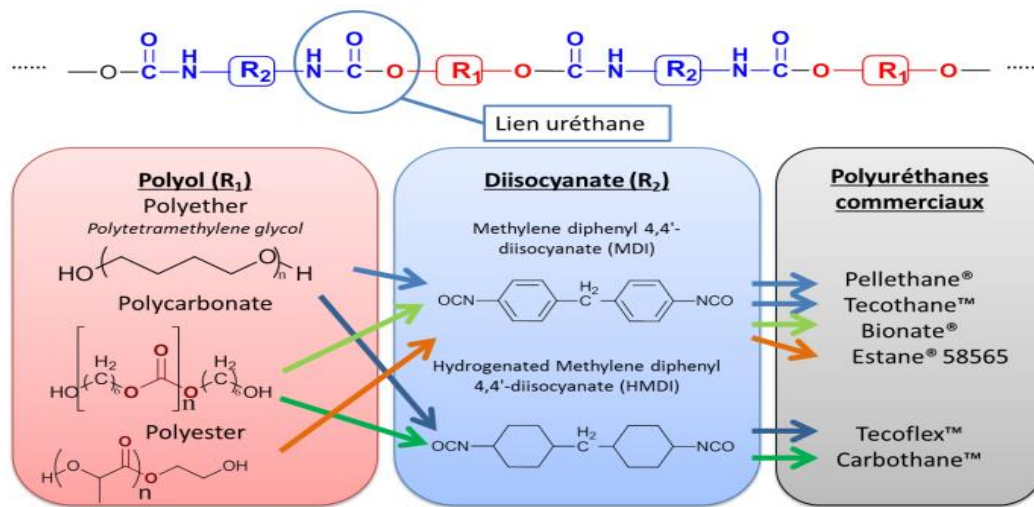


Figure 2.5- Exemples de polyuréthanes commerciaux et leurs compositions chimiques [8].

- **Classification par forme physique et applications**

Le marché mondial des PU est divisé de la manière suivante (fig. 2.6) :

- ✓ **Mousses**, qui sont divisées en deux catégories : les mousses souples utilisées pour les matelas et les sièges de voitures et les mousses rigides utilisées pour l'isolation thermique des bâtiments. [1 ; 7 ; 8]
- ✓ **Revêtements**, qui comprennent des vernis et des peintures protectrices à haute performance. [7 ; 10]
- ✓ **Elastomères**, utilisés comme matériaux techniques dans plusieurs domaines, notamment le sport, l'automobile et l'industrie. [7 ; 10]
- ✓ **Adhésifs et Mastics**, qui comprennent des colles et des joints d'étanchéité. [7 ; 10]
- ✓ **Secteur biomédical** où les PU incluent des cathéters, des cœurs artificiels et des pansements ; ils sont choisis pour leur biocompatibilité. [7 ; 8]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

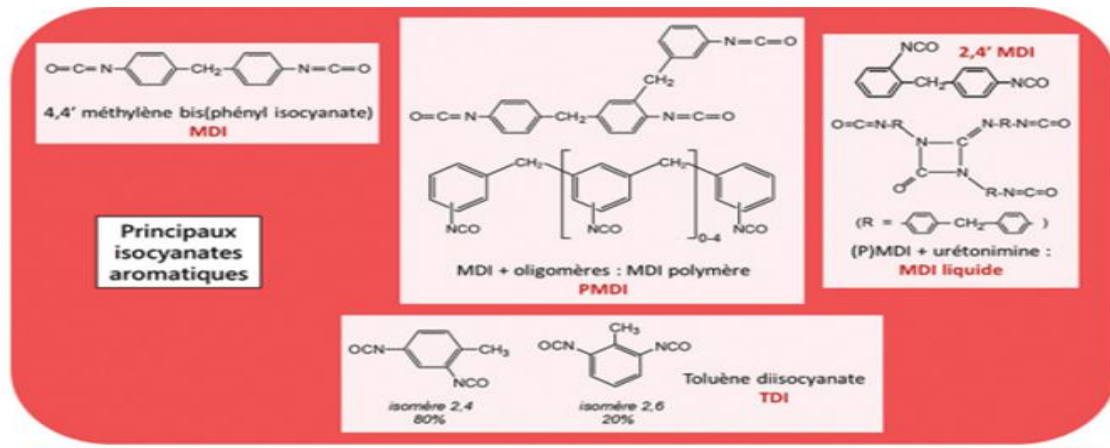


Figure 2.6- Différentes applications du polyuréthane [7].

• Classification selon le type d'isocyanate

Cette classification est illustrée par les deux figure 2.7 et 2.8, qui représentent les principales structures des isocyanates aromatiques et aliphatiques utilisés dans la synthèse des polyuréthanes. Les isocyanates aliphatiques constituent à eux seuls 95% de la production mondiale (50% pour le HDI (1,6-hexaméthylène diisocyanate), 30% pour l'IPDI (isophorone diisocyanate) et 20 % pour le HMDI (diisocyanate de cyclohexylméthane). On peut citer :

- ✓ **Polyuréthannes aromatiques**, qui sont fabriqués à partir de composés comme le MDI (4,4'-méthylène bis-phényl isocyanate) ou le TDI (Toluène diisocyanate). Ces polyuréthannes aromatiques sont plus courants, très réactifs et économiques et ont tendance à jaunir lorsqu'ils sont exposés à la lumière. [7 ; 8]

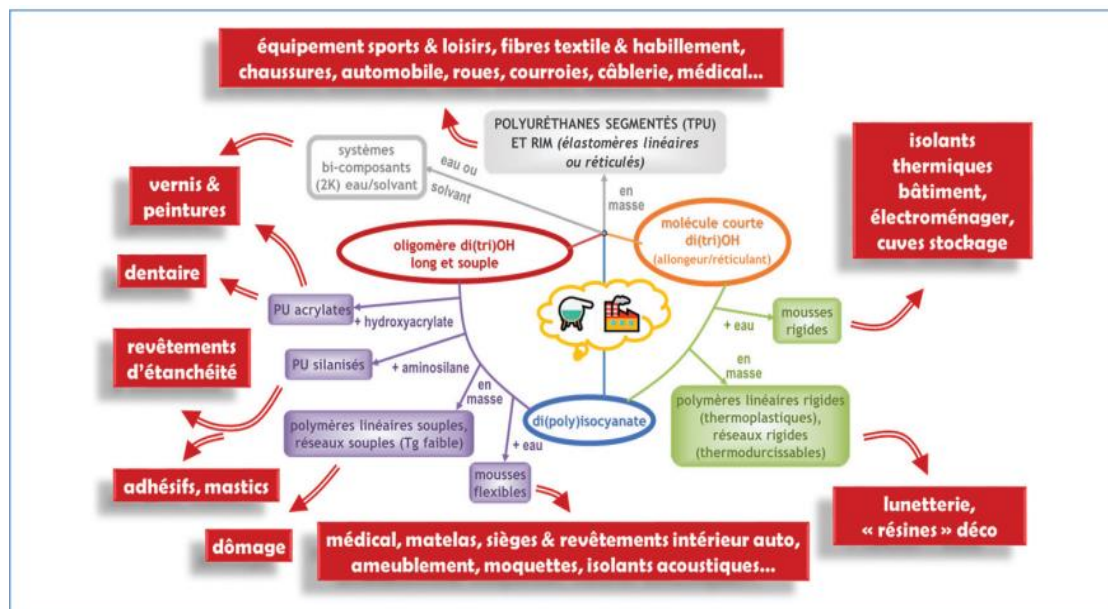


Figure 2.7– Principaux Isocyanates aromatiques commerciaux [7].

- ✓ **Polyuréthannes aliphatiques** sont issus d'isocyanates comme le HDI (1,6-hexaméthylène diisocyanate) ou l'IPDI (isophorone diisocyanate). Ces polyuréthannes aliphatiques sont résistants aux ultraviolets et conservent leur transparence. C'est pourquoi, ils sont souvent utilisés pour les vernis et les peintures. [1], [7], [8]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

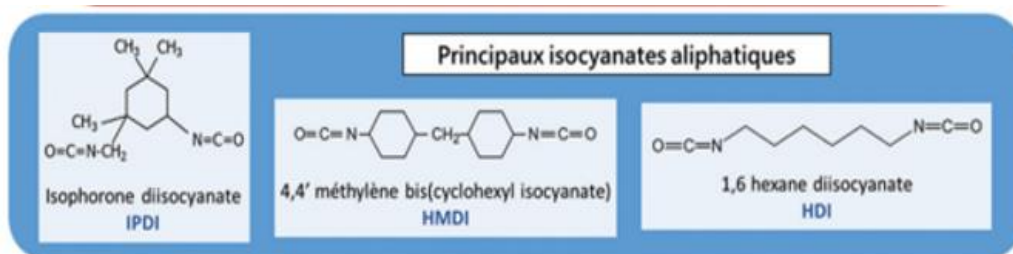


Figure 2.8- Isocyanates aliphatiques [7].

2.1.3 Formation du polyuréthane

La formation des polyuréthanes se base sur une réaction appelée polyaddition qui se produit entre un polyisocyanate et un polyol. Cette réaction ne forme qu'un polymère, ne libère pas de sous-produits de faible masse molaire comme l'eau. [1], [4]

Le mécanisme chimique de base se déroule en plusieurs étapes ; Il commence par l'addition de l'hydrogène labile d'un groupement hydroxyle sur un groupement isocyanate. Cela crée une liaison uréthane[1], [4]. Cette réaction est exothermique et dégage environ 100 kJ par mole d'uréthane formé.[4]

Lorsque la réaction se produit sans catalyseur, elle débute par une attaque nucléophile. Le carbone de l'isocyanate est attaqué par l'oxygène de l'alcool et cela forme un complexe intermédiaire.[4]

2.1.4 Synthèse et formulation

La synthèse des polyuréthanes peut être réalisée selon plusieurs procédés, les plus courants étant la méthode « one-shot » et le procédé à prépolymère.

Synthèse en une étape La synthèse en une étape, aussi appelée « One-shot », consiste à mélanger tous les composants en même temps sans utiliser de solvant.[1], [4] Le principal problème avec cette méthode est de gérer l'exothermicité. Si la température dépasse un seuil critique (entre 170 °C et 210 °C), cela risque d'abîmer les fonctions uréthanes.[4]

Procédé à prépolymère Le procédé à prépolymère se déroule en deux étapes. Première étape : on fabrique un prépolymère terminé isocyanate en faisant réagir un diisocyanate en léger excès avec un polyol[4]. Deuxième étape : ce prépolymère réagit ensuite avec un polyol polyfonctionnel pour former le polymère final. Cette méthode permet de mieux contrôler la viscosité et la cinétique. Elle réduit aussi la toxicité des composants volatils.[4]

2.1.4.1 Isocyanates

Les isocyanates sont très importants pour créer des polyuréthanes et aident à relier les molécules entre elles de manière très efficace. Ces molécules ont un groupe spécial appelé -N=C=O , avec des liaisons doubles très réactives [2 ; 10]. La structure électronique de ce groupement peut être décrite par différentes formes de résonance, comme illustré dans la figure 2.9. Le comportement de ce groupe est influencé par le carbone central, qui est très attractif pour les molécules qui ont des atomes

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

d'hydrogène facilement déplaçables. En même temps, les atomes d'azote et d'oxygène dans ce groupe ont une tendance à attirer d'autres molécules [2 ; 5].

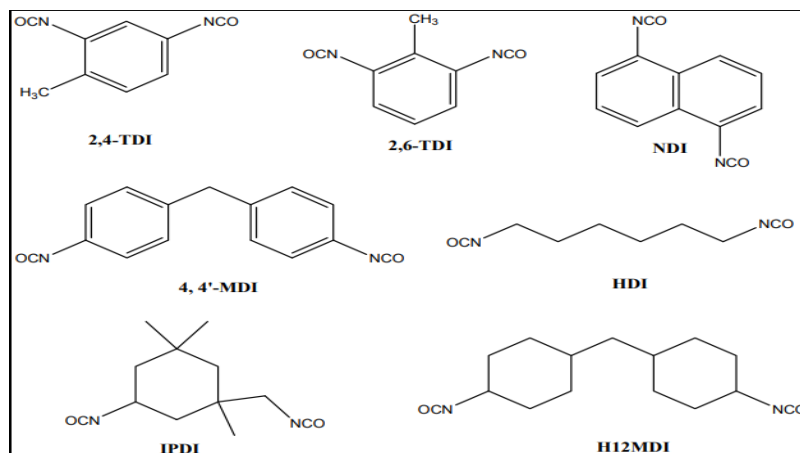


Figure 2.9- Résonance dans l'isocyanate.[2]

En industrie, les isocyanates utilisés sont classés selon la structure du squelette hydrocarboné en deux grandes catégories :

- **Isocyanates aromatiques** : ceux-ci représentent plus de 90 % de la production mondiale. Le **MDI** (4,4'-méthylène bis-phényl isocyanate) et le **TDI** (toluène diisocyanate) sont les plus couramment utilisés [1 ; 7]. Dans ce cas, la réactivité est influencée par la délocalisation électronique au sein du noyau aromatique, comme le montre la figure 2.11.

Ces composés sont appréciés pour leur grande réactivité chimique, donnent une rigidité structurelle au polymère final [2 ; 7]. Cependant, leur structure aromatique les rend sensibles à l'oxydation et aux rayonnements UV. Cela peut provoquer un jaunissement des matériaux exposés à la lumière. [1 ; 7 ; 8]

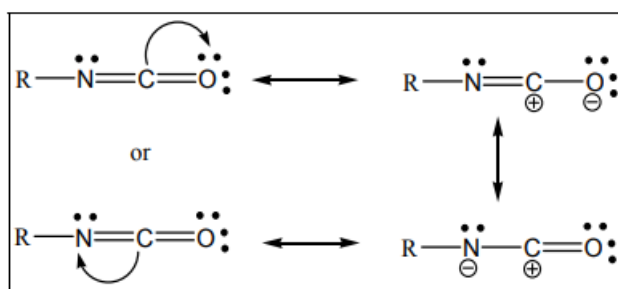


Figure 2.10- Isocyanates communs[2]

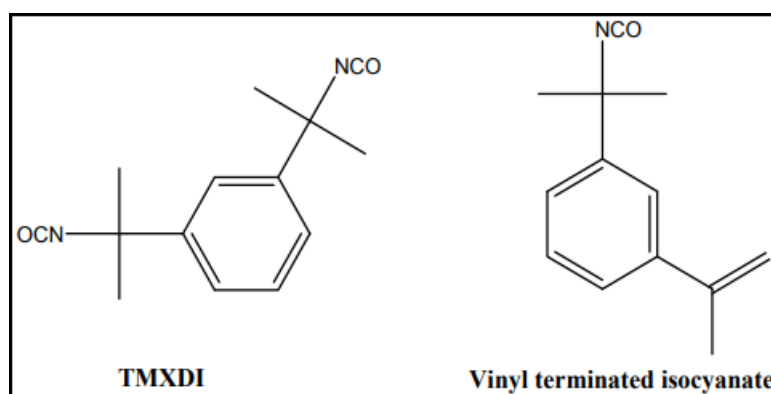


Figure 2.11- Résonance dans l'isocyanate aromatique.[2]

- **Isocyanates aliphatiques et cycloaliphatiques** : Les plus courants sont le **HDI** (1,6-hexaméthylène diisocyanate), l'**IPDI** (isophorone diisocyanate) et l'**HMDI** (diisocyanate de cyclohexylméthane). Bien que moins réactifs et plus onéreux que les aromatiques, ils sont essentiels pour la formulation de revêtements et de vernis haute performance, car ils offrent une excellente stabilité de couleur et une résistance accrue aux intempéries [2 ; 7 ; 8]. D'autres isocyanates spécifiques tels que le TMXDI (meta-tetramethylxylylene diisocyanate) et l'Isocyanate à terminaison vinyle peuvent également être utilisés selon les applications industrielles (fig. 2.12).

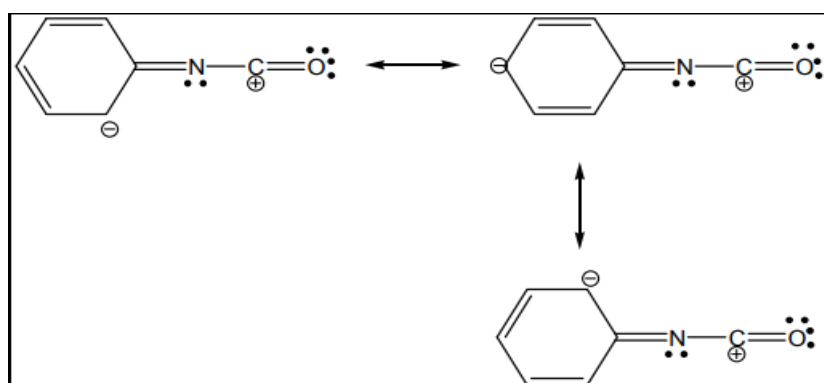


Figure 2.12- Autres isocyanates [2]

L'usage des isocyanates pose de gros problèmes en hygiène industrielle :

- **Toxicité des précurseurs** : La synthèse traditionnelle des isocyanates utilise la réaction entre les amines et le phosgène considéré comme un gaz extrêmement toxique et corrosif. [2 ; 5 ; 10]
- **Dangerosité intrinsèque** : La plupart des diisocyanates utilisés dans le commerce sont considérés comme des substances cancérogènes, mutagènes ou reprotoxiques [7 ; 10]. Ces

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

produits sont souvent responsables de problèmes respiratoires graves (l'asthme par exemple), de dermatoses, en raison de leur capacité à provoquer des réactions allergiques. [2 ; 10]

- **Encadrement législatif** : À cause de ces risques, l'Union européenne a mis en place une obligation de formation spécifique pour tous les utilisateurs qui manipulent des diisocyanates à des concentrations supérieures à 0,1 % en masse, grâce au règlement REACH [10]. En Algérie, les matières et produits chimiques dangereux sont soumis à une réglementation spécifique visant à garantir la sécurité des personnes et de l'environnement. Conformément au décret exécutif n° 10-19 du 12 janvier 2010 modifiant et complétant le décret exécutif n° 03-451 du 1er décembre 2003, les activités impliquant ces substances nécessitent un agrément délivré pour une durée de 3 ans renouvelables. Le personnel chargé de leur stockage doit être préalablement habilité, tandis que les opérateurs sont tenus d'assurer la traçabilité des produits à travers des registres de suivi soumis à des contrôles périodiques. En cas de non-respect des règles de sécurité, des sanctions telles que la suspension de l'activité ou le retrait de l'agrément peuvent être prononcées. [11]

Dans une optique de valorisation, il est important de considérer que la liaison uréthane formée lors de la synthèse est thermiquement réversible [3 ; 7]. À des températures élevées (entre 120 et 250°C), selon la structure, la liaison peut se rompre ; cela permet de redonner l'isocyanate et l'alcool d'origine. Ce principe est à la base des procédés de recyclage chimique, comme la glycolyse. [3 ; 5 ; 7]

Cependant, lorsque les polyuréthanes aromatiques, comme ceux à base de MDI (le diisocyanate de diphenylméthylène) ou de TDI (le diisocyanate de toluène), se dégradent de manière non contrôlée, ils peuvent libérer des substances toxiques et potentiellement cancérigènes, notamment la MDA (Méthylènedianiline) ou la TDA (la toluène diamine). Cela représente un problème environnemental important pour la gestion des déchets. [8 ; 10]

Pour réduire les dangers liés aux isocyanates issus du pétrole, les chercheurs se tournent vers plusieurs alternatives :

- **Isocyanates biosourcés**, créés à partir d'acides gras végétaux. [1 ; 2].
- **Polyuréthanes sans isocyanate (NIPU)** : Des liaisons uréthanes sont créées via la réaction de carbonates cycliques avec des amines. Cette méthode permet d'éviter l'utilisation de substances très toxiques. [1 ; 2 ; 6]

2.1.4.2 Polyols

Les polyols sont de grandes molécules ayant au moins deux groupes hydroxyles réactifs [2 ; 5 ; 8]. Dans les polyuréthanes ayant des segments différents, les polyols forment les parties souples, ce qui les rend flexibles, extensibles et élastiques. [2 ; 3 ; 5 ; 8]

La nature du polyuréthane obtenu dépend étroitement des caractéristiques physicochimiques clés du polyol utilisé :

- **Fonctionnalité (f)** est définie par le nombre de groupements (-OH) par molécule. Lorsqu'un polyol est dit strictement difonctionnel, cela signifie qu'il a une fonctionnalité de 2 ($f=2$). Cela donne lieu à des structures linéaires, qui sont généralement thermoplastiques. En revanche, si la fonctionnalité est supérieure à 2 ($f > 2$), cela induit une réticulation. De ce fait, il y a formation de réseaux tridimensionnels thermodurcissables. [3 ; 5 ; 8]
- **Masse molaire** : Les polyols de haute masse molaire (2 000 à 10 000 g/mol) sont privilégiés pour les mousses souples et les élastomères, tandis que les polyols de faible masse (quelques centaines de g/mol) sont utilisés pour produire des matériaux rigides et hautement réticulés. [1]
- **Indice d'hydroxyle (IOH)**, paramètre très important en analyse, mesure la concentration de groupes hydroxyles. Cela aide à déterminer les proportions exactes nécessaires pour une réaction avec l'isocyanate. [3]

On distingue principalement trois grandes familles de polyols industriels :

- **Polyéthers polyols**, comme le **PEG (Polyéthylène glycol)**, le **PPG(Polypropylène glycol)** et le **PTMO(Poly(tétraméthylène éther glycol))**, très utilisés, en particulier dans la fabrication de mousses [7 ; 8]. Ils présentent une excellente stabilité hydrolytique et une grande souplesse à basse température. Cependant, ils sont sensibles à l'oxydation thermique. [7 ; 8]
- **Polyesters polyols**, tels que le **PCL(Polycaprolactone)** et le **PEA(Poly(adipate d'éthylène))**, donnent aux polyuréthanes des propriétés mécaniques exceptionnelles, comme une bonne résistance à l'abrasion et aux solvants [1 ; 7]. Toutefois, leur composition avec des liaisons esters les rend vulnérables à l'hydrolyse. Cette caractéristique est parfois exploitée pour créer des polyuréthanes biodégradables. [2 ; 7 ; 8]
- **Polycarbonates polyols** ou **PCD (Polycarbonate diol)**, utilisés pour des applications haute gamme, notamment dans le domaine biomédical ; ils offrent une résistance exceptionnelle à l'oxydation in vivo et une stabilité chimique supérieure à celle des polyéthers et des polyesters. [2 ; 7 ; 8]

Dans le contexte actuel de transition écologique et de gestion des déchets, il existe deux axes sur les polyols :

- **Polyols biosourcés**, qui viennent de ressources renouvelables, comme les huiles végétales, par exemple le ricin, le soja, le palme ou le maïs, ou encore la lignine [2 ; 6 ; 7]. Pour les utiliser, on doit souvent les modifier chimiquement, par exemple par époxydation ou hydroformylation, pour y introduire les fonctions hydroxyles qui permettront ensuite la polymérisation. [1 ; 6]
- **Polyols de recyclage**, qui permettent de valoriser chimiquement les déchets polymères, comme le polyéthylène téréphtalate (PET). Ce processus utilise la glycolyse pour régénérer des oligoesters polyols. Ces polyols peuvent ensuite être réutilisés pour créer de nouveaux polyuréthanes [1 ; 2]. Cette méthode est très utile pour l'économie circulaire des matériaux plastiques ; elle représente une excellente stratégie pour réduire les déchets et promouvoir la durabilité. [2]

Les polyols sont dotés de certains avantages et inconvénients (tab. 2.2).

2.1.4.3 Allongeurs (ou extenseurs) de chaînes

Les allongeurs de chaînes sont un élément clé dans la composition des polyuréthanes segmentés. Ils sont, avec les polyisocyanates et les polyols, l'un des trois constituants de base [3 ; 7 ; 8]. Ces molécules ont une fonctionnalité de 2 et une faible masse molaire comprise entre 40 et 300 Da [1 ; 7 ; 8]. Elles ont pour rôle principal de réagir avec les polyisocyanates. Cette réaction permet de créer les segments rigides du polymère. Les segments rigides, combinés aux segments souples provenant des polyols, donnent au matériau son architecture macromoléculaire unique. [7]

Les allongeurs de chaînes peuvent être classés en fonction de leur groupement fonctionnel réactif (tab. 2.3). Le **tableau 2.4** présente les caractéristiques de quelques allongeurs de chaînes couramment utilisés.

Il existe plusieurs types d'allongeurs de chaînes, notamment les diols de faible masse molaire qui sont très utilisés pour la synthèse de polyuréthanes thermoplastiques [1 ; 8]. Le 1,4-butanediol est souvent utilisé comme référence standard. D'autres composés, tels que l'éthylène glycol, le 1,6-hexanediol ou l'hydroquinone bis, sont également utilisés pour moduler les propriétés finales des polyuréthanes thermoplastiques [1 ; 2 ; 3 ; 8]. L'utilisation de diols courts conduit uniquement à des liaisons uréthanes au sein des segments rigides des polyuréthanes thermoplastiques. [2]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

Tableau 2.2- Avantages et inconvénients des différents polyols provenant de différentes sources [1]

Type de polyol	Avantages	Inconvénients
Polyéther polyols à base d'oxyde de propylène et d'oxyde d'éthylène	Stabilité hydrolytique, faible coût, viscosité adaptée, bonne flexibilité.	Faible stabilité oxydative, module/résistance mécanique limités, faible stabilité thermique, inflammabilité
Polyester polyol aliphatique	Bonne stabilité oxydative, bonne résistance mécanique	Viscosité élevée, stabilité hydrolytique limitée
Polyester polyol aromatique	Bonne résistance au feu, module élevé, rigidité importante	Viscosité élevée, faible flexibilité
Polyéther polyols à base de tétrahydrofurane (THF)	Bonne stabilité hydrolytique, bonnes propriétés mécaniques (module/ résistance)	Faible stabilité oxydative, viscosité élevée, coût élevé
Polycarbonate polyols	Excellente stabilité hydrolytique et oxydative, bonnes propriétés mécaniques	Viscosité élevée, coût élevé
Polyols acryliques	Bonne stabilité à l'hydrolyse et à l'oxydation, dureté élevée	Viscosité élevée, coût élevé, faible flexibilité
Polyol de polybutadiène	Bonne flexibilité à basse température, excellente résistance aux solvants	Viscosité élevée, sensible à l'oxydation thermique (sauf s'il est hydrogéné), coût élevé

Tableau 2.3- Agents d'allongement de chaînes les plus utilisés [8]

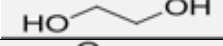
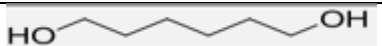
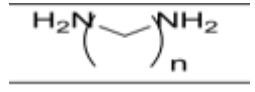
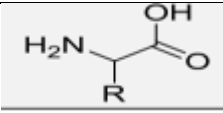
Monomère	Type	Composé chimique	Structure chimique
Agents d'allongement de chaînes	Diols	Ethylène glycol (EG)	
		Diéthylène glycol	
		1,4-butane diol (BDO)	
		1,6-hexanediol (HDO)	
	Diamines	Diamines aliphatiques	
		Diamines aromatiques	
	Autres	Acides aminés	

Tableau 2.4- Caractéristiques de différents allongeurs de chaînes et d'un réticulant

Nom	Masse molaire (g/mol)	Fonctionnalité	Indice d'hydroxyle	Nombre de mol de fonction/ kg
1,4-BDO(1,4-Butanediol)	90	2	1247	22.2
HQEE (Éther bis(2-hydroxyéthyl) de l'hydroquinone)	198	2	567	10.1
TMP(Triméthylolpropane)	134	3	1256	22.4

L'emploi de diamines comme allongeurs conduit à la formation de liaisons urées au sein de la chaîne des polyuréthanes [1 ; 2 ; 8]. Ces systèmes sont souvent appelés polyuréthane-urée ; Ils présentent une densité de liaisons hydrogène plus élevée, ce qui renforce la stabilité thermique et les propriétés mécaniques du matériau. [1 ; 2]

Les hydroxylamines sont également utilisées comme allongeurs de chaînes. Des molécules mixtes comme la diéthanolamine ou la triéthanolamine peuvent être employées [2]. Cependant, lorsque la fonctionnalité de l'agent est > 2 , on parle alors d'agents de réticulation. Ces agents transforment le polymère en un réseau tridimensionnel thermodurcissable. [2 ; 3 ; 7 ; 8]

L'allongeur de chaîne joue un rôle clé dans le contrôle de la micro-séparation de phases. C'est ce phénomène qui donne au polyuréthane ses propriétés élastomères.

Il est très important de choisir le bon allongeur de chaîne pour valoriser correctement les déchets. Lorsqu'on utilise un allongeur difonctionnel comme le TPU, on obtient une structure linéaire qui peut être recyclée de manière simple par fusion, que ce soit par injection ou par extrusion. Par contre, si on utilise des allongeurs polyfonctionnels, cela crée une structure réticulée qui nécessite des méthodes de recyclage chimique plus compliquées, comme la glycolyse.[7 ; 10]

2.1.4.4 Catalyseurs

L'incorporation de systèmes catalytiques est très importante pour l'industrie des polyuréthanes. Les catalyseurs permettent d'accélérer les réactions chimiques, ce qui est nécessaire pour répondre aux besoins de production. Par exemple, ils aident à former une mousse en moins de 10 minutes. De plus, les catalyseurs nous permettent de contrôler avec précision la structure moléculaire et la forme finale du polymère.[4]

Les catalyseurs jouent un rôle clé en réduisant l'énergie nécessaire pour amorcer les réactions de polyaddition. Ils aident également à contrôler la sélectivité, en favorisant certaines réactions par rapport à d'autres qui pourraient se produire en même temps.[1 ; 2]

Les catalyseurs utilisés dans la synthèse des polyuréthanes sont essentiellement divisés en deux catégories :

- **Bases de Brønsted (Amines tertiaires)**, rencontrés surtout dans la synthèse impliquant des isocyanates aromatiques. Les amines tertiaires sont très efficaces pour catalyser deux types de réactions. Premièrement, elles facilitent la réaction d'expansion, également connue sous le nom de réaction isocyanate-eau, qui produit du dioxyde de carbone. Deuxièmement, elles catalysent la réaction de trimérisation, qui conduit à la formation d'isocyanurates. Les amines tertiaires jouent donc un rôle clé dans ces processus chimiques.[4]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- **Catalyseurs Organométalliques (Acides de Lewis) :** Ces catalyseurs organométalliques sont nettement plus efficaces pour les isocyanates aliphatiques [5 ; 7]. Ils ont l'avantage d'être moins volatils et parfois moins toxiques que les amines tertiaires.[2]

Les composés de l'étain sont très importants. Le dilaurate de dibutylétain est le produit de référence qui aide à créer des liaisons uréthane et réduit les réactions secondaires indésirables. Par exemple, il empêche la formation d'allophanates ou d'isocyanurates [4] . Pour les mélanges qui contiennent de l'eau, les mercaptides d'étain sont parfois utilisés. Ils empêchent l'hydrolyse des carboxylates d'étain, ce qui est très utile.[1]

D'autres métaux sont également utilisés par exemple les sels de bismuth, de zinc, de zirconium, de titane et de fer. Autrefois, on utilisait des catalyseurs au plomb ou au mercure, comme les carboxylates de mercure, parce qu'ils étaient très sélectifs. Cependant, ces métaux sont maintenant interdits ou en cours de remplacement. La raison est leur grande toxicité, qui pose des problèmes pour l'environnement et la santé.[1 ; 2]

En formulation industrielle, on combine souvent une amine tertiaire avec un composé organométallique pour obtenir un effet synergique [5 ; 7]. Cette combinaison permet un contrôle précis de l'équilibre entre la constante de gélification et la constante d'expansion.[4]

Dans l'optique de valoriser les déchets et de réduire la toxicité, les recherches actuelles optent pour des méthodes plus durables :

- ✓ **Chélates de Zirconium** : on les propose comme substituts sélectifs et moins toxiques aux dérivés de l'étain. Ils activent les groupements hydroxyles grâce à un mécanisme d'insertion.[4]
- ✓ **Organocatalyseurs** (ou bases fortes), sont des molécules qui donnent des résultats intéressants. C'est le cas de la triazabicyclodécène (TBD) et des guanidines comme le DBU.[7 ; 8]
- ✓ **Carbènes N-hétérocycliques (NHC)** : il s'agit de composés organiques très stables et nucléophiles. Ces molécules surpassent en efficacité les amines tertiaires classiques.[7]

2.2 Types de mousses de polyuréthane

Les mousses de polyuréthane sont des matériaux à structure cellulaire constitués d'un réseau de bulles de gaz dissous dans un réseau solide polymère. Les mousses peuvent être classées principalement sur la base de leurs propriétés mécaniques, morphologiques cellulaires et type d'expansion [4]. Le PU est utilisé dans différentes applications (tab. 2.5).

2.2.1 Mousse de polyuréthane souple

La mousse de PU souple, très flexible, est un matériau spécial qui a de petites bulles à l'intérieur et qui peut supporter de fortes déformations sans se casser. Elle peut ensuite revenir à sa forme initiale

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

sans problème. Cela signifie qu'elle peut se déformer beaucoup sans que la force appliquée soit trop élevée. [1 ; 5]

2.2.1.1 Structure et Morphologie

La flexibilité de ce matériau est rendue possible grâce à sa structure de copolymère à blocs. Cette structure est organisée en raison d'une séparation de phases entre deux types de segments. [1]

Tableau 2.5- Types importants de PU et exemples d'applications [1].

Type de PU	Exemples d'applications
PU Thermoplastique (TPU)	Coques de téléphones portables, protections de claviers d'ordinateurs, composants automobiles (tableaux de bord), roulettes, outils électriques, dispositifs médicaux, courroies de transmission, chaussures, radeaux gonflables, films et profilés extrudés.
PU flexible	Coussins, sous-couches de tapis, mobilier, literie, éléments d'intérieur automobile, emballages, applications biomédicales et nanocomposites.
PU rigide	Isolation thermique et isolation acoustique des bâtiments et équipements.
PU pour applications biomédicales (PUI)	Cœurs artificiels, tubulures de raccordement pour stimulateurs cardiaques, tubes d'hémodialyse.
PU en phase aqueuse (Water-borne PU)	Revêtements, adhésifs, mastics d'étanchéité et liants.

- **Segments souples**, qui proviennent du polyol, forment une matrice qui peut bouger librement. C'est cette mobilité qui est responsable de la phase réversible du matériau. [1]
- **Segments rigides**, qui sont issus de l'isocyanate et d'un allongeur de chaîne ; ils jouent le rôle de nœuds de réticulation physique, contribuant ainsi à la stabilité du matériau. [1]

2.2.1.2 Processus de Synthèse

La formation de ces mousses implique deux réactions qui se produisent en même temps.

- Il y a d'abord le gonflement qui se produit lorsque l'isocyanate réagit avec l'eau pour produire de l'urée et du dioxyde de carbone. Le dioxyde de carbone se dilate et reste prisonnier dans le mélange, ce qui crée les alvéoles. [1]
- Ensuite, il y a la gélification qui se produit lorsque l'isocyanate réagit avec les groupements hydroxyles du polyol pour former les liaisons uréthanes qui constituent le réseau. [1]

Pour obtenir une mousse souple, il est important de maintenir la densité de réticulation à un niveau faible. Cela peut être réalisé en réduisant le ratio NCO/OH ou en utilisant des allongeurs de chaîne spécifiques pour abaisser la température de transition vitreuse. [1]

2.2.1.3 Domaines d'Application

Les mousses souples sont utilisées dans :

- **Ameublement** : on les trouve dans les matelas, les coussins et les rembourrages.
- **Industrie automobile** : elles sont utilisées pour les sièges, l'appui-tête et les pièces d'intérieur.
- **Emballage** : elles aident à protéger les objets fragiles contre les chocs pendant le transport.
- **Autres utilisations** : Elles peuvent servir de sous-couches de tapis, avoir des applications biomédicales et être utilisées comme isolants acoustiques. [1 ; 5]

2.2.1.4 Enjeux Techniques et Sécurité

Les mousses souples présentent des limites techniques, notamment en termes de résistance à la traction et à la déchirure, malgré leurs performances. Pour améliorer leurs propriétés mécaniques, il est intéressant de les renforcer avec des fibres textiles comme le verre, le carbone ou l'aramide. En cas de combustion, ces mousses peuvent libérer de grandes quantités de gaz toxiques, tels que le monoxyde de carbone (CO), les oxydes d'azote (NOx) et l'acide cyanhydrique (HCN). Pour atténuer ce risque, on ajoute souvent des agents ignifuges lors de la formulation des mousses.[1]

2.2.2 Mousse de polyuréthane rigide

Les mousses de polyuréthane rigides, très utiles et très utilisées, représentent environ 25% de la consommation mondiale de polyuréthane [7]. Elles ont une structure spéciale avec des cellules fermées qui piègent des gaz qui ne conduisent pas bien la chaleur. Cela les rend très efficaces pour isoler la chaleur. [1 ; 2 ; 8]

2.2.2.1 Architecture chimique et synthèse

La rigidité de ces mousses est le résultat direct de leur structure moléculaire. Elles sont synthétisées à partir de plusieurs éléments importants :

- Premièrement, les polyisocyanates jouent un rôle clé. On utilise généralement des isocyanates de fonctionnalité élevée ou des mélanges polymériques tels que le poly méthylène diphenyl diisocyanate, qui apporte la rigidité nécessaire et améliore la résistance à la flamme.[2 ; 6]
- Deuxièmement, les polyols de faible masse molaire sont essentiels. Pour obtenir une structure rigide et hautement réticulée, on emploie des polyols ayant une faible masse molaire et une fonctionnalité élevée, pouvant aller de 3 jusqu'à 8 pour des initiateurs comme le sucre.[1]
- Enfin, l'expansion est un processus crucial. La formation de l'architecture alvéolaire repose sur des agents d'expansion physiques, tels que des liquides à bas point d'ébullition comme le pentane ou les hydrofluorocarbones, ou chimiques, comme la réaction de l'isocyanate avec l'eau qui libère du dioxyde de carbone.[2 ; 5]

2.2.2.2 Propriétés physico-chimiques et mécaniques

Les mousses rigides possèdent des caractéristiques techniques exceptionnelles qui influencent leurs utilisations.

- Elles ont une très faible conductivité thermique, ce qui permet de réduire considérablement la consommation d'énergie dans les bâtiments et les appareils électroménagers. La conductivité thermique des mousses rigides est souvent comprise entre 0,031 et 0,040 W/m.K pour les formulations modernes.[1 ; 6]
- Elles résistent très bien à la compression [6]. La courbe contrainte-déformation des mousses rigides présente un plateau caractéristique qui correspond à l'écrasement progressif des cellules avant la phase de densification.[2]
- L'incorporation de liaisons isocyanurates, comme dans les mousses PIR (**Polyisocyanurate**), augmente significativement la résistance au feu et la stabilité thermique des mousses rigides.[2 ; 7]
- Les mousses rigides présentent également un intérêt particulier en raison de leur structure. Elles sont composées de Struts et de plaques interconnectées, ce qui leur donne une ressemblance macroscopique frappante avec l'os humain spongieux. Cette ressemblance les rend idéales pour les tests biomécaniques orthopédiques.[2]

2.2.2.3 Domaines d'application

Ce sont des matériaux très utiles dans de nombreux domaines, notamment :

- Bâtiment et Construction, où ils servent à isoler les murs, les toitures et les parois.[1 ; 8]
- L'électroménager, où ils assurent l'isolation thermique des réfrigérateurs et congélateurs.[1 ; 8]
- Secteur industriel, où ils sont utilisés pour isoler des cuves, des canalisations et même des coques de bateaux.[1 ; 7]
- Domaine médical, où ils peuvent servir de matériaux substituts pour tester des méthodes de fixation de fractures.[2]

2.2.3 Polyuréthane thermoplastique (TPU)

Le polyuréthane thermoplastique (TPU), est un type d'élastomère qui peut être travaillé de la même manière que les plastiques classiques [1]. C'est un matériau qui peut être fondu, transformé et recyclé. À la différence des polyuréthanes thermodurcissables, le TPU offre un avantage certain dans une optique d'économie circulaire [3]. Il présente une combinaison unique de propriétés : une durabilité et une résistance similaires à celles des métaux, une élasticité comparable à celle du caoutchouc.[1]

2.2.3.1 Architecture moléculaire et synthèse

La condition fondamentale pour obtenir un TPU est que les réactifs utilisés doivent être strictement difonctionnels, c'est-à-dire avoir une fonctionnalité égale à 2 [3]. La structure macromoléculaire des TPU résulte généralement de la réaction de trois composants de base :

- Un macrodiol de longue chaîne, comme un polyéther, un polyester ou un polycarbonate, constitue les segments souples. [3]
- Un diisocyanate organique est un composé qui peut être aromatique, comme le MDI, ou aliphatique, comme le HMDI. [3 ; 8]
- Un allongeur de chaîne diol de faible masse, comme le 1,4-butanediol (BDO), l'éthylène glycol (EG) ou le 1,6-hexanediol (HDO), qui réagit avec l'isocyanate pour créer les segments rigides. [3 ; 8]

2.2.3.2 Morphologie et transitions thermiques

La particularité des TPU est due à leur structure composée de segments différents, qui est causée par l'incompatibilité entre les segments souples et les segments rigides.[1 ; 3]

Les segments rigides polaires se regroupent pour former des zones séparées qui sont dispersées dans une matrice souple. Ces zones agissent comme des points de lien physique, ce qui donne aux TPU leurs propriétés élastiques.[3 ; 7]

- Lorsque la température est basse, le matériau est dur et cassant.[7]
- Entre la température de transition de la phase flexible et la température de transition des zones rigides, le TPU se comporte comme un caoutchouc.[7]
- Lorsque la température dépasse la température de transition la plus élevée des zones rigides, le TPU commence à fondre et à s'écouler, ce qui permet de le transformer industriellement.[7]

2.2.3.3 Propriétés et avantages industriels

Les TPU offrent une combinaison de propriétés physiques exceptionnelles :

- La résistance mécanique des TPU est excellente : Ils résistent à l'abrasion, aux chocs, aux intempéries et aux déchirures.[1 ; 7]

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- Les TPU sont très versatiles : En ajustant le ratio SR/SS, il est possible de modifier la dureté, l'allongement et le module d'élasticité du matériau. Cela signifie que les TPU peuvent être adaptés à différentes applications.[1 ; 8]
- Les TPU présentent une bonne stabilité chimique : Ils résistent bien aux huiles et aux produits chimiques.[1 ; 2]
- Les TPU offrent également des avantages en termes de formulation : les TPU possèdent des propriétés mécaniques élevées qui permettent de réaliser des tubes à parois minces sans avoir besoin d'incorporer des plastifiants.[1 ; 8]

2.2.3.4 Principales applications et recyclabilité

Les TPU sont utilisés dans divers domaines en raison de leur polyvalence.[7]

- **Industrie de la chaussure:** Les TPU sont souvent utilisés pour fabriquer des semelles performantes.[7]
- **Pièces techniques et automobile:** On les retrouve dans les pare-chocs, les carrosseries, les gaines de protection et la câblerie.[7 ; 10]
- **Textile et habillement :** Les TPU servent à créer des fibres élastiques comme l'élasthanne et des membranes imper-respirantes.[1 ; 8]
- **Secteur médical :** Les TPU sont utilisés pour les cathéters intraveineux, les cœurs artificiels et les pansements en raison de leur biocompatibilité et de leur capacité à devenir souples à la température du corps humain (37°C). [2 ; 7 ; 8]

En ce qui concerne la valorisation, le TPU est le seul type de polyuréthane qui peut être recyclé mécaniquement. Cela signifie qu'il peut être broyé puis retransformé par voie fondue, par exemple par injection ou par extrusion. C'est différent des mousses thermodurcissables, qui nécessitent un processus de recyclage chimique beaucoup plus complexe. Le TPU offre donc une solution plus simple et plus pratique pour le recyclage.[1]

2.3 Principes chimiques des polyuréthanes

Les polyuréthanes sont des matériaux, de structure chimique très particulière, contenant des liaisons uréthane qui se répètent dans leur chaîne principale (fig. 2.13). Ces liaisons uréthane ont la formule --O--(C=O)--NH-- [5 ; 7].

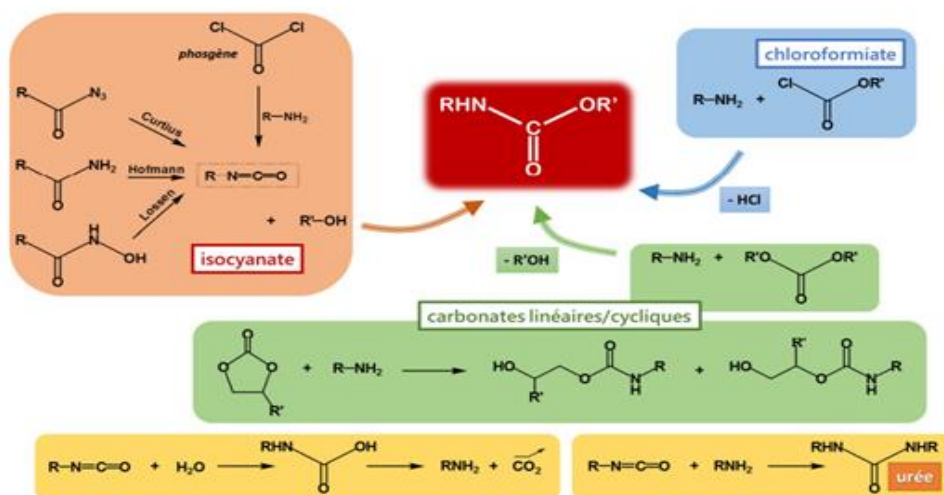


Figure 2.13– Voies de synthèse des uréthanes.[7]

La chimie des polyuréthanes est basée sur la réactivité élevée des isocyanates. Les isocyanates peuvent réagir avec différents composés qui contiennent des atomes d'hydrogène actifs [10]. Même si d'autres types de liaisons peuvent être présents, comme les liaisons éther, ester ou urée, c'est la liaison uréthane qui caractérise les polyuréthanes. Les polyuréthanes sont donc une famille de matériaux qui ont des propriétés uniques en raison de leur structure chimique [7].

2.3.1 Définition de la polymérisation

Des molécules de faible masse molaire (ou monomères), réagissent entre elles et forment une molécule géante de masse molaire élevée : le polymère [8]. Dans le cas des polyuréthanes, cette macromolécule est constituée de sections aliphatiques ou aromatiques, reliées entre elles par les groupements uréthanes [4].

La diversité des monomères utilisables, comme les isocyanates et les polyols variés, explique la très large gamme de propriétés physiques et mécaniques [8].

2.3.2 Polymérisation par étapes (polycondensation)

La polycondensation est un processus de polymérisation qui se déroule par étapes où les molécules réagissent les unes avec les autres pour former des chaînes de plus en plus longues [4]. Lorsqu'il y a réaction entre deux monomères qui ont deux fonctions, cela conduit à la formation d'un polymère. En même temps, un sous-produit de masse molaire faible est éliminé.

La structure des polyuréthanes est souvent segmentée. Cette polymérisation crée une structure qui alterne des segments souples, qui proviennent du polyol, et des segments rigides, qui proviennent de l'isocyanate et de l'allongeur de chaîne. Cette structure particulière est ce qui donne au polyuréthane son caractère élastomère [4 ; 8].

2.3.3 Polyaddition

La fabrication industrielle des polyuréthanes repose principalement sur la polyaddition (fig. 2.14). Cette méthode de synthèse a été découverte par le Dr Otto Bayer en 1937[1 ; 5].

La caractéristique la plus importante de la polyaddition est qu'elle forme uniquement le polymère, sans créer de sous-produit [2 ; 5]. La réaction principale se produit à cause de la réaction chimique qui a lieu entre un di-isocyanate (ou un poly-isocyanate) et un composé qui possède des fonctions hydroxyle, également appelé polyol [7]. L'hydrogène du groupement hydroxyle se lie au groupement isocyanate, ce qui donne naissance à la fonction uréthane [4].

La cinétique et la catalyse sont très importantes dans cette réaction. Cette réaction est exothermique. La vitesse de la réaction dépend beaucoup de l'électrophilie de l'isocyanate et de la nucléophilie du composé à hydrogène labile [4], [6].

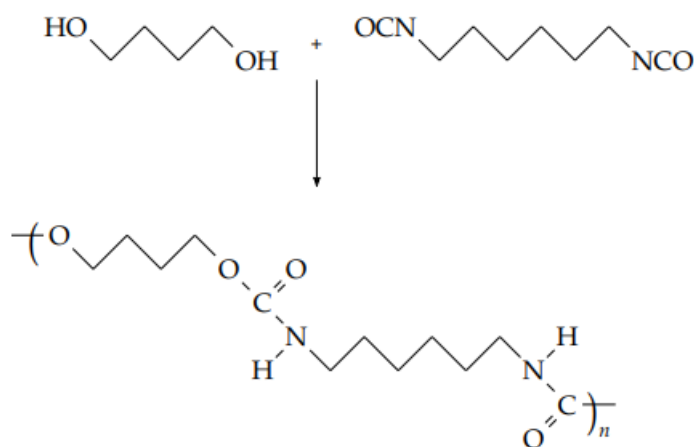


Figure 2.14- Polyaddition : synthèse du polyuréthane [4].

Les amines aliphatiques sont généralement les plus réactives. Ensuite viennent les alcools primaires, puis l'eau. Les catalyseurs peuvent être des amines tertiaires ou des sels organométalliques ; ils aident à accélérer la réaction. Cela permet d'obtenir des temps de réaction qui sont viables pour l'industrie.[5 ; 8]

La polyaddition offre une grande polyvalence et permet de créer des produits sur mesure. On peut ainsi obtenir des fibres textiles souples, des élastomères de haute performance ou encore des réseaux thermodurcissables rigides. Tout cela est possible en variant simplement la fonctionnalité et la nature des précurseurs utilisés [1 ; 2].

2.4 Applications des Polyuréthanes

L'utilisation des polyuréthanes s'étend à une multitude de secteurs industriels en raison de leur capacité unique à combiner la résistance des métaux, la flexibilité du caoutchouc et la légèreté des mousses. [1]

- **Bâtiment et Infrastructures**

Le secteur de la construction est l'un des plus gros consommateurs de PU, principalement pour l'optimisation énergétique.[1]

- **Isolation thermique et acoustique**

Les mousses rigides sont utilisées pour isoler les murs, les toits, les sols et les fenêtres, permettant de réduire les coûts de chauffage et de climatisation jusqu'à 48 % dans certains foyers.[1]

- **Scellant et barrières**

Les PU servent de barrières d'étanchéité pour les portes et les entrées d'air, tandis que les revêtements de sol (vernis, peintures) protègent les surfaces contre l'abrasion et les produits chimiques.[1]

- **Confort domestique**

Les mousses souples sont omniprésentes sous forme de sous-couches de tapis, améliorant le confort de marche et réduisant les bruits ambiants.[1]

2.4.5 Industrie Automobile et Transport

Les PU contribuent de manière significative à l'allègement des véhicules, ce qui améliore l'économie de carburant et les performances globales.[1]

- **Confort intérieur**

La grande majorité des sièges de véhicules, appui-tête et accoudoirs sont constitués de mousses souples dont les propriétés de confort dynamique peuvent être ajustées précisément.[1]

- **Éléments structurels et esthétiques**

Ils sont utilisés pour fabriquer les panneaux d'instruments, les pare-chocs, les portières et les sections de plafond.[1]

- **Aéronautique et Marine**

En raison de leur faible densité et de leur rapport résistance/poids favorable, ils sont employés pour les panneaux intérieurs d'avions et les coques de bateaux, où ils assurent également une protection contre la corrosion et l'osmose.[1]

- **Santé et Biomédical**

La biocompatibilité et la polyvalence mécanique des PU en font des matériaux de choix pour des applications médicales critiques [1] :

CHAPITRE 2 : Synthèse bibliographique sur le Polyuréthane

- ✓ **Équipement médical:** Ils sont utilisés pour les tubes médicaux, les cathéters, les pansements et les draps chirurgicaux.[1]
- ✓ **Implants et prothèses :** Des PU biodégradables sont développés pour servir d'éléments dans les endoprothèses articulaires ou pour l'ingénierie tissulaire cardiaque.[1]
- ✓ **Systèmes de libération de médicaments :** Les PU sont façonnés en anneaux intravaginaux ou en dispositifs de libération contrôlée pour le traitement ciblé de certaines maladies, notamment dans le côlon.[1]
- ✓ **Revêtements, Adhésifs et Élastomères (CASE) :** Cette catégorie regroupe des produits essentiels pour la protection et l'assemblage.[1]

-Revêtements de haute performance : Les peintures à base de PU sont utilisées pour les avions et les structures marines afin de résister aux UV, aux solvants et aux conditions météorologiques extrêmes. [1]

-Adhésifs industriels : Ils sont cruciaux dans la fabrication de composites de bois, tels que les panneaux de particules et les panneaux à copeaux orientés (OSB), où ils servent de liants permanents. [1]

-Élastomères : On les retrouve dans les semelles de chaussures de sport, les roulettes, les joints industriels et les équipements de ski pour leur excellente capacité de récupération après déformation. [1]

- **Emballage et Applications Spécialisées**

- ✓ **Protection des objets fragiles :** Les mousses d'emballage PU sont moulées sur mesure pour protéger les équipements électroniques, les pièces médicales délicates et la verrerie fine pendant le transport. [1]
- ✓ **Défense et Aérospatiale :** Les PU servent de liants pour les propulseurs de fusées et les explosifs liés par polymère (PBX), assurant l'intégrité structurelle de ces matériaux énergétiques. [1]
- ✓ **Textiles et Mode :** Ils sont transformés en fibres élastiques (spandex) pour les vêtements de sport et en cuir synthétique pour les accessoires de mode. [1]

- **Environnement et Traitement des Eaux**

Les PU modifiés (comme les cyclodextrines PU) peuvent agir comme agents de reconnaissance moléculaire capables de capturer et d'éliminer des substances toxiques, des colorants organiques ou des polluants comme le phénol des eaux usées industrielles [1].

Conclusion

Cette synthèse bibliographique a mis en lumière la complexité structurale et l'importance stratégique des polyuréthanes dans l'industrie moderne. Les polyuréthanes ont été initialement conçus comme une alternative au caoutchouc ; Ils sont devenus une classe de matériaux essentiels en raison de la polyvalence du groupement uréthane.

L'analyse de leur structure moléculaire montre que leurs propriétés exceptionnelles proviennent d'une organisation unique en segments. Le phénomène de micro-séparation de phases entre les segments souples, issus des polyols, et les segments rigides, issus des isocyanates et des allongeurs de chaînes, permet de moduler la morphologie du polymère à l'échelle nanométrique. Cela répond aux exigences techniques de divers secteurs, tels que la construction, l'automobile et le domaine biomédical.

Le succès industriel des PU est vraiment impressionnant, avec une production mondiale qui a atteint 25 millions de tonnes en 2022. La durabilité et la stabilité chimique de ces polyuréthanes les rendent difficilement biodégradables. De plus, l'utilisation de précurseurs toxiques comme le phosgène ou certains diisocyanates aromatiques, tels que le MDI et le TDI, nécessite une transition vers une chimie verte. Des solutions innovantes apparaissent, comme les polyuréthanes sans isocyanates (NIPU) et l'utilisation de polyols biosourcés, issus d'huiles végétales ou de lignine. Cela ouvre la voie à une production plus durable.

Il est très important de trouver des solutions pour bien gérer les déchets, ce qui signifie que nous devons mettre au point des méthodes efficaces pour les valoriser. Le recyclage mécanique est une option pour les formes thermoplastiques, comme le TPU. Cependant, le recyclage chimique, et plus précisément la glycolyse, est une méthode très prometteuse pour décomposer les réseaux réticulés. Cette méthode permet de régénérer des matières premières de haute valeur. Cela correspond parfaitement aux principes de l'économie circulaire.

Bibliographie

- [1] J. O. Akindoyo, M. D. Beg, S. Ghazali, M. R. Islam, N. Jeyaratnam, et A. R. Yuvaraj, « Polyurethane types, synthesis and applications – a review ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/310812356_Polyurethane_types_synthesis_and_applications-a_review
- [2] F. Zafar et E. Sharmin, Éd., *Polyurethane*. BoD – Books on Demand, 2012.
- [3] P. Pichon, « Fatigue thermomécanique des élastomères polyuréthane : caractérisation expérimentale de l'évolution des microstructures et modélisation des échanges thermiques », Theses, Insa Lyon, 2010. Consulté le: 1 avril 2026. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.science/tel-02385429>
- [4] A. Boukrim, « Mousses de polyuréthane à l'eau », Thèse de doctorat, L'Université de Pau et des Pays de l'Adour École doctorale des sciences et leurs applications - ED 211, 2011.
- [5] S. Caillol, « Polyuréthanes et transitions écologique et économique - Vers de nouvelles opportunités », *Chim. Verte*, mars 2025, doi: 10.51257/a-v1-chv4041.
- [6] D. Thavaseelan et C. N. K. Patabendige, « An overview of raw materials to produce eco friendly and biodegradable polyurethanes », avr. 2024, [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/381960155_An_overview_of_raw_materials_to_produce_eco-friendly_and_biodegradable_polyurethanes
- [7] F. Méchin, « Les polyuréthanes, « couteau suisse » des matériaux polymères ». 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://new.societechimiquedefrance.fr/wp-content/uploads/2021/03/2020-2021-456-457-458-mechin-hd.pdf>
- [8] B. Rhoné, « Étude de la réactivité des uréthanes et polyuréthanes : application aux dispositifs médicaux », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, 2016. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02401862v1/file/2016PA066602.pdf>
- [9] D. Williams, « The chemistry of polyurethanes », Lawrence Industries. Consulté le: 7 juin 2026. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.l-i.co.uk/knowledge-centre/the-chemistry-of-polyurethanes/>
- [10] Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), « Plastiques, Risque et Analyse Thermique ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.inrs.fr/publications/bdd/plastiques/polymere.html?refINRS=PLASTIQUES_polymere_39
- [11] Journal Officiel de la République Algérienne Démocratique et Populaire (JORADP), *Décret exécutif n° 10-19 du 12 janvier 2010 modifiant et complétant le décret exécutif n° 03-451 du 1er décembre 2003 définissant les règles de sécurité applicables aux activités portant sur les matières et produits chimiques dangereux ainsi qu'aux récipients de gaz sous pression*. 2010. [En ligne]. Disponible sur: <https://cntpp.dz/wp-content/uploads/2023/11/Decret-executif-N%C2%B010-19-modcom-Decret-executif-N%C2%B003-451.pdf>

Chapitre 3

*Valorisation des déchets du
polyuréthane*

Introduction

Le complexe GP1Z est une unité de séparation et de stockage de GPL (propane, butane, pentane) située à Arzew. Il traite de très grandes quantités d'hydrocarbures liquéfiés et dispose de réservoirs, sphères de stockage, canalisations et équipements fonctionnant sous pression. Le polyuréthane figure parmi les matériaux employés au niveau du complexe ; il est principalement utilisé pour différentes applications, telles que :

✓ **L'isolation thermique des bacs et tuyauteries**

Les réservoirs de propane et de butane réfrigérés doivent maintenir des températures très basses. La mousse de polyuréthane possède une très faible conductivité thermique, ce qui limite les pertes de froid et réduit la consommation énergétique.

✓ **La protection anticorrosion**

Les revêtements à base de polyuréthane sont largement utilisés sur les structures métalliques, réservoirs et tuyauteries. Ils forment une barrière contre l'humidité, les embruns marins et les agents chimiques présents dans l'environnement industriel d'Arzew.

✓ **L'isolation des équipements de procédé**

Les colonnes de distillation, conduites et appareils de stockage nécessitent souvent une isolation thermique pour maintenir les conditions opératoires et protéger le personnel.

✓ **Les revêtements de sol industriels**

Les sols des zones de production, laboratoires et ateliers peuvent être recouverts de résines polyuréthanes pour résister aux hydrocarbures, aux produits chimiques et à l'abrasion.

Le polyuréthane offre plusieurs avantages :

- ✓ Excellente isolation thermique.
- ✓ Faible poids.
- ✓ Bonne résistance chimique.
- ✓ Résistance à l'humidité et aux atmosphères marines.
- ✓ Durabilité élevée.
- ✓ Réduction des coûts énergétiques liés au maintien des températures de stockage.

Une production excessive de déchets découle du développement industriel et de l'utilisation croissante des matériaux polymères, en particulier les mousses de polyuréthane (PU). Ces déchets s'accumulent dans des décharges, constituant un grave problème écologique vu leur dégradation difficile. Ainsi, le recyclage du polyuréthane constitue une bonne solution pour réduire l'impact environnemental des industries et, en même temps, tirer de la valeur de ces matériaux grâce à de multiples applications, notamment l'absorption acoustique.

3. 1 Matériels et Méthodes

3.1.1 Echantillonnage

Des échantillons de mousse de PU déjà utilisés comme isolants thermiques sont collectés auprès du complexe GP1z de la Sonatrach, située à Arzew (Oran, Algérie) pour évaluer leurs propriétés acoustiques au moyen du tube de Kundt. Nous avons préparé trois types d'échantillons de mousse de polyuréthane pour évaluer comment l'état du matériau et l'épaisseur affectent les performances acoustiques. Les essais ont porté sur trois catégories de mousse de polyuréthane : polyuréthane non utilisé, polyuréthane utilisé et polyuréthane utilisé et exposé au soleil et à l'eau.

- ✓ **PU non utilisé (vierge)** : Il s'agit de mousse de polyuréthane neuve utilisée comme matériau de référence.
- ✓ **PU (déchet1) utilisé** : L'échantillon de mousse de polyuréthane déjà utilisé afin d'étudier l'effet de l'usure sur le comportement acoustique.
- ✓ **PU (déchet2) utilisé et exposé au soleil et à l'eau** : L'échantillon a subi des conditions environnementales suite à son exposition au soleil et à l'eau afin de simuler le vieillissement du matériau.

Pour chaque type de matériau, trois épaisseurs différentes (3cm, 5cm et 7cm) sont préparées (Figs. 3.1 ; 3.2 ; 3.3).

Les échantillons sont coupés en forme de cylindre pour qu'ils soient de la même taille que l'intérieur du tube de Kundt. Cela permet d'avoir une bonne stabilité lorsque les mesures acoustiques sont effectuées.



Figure 3.1- Echantillons de polyuréthane vierge (matière première).



Figure 3.2- Echantillons de polyuréthane utilisé (déchet 1).



Figure 3.3- Echantillons de PU (déchet 2) et exposé au soleil et à l'humidité.

3.1.2 Matériel utilisé

Le dispositif expérimental (Fig. 3.4) est constitué de plusieurs éléments clés. On peut citer :

- **Générateur de signal**, qui émet un signal électrique à diverses fréquences. Cela permet de produire les ondes sonores nécessaires pour effectuer les mesures acoustiques dans le tube de Kundt.
- **Haut-parleur** : qui change le signal électrique du générateur en ondes sonores qui se déplacent dans le tube.
- **Tube rigide (Tube de Kundt)** : Il s'agit d'un tube cylindrique fabriqué en matériau rigide. Le but de ce matériau est de limiter les pertes acoustiques. De cette façon, il assure une bonne propagation des ondes sonores. Le tube utilisé dans cette étude mesure 1m de longueur. Son rôle principal est de guider les ondes acoustiques générées par le haut-parleur. Ces ondes sont dirigées vers l'échantillon placé à l'extrémité du dispositif.
- **Microphone mobile** : Le seul microphone utilisé peut être déplacé librement le long du tube pour mesurer les variations de pression acoustique à différentes positions. Cela permet de déterminer les zones de pression acoustique maximale et minimale.
- **Oscilloscope** : qui sert à afficher les sons captés par les microphones et à les enregistrer. Il nous aide à examiner les changements de pression du son et à mesurer les sons qui arrivent et qui sont renvoyés. Cela nous permet de déterminer les propriétés du matériau que l'on étudie en fonction du son.

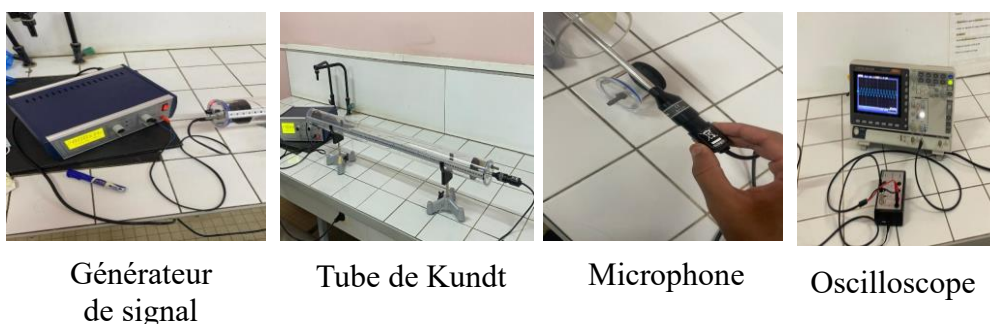


Figure 3.4-Dispositif expérimental du tube de Kundt utilisé pour les mesures acoustiques.(Cheknane et Zeghabi ,2026)

3.1.3 Mode opératoire (Tube de Kundt)

La détermination du coefficient d'absorption acoustique (α) des échantillons du PU à l'aide du tube de Kundt (ou tube d'impédance) est une méthode standardisée et très efficace, principalement régie par la norme **ISO 10534-1** (méthode du taux d'ondes stationnaires). Le dispositif expérimental a été installé et vérifié avant le début des essais afin de s'assurer du bon fonctionnement de tous les équipements.

Les mousses de polyuréthane ont été découpées avec soin pour correspondre aux dimensions nécessaires (Figs. 3.1 ; 3.2 ; 3.3). Cela a permis d'obtenir des échantillons qui conviennent parfaitement au diamètre intérieur du tube de Kundt. Cette préparation est recommandée pour s'assurer que chaque échantillon est bien positionné à l'intérieur du tube et pour éviter tout espace qui pourrait avoir un impact sur les mesures acoustiques enregistrées.

Ensuite, l'échantillon à tester est placé à une extrémité d'un tube rigide de dimensions spécifiques (1m de long et 3cm de diamètre). La section du tube doit être bien fermée pour éviter toute fuite acoustique. Un haut-parleur est placé à l'autre extrémité et produit des ondes sonores à différentes fréquences en utilisant un générateur de signal (Fig. 3.4).

Durant les essais effectués, la fréquence du signal sonore est peu à peu ajustée. Afin de réaliser cela, 10 fréquences distinctes ont été employées. L'objectif était d'analyser le comportement acoustique des échantillons sur un large éventail de fréquences.

Dans le cadre de cette expérience, un unique microphone est employé. On pouvait déplacer ce dispositif le long du tube sans contraintes pour observer les fluctuations de pression acoustique à différents emplacements. Avec cette technique, il était possible de définir les zones de pression maximale (P_{max}) et minimale (P_{min}) des ondes stationnaires à l'intérieur du tuyau. Les ondes acoustiques se déplacent dans le tube jusqu'à ce qu'elles atteignent l'échantillon. Certaines parties de l'onde acoustique sont absorbées par le matériau. D'autres parties sont renvoyées. Les signaux acoustiques que capte le microphone peuvent être vus et étudiés avec un oscilloscope. Cela aide à connaître les paramètres acoustiques de l'échantillon (Fig. 3.4). Les diverses épaisseurs de la mousse PU ainsi que les états du matériau (Figs. 3.1 ; 3.2 ; 3.3) ont été pris en compte lors des mesures répétées.

Les résultats obtenus ont permis de calculer le coefficient d'absorption acoustique. Ils ont aussi permis d'étudier comment l'épaisseur et le vieillissement du matériau affectent ses performances acoustiques.

Pour déterminer le coefficient d'absorption acoustique (α), différentes équations sont utilisées :

1. Rapport d'onde stationnaire (Standing Wave Ratio : SWR)

$$\text{SWR} = (A+B) / (A-B) \quad \dots\dots(1) [1]$$

Avec :

- A+B : Pression maximale (Pmax)

- A-B : Pression minimale (Pmin)

2. Coefficient de réflexion acoustique (R)

$$B/A = (\text{SWR}-1) / (\text{SWR}+1) \quad \dots\dots(2) [1]$$

3. Coefficient d'absorption acoustique

$$\alpha = 1 - ((\text{SWR}-1) / (\text{SWR}+1))^2 \quad \dots\dots(3) [1]$$

Caractérisation des propriétés mécaniques des échantillons de PU

Objectif : est de comparer les propriétés mécaniques d'un matériau vierge avec celles de déchets de PU ayant subi des conditions d'utilisation et d'exposition environnementale différentes.

Les essais ont été conduits conformément à la norme ISO 527. Les paramètres analysés incluent la force maximale supportée, la déformation à la rupture et le comportement global du matériau sous charge.



Figure 3.5-Machine d'essai de traction.

Une force de traction croissante et contrôlée est appliquée à une éprouvette (échantillon). La **force appliquée** (F) et l'**allongement** (ΔL) de l'éprouvette, sont enregistrés en continu par les capteurs de la machine, jusqu'à la rupture complète. Les données mesurées en temps réel sont affichées sur l'écran et transmises au logiciel d'acquisition.

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

Echantillonnage

03 échantillons sont testés :

PU vierge : matériau neuf, sans exposition environnementale.

PU déchet 1 : matériau utilisé, sans exposition particulière aux intempéries.

PU déchet 2 : matériau usagé et exposé au soleil et à l'humidité, présentant un vieillissement accéléré.

Des blocs rigides ont été fixés aux 02 extrémités de chaque éprouvette afin d'assurer un maintien ferme dans les mors de la machine d'essai. Ceci permet d'éliminer le risque de glissement ou d'écrasement localisé aux zones de serrage.

La découpe des éprouvettes a été réalisée de manière à respecter les dimensions prescrites par la norme ISO 527, assurant ainsi la validité et la comparabilité des mesures effectuées.



Figure 3.6-Échantillons de PU découpés et préparés pour essais mécaniques

3.2 Résultats et discussion

3.2.1 Paramètres acoustiques du PU non utilisé (vierge)

Nous avons déterminé le coefficient d'absorption acoustique (α) du polyuréthane vierge (non utilisé) en utilisant la méthode du tube d'impédance. Nous avons mesuré $P_{\max}$ et $P_{\min}$, puis nous avons calculé le rapport d'ondes stationnaires (SWR), le coefficient de réflexion (R) et enfin le coefficient d'absorption acoustique (α) (Tabs. 3.1 ;3.2 ;3.3/). Trois épaisseurs (3 cm, 5 cm, et 7 cm) ont été testées lors des essais.

Tableau 3.1- Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	$P_{\max}$	$P_{\min}$	SWR	R	α
1000	3.40	0.197	17.26	0.89	0.20
1500	0.504	0.0348	14.48	0.87	0.24
2000	2.24	0.187	11.98	0.85	0.28
2200	1.56	0.252	6.19	0.72	0.48
2500	0.648	0.128	5.06	0.67	0.55
2800	1.74	0.38	4.58	0.64	0.59
3200	1.72	0.308	5.58	0.70	0.51
3600	1.36	0.165	8.24	0.78	0.39
4000	0.96	0.112	8.57	0.79	0.38
10000	0.274	0.0292	9.38	0.81	0.34

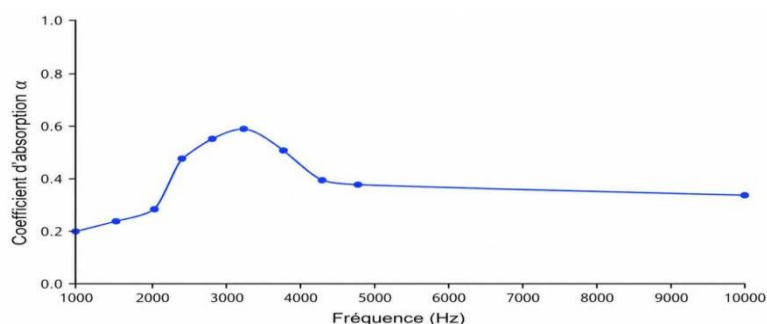


Figure 3.7-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU vierge (épaisseur 3 cm).

Le tableau 3.1 et la figure 3.5 montrent un comportement de matériau poreux résonnant avec trois phases distinctes :

À une fréquence de 1000 Hz, le SWR est très élevé (17,26), ce qui donne un coefficient de réflexion de 0,89. En conséquence, l'absorption est faible ($\alpha = 0,20$). Elle augmente très lentement jusqu'à la fréquence de 2000 Hz ($\alpha = 0,28$).

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

→ Les ondes de longueurs d'onde (basses fréquences) pénètrent le PU sans être fortement atténuées ou bien elles résonnent tout simplement à la surface dure du tube. L'échantillon de 3cm n'est pas assez épais pour permettre une dissipation efficace de ces longueurs d'onde.

On observe une nette amélioration à partir de 2200 Hz ($\alpha = 0,48$). Le maximum d'absorption (le pic) est atteint à 2800 Hz avec $\alpha = 0,59$. À cette fréquence, le SWR chute à sa valeur la plus basse (4,58) et le coefficient de réflexion tombe à 0,64.

→ À 2800 Hz, l'onde sonore atteint sa vitesse maximale à l'intérieur du cadre poreux du PU. Les frictions de l'air avec les pores ouverts convertissent de manière efficiente l'énergie acoustique en chaleur.

On constate qu'après une fréquence de 2800 Hz, le coefficient d'absorption redescend (0,51 à 3200 Hz, puis 0,39 à 3600 Hz) avant de se stabiliser autour de α 0,34 - 0,38 jusqu'à la très haute fréquence de 10000 Hz.

→ La baisse de performance après le pic s'explique souvent par l'effet de la porosité de surface ou de la tortuosité du PU. À ces fréquences très élevées (longueurs d'onde très courtes), une partie de l'onde ne pénètre plus dans le matériau et se réfléchit directement sur la face avant de l'échantillon (le coefficient R remonte d'ailleurs à 0,81).

Conclusion : Le polyuréthane examiné agit en tant qu'isolateur acoustique de spectre moyen (fréquences intermédiaires). Avec un pic à $\alpha = 0,59$, il montre une capacité d'absorption modérée à bonne pour les bruits de dynamique industrielle ou de voix humaine aiguë (autour de 2,5 - 3 kHz). La raison pour laquelle on a augmenté l'épaisseur de l'échantillon de PU vierge. Les mousses rigides à cellules fermées sans additifs ont des valeurs α inférieures à 0.4 dans la majorité des fréquences. Nos résultats (maximum 0.59) se situent donc dans la moyenne supérieure pour les mousses rigides cellules fermées pures [2]. Une mousse PU de faible densité à 3 cm a enregistré un coefficient maximal d'absorption (α max) atteignant 0.94 à une fréquence de 1600 Hz. La différence significative avec nos résultats (0.59 max) s'explique principalement par la nature plus fermée des cellules dans nos échantillons [3].

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

Tableau 3.2-Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 5 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (hertz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	1	0.073	13.7	0.86	0.26
1200	0.564	0.064	8.81	0.80	0.36
1500	0.34	0.023	14.78	0.87	0.24
1700	0.125	0.023	5.43	0.69	0.52
2000	0.28	0.032	8.75	0.79	0.38
2500	0.368	0.034	10.82	0.83	0.31
2800	0.122	0.0072	16.94	0.89	0.21
3200	0.452	0.026	17.38	0.89	0.21
3600	0.163	0.0072	22.64	0.91	0.17
4000	0.097	0.0052	18.65	0.90	0.19
10000	0.337	0.0104	32.40	0.94	0.12

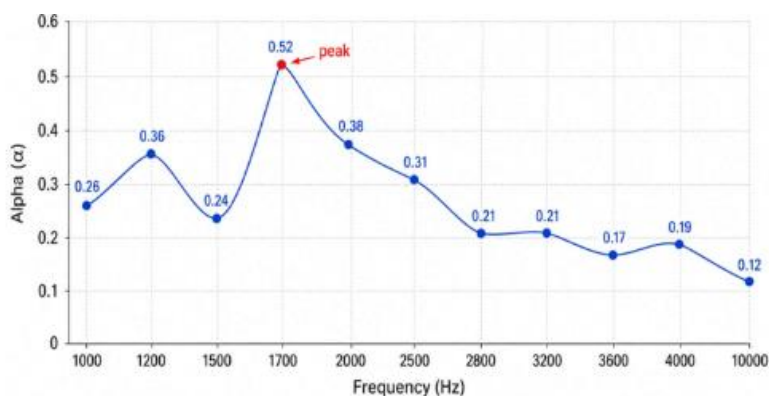


Figure 3.8-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU vierge (épaisseur 5 cm).

Le résultat d'absorption de cet échantillon présente un comportement d'un matériau poreux à faible porosité ouverte. On distingue trois phases :

1- À 1000 Hz, l'absorption commence à une valeur modérée de $\alpha = 0,26$ (SWR = 13,7). Elle grimpe rapidement à 1200 Hz pour atteindre un premier palier intéressant à $\alpha = 0,36$. Le matériau commence à dissiper l'énergie, mais la longueur d'onde reste trop grande par rapport à l'épaisseur ou à la géométrie des pores pour offrir une résistance visqueuse optimale.

2- On observe une chute brutale de l'absorption à une fréquence de 1500 Hz, où α redescend à 0,24 (SWR remonte à 14,78 et le coefficient de réflexion à 0,87). L'effondrement soudain est fréquemment symptomatique d'un effet d'onde stationnaire perturbateur ou d'une résonance structurale mécanique liée à la structure du matériau qui retransmet de l'énergie plutôt que de la réduire, ce qui imite une forte réflexion.

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

3- C'est à une fréquence de 1700 Hz que l'échantillon exprime son potentiel maximal. Le taux d'ondes stationnaires (SWR) s'effondre à sa valeur minimale historique de 5,43, ce qui fait chuter le coefficient de réflexion à $R = 0,69$. En conséquence, l'absorption atteint son maximum absolu à $\alpha = 0,52$. À 1700 Hz, les conditions de résonance acoustique dans le matériau sont optimales. La vitesse des particules d'air atteint un maximum là où les frictions visco-thermiques au sein des pores du PU sont les plus intenses, transformant l'énergie acoustique en chaleur.

-A une fréquence de 2000 Hz, l'absorption amorce une descente inexorable ($\alpha = 0,38$). Elle chute sous la barre des 0,21 à partir de 2800 Hz et s'effondre à son minimum à 10000 Hz avec $\alpha = 0,12$. Parallèlement, le SWR atteint des niveaux critiques ($SWR = 32,40$ à 10000 Hz), traduisant une réflexion quasi-totale ($R = 0,94$).

→ Le comportement ici est très inhabituel pour une mousse acoustique classique à cellules ouvertes. Ce profil traduit un phénomène d'impédance de surface trop élevée. Les ondes ayant des fréquences supérieures à 2000 Hz (petites longueurs d'onde) se heurtent à la surface du matériau et sont fortement détournées sans parvenir à traverser les pores.

Une mousse de PU de 5 cm avec un $\alpha = 0.91$ à une fréquence de 1500 Hz [4]. Notre valeur maximale enregistrée ($\alpha = 0.52$) est nettement plus basse, ce qui peut être attribué à une densité plus élevée ou à une porosité moindre dans notre matériau.

Des mousses rebondies rigides (épaisseurs 4.5 à 7 cm) ont montré que α peut dépasser 0.70–0.85 dans la bande 1000–4000 Hz [6]. Nos résultats restent en dessous de ces valeurs, confirmant le caractère moins absorbant de nos échantillons cellules fermées. les travaux de [13], confirment que l'augmentation de l'épaisseur de 3 à 5 cm entraîne généralement un déplacement du pic d'absorption vers les basses fréquences, une tendance que nous observons partiellement.

Conclusion : Cet échantillon de PU vierge à 5cm d'épaisseur est inadapté pour un traitement acoustique large bande. Par ailleurs, il peut être valorisé comme un absorbant sélectif ciblé pour atténuer une nuisance sonore précise située strictement entre 1600 et 1800 Hz comme un sifflement de moteur ou de ventilation à une fréquence précise.

Tableau 3.3- Paramètres acoustiques du PU vierge (épaisseur 7 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (hertz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	0.3	0.021	14.29	0.87	0.24
1200	0.242	0.023	10.52	0.83	0.31
1500	0.5	0.038	13.16	0.86	0.25
1700	0.9	0.092	9.78	0.81	0.34
2000	0.2	0.015	13.33	0.86	0.16
2500	0.167	0.0085	19.65	0.90	0.19

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

3000	0.150	0.011	13.64	0.86	0.14
3500	0.92	0.004	23.0	0.92	0.16
4000	0.14	0.01	14.0	0.87	0.10
10000	0.112	0.0044	25.45	0.92	0.15

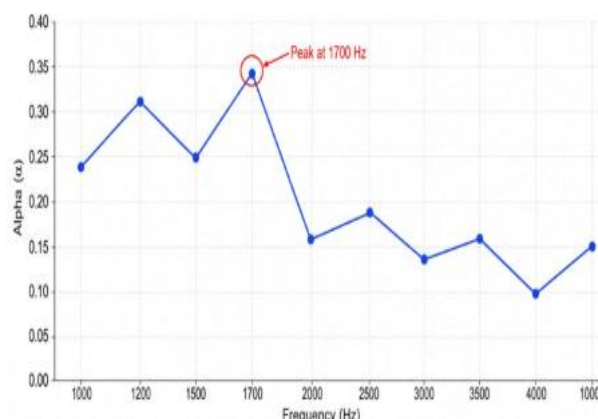


Figure 3.9- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU vierge (épaisseur 7 cm).

A 1000 Hz, les valeurs de pression sont très proches (0,3 et 0,021). Cela indique que l'onde stationnaire est peu marquée parce que l'épaisseur du matériau est trop faible par rapport à la grande longueur d'onde du son. L'onde traverse ou rebondit sur le fond rigide sans être piégée.

Entre les fréquences (1200 Hz – 1700 Hz), les valeurs d'absorption oscillent péniblement entre 0,25 et 0,34. L'échantillon rejette la grande majorité de l'énergie acoustique (le coefficient de réflexion R reste constamment au-dessus de 0,81). Le rapport entre Pmax et Pmin est d'environ 10 à 13. L'onde pénètre dans la structure poreuse du PU et commence à dissiper l'énergie par frottement visco-thermique. Le pic à 1700 Hz, l'absorption est maximale ($\alpha=0.34$)

Au-delà de 2000 Hz, le coefficient s'effondre totalement, atteignant son minimum à 4000 Hz avec un α de 0,10 ($R = 0,87$). Le comportement confirme une absence presque totale de porosité ouverte. Le son subit une réflexion spéculaire (comme sur un mur de béton ou une plaque de plastique rigide).

Au-delà de 2500Hz (et jusqu'à 10000 Hz) : On observe que Pmin devient extrêmement faible (par exemple 0,004 à 3500 Hz) tandis que Pmax reste proportionnellement élevé. Cela signifie que le taux d'ondes stationnaires réel (le vrai SWR) est très élevé dans les aigus. Le matériau rejette les petites longueurs d'onde. Elles rebondissent directement sur la surface du PU au lieu d'entrer dans les pores. Des mousses rigides d'épaisseur 7 cm et de densité 40–80 kg/m³, ont enregistré un coefficient d'absorption α variant de 0.60 à 0.83 à une fréquence de 500 Hz et dépasse **0.80** sur une large bande [6]. Selon [6], on a mentionnée que l'augmentation excessive d'épaisseur peut entraîner un tassement ou une détérioration de la porosité interconnectée pour des mousses rigides fragiles. Nos valeurs sont considérablement plus faibles. Les travaux de [3] ont obtenu à une épaisseur de 7cm un $\alpha = 0.99$ à

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

une fréquence de 800 Hz. L'écart important avec nos résultats (max 0.34) s'explique par la fragilité de nos échantillons (tendance à s'effriter), qui altère la structure poreuse et augmente le coefficient de réflexion.

3.2.2 Paramètres acoustiques du PU utilisé (déchet 1)

Le coefficient d'absorption acoustique (α) de l'échantillon de polyuréthane utilisé a été déterminé selon la même méthode du tube d'impédance. Les mesures ont été effectuées pour les trois épaisseurs : 3 cm, 5 cm et 7 cm.

Tableau 3.4- Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	4.38	0.154	28.44	0.93	0.14
1500	0.506	0.024	21.08	0.91	0.17
2000	4	0.206	19.42	0.90	0.19
2200	3.52	0.200	17.60	0.89	0.21
2500	0.356	0.048	7.42	0.76	0.42
2800	1.18	0.202	5.84	0.71	0.50
3200	4.06	0.544	7.46	0.76	0.42
3600	3.90	0.420	9.29	0.81	0.34
4000	2.44	0.182	13.41	0.86	0.26
10000	1.47	0.0604	24.34	0.92	0.15

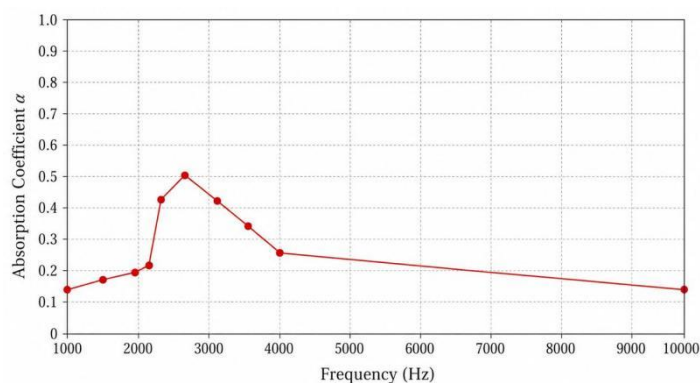


Figure 3.10- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU (déchet 1, épaisseur 3 cm).

1000 à 2200 Hz : À basse et moyenne fréquence, le coefficient de réflexion (R) est extrêmement élevé (≥ 0.89), tandis que l'absorption (α) plafonne péniblement entre 0.14 et 0.21. Le taux d'onde stationnaire (SWR) est très fort (28.44). À ces longueurs d'onde, l'échantillon agit presque comme une paroi rigide. L'onde acoustique rebondit massivement. Cela indique une résistivité au passage de l'air très élevée, souvent caractéristique d'un déchet de PU n'ayant pas subi de réticulation complète,

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

d'un taux de pores fermés important, ou d'une forte densification induite lors du compactage/moulage du déchet.

2500 à 3200 Hz : On observe une amélioration spectaculaire des performances. Le SWR s'effondre à sa valeur minimale (5.84 à 2800Hz), la réflexion baisse à 0.71, et le coefficient d'absorption atteint son maximum à $\alpha=0.50$. C'est la zone d'interaction visco-thermique optimale du matériau. À 2800Hz, l'épaisseur de l'échantillon et la géométrie de ses pores coïncident avec la longueur d'onde incidente. L'énergie acoustique parvient enfin à pénétrer dans le réseau poreux, provoquant des pertes par friction visqueuse contre les pores de PU qui dissipent le son sous forme de chaleur.

Le pic ($\alpha=0.50$) à une fréquence de 2800Hz note que ce comportement est typique des **mousses PU rigides broyées** ou des composites de déchets de PU agglomérés avec un liant (ex: polyuréthane bicomposant). Le liant ou le compactage obstrue les pores en haute fréquence, déplaçant le pic d'absorption vers une bande. Cette valeur de 0.50 à 2800 Hz montre que ce déchet possède un réel potentiel de valorisation en tant qu'absorbant acoustique ciblé (bruits industriels spécifiques, capotages de machines), mais qu'il souffre d'une porosité globale trop fermée ou d'une épaisseur insuffisante pour rivaliser avec des absorbants de premier choix à large bande (laines minérales ou mousses PU 100% réticulées). C'est pourquoi on a choisi une autre épaisseur de 5cm (tab. 3.5).

4000 à 10000 Hz : Au-delà de 3200Hz, les performances chutent. À 10000Hz, R remonte à 0.92 et α s'effondre à 0.15. Pour les très courtes longueurs d'onde (sons très aigus), la surface de l'échantillon redevient un obstacle lisse et imperméable. La porosité de surface n'est pas assez ouverte pour laisser entrer ces ondes rapides, qui se réfléchissent immédiatement.

Les mousses de polyuréthane rebondies (recyclées) d'épaisseur 4.5 cm ont enregistré des valeurs α entre 0.33 et 0.60 dans la bande moyenne [6]. Nos résultats (max 0.50) sont très proches de ces mousses recyclées [5]. Ont rapporté un coefficient α jusqu'à 0.97 chez certains échantillons optimisés de mousses PU recyclées (d'épaisseur 3 cm). Nos valeurs restent inférieures, indiquant une dégradation plus importante due à l'usage.

Tableau 3.5-Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 5 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	1.24	0.047	26.38	0.93	0.14
1500	0.366	0.039	9.38	0.81	0.34
1600	0.512	0.099	5.17	0.68	0.54
1700	0.332	0.075	4.43	0.63	0.60
2000	0.306	0.038	8.05	0.78	0.39
2800	0.179	0.0124	14.44	0.87	0.24
3000	0.180	0.021	8.57	0.79	0.38
3200	0.472	0.032	14.75	0.87	0.24
4000	0.173	0.0084	20.60	0.91	0.17

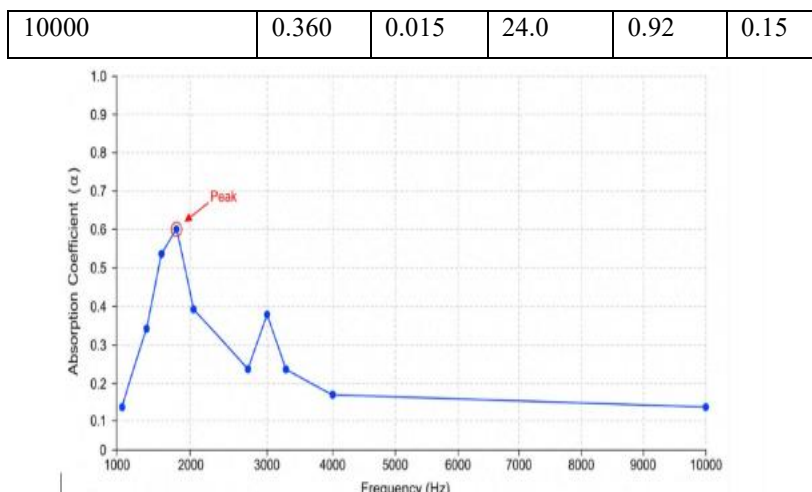


Figure 3.11-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU (déchet 1, épaisseur 5 cm).

À 1000Hz, l'absorption est faible ($\alpha=0.14$). Elle grimpe de manière spectaculaire pour atteindre son maximum absolu à 1700 Hz avec $\alpha=0.60$. Alors qu'à une fréquence de 1700Hz, l'échantillon entre dans sa zone de résonance principale. L'onde acoustique possède une longueur d'onde qui pénètre de manière optimale l'épaisseur de l'échantillon. L'énergie sonore est dissipée efficacement par des effets de friction visqueuse et de pertes thermiques au sein de la matrice poreuse. Un coefficient de 0.60 signifie que 60% de l'énergie acoustique incidente est absorbée et transformée en chaleur, ce qui est une performance honorable pour un déchet brut ou semi-retransformé.

De 2000 à 3200 Hz, après le pic, l'absorption rechute à 0.39 (2000Hz) puis à 0.24 à 2800Hz, avant de remonter à un second pic secondaire à 3000Hz ($\alpha=0.38$) pour retomber à 0.24 à 3200Hz. → Ce comportement à double pic (bimodal) indique que l'échantillon possède une porosité hétérogène ou une distribution de taille de pores discontinue (structure poreuse bimodale).

-Le 1^{er} pic à 1700Hz correspond probablement à la résonance du réseau de pores principaux (macropores ou cavités créées lors du broyage/recompactage).

-La rechute suivie du second pic à 3000 Hz révèle l'activation acoustique d'un second réseau microstructural (pores plus petits, cellules partiellement fermées ou interconnexions étroites).

De 4000 à 10000 Hz, l'absorption s'effondre en haute fréquence, plafonnant entre 0.17 et 0.15. À ces très courtes longueurs d'onde, la surface de l'échantillon se comporte comme une barrière étanche et réfléchissante. La tortuosité et la structure de surface empêchent le son de pénétrer à l'intérieur du matériau, provoquant une réflexion quasi-totale de l'onde.

Les études sur les mousses de PU recyclées par agglomération mécanique (liées avec un adhésif polyuréthane ou comprimées à chaud) montrent généralement des pics d'absorption situés dans les hautes fréquences, souvent au-delà de 2500 Hz voire 3500Hz pour des épaisseurs standards de 10 à 20mm [12] ; [9] . Notre échantillon de PU (déchet1) se distingue positivement en affichant son pic principal beaucoup plus bas, à 1700Hz. Un pic d'absorption situé plus bas dans le spectre des

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

moyennes fréquences suggère soit une épaisseur d'échantillon plus importante, soit une tortuosité élevée combinée à une densité modérée qui ralentit la vitesse de l'onde à l'intérieur du matériau, favorisant l'absorption des bruits plus graves.

Le coefficient d'absorption acoustique (α max) de notre échantillon a enregistré une valeur de 0.60. Cette dernière place notre échantillon dans la moyenne haute des performances des absorbants acoustiques issus de déchets polymères bruts. Il démontre un excellent potentiel pour l'atténuation de bruits industriels ciblés (comme les bruits de moteurs ou de compresseurs dont les fréquences fondamentales se situent souvent entre 1000 et 2000Hz). Cet échantillon présente alors des caractéristiques acoustiques très prometteuses et offre une meilleure réponse acoustique dans les zones de fréquences intermédiaires (1500Hz-1700Hz), là où l'oreille humaine est particulièrement sensible. Les composites d'éco-matériaux à base de déchets rigides ou semi-rigides de PU rapportent des coefficients d'absorption maximum (α max) oscillant entre et selon le taux de 0.45 et 0.70 selon le taux de compression [14].

D'autres recherches tels que les travaux de [6] qui ont enregistré un coefficient α atteignant une valeur de 0.60–0.85 dans les fréquences moyennes sur des mousses rebondies (recyclées) d'épaisseur proche de 5 cm. Nos résultats (0.60) sont dans la même gamme que les mousses recyclées de densité moyenne. Par ailleurs, [10] ont observé une réduction significative de coefficient α par rapport aux échantillons non utilisés, surtout aux basses fréquences — tendance similaire à celle observée entre notre échantillon vierge et l'échantillon utilisé sur mousses PU après vieillissement thermique et mécanique.

Tableau 3.6- Paramètres acoustiques du PU (déchet1, épaisseur 7 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	0.318	0.018	17.67	0.89	0.21
1200	0.242	0.023	10.52	0.83	0.31
1500	0.604	0.058	10.41	0.82	0.33
1700	0.9	0.092	9.78	0.81	0.34
2000	0.144	0.012	12	0.85	0.28
2500	0.167	0.0085	19.65	0.90	0.19
3000	0.326	0.012	27.17	0.93	0.14
3500	0.092	0.004	23	0.92	0.16
4000	0.636	0.023	27.65	0.93	0.14
10000	0.112	0.0044	25.45	0.92	0.15

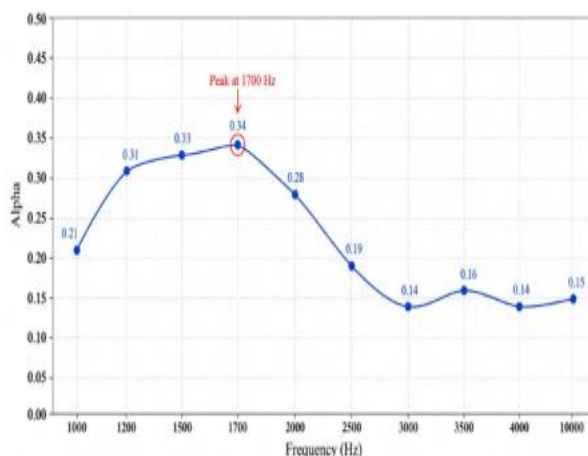


Figure 3.12-Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) en fonction de la fréquence pour le PU (déchet1, épaisseur 7 cm).

Le tableau indique le coefficient d'absorption acoustique à incidence normale (α), qui varie théoriquement entre 0 (réflexion totale) et 1 (absorption totale du son).

De 1000 - 1500 Hz : On observe une phase de croissance rapide de l'absorption. Le coefficient passe de 0,21 à 1000 Hz pour atteindre un plateau à 0,33 à 1500 Hz.

De 1500 - 1700 Hz : La performance maximale de l'échantillon se situe dans cette plage de moyennes fréquences, avec une valeur de $\alpha = 0,34$.

De 2000 - 4000 Hz : Au-delà de 1700 Hz, le coefficient d'absorption chute de manière significative, atteignant un minimum de 0,14 à 3000 Hz et 4000 Hz, avant de se stabiliser très bas (0,15) à très haute fréquence (10000 Hz).

Les travaux sur les matériaux poreux démontrent qu'une forte épaisseur (dès 4 à 5cm) permet de déplacer l'absorption vers les basses fréquences et d'obtenir des coefficients proches de 0,7 à 0,9 dans les moyennes/hautes fréquences grâce aux pertes visqueuses et thermiques dans le réseau de pores interconnectés [8] ; [7].

Pour une épaisseur 7 cm, la valeur $\alpha = 0,34$ est anormalement basse ; elle devrait théoriquement assurer une bien meilleure performance.

Pour les mousses PU rigides ou les mousses souples fortement compactées/vieillies si la porosité ouverte chute, l'onde sonore ne peut plus pénétrer à l'intérieur du matériau ; elle est réfléchiée en surface, ce qui effondre le coefficient α .

Conclusion : Le coefficient maximum obtenu ($\alpha_{\max} = 0,34$) montre que cet échantillon de déchet de PU se comporte comme un absorbant acoustique modéré à faible. La Performance est insatisfaisante pour un usage d'absorption pure. Même à son maximum, il réfléchit environ 67% de l'énergie acoustique incidente et n'en dissipe que 33%. La chute de α à 0,15, confirme une probable obstruction des pores en surface.

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

Les travaux de [6] ont mentionné que chez les mousses recyclées rigides, l'augmentation de l'épaisseur à 7 cm et 9.5 cm entraîne parfois une baisse du coefficient d'absorption α dans certaines bandes par rapport à 5 cm, phénomène clair dans nos résultats. Par ailleurs, les travaux de [10] sur les mousses vieilles montrent que l'exposition prolongée entraîne une détérioration de la porosité interconnectée, ce qui augmente le coefficient de réflexion et réduit l'absorption globale, comme observé ici.

Remarques :

-Une analyse des pores en Microscopie Électronique à Balayage (MEB) est projetée pour vérifier le taux de pores ouverts vs pores fermés de notre déchet de PU.

-Une mesure de la masse volumique apparente (densité) pour confirmer si le processus de transformation en déchet a altéré la porosité initiale du matériau.

3.2.3 Paramètres acoustiques du PU (déchet 2 : exposé au soleil et à l'humidité)

Le coefficient d'absorption acoustique (α) de l'échantillon de polyuréthane utilisé et fortement dégradé par son exposition au soleil et à l'humidité (déchet 2), a été déterminé selon la méthode du tube d'impédance. Les mesures ont été réalisées pour les trois épaisseurs : 3 cm, 5 cm et 7 cm (tab. 3.7, 3.8, 3.9 ; Figs. 3.11, 3.12, 3.13). Les résultats enregistrés mettent en évidence l'impact destructeur du vieillissement environnemental sur la porosité du matériau PU.

Tableau 3.7- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 3 cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	4	0.125	32	0.94	0.12
1500	0.404	0.0224	18.04	0.90	0.19
2000	2	0.097	20.62	0.91	0.17
2200	1.60	0.080	20	0.90	0.19
2500	0.250	0.025	10	0.82	0.33
2800	0.944	0.060	15.73	0.88	0.23
3200	0.846	0.0308	27.48	0.93	0.14
3600	0.636	0.0264	24.09	0.92	0.15
4000	0.301	0.015	20.07	0.90	0.19
10000	0.440	0.0192	22.92	0.92	0.15

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

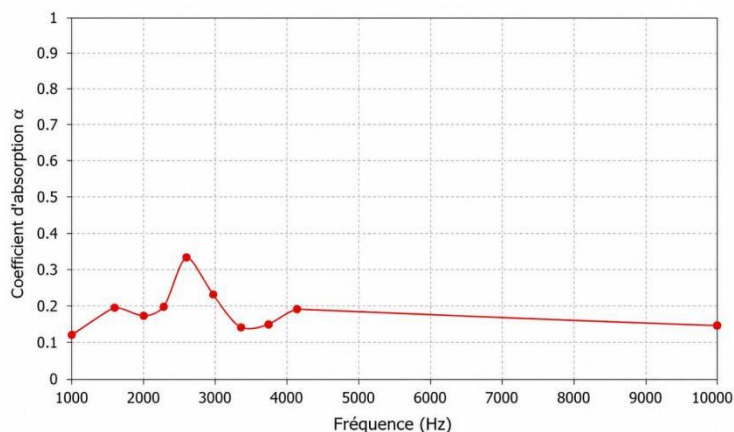


Figure 3.13- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) du PU (déchet 2, épaisseur 3cm) en fonction de la fréquence.

Le tableau 3.7, montre que l'absorption démarre à un niveau très faible ($\alpha = 0,12$ à 1000 Hz) et progresse lentement, oscillant timidement entre 0,17 et 0,19. Le Pic d'absorption décalé (2500 Hz) : On observe une impulsion d'absorption localisée précisément à 2500 Hz, où le coefficient atteint sa valeur maximale de $\alpha = 0,33$. Juste après le pic, l'absorption s'effondre à 0,23 (2800 Hz) puis retombe à des valeurs extrêmement faibles fluctuant entre 0,14 et 0,19 jusqu'à 10000 Hz.

Ce matériau (déchet 2) de 3 cm atteint exactement le même maximum d'absorption ($\alpha = 0,33$) que l'échantillon (déchet 1) de 7 cm. La réduction de l'épaisseur de 7 cm à 3 cm a décalé le pic d'absorption vers les hautes fréquences (le pic passe de 1500-1700 Hz pour le 7 cm (déchet1) à 2500 Hz pour le 3 cm (déchet2)). La dégradation environnementale n'a pas détruit le potentiel de performance maximum du matériau ($\alpha = 0,33$)

La combinaison de la décomposition sous l'effet des UV et de l'hydrolyse causée par l'humidité conduit à la rupture des chaînes macromoléculaires du polyuréthane, ce qui provoque un effondrement des cellules et un durcissement de la surface. Ce processus de colmatage structural accroît considérablement la résistance au flux d'air, transformant la mousse initialement absorbante en une barrière réfléchissante.

Les travaux de [5] ont enregistré une valeur du coefficient α pouvant atteindre 0,97 à une fréquence de 1000 Hz sur des mousses de polyuréthane recyclées d'épaisseur exactement 3 cm. La différence est très importante par rapport à nos résultats (max 0,33), ce qui met en évidence l'impact négatif sévère de la dégradation environnementale sur la porosité de la mousse du PU. En 2022, les travaux de [3] ont obtenu un coefficient d'absorption α maximal de 0,94 à une fréquence de 1600 Hz sur une mousse PU de faible densité à 30 mm d'épaisseur. Nos valeurs sont inférieures de plus de 60% au pic, confirmant que l'exposition au soleil et à l'humidité a causé une détérioration bien plus importante que le simple vieillissement mécanique.

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

[2] ont rapporté des valeurs de α souvent inférieures à 0.4 sur des mousses rigides Closed-cell sans additifs. Nos résultats (max 0.33) se situent dans la fourchette inférieure de ce type de matériaux fortement dégradés.

Tableau 3.8- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 5cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	1.12	0.029	38.62	0.95	0.10
1200	0.907	0.036	25.19	0.92	0.15
1500	0.372	0.010	37.20	0.95	0.10
1700	0.337	0.0096	35.10	0.94	0.12
2000	0.28	0.037	7.56	0.77	0.40
2800	0.182	0.0084	21.67	0.91	0.17
3200	0.231	0.008	28.88	0.93	0.14
3500	0.632	0.041	15.41	0.88	0.23
4000	0.148	0.006	24.67	0.92	0.15
10000	0.230	0.009	25.56	0.92	0.15

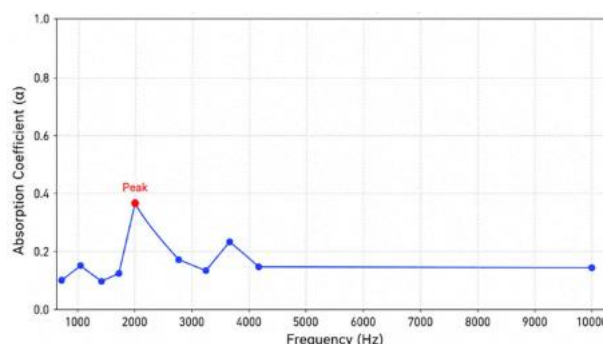


Figure 3.14- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) du PU (déchet 2, épaisseur 5cm) en fonction de la fréquence.

De 1000 - 1700 Hz, le matériau affiche des performances très faibles et instables, oscillant péniblement entre 0,10 et 0,15. L'onde sonore est presque entièrement réfléchiée en surface. Par la suite, on observe une augmentation soudaine et localisée de l'absorption qui culmine à sa valeur maximale de $\alpha = 0,40$ à 2000 Hz. C'est la meilleure performance enregistrée. Immédiatement après ce pic, le coefficient retombe à 0,17, connaît un léger sursaut secondaire à 3500 Hz ($\alpha = 0,23$), puis se stabilise à des valeurs très faibles (0,15) à très haute fréquence (10000 Hz).

Une épaisseur de 5 cm, intermédiaire, représente ici un équilibre parfait. À l'inverse de l'échantillon de 3 cm, qui subit une décomposition sur presque toute sa fine épaisseur, l'échantillon de 5 cm retient sûrement un centre de matière légèrement moins détériorée sous sa surface externe dégradée.

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

L'association d'une surface renforcée par les UV et d'une épaisseur de 5 cm permet de disperser légèrement plus d'énergie par frottement interne à 2000 Hz, justifiant ce gain à $\alpha = 0,40$. L'humidité induit un gonflement puis une fissuration des parois des cellules, menant à un colmatage permanent des pores. Le comportement global s'apparente davantage à celui d'un polymère semi-dense qu'à celui d'une mousse acoustique.

Le travail de [6] ont étudié des mousses rebondies (recyclées) d'épaisseur proche de 5 cm et ont mentionné des coefficients α compris entre 0.60 et 0.85 dans la bande des fréquences moyennes. Nos résultats (α max 0.36) sont nettement inférieurs, illustrant l'effet destructeur de l'exposition combinée soleil + humidité qui accélère le vieillissement et réduit considérablement la capacité d'absorption.

Tableau 3.9- Paramètres acoustiques du PU (déchet 2, épaisseur 7cm) en fonction de la fréquence.

Fréquence (Hz)	Pmax	Pmin	SWR	R	α
1000	0.728	0.026	28	0.93	0.14
1200	0.118	0.0096	12.29	0.85	0.28
1500	1	0.060	16.67	0.89	0.21
1700	0.796	0.044	18.09	0.90	0.19
2000	0.222	0.01	22.2	0.91	0.17
2500	0.326	(0.01)	(32.6)	0.94	0.12
3000	0.154	0.0044	35	0.94	0.11
3500	0.158	0.0036	43.89	0.96	0.08
4000	0.502	0.014	35.86	0.95	0.1

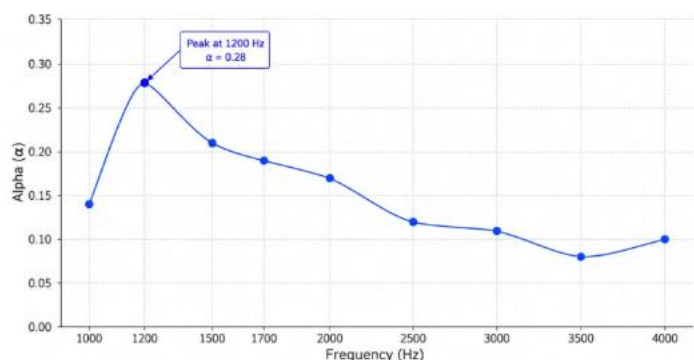


Figure 3.15- Variation du coefficient d'absorption acoustique (α) PU (déchet 2, épaisseur 7cm) en fonction de la fréquence.

Le tableau 3.9 montre qu'au-delà de son pic à 1200 Hz, l'échantillon PU dégradé (déchet2) subit une chute drastique et continue de ses performances. À partir de 2500 Hz, le coefficient d'absorption tombe à des valeurs critiques ($\alpha = 0,12$ à 2500 Hz, pour atteindre un minimum de 0,08 à 3500 Hz).

CHAPITRE 3 : Valorisation des déchets de polyuréthane

Les travaux de [11] ont démontré que l'exposition combinée aux rayonnements ultraviolets et à l'humidité induit une hydrolyse des liaisons esters/uréthanes. Cela provoque l'affaissement des parois cellulaires de la mousse. Cet affaissement se traduit macroscopiquement par un léger tassement de l'échantillon ou une augmentation de sa densité apparente. En acoustique, un milieu poreux qui se densifie voit sa tortuosité augmenter et sa porosité utile diminuer, ce qui décale la fréquence de résonance du tube de Kundt vers les basses fréquences (glissement de 1500 Hz à 1200 Hz) tout en réduisant l'amplitude du pic. [7] confirment que le vieillissement photo-oxydatif extérieur crée une couche superficielle hautement réticulée, micro-craquelée et rigide (effet de peau).

les travaux de [6] ont noté que chez les mousses rigides recyclées, l'augmentation de l'épaisseur à 7 cm et plus peut entraîner une réduction du coefficient α dans certaines bandes de fréquences par rapport à 5 cm. Ce phénomène est encore plus prononcé dans notre cas en raison de la dégradation avancée causée par les facteurs environnementaux.

3.2.4 Caractérisation des propriétés mécaniques

Tableau 3.10-Résultats de l'essai de traction du polyuréthane vierge

Échantillon	Force max. (N)	Déformation ΔL (mm)	État
PU vierge	200	3	Neuf

Le polyuréthane vierge supporte la force maximale (200 N) et présente une déformation importante (3 mm), témoignant d'une bonne élasticité et souplesse.

Pour le polyuréthane déchet, il n'y a pas eu de résultats significatifs ; ceci est peut-être dû à une modification de la microstructure du matériau au cours du temps.

Prendre en compte l'état de vieillissement du PU lors de son recyclage ou de sa réutilisation est important car un matériau dégradé présente des propriétés mécaniques sensiblement inférieures à celles du matériau vierge, ce qui peut limiter ses applications potentielles dans certains contextes techniques.

Des investigations complémentaires, notamment des analyses de la microstructure (microscopie électronique) et des mesures de module d'élasticité, permettraient d'approfondir la compréhension des mécanismes de dégradation identifiés dans ce travail.

3.2.5 Analyse Thermique Différentielle

Montre que le PU (vierge ou dégradé) reste constant jusqu'à 100 °C, et il perd le 1/3 de sa masse en arrivant à 300°C, cela nous mène à conclure que la réutilisation du PU après usage est possible, en particulier à basse température.

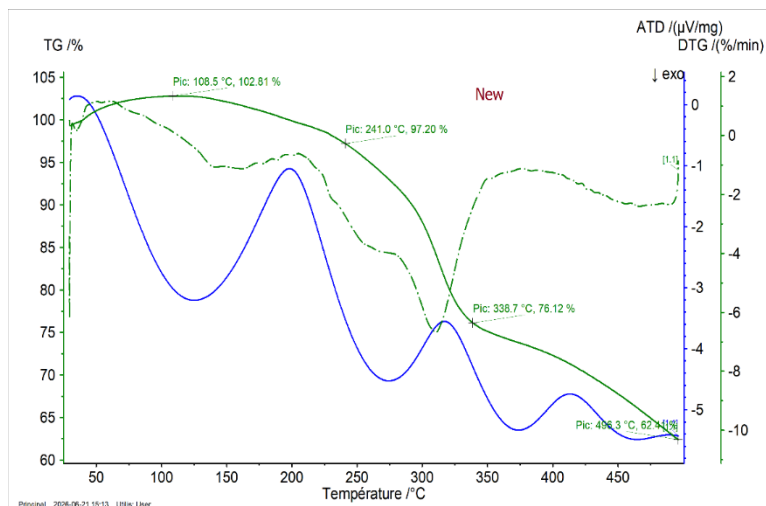


Figure 3.16 -Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) du polyuréthane vierge.

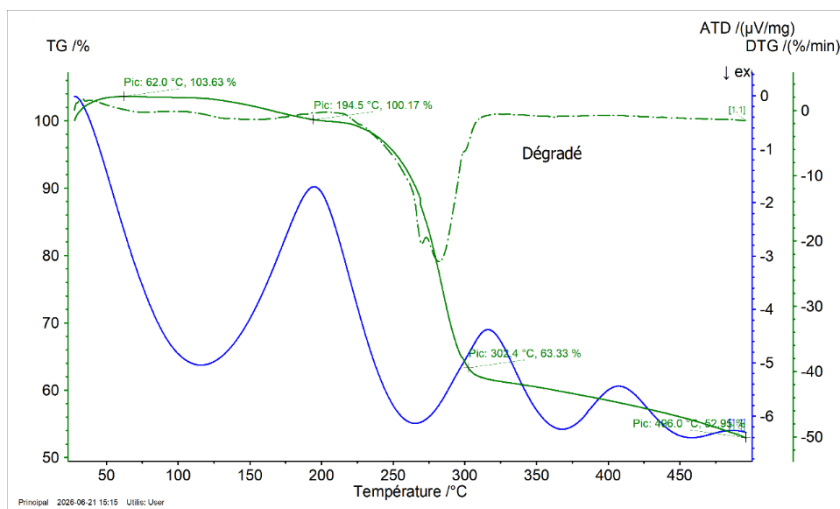


Figure 3.17-Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) du polyuréthane dégradé.

Conclusion

L'échantillon Sain (7 cm) présente une phase d'absorption élargie et stable à son maximum, avec $\alpha = 0,33$ maintenu sur les fréquences de 1500 Hz et 1700 Hz. Par ailleurs, pour l'échantillon déchet (7 cm), le pic d'absorption s'effondre à $\alpha = 0,28$ et se déplace de manière précoce vers les basses fréquences, se situant désormais à 1200 Hz.

La comparaison des profils acoustiques entre l'échantillon de PU déchet sain et l'échantillon hautement dégradé par exposition solaire et humidité, tous deux dotés d'une épaisseur identique de 7 cm, révèle des modifications structurales majeures induites par le vieillissement. L'échantillon sain se caractérise par un plateau d'absorption maximal stable de $\alpha = 0,33$ à 1500–1700 Hz. À l'inverse, l'échantillon dégradé affiche un pic d'absorption réduit à $\alpha = 0,28$ subissant un glissement spectral précoce vers la fréquence de 1200 Hz, suivi d'un effondrement quasi-total des performances en hautes fréquences ($\alpha = 0,08$ à 3500 Hz).

Les travaux de [11] établissent que la combinaison des ultraviolets et de l'humidité déclenche une hydrolyse de la matrice polymère, provoquant la rupture et l'affaissement des cellules ouvertes. Ce compactage interne accroît la tortuosité du réseau poreux, ce qui diminue de façon artificielle la fréquence de résonance quart d'onde du matériau.

Les travaux de [7] mettent en évidence qu'un vieillissement exogène sévère produit une couche de surface hautement densifiée et rigidifiée. Cette couche superficielle augmente l'impédance acoustique initiale du matériau, agissant comme un bouclier réflecteur vis-à-vis des courtes longueurs d'onde. Ces résultats confirment que si le déchet de PU exposé aux intempéries perd ses fonctions de correction acoustique de surface, sa rigidification et sa dégradation structurale orientent définitivement son potentiel de recyclage vers des applications de sous-couches isolantes confinées ou de barrières d'atténuation vibratoire dans le domaine du bâtiment.

Bibliographie

- [1] Prof. (Dr.) S. S. Bhattacharya¹, Asst. Prof. D. V. Bihola², « Design and Construction of Impedance Tube for Sound Absorption Coefficients Measurements ».
- [2] P.Chanlert and P Ruamcharoen 2021 J. Phys.: Conf. Ser., « Sound absorption properties of rigid polyurethane foam composites with rubber-wood sawdust as a natural filler ».
- [3] S. Pajović, V. Grković, et J. Perić, « ACOUSTIC PROPERTIES OF STANDARD LOW DENSITY POLYURETHANE LIME FOAM S 2535 ».
- [4] G. Krishnappa, G. G. Levy, et G. A. Macaulay, « SOUND ABSORPTION TESTS ON POLYURETHANE AND LIQUID SOAP FOAMS FOR ANECHOIC ENCLOSURES ».
- [5] J. Tubelis, T. Astrauskas, et M. Dzikėvičs, « Acoustic Properties of Recycled Polyurethane Foam Waste and Polyvinyl Acetate Composites ». Department of Environmental Protection and Water Engineering, Vilnius Gediminas Technical University, Saulėtekio al. 11, 10221 Vilnius, Lithuania 2Research Institute of Environmental Protection, Vilnius Gediminas Technical University, Saulėtekio al. 11, 10221 Vilnius, Lithuania 3Institute of Energy Systems and Environment, Riga Technical university, Azenes iela 12-1, LV-1048, Riga, Latvia, 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://reference-global.com/download/article/10.2478/rtuct-2024-0058.pdf>
- [6] M. J. Mitrevska, V. Mickovski, T. Samardzioska, et G. Iannace, « Experimental and Numerical Investigation of Sound Absorption Characteristics of Rebonded Polyurethane Foam », vol. 12, 2022, doi: 10.3390/app122412936.
- [7] K. Zhang, J. Hua, S. Yang, W. Xu, Z. Wang, H.-P. Grossart and Z. Luo, 2023, « *Biodegradation of polyester polyurethane by the marine fungus Cladosporium halotolerans 6UPA1* », Journal of Hazardous Materials, vol. 437, article 129406, doi: 10.1016/j.jhazmat.2022.129406.
- [8] M. B. Hasan, I. M. Al-Tameemi and M. N. Abbas 2021, *J. Ecol. Eng.*, « Orange Peels as a Sustainable Material for Treating Water Polluted with Antimony ».
- [9] N. Flores-Castañón, S. Sarkar and A. Banerjee 2022, *J. Hazard. Mater. Lett.*, « Structural, Functional, and Molecular Docking Analyses of Microbial Cutinase Enzymes against Polyurethane Monomers ».
- [10] D. Yang, Q. Yang and L. Zhang 2023, *Sustainability*, « Operational Decisions on Remanufacturing under the Product Innovation Race ».
- [11] M. S. Hassan, J. Yang and M. S. Khil 2022, *Membranes*, « Development and Characterizations of Engineered Polyurethane Nanofibrous Composite Scaffold ».

- [12] A. E. Tiuc, S. I. Borlea (Mureșan), O. Nemeș, H. Vermeșan, O. Vasile, F. Popa and R. Pîntoi 2022, *Polymers*, « New Composite Materials Made from Rigid/Flexible Polyurethane Foams with Fir Sawdust: Acoustic and Thermal Behavior ».
- [13] B. Masruri, E. Taban, A. Khavanin and K. Attenborough 2025, *Buildings*, « Sound Absorption and Thermal Insulation by Polyurethane Foams Reinforced with Bio-Based Lignocellulosic Fillers: Data and Modeling ».
- [14] V. Guna, C. Yadav, B. R. Maithri and M. Ilangovan 2023, « State of the Art of Acoustic Materials Based on Polyurethane Foam and Sustainable Alternatives ».
- .

CONCLUSION GENERALE

La gestion des déchets industriels constitue aujourd'hui un défi majeur pour les entreprises engagées dans une démarche de protection environnementale dans le cadre de développement durable. Parmi les déchets générés par les activités industrielles, les matériaux à base de polyuréthane occupent une place importante en raison de leur large utilisation et de leur faible biodégradabilité. Face à cette problématique, la recherche de solutions de valorisation adaptées apparaît comme une nécessité afin de réduire les impacts environnementaux liés à leur élimination et de favoriser une meilleure utilisation de ces ressources.

Le polyuréthane (PU), synthétisé à partir de polyols et d'isocyanates, est devenu l'un des groupes de polymères les plus polyvalents, utilisé dans de nombreux aspects de la vie moderne grâce à ses excellentes propriétés. Par ailleurs, la synthèse bibliographique a montré que ce matériau possède des propriétés physicochimiques remarquables qui expliquent son utilisation dans de nombreux secteurs industriels. De ce fait, la quantité de déchets de PU, augmente d'une manière continue d'année en année. Afin de prévenir une pollution grave et de protéger l'environnement, les déchets de PU ne peuvent être ni mis en décharge ni incinérés directement pour éviter toute pollution atmosphérique. Les différentes techniques de recyclage et de valorisation étudiées démontrent que ces déchets peuvent être considérés comme une ressource potentielle plutôt qu'un simple résidu industriel. Le recyclage chimique est une méthode majeure de recyclage des déchets de PU, mais malheureusement, il soulève d'importantes préoccupations environnementales. En revanche, les méthodes de réutilisation du PU déchet comme isolant acoustique offrent des options de recyclage nouvelles et plus respectueuses de l'environnement.

Le présent travail s'inscrit à travers l'étude de la valorisation des déchets de mousse de polyuréthane issus du complexe GP1Z de Sonatrach. Cette analyse a mis en évidence l'importance accordée par le complexe à la maîtrise de ses aspects environnementaux et à l'amélioration continue des performances HSE.

Les essais préliminaires de performance acoustique des mousses de polyuréthane récupérées au niveau du complexe GP1Z, réalisés à l'aide du tube de Kundt ont permis d'étudier l'influence de l'épaisseur et de l'état du matériau sur le coefficient d'absorption acoustique. Les résultats obtenus ont montré que les mousses de polyuréthane présentent une capacité d'absorption acoustique variable selon la fréquence d'excitation, l'épaisseur de l'échantillon et son degré de vieillissement. Les échantillons étudiés ont ainsi révélé un potentiel préliminaire intéressant pour des applications d'isolation acoustique. Le travail démontre clairement que le polyuréthane rigide utilisé pour l'isolation thermique possède un potentiel acoustique modéré, qui diminue significativement avec l'usure et surtout avec la dégradation environnementale. L'épaisseur optimale se situe autour de 5 cm. Les résultats soulignent l'importance de protéger ce matériau contre les facteurs climatiques

(rayons ultra-violet et humidité) s'il est destiné à être utilisé comme absorbeur acoustique ; ils ouvrent également la voie à des améliorations futures telles que le renforcement par des additifs naturels afin d'améliorer la porosité et les performances acoustiques.

Les résultats de ce travail confirment que la valorisation des déchets de mousse de polyuréthane constitue une alternative pertinente à leur élimination. Au-delà de la réduction des quantités de déchets industriels, cette démarche permet de développer des applications à valeur ajoutée tout en contribuant à la préservation des ressources naturelles, s'inscrit dans les principes de l'économie circulaire et répond aux objectifs actuels de gestion durable des déchets. Ces résultats préliminaires rendent plus réalisables et plus respectueux de l'environnement, le développement d'installations de dégradation à grande échelle des déchets polymères et l'application industrielle de la dégradation du polyuréthane.

Du point de vue Hygiène, Sécurité et Environnement, la valorisation des déchets à base de polyuréthane représente une approche préventive visant à limiter les impacts environnementaux associés à leur accumulation et à leur traitement ; elle contribue également à l'amélioration de la performance environnementale des installations industrielles en favorisant une gestion plus rationnelle des déchets générés.

Au terme de ce présent travail, il apparaît que les déchets de mousse de polyuréthane issus du complexe GP1z présentent un réel potentiel de valorisation dans le domaine de l'isolation acoustique. Des travaux complémentaires portant sur un plus grand nombre d'échantillons, sur des conditions de vieillissement plus variées et sur l'évaluation d'autres propriétés fonctionnelles permettraient de mieux apprécier les possibilités d'exploitation de ces matériaux recyclés et de renforcer leur intégration dans une démarche globale de gestion dans le cadre du développement durable

ANNEXE

Norme ISO 10534-1

INTERNATIONAL STANDARD

ISO
10534-1

First edition
1996-12-15

Acoustics — Determination of sound absorption coefficient and impedance in impedance tubes —

Part 1:

Method using standing wave ratio

*Acoustique — Détermination du facteur d'absorption acoustique et
de l'impédance acoustique à l'aide du tube d'impédance —*

Partie 1: Méthode du taux d'ondes stationnaires



Reference number
ISO 10534-1:1996(E)

Contents

Page

1	Scope.....	1
2	Normative references.....	1
3	Definitions	2
4	Principle	3
5	Fundamentals.....	3
6	Test equipment	5
7	Preliminary tests and measurements.....	10
8	Mounting of the test sample.....	10
9	Test methods	10
10	Transformation of reflection factor and impedance	11
11	Test report.....	12

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10534-1:1996

Annexes

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a39acfc-55a5-40ff-ab63-5561384b295c/iso-10534-1-1996>

A	Preliminary measurements	14
B	Verification of the test equipment.....	17
C	Pressure-release termination of test sample	19
D	Determination of diffuse sound absorption coefficient α_{st} of locally reacting absorbers	20

© ISO 1996

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Organization for Standardization
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Switzerland

Printed in Switzerland

Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

International Standard ISO 10534-1 was prepared by Technical Committee ISO/TC 43, Acoustics, Subcommittee SC 2, Building acoustics.

ISO 10534 consists of the following parts, under the general title *Acoustics — Determination of sound absorption coefficient and impedance in impedance tubes*:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a39ac1c-35a3-4011-ab63-33015640295c/iso-10534-1-1996>

- Part 1: Method using standing wave ratio
- Part 2: Method using two microphones

Annexes A, B and C form an integral part of this part of ISO 10534. Annex D is for information only.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

This page intentionally left blank

ISO 10534-1:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a39acfc-55a5-40ff-ab63-5561384b295c/iso-10534-1-1996>

Acoustics — Determination of sound absorption coefficient and impedance in impedance tubes —

Part 1:

Method using standing wave ratio

1 Scope

1.1 This part of ISO 10534 specifies a method for the determination of the sound absorption coefficient, reflection factor and surface impedance or surface admittance of materials and objects. The values are determined for normal sound incidence by evaluation of the standing wave pattern of a plane wave in a tube, which is generated by the superposition of an incident sinusoidal plane wave with the plane wave reflected from the test object.

This method can be used for the determination of the sound absorption coefficient of sound absorbers for normal sound incidence. It can further be used for the determination of the acoustical surface impedance or surface admittance of sound-absorbing materials. It is well suited for parameter studies and for the design of sound absorbers, because only small samples of the absorber material are needed.

1.2 There are some characteristic differences between this method and the measurement of sound absorption in a reverberation room (see ISO 354).

The impedance tube method can be used for the determination of the reflection factor and also the impedance or admittance. The sound is incident normally on the object surface. The reverberation room method will (under idealized conditions) determine the sound absorption coefficient for random sound incidence.

The impedance tube method relies on the existence of a plane incident sound wave and gives exact values under this condition (measuring and mounting errors excluded). The evaluation of the sound absorption coefficient in a reverberation room is based on a number of simplifying and approximate assumptions concerning the sound field and the size of the absorber.

Sound absorption coefficients exceeding the value 1 are therefore sometimes obtained.

The impedance tube method requires samples of the test object which are the size of the cross-sectional area of the impedance tube. The reverberation room method requires test objects which are rather large and can also be applied to test objects with pronounced structures in the lateral and/or normal directions. Measurements with such objects in the impedance tube must be interpreted with care (see 9.1).

For the computational transformation of the test results from the impedance tube method (normal incidence) to the situation of diffuse sound incidence, see annex D.

1.3 This part of ISO 10534 gives preference to numerical methods of evaluation instead of graphical methods, because computers which can perform these computations are assumed to be available. Some of the quantities in the formulae are complex. The arguments of trigonometric functions are in radians.

2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of ISO 10534. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this part of ISO 10534 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 266:—¹⁾, *Acoustics — Preferred frequencies*.

ISO 354:1985, *Acoustics — Measurement of sound absorption in a reverberation room*.

3 Definitions

For the purposes of this part of ISO 10534, the following definitions apply.

3.1 sound absorption coefficient, α : Ratio of the sound power entering the surface of the test object (without return) to the incident sound power for a plane wave at normal incidence.

3.2 sound pressure reflection factor at normal incidence, r : Complex ratio of the pressure amplitude of the reflected wave to the incident wave in the reference plane for a plane wave at normal incidence.

3.3 reference plane: Cross-section of the impedance tube for which the reflection factor r or the impedance Z or the admittance G are determined and which is usually the surface of flat test objects. It is assumed to be at $x = 0$.

3.4 field impedance, $Z(x)$: Ratio of the sound pressure $p(x)$ to the particle velocity $v(x)$ (directed into the test object) at a point x in the sound field.

3.5 impedance in the reference plane, Z_r : Ratio at the reference plane of the sound pressure p to the sound particle velocity v :

$$Z_r = p/v$$

3.6 surface impedance, Z : Complex ratio of the sound pressure $p(0)$ to the normal component of the sound particle velocity $v(0)$ at the reference plane.

3.7 surface admittance, G : Complex ratio of the normal component of the sound particle velocity $v(0)$ to the sound pressure $p(0)$ in the reference plane.

3.8 surface admittance, G_s : Admittance component at, and normal to, the surface of the test object.

3.9 characteristic impedance, Z_0 : Field impedance (in the direction of propagation) in a single plane wave:

$$Z_0 = \rho_0 c_0$$

where

ρ_0 is the density of the medium (air);

c_0 is the speed of sound in the medium.

3.10 normalized impedance, z : Ratio of the impedance Z to the characteristic impedance Z_0 :

$$z = Z/Z_0$$

3.11 normalized admittance, g : Product of the admittance G and the characteristic impedance Z_0 :

$$g = Z_0 G$$

3.12 standing wave ratio, s : Ratio of the sound pressure amplitude at a pressure maximum, $|p_{\max}|$, to that at an adjacent pressure minimum, $|p_{\min}|$ (if necessary after correction for varying values at the minima due to sound attenuation in the impedance tube):

$$s = |p_{\max}|/|p_{\min}|$$

3.13 standing wave ratio with attenuation, s_n : Standing wave ratio of the n^{th} maximum to the n^{th} minimum.

3.14 free-field wave number, k_0 :

$$k_0 = \omega/c_0 = 2\pi f/c_0$$

where

ω is the angular frequency;

f is the frequency;

c_0 is the speed of sound.

In general the wave number is complex, so

$$k_0 = k_0' - jk_0''$$

where

k_0' is the real component ($k_0' = 2\pi/\lambda_0$);

k_0'' is the imaginary component which is the attenuation constant in nepers per metre.

3.15 phase of reflection (factor), Φ : Results from the representation of the complex reflection factor by magnitude and phase:

$$r = r' + jr'' = |r| \cdot e^{j\Phi} = |r| (\cos \Phi + j \sin \Phi)$$

$$|r| = \sqrt{r'^2 + r''^2}$$

$$\Phi = \arctan \frac{r''}{r'}$$

$$r' = |r| \cos \Phi$$

$$r'' = |r| \sin \Phi$$

1) To be published. (Revision of ISO 266:1975)

3.16 working frequency range, f : Range within which measurements can be performed in a given impedance tube:

$$f_l < f < f_u$$

where f_l and f_u are the lower and upper frequency limits, respectively.

3.17 test section: Section of the impedance tube with no higher modes, in which the standing wave can be explored.

3.18 installation section: Section of the impedance tube in which the test object is installed.

4 Principle

The test object is mounted at one end of a straight, rigid, smooth impedance tube which is a tight fit (see figure 1). The incident plane sinusoidal sound wave p_i is generated by a loudspeaker at the other end of the tube. The superposition $p = p_i + p_r$ of the incident wave p_i with the wave reflected from the test object, p_r , produces a standing wave pattern in the tube. The evaluation proceeds from the measured quantities (either in a linear or in a logarithmic scale) of the sound pressure amplitudes $|p(x_{\min})|$ at pressure minima (one or more), and $|p(x_{\max})|$ at pressure maxima. These data are sufficient to determine the sound absorption coefficient. In addition, the distance $x_{\min,1}$ of the first sound pressure minimum from the reference plane at $x = 0$ (which is usually the plane where the surface of the test object is placed), and the sound wavelength λ_0 must be determined to give the reflection factor r and the impedance Z or the admittance $G = 1/Z$.

5 Fundamentals

5.1 General conditions

The method of this part of ISO 10534 relies heavily on the fact that there exist only plane incident and reflected waves propagating parallel to the tube axis in the test section of the tube (the section where the standing wave pattern is explored). The generation of other wave forms (higher modes) shall be avoided (see annex B). It is further assumed that the sound wave propagates in the tube without attenuation. Corrections can be applied for residual attenuations due to friction and thermal losses at the tube walls. Methods for the determination of these corrections are given in annex A.

5.2 Formulae

NOTE 1 The time factor $e^{j\omega t}$ is omitted in the following formulae.

The incident sound wave p_i is assumed to be plane, harmonic in time with frequency f and angular frequency $\omega = 2\pi f$, without attenuation (for a correction of attenuation, see annex A), and directed along the axis of the impedance tube (in the negative x -direction)

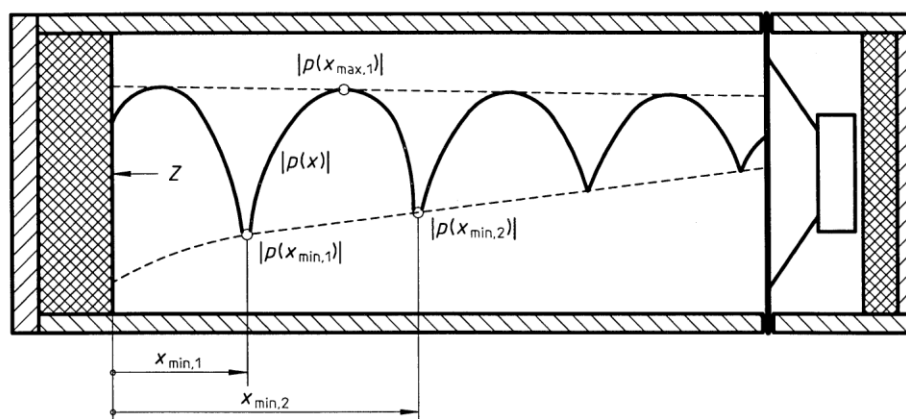
$$p_i(x) = p_0 e^{jk_0 x} \quad \dots (1)$$

$$k_0 = \frac{\omega}{c_0} = \frac{2\pi f}{c_0} \quad \dots (2)$$

where the amplitude p_0 is arbitrary.

The wave which is reflected from the test object having a reflection factor r is then

$$p_r(x) = r \cdot p_0 \cdot e^{-jk_0 x} \quad \dots (3)$$



NOTE — The first pressure maximum to be measured shall normally be chosen to lie between the first two minima, as shown.

Figure 1 — Standing wave pattern in a test tube

The particle velocities of the waves (counted positive in the negative x -direction, see figure 1) are, respectively

$$v_i = \frac{1}{Z_0} p_i(x) \quad \dots (4)$$

$$v_r(x) = -\frac{1}{Z_0} p_r(x) \quad \dots (5)$$

The field impedance (in the negative x -direction) in the standing wave is

$$Z(x) = \frac{p_i(x) + p_r(x)}{v_i(x) + v_r(x)} = Z_0 \frac{p_i(x) + p_r(x)}{p_i(x) - p_r(x)} \quad \dots (6)$$

5.3 Inter-relationships

At the reference plane $x = 0$, therefore

$$Z = Z(0) = Z_0 \frac{1+r}{1-r} \quad \dots (7)$$

from which follows

$$r = \frac{(Z/Z_0) - 1}{(Z/Z_0) + 1} \quad \dots (8)$$

The sound absorption coefficient α for plane waves is

$$\alpha = 1 - |r|^2 \quad \dots (9)$$

where $|\dots|$ indicates the magnitude of a complex quantity.

Equations (7) to (9) are the inter-relationships between the quantities which are determined according to this part of ISO 10534. If the reference plane is in the surface of a flat test object, these quantities are the surface impedance, the reflection factor (for normal sound incidence) and the absorption coefficient (for normal sound incidence) of the test object, respectively. If the reference plane is in front of the test object ($x > 0$), the absorption coefficient remains unchanged; the reflection factor r and the impedance Z will change to quantities which are said to be "transformed to a distance", namely the distance between the reference plane and the object surface. This concept is used sometimes in connection with structured test objects (see 9.1 and clause 10).

5.4 Standing wave

A pressure maximum in the standing wave occurs when p_i and p_r are in phase, i.e.

$$|p_{\max}| = |p_0| \cdot (1 + |r|) \quad \dots (10)$$

A pressure minimum occurs when they are in opposite phases

$$|p_{\min}| = |p_0| \cdot (1 - |r|) \quad \dots (11)$$

Using the standing wave ratio

$$s = |p_{\max}| / |p_{\min}| \quad \dots (12)$$

then

$$s = \frac{1 + |r|}{1 - |r|} \quad \text{and} \quad \dots (13)$$

$$|r| = \frac{s - 1}{s + 1} \quad \dots (14)$$

5.5 Sound absorption coefficient

The sound absorption coefficient then follows from equations (9), (12) and (14) with the measured amplitudes $|p_{\max}|$ and $|p_{\min}|$ at a given frequency.

If the sound pressure in the impedance tube is measured in a logarithmic scale (in decibels), and the difference in level between the pressure maximum and the pressure minimum is ΔL dB, then

$$s = 10^{\Delta L/20} \quad \dots (15)$$

The sound absorption coefficient then follows from

$$\alpha = \frac{4 \times 10^{\Delta L/20}}{(10^{\Delta L/20} + 1)^2} \quad \dots (16)$$

5.6 Reflection factor

The phase angle Φ of the complex reflection factor

$$r = |r| \cdot e^{j\Phi} \quad \dots (17)$$

follows from the phase condition for a pressure minimum in the standing wave

$$\Phi + (2n - 1)\pi = 2k_0 x_{\min,n} \quad \dots (18)$$

for the n^{th} minimum ($n = 1, 2, \dots$) in front of the reference plane (towards the sound source).

From this it follows that

$$\Phi = \pi \left(\frac{4x_{\min,n}}{\lambda_0} - 2n + 1 \right) \quad \dots (19)$$

and for the first minimum ($n = 1$)

$$\Phi = \pi \left(\frac{4x_{\min,1}}{\lambda_0} - 1 \right) \quad \dots (20)$$

The complex reflection factor is then

$$r = r' + jr'' \quad \dots (21)$$

$$r' = |r| \cdot \cos \Phi \quad \dots (22)$$

$$r'' = |r| \cdot \sin \Phi \quad \dots (23)$$

5.7 Impedance

From equation (7) one obtains the normalized impedance $z = Z/Z_0$:

$$z = z' + jz'' \quad \dots (24)$$

$$z' = \frac{1 - r'^2 - r''^2}{(1 - r')^2 + r''^2} \quad \dots (25)$$

$$z'' = \frac{2r''}{(1 - r')^2 + r''^2} \quad \dots (26)$$

5.8 Wavelength

The wavelength λ_0 at the frequency f of the sound signal follows either from the equation

$$\lambda_0 = c_0/f \quad \dots (27)$$

where c_0 is the sound velocity (for the determination of c_0 see annex A), or from the distance between two pressure minima of the standing wave (with a rigid termination of the impedance tube) which are numbered n and m , respectively [see equation (19)]

$$\lambda_0 = \frac{2}{n - m} (x_{\min,n} - x_{\min,m}) \quad \dots (28)$$

6 Test equipment

The test equipment consists of an impedance tube, a test-sample holder, a probe microphone, a device to move and position the probe microphone, signal-processing equipment for the microphone signal, a loudspeaker, a signal generator, possibly an absorber termination of the impedance tube, and a thermometer.

The test equipment shall be checked before use by a series of tests. These help to exclude error sources and to secure the minimum requirements. Procedures for these tests are given in annex B.

6.1 Impedance tube

6.1.1 Construction

The impedance tube shall be straight, with a constant cross-section (to within 0,2 %) and with rigid, smooth, non-porous walls without holes or slits in the test section. The walls shall be heavy and thick enough (preferably made from metal or, for tubes of larger cross-sections, from tight and smooth concrete) not to be excited to vibration by the sound signal, and not to show vibration resonances in the working frequency range of the tube. For metal walls, a thickness of about 5 % or about 10 % of the cross-dimension is recommended for circular or rectangular tubes, respectively. Tube walls made out of concrete shall be sealed by a smooth tight and highly adhesive finish. The same holds for tube walls made of wood. These should be re-inforced and damped by an external coating of steel or lead sheets.

The shape of the cross-section of the tube is arbitrary, in principle. Circular or rectangular cross-sections are recommended (if rectangular, then preferably square).

If rectangular tubes are composed from plates, care shall be taken that there are no slits in the corners (e.g. by sealing with adhesives or with a finish).

6.1.2 Working frequency range

The working frequency range ($f_l < f < f_u$) of an impedance tube is determined by its length and cross-dimension. In order to be able to explore two pressure minima even for unfavourable reflection phases, the length of the test section of the tube shall be $l \geq 3\lambda_0/4$ at the lower frequency limit f_l .

The loudspeaker will generally produce higher wave modes besides the plane wave. They will die out within a distance of about three tube diameters or three times the maximum lateral dimension of rectangular impedance tubes below the lower cut-off frequency of the first higher mode. Test objects with laterally varying acoustic qualities (e.g. resonators) will produce higher-mode contributions to the reflected wave.

The test section of the impedance tube shall avoid both ranges of possible higher modes. Thus the tube length l between the front surface of the test object

and the loudspeaker is related to the lower frequency limit f_l of the working frequency range by the condition

$$l \geq 250/f + 3d \quad \dots (29)$$

where

- l is the length, in metres;
- f is the frequency, in hertz;
- d is the inside diameter (or the maximum side length), in metres.

The upper limit of the working frequency range, f_u , is given by the possible onset of propagating higher modes. The condition for f_u is

$$d \leq 0,5\lambda_0 \quad \dots (30)$$

$$f_u \cdot d \leq 170 \quad \dots (31)$$

for rectangular tubes with f_u in hertz and the maximum side length d in metres; and

$$d \leq 0,58\lambda_0 \quad \dots (32)$$

$$f_u \cdot d \leq 200 \quad \dots (33)$$

for circular tubes with the inside diameter d in metres.

6.2 Test-sample holder

The sample holder is either integrated into the impedance tube or is a separate unit which, during the measurement, is tightly fixed to one end of the tube. (For possible arrangements, see figure 2.)

The length of the sample holder shall be large enough to install test objects leaving air spaces of a required depth behind them.

If the sample holder is a separate unit, its interior shape and dimensions shall conform to those of the impedance tube to within 0,2 %. The mounting of the tube shall be tight, without insertion of elastic gaskets (vaseline is recommended for sealing).

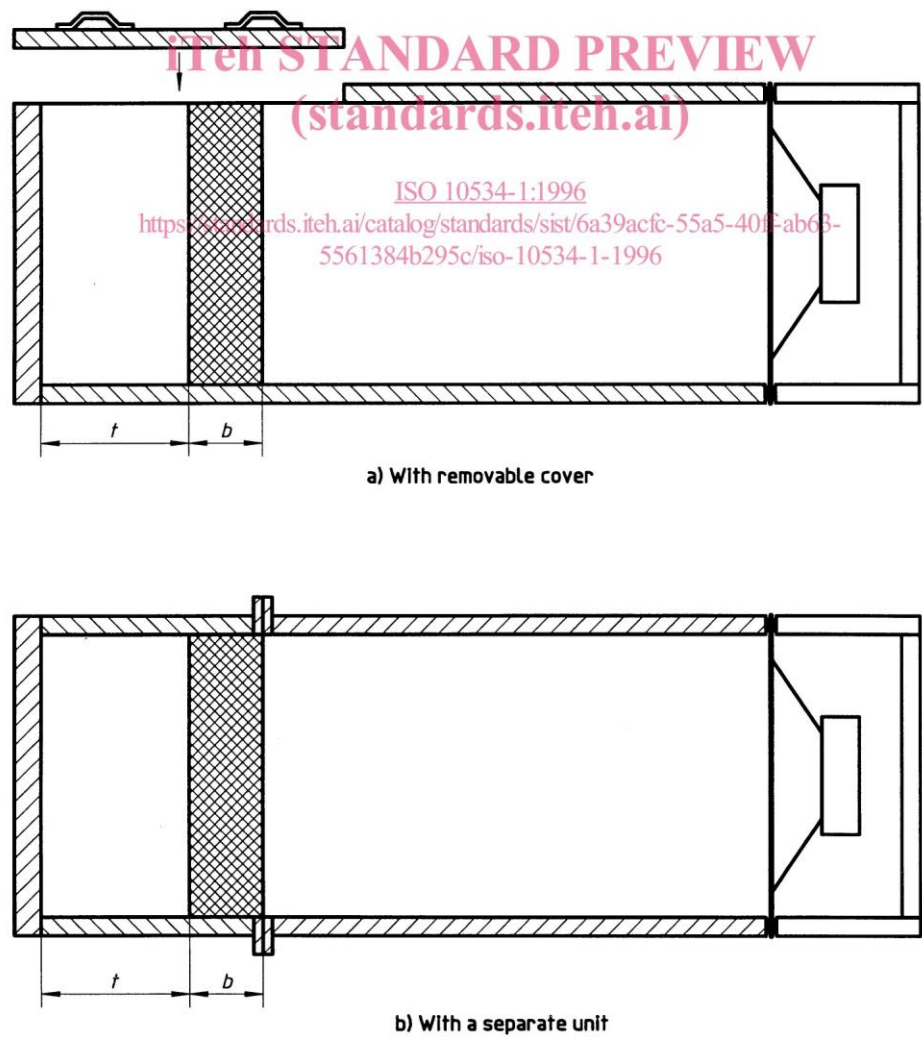


Figure 2 — Sample holder

It is recommended to integrate the sample holder into the impedance tube and to make the installation section of the tube accessible by a removable cover in order to insert the test object. The contact surfaces of this removable cover with the tube shall be carefully finished and the use of a sealant (vaseline) is recommended to avoid small leaks. Generally, with rectangular tubes it is recommended to install the test object from the side into the tube (instead of pushing it axially into the tube); it is then possible to check the fitting and the position of the test object in the tube, to check the position and the flatness of the front surface, and to reposition the reference plane precisely in relation to the front surface. A sideways insertion also avoids the compression of soft materials.

The back plate of the sample holder shall be rigid and shall be fixed tightly to the tube since it serves as a rigid termination in many measurements. A metal plate of thickness not less than 2 cm is recommended.

For some tests a volume of air behind the test object, with a depth of $\lambda_0/4$, acts as a pressure-release termination. Movable plugs in the sample holder are used sometimes as rigid terminations, which allow for a variable depth of this air gap. They should be used with great care, because even tiny leaks between the plug and the wall of the sample holder will lead to erroneous results (for corrections for distances other than $\lambda_0/4$, see annex C).

6.3 Microphone

A movable microphone registers the standing wave pattern in the impedance tube, for the localization of

pressure minima and for the acquisition of sound pressure amplitudes (or levels) in the maxima and minima of the standing wave.

Either the microphone moves outside the impedance tube, in which case it is connected to a probe tube with a sound pick-up opening in the impedance tube, or the microphone itself is placed (and is movable) in the impedance tube. The blockage of the cross-section of the impedance tube by the microphone and/or supports and/or other installations shall not be larger than 5 % in any cross-section of the test section.

6.3.1 Microphone with probe tube

The probe tube shall be of metal with sufficient wall thickness to avoid cross-talk of the sound field into the probe tube through the walls. The boring of the tube should be relative to its length; a long probe tube of small diameter may have too high an internal attenuation (for a check, see annex B). In a horizontal impedance tube, a centrally mounted probe tube shall be supported to avoid flexion of the probe tube, as this might give rise to higher sound modes. The supports shall not be close to the sound pick-up opening.

In a vertical impedance tube with the installation section at the lower end, the microphone or the probe tube may hang freely in the impedance tube.

In a rectangular impedance tube, the tube may be rotated around its axis by about 45° (see figure 3) and the probe placed into the lower corner; then any supports can be avoided. A further advantage of this position is that structure-borne vibrations of the

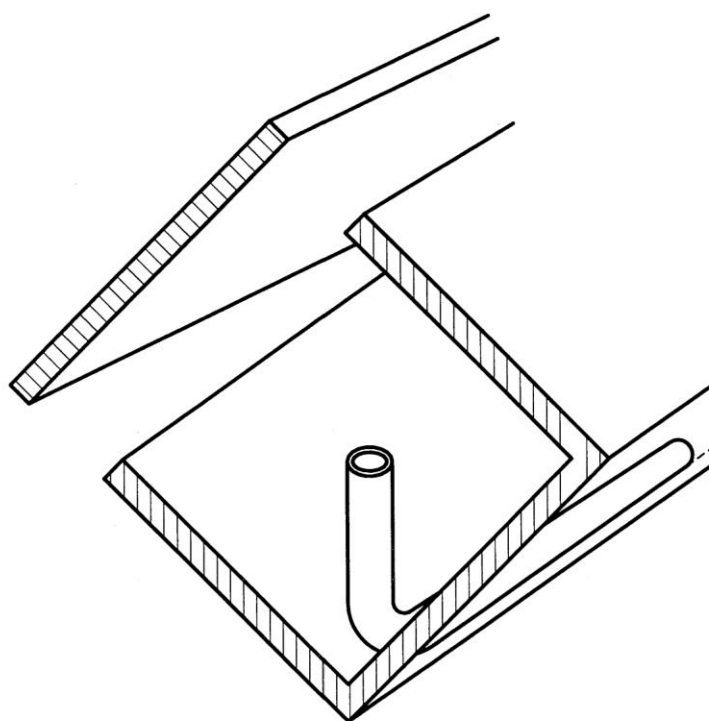


Figure 3 — Microphone probe tube in a corner of the impedance tube