



HAL
open science

Caractérisation thermique et mécanique de fibres naturelles d'origine marine en vue de leur utilisation dans les matériaux de l'habitat

Ons HAMDAOUI

► **To cite this version:**

Ons HAMDAOUI. Caractérisation thermique et mécanique de fibres naturelles d'origine marine en vue de leur utilisation dans les matériaux de l'habitat. Génie civil. Université Paris-Est; École nationale d'ingénieurs de Tunis (Tunisie), 2018. Français. NNT : 2018PESC1152 . tel-04330681

HAL Id: tel-04330681

<https://theses.hal.science/tel-04330681>

Submitted on 8 Dec 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTEUR

*de l'Université Paris-Est
&
de l'École Nationale d'Ingénieurs de Tunis*

Spécialité : Génie Civil

par :

Ons HAMDAOUI

intitulée :

**Caractérisation thermique et mécanique de fibres naturelles
d'origine marine en vue de leur utilisation dans les matériaux de
l'habitat**

Soutenue le 12 décembre 2018, devant le jury composé de :

M. Patrick SALAGNAC, Professeur, Université de La Rochelle	Président
Mme Monica SIROUX, Professeur, INSA Strasbourg	Rapporteur
M. Rached BEN YOUNES, Professeur, Université de Gafsa	Rapporteur
M. Mohamed SAFI, Professeur, École Nationale d'Ingénieurs de Tunis	Examinateur
M. Laurent IBOS, Maître de Conférences HDR, Université Paris-Est Créteil	Directeur de thèse
M. Oualid LIMAM, Professeur, École Nationale d'Ingénieurs de Tunis	Co-Directeur de thèse
M. Atef MAZIOUD, Maître de Conférences, Université Paris-Est Créteil	Invité

Remerciements

À l'issue de ces années de thèse, je souhaite exprimer toute ma gratitude envers ceux qui ont rendu son accomplissement possible.

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble des membres du jury pour le temps et l'intérêt qu'ils manifestent pour ce travail. En particulier, je remercie Monsieur Patrick SALAGNAC d'avoir accepté de présider le jury. Je remercie également les rapporteurs, Madame Monica SIROUX et Monsieur Rached BEN YOUNES, pour leurs rapports très précieux.

J'adresse mes sincères remerciements aux personnes qui m'ont suivie pendant cette thèse. Je remercie Monsieur Laurent IBOS, mon directeur de thèse à l'UPEC pour sa disponibilité, sa rigueur scientifique, ses commentaires toujours avisés et sa gentillesse. Je remercie Monsieur Atef MAZIOUD mon encadrant à l'UPEC et mon conseiller pour m'avoir fait confiance et soutenu tout au long de ces années tant sur le plan scientifique qu'humain. Je remercie également Monsieur Oualid LIMAM, mon directeur de thèse à l'ENIT, pour sa disponibilité, ses encouragements, et ses conseils scientifiques précieux. Enfin, je remercie Monsieur Mohamed SAFI pour sa participation à l'encadrement de cette thèse et pour sa participation à son évaluation en tant qu'examinateur.

Un grand merci à Monsieur Patrick AUSSET, ingénieur de recherche au laboratoire LISA de l'UPEC pour avoir effectué les observations par microscopie électronique à balayage.

Je souhaite remercier également les membres de laboratoires CERTES de l'UPEC, LGC de l'ENIT et mes collègues du département GIM de l'IUT de Sénart-Fontainebleau pour l'ambiance de travail et pour les moments de convivialité.

Mes pensées vont aussi à mes frères Anas et Adam pour leur soutien durant ces années de thèse ainsi qu'à tous mes proches et mes amis.

Enfin, je ne saurais jamais remercier assez mes parents Abdelaziz et Hayet pour leur amour, leurs encouragements et leur soutien inconditionnel. Je leur dédie ce travail.

Table des matières

LISTE DES FIGURES	5
LISTE DES TABLEAUX.....	11
RESUME	13
ABSTRACT	15
INTRODUCTION GENERALE	17
Chapitre 1 :	21
Revue bibliographique	21
Introduction	22
1.1. Consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment.....	22
1.2. Généralités sur les fibres	24
1.3. Etat de l'art sur l'usage des fibres naturelles dans la fabrication des matériaux d'isolation thermique pour le bâtiment	27
1.3.1. Quelques propriétés thermophysiques des matériaux d'isolation thermique courants	27
1.3.2. Effet de la variation de la masse volumique et des conditions opératoires sur la conductivité thermique des matériaux d'isolation.....	29
1.3.3. Matériaux d'isolation à base de fibres naturelles	36
1.4. Etat de l'art sur l'usage des fibres naturelles dans le renforcement des matrices cimentaires.....	40
1.4.1. Formulations des mélanges des composites cimentaires à fibres naturelles	41
1.4.2. Effet de l'ajout de fibres sur le mode de rupture du matériau	42
1.4.3. Effet de l'ajout de fibres sur la résistance du matériau	43
1.4.4. Effet de l'ajout de fibres sur la ténacité du matériau.....	44
1.4.5. Effet de l'ajout des fibres sur les propriétés thermophysiques du matériau.....	44
Conclusion.....	47
Chapitre 2 :	49
Matériaux et méthodes	49
Nomenclature	50
Introduction	51
2.1. Matériaux	51
2.1.1. Posidonia-Oceanica : Origine et répartition géographique	51
2.1.2. Extraction de fibres	53
2.1.3. Traitement chimique.....	54
2.1.4. Microstructure des fibres.....	55
2.1.5. Préparation des échantillons de fibres	56

2.1.6.	Préparation des composites de pâte de ciment avec fibres.....	57
2.1.7.	Microstructure des composites.....	59
2.2.	Méthodes.....	60
2.2.1.	Microscopie électrique à balayage.....	60
2.2.2.	Spectroscopie Infrarouge FTIR.....	62
2.2.3.	Méthode de mesure des propriétés thermiques : Méthode du Hot-Disk.....	63
2.2.4.	Méthode de mesure des propriétés hygrométriques : Méthode des sels.....	66
2.2.5.	Méthode de mesure des propriétés mécaniques.....	67
2.2.5.1.	Hypothèses et généralités sur la mécanique de la rupture en élasticité linéaire.....	67
2.2.5.2.	Mesure de la résistance à la traction par flexion et de la résistance à la compression.....	69
2.2.5.3.	Mesure de la ténacité.....	71
	Conclusion.....	72
Chapitre 3 :		73
Caractérisation thermique des fibres de Posidonia-Oceanica en vue de leur utilisation en tant que matériau d'isolation de parois de bâtiment		73
	Nomenclature.....	74
	Introduction.....	75
3.1.	Transferts thermiques dans les isolants fibreux.....	76
3.2.	Effet de la masse volumique et du traitement chimique sur la conductivité thermique des fibres et comparaison des valeurs expérimentales avec un modèle reliant la conductivité thermique à la masse volumique.....	79
3.3.	Effet de la masse volumique et du traitement chimique sur la diffusivité thermique des fibres.....	86
3.4.	Détermination de la capacité thermique massique des fibres.....	87
3.5.	Comparaison des fibres de <i>Posidonia-Oceanica</i> avec des matériaux d'isolation courants.....	89
Chapitre 4 :		93
Propriétés hygroscopiques des composites de pâte cimentaire renforcée par des fibres de Posidonia-Oceanica		93
	Nomenclature.....	94
	Introduction.....	95
4.1.	Séchage.....	95
4.1.1.	Suivi du séchage des composites cimentaires par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	95
4.1.2.	Effet du séchage des composites sur la masse volumique.....	100
4.1.3.	Effet du séchage des composites sur la conductivité thermique.....	100
4.1.4.	Effet du séchage des composites sur la diffusivité thermique.....	102
4.2.	Absorption d'humidité.....	103
4.2.1.	Effet de la fraction volumique des fibres sur l'absorption de l'humidité des composites.....	103
4.2.2.	Effet du traitement chimique des fibres sur l'absorption de l'humidité des composites.....	105
4.2.3.	Teneur en eau maximale.....	107
4.2.4.	Détermination du coefficient de diffusion massique.....	108
	Conclusion.....	116
Chapitre 5 :		117
Propriétés thermiques et mécaniques des composites de pâte cimentaire renforcée par des fibres de Posidonia-Oceanica		117
	Nomenclature.....	118
	Introduction.....	120
5.1.	Mesures expérimentales.....	120
5.1.1.	Propriétés thermophysiques.....	120
5.1.1.1.	Masse volumique.....	120

Table des Matières

5.1.1.2.	Conductivité thermique.....	122
5.1.1.3.	Diffusivité thermique.....	125
5.1.1.4.	Capacité thermique massique	127
5.1.2.	Propriétés mécaniques	129
5.1.2.1.	Traction par flexion.....	129
5.1.2.2.	Compression	130
5.1.2.3.	Ténacité.....	132
5.2.	Prédiction analytique des propriétés thermiques et mécaniques par un modèle phénoménologique simplifié.....	133
5.2.1.	Hypothèses, microstructure et modèle géométrique	133
5.2.2.	Conductivité thermique	141
5.2.3.	Résistance à la traction.....	143
5.2.4.	Compression.....	144
5.2.5.	Ténacité	145
	Conclusion.....	147
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES		149
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		153

Liste des figures

Figure 1.1: Émissions de gaz à effet de serre par secteur en France (Mnistère de la transition écologique et solidaire, 2015)	24
Figure 1.2: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique de certains matériaux fibreux (Finck, 1930).....	30
Figure 1.3: Mécanisme des transferts thermiques dans les matériaux fibreux (Bankvall, 1973).....	31
Figure 1.4: Conductivité thermique des fibres de verre en fonction de la température et la masse volumique (Abdou, 2010).....	32
Figure 1.5: Variation de la conductivité thermique en fonction de la température pour différentes pressions d'un isolant fibreux (Zhang, 2008).....	33
Figure 1.6 : Variation de la conductivité thermique en fonction de la pression pour différentes températures d'un isolant fibreux à haute teneur en alumine (Zhang, 2008)	33
Figure 1.7: Mesures expérimentales et régressions linéaires entre la conductivité thermique et la température (a) et entre la conductivité et la teneur en humidité (b) pour des fibres de verre ($\rho=27 \text{ kg.m}^{-3}$) (A. B. Abdou 2013)	34
Figure 1.8: Conductivité thermique du polystyrène en fonction de la température pour différentes densités, LD : Low Density, HD : High Density, UHD : Ultra High Density, SHD : So High Density (Khoukhi, 2015).....	35
Figure 1.9: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique des panneaux de fibres de coton (Zhou, 2010)	36
Figure 1.10: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique d'échantillons de laine de mouton (Zach, 2012)	37
Figure 1.11: Conductivité thermique d'isolants réalisés à base de paille de riz en fonction de la masse volumique (Wei, 2015).....	38
Figure 1.12: Conductivité thermiques des isolants à base de fibres de palmier dattier (Ali, 2017).....	39
Figure 1.13: Conductivité thermique des isolants à base de déchets de bois en fonction de la masse volumique, mesurées avec deux méthodes.....	39
Figure.1.14: Courbe typique charge-déplacement en flexion d'un béton renforcé par des fibres de polypropylène (Kobayashi, 1981)	42
Figure 1.15: Courbe force-déplacement d'un composite ciment fibres de chanvre et d'une pâte de ciment (Sedan, 2007).....	43
Figure 1.16 : Mesures expérimentales et résultats d'homogénéisation avec le modèle auto-cohérent de la conductivité thermique en fonction du dosage en bois (Bederina, 2007).....	45

Liste des Figures

Figure 1.17 : Conductivité thermique d'un mortier contenant du bois en fonction de la teneur en eau volumique et de la quantité du bois (Taoukil, 2013).....	46
Figure 2.1: Éléments de la plante de Posidonia-Oceanica (Vangeluwe, 2007).....	52
Figure 2.2: Répartition géographique de la plante de Posidonia-Oceanica sur la côte méditerranéenne (Vangeluwe, 2007)	53
Figure 2.3: Balles de Posidonia-Oceanica (b) Fibres de Posidonia-Oceanica fibers	54
Figure 2.4: Banquettes de Posidonia-Oceanica sur la plage de Monastir-Tunisie	54
Figure 2.5: Fibres de Posidonia-Oceanica dans une solution de soude.....	55
Figure 2.6: Images MEB des fibres : (a) fibres non traitées, (b) fibres traitées T1, (c) fibres traitées T2, (d) fibres traitées T3; (a), (b), (c) et (d): 50µm ; (a'), (b') et (c'): 100µm ; (d'): 10µm.....	56
Figure 2.7: Échantillon de fibres de Posidonia-Oceanica.....	57
Figure 2.8: Malaxage du mélange	58
Figure 2.9: Éprouvettes pour essais thermiques et hygrothermiques	58
Figure 2.10: Éprouvettes pour essais mécaniques	58
Figure 2.11: Images MEB des de la pâte de ciment (a) et (a') et des composites (b), (b'), (c), (c'); (a): 50µm; (a') : 5µm; (b): 100µm; (b') : 50µm; (c) : 500µm; (c') : 250µm	60
Figure 2.12: Microscope électronique à balayage JEOL 6301F.....	61
Figure 2.13: Echantillon de composites préparés pour les observations au MEB.....	61
Figure 2.14: Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier	62
Figure 2.15: Dispositif Hot-Disk TPS 2500 et positionnement d'une sonde sur un lit de fibres	64
Figure 2.16: Exemple d'augmentation de la température en fonction du temps lors d'une caractérisation thermique à l'aide de l'analyseur du Hot-Disk.....	65
Figure 2.17: Résidus issus de l'analyse des données de la figure 2.16	65
Figure 2.18: Test de répétitivité de conductivité thermique et de diffusivité thermique des fibres de Posidonia-Oceanica (fibres non traitées, $\rho=27\text{kg.m}^{-3}$, $T= 28^{\circ}\text{C}$)	66
Figure 2.19: Composite dans un bocal à humidité relative contrôlée.....	68
Figure 2.20: Modes d'ouverture de fissure (Michel, 2003)	68
Figure 2.21: Éprouvette de composite sous essai de flexion	70
Figure 2.22: Éprouvette de composite sous essai de compression	70
Figure 2.23: Éprouvette pré-fissurée sous essai de flexion 3 points.....	71
Figure 3.1 : Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres non traitées avec le modèle de l'équation (3.6).....	81
Figure 3.2: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_1 avec le modèle de l'équation (3.6).....	81
Figure 3.3: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_2 avec le modèle de l'équation (3.6).....	82
Figure 3.4: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_3 avec le modèle de l'équation (3.6).....	82

Liste des Figures

Figure 3.5: Conductivité thermique en fonction de la densité des fibres de Posidonia-Oceanica et des matériaux d'isolation courants.....	85
Figure 3.6: Diffusivité thermique des fibres non traitées en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique.....	87
Figure 3.7: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T ₁ en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique.....	88
Figure 3.8: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T ₂ en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique.....	88
Figure 3.9: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T ₃ en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique.....	89
Figure 3.10: Comparaison de la conductivité thermique des fibres de Posidonia-Oceanica avec les conductivités thermiques des matériaux d'isolation courants.....	90
Figure 3.11: Comparaison de la capacité thermique massique des fibres de Posidonia-Oceanica avec les capacités thermiques massiques des matériaux d'isolation courants.....	91
Figure 4.1: Spectre FTIR de la pâte de ciment (après 28 jours de séchage).....	97
Figure 4.2: Spectre d'un composite: pâte de ciment avec 20% de fibres (après 28 jours de séchage).....	97
Figure 4.3: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau (1650cm ⁻¹) et du pic lié au Carbonate de calcium CaCO ₃ (872 cm ⁻¹) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons.....	98
Figure 4.4: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau (1650cm ⁻¹) et du pic lié au Silicates (CaO) _x SiO ₂ (H ₂ O) _y (1016 cm ⁻¹) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons.....	99
Figure 4.5: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau (1650 cm ⁻¹) et du pic lié au Carbonate de calcium CaCO ₃ (1390 cm ⁻¹) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons.....	99
Figure 4.6: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction du temps de séchage.....	100
Figure 4.7: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction du temps de séchage ...	101
Figure 4.8: Variations relatives de la conductivité thermique en fonction de la variation relative de la masse volumique des composites ; prise en compte des variations de propriétés lors du séchage pour l'ensemble des échantillons.....	102
Figure 4.9: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction du temps de séchage.....	103
Figure 4.10: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 55%.....	104
Figure 4.11: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 76%.....	104
Figure 4.12: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 86%.....	105
Figure 4.13: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 55%.....	106
Figure 4.14: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 76%.....	106
Figure 4.15: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 86%.....	107

Figure 4.16: Teneur en eau maximale relevée au bout de 7 jours en fonction de la fraction volumique des fibres pour les différentes conditions d'humidité	108
Figure 4.17: Configuration géométrique de l'échantillon	109
Figure 4.18: Teneur en eau adimensionnelle en fonction de la racine carrée du temps : données relatives à l'échantillon de composite avec 15% de fibres, HR 55%	112
Figure 4.19: Teneur en eau adimensionnelle en fonction du temps : données relatives à l'échantillon de composite avec 15% de fibres, HR 55%	113
Figure 4.20: Variations relatives du coefficient de diffusion et la teneur en eau maximale pour l'ensemble d'échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres et de l'humidité relative.....	115
Figure 4.21: Variations relatives du coefficient de diffusion et la teneur en eau maximale pour l'ensemble d'échantillons en fonction du traitement chimique des fibres et de l'humidité relative.....	115
Figure 5.1: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres	121
Figure 5.2: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres (pour $\varphi=20\%$)	122
Figure 5.3: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres.....	123
Figure 5.4: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres(pour $\varphi=20\%$).....	124
Figure 5.5: Variations relatives de la conductivité thermique en fonction de la variation relative de la masse volumique des composites ; effet de la concentration en fibres	124
Figure 5.6: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres	126
Figure 5.7: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres (pour $\varphi=20\%$)	126
Figure 5.8: Variation de la capacité thermique massique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres.....	128
Figure 5.9: Variation de la capacité thermique massique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres	129
Figure 5.10: Variation de la résistance à la traction par flexion des composites en fonction de la fraction volumique des fibres.....	130
Figure 5.11: Variation de la résistance à la compression des composites en fonction de la fraction volumique des fibres.....	131
Figure 5.12: Variation du facteur d'intensité de contrainte critique des composites en fonction de la fraction volumique des fibres	133
Figure 5.13: Répartition simplifiée des fibres dans la matrice	134
Figure 5.14: Volume élémentaire représentatif du composite V_0	135
Figure 5.15: modélisation des inclusions dans le modèle thermique	135
Figure 5.16: Volume élémentaire représentatif modifié V_1 pour le modèle thermique	136
Figure 5.17: Modèle géométrique pour la prédiction de la conductivité thermique	137

Liste des Figures

Figure 5.18: Sous volume élémentaire représentatif V_2 pour le modèle thermique	138
Figure 5.19: Sous volume élémentaire représentatif V_3 pour le modèle thermique	139
Figure 5.20: Éprouvette de composite après rupture par traction (rupture par glissement de fibres)	140
Figure 5.21: Relation contrainte-déformation typique d'une pâte de ciment avec fibres, rupture par glissement de fibres	140
Figure 5.22: Modèle géométrique pour la prédiction des propriétés mécaniques	141
Figure 5.23: Comparaison de la conductivité thermique expérimentale avec la conductivité thermique analytique.....	142
Figure 5.24: Comparaison de la résistance à la traction du modèle analytique avec les résultats de mesures	143
Figure 5.25: Comparaison de la résistance la compression du modèle analytique avec les résultats de mesures	145
Figure 5.26: Mesures expérimentales et modèle analytique de la ténacité des composites en fonction de la fraction volumique de fibres	147

Liste des Figures

Liste des tableaux

Tableau 1.1: Répartition de la consommation d'énergie finale en France en 2015 (Bilan énergétique de la France, 2015)	23
Tableau 1.2: Répartition de la consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment en France (CEREN, 2014)	23
Tableau 1.3: Répartition de la consommation d'énergie finale en Tunisie en 2012 (ANME, 2012)	24
Tableau 1.4: Composition chimique de certaines fibres naturelles (Faruk, 2012).....	25
Tableau 1.5: Caractéristiques physico-mécaniques des fibres végétales comparées aux fibres de verre et de carbone (Baley, 2013)	26
Tableau 1.6: Synthèse bibliographique des conditions de traitements chimiques à la soude	27
Tableau 1.7: Propriétés thermophysiques de quelques matériaux isolants (Réglementation thermique, 2012)	28
Tableau 1.8: Composition des isolants étudiés par (Korjenic, 2011) et résultats de mesures de conductivité thermique en fonction de la masse volumique	37
Tableau 1.9: Tableau récapitulatif de la conductivité thermique de quelques isolants fabriqués à partir de ressources naturelles dans des intervalles de masses volumiques	40
Tableau 1.10: Synthèse bibliographique des compositions de mélanges des composites à matrices cimentaires et fibres naturelles	41
Tableau 2.1: Humidité relative de l'air des solutions salines utilisées	67
Tableau 3.1 : Valeurs expérimentales de la conductivité thermique des fibres de Posidonia-Oceanica en fonction de la masse volumique	80
Tableau 3.2: Coefficients de l'équation de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique (Equation 3.6) avec leurs incertitudes	83
Tableau 3.3: Masses volumiques optimales des fibres de Posidonia-Oceanica.....	85
Tableau 3.4: Valeurs expérimentales de la diffusivité thermique des fibres de Posidonia-Oceanica en fonction de la masse volumique	86
Tableau 3.5: Valeurs estimées de la capacité thermique massique des fibres de Posidonia-Oceanica	89
Tableau 4.1: Analyse du spectre de la pâte de ciment durcie	98
Tableau 4.2: Coefficient de diffusion massique des composites par la méthode 1	113
Tableau 4.3: Coefficient de diffusion massique des composites par la méthode 2.....	114

Liste des Tableaux

Tableau 5.1: Valeurs expérimentales de la masse volumique.....	121
Tableau 5.2: Valeurs expérimentales de la conductivité thermique.....	123
Tableau 5.3: Valeurs expérimentales de la diffusivité thermique.....	125
Tableau 5.4: Valeurs expérimentales de la capacité thermique massique	128
Tableau 5.5: Valeurs expérimentales de la résistance à la traction par flexion des composites .	130
Tableau 5.6: Valeurs expérimentales de la résistance à la compression des composites.....	131
Tableau 5.7: Valeurs expérimentales du facteur d'intensité de contrainte critique.....	132

Résumé

Ce travail s'inscrit dans le contexte général de la réduction des consommations énergétiques dans le secteur du bâtiment. Il est à ce jour important voire nécessaire de développer des matériaux de construction mis en œuvre à partir de ressources renouvelables. Dans ce contexte, l'usage des fibres naturelles dans la fabrication et/ou le renforcement des matériaux est d'un grand intérêt d'un point de vue économique et environnemental.

Dans ce travail de thèse, nous proposons dans une première partie l'usage de fibres de la plante marine *Posidonia-Oceanica* pour la fabrication de matériaux d'isolation thermique de bâtiments. Les caractérisations thermiques effectuées ont permis de mettre en évidence l'effet de la densité des fibres et de traitements chimiques. Il apparaît que ce type de fibres possède une conductivité équivalente à celle d'autres fibres naturelles et une capacité thermique massique plus élevée. La conductivité thermique en fonction de la masse volumique est comprise entre 0.04 et 0.07 W.m⁻¹.K⁻¹. La capacité thermique massique atteint environ 2500J.kg⁻¹.K⁻¹. Il apparaît également que l'influence du traitement chimique sur les propriétés thermiques n'est pas significative. Les résultats obtenus font de ces fibres un bon candidat pour une utilisation comme isolant thermique dans le domaine du bâtiment.

Dans une seconde partie, ces fibres sont utilisées pour le renforcement d'une pâte de ciment. Une gamme de composites a été formulée pour des fractions volumiques en fibres allant de 0 à 20%. Une étude des propriétés hygroscopiques de ces composites a été menée et complétée par des analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et des mesures des propriétés thermophysiques par la méthode du Hot-Disk durant le cycle de séchage. D'autre part, la quantification de la sensibilité de ces matériaux à l'humidité relative a été réalisée par la mesure de la variation de la teneur en eau dans les échantillons dans des environnements à humidité contrôlée. Ces mesures permettent de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau. Celui-ci augmente légèrement avec l'augmentation du taux de fibres dans le composite.

Du point de vue thermique, l'ajout de fibres améliore les propriétés isolantes des matériaux. En effet, une diminution de 22% sur la valeur de la conductivité thermique est notée avec l'introduction de 20% de fibres, par comparaison à l'échantillon de ciment témoin. L'influence sur la diffusivité thermique et sur la capacité thermique massique n'est pas significative.

Résumés

Du point de vue mécanique, la résistance à la traction par flexion et la compression augmentent légèrement jusqu'à 5 à 10% en volume de fibres puis diminuent. En revanche, une augmentation notable des valeurs de ténacité a été observée avec l'augmentation du dosage en fibres. Une augmentation de 65% est observée avec l'ajout de 20% de fibres.

En s'appuyant sur les observations expérimentales, une modélisation analytique simplifiée a été réalisée. Celle-ci permet d'obtenir des modèles de prédiction des valeurs de la conductivité thermique, de la résistance à la traction par flexion, de la résistance à la compression et de la ténacité en fonction de la quantité de fibres dans le matériau.

Mots clés : fibres de *Posidonia-Oceanica*, pâte de ciment, isolant naturel, composites, propriétés microstructurales, propriétés thermophysiques, propriétés mécaniques, séchage, absorption d'humidité.

Abstract

This study comes within a framework of the reduction of energy consumption in the buildings sector. Nowadays, it is of great importance to develop new construction materials including renewable resources. Therefore, in the context of environmental and economic concerns, the use of natural fibers for the processing of insulating materials or for the reinforcement of structure materials is of great interest.

In this work, we have firstly studied the use of fibers extracted from the marine plant *Posidonia-Oceanica* as loose-fill thermal insulation material for buildings. Measurements were conducted and allowed the determination of the effect of fibers density and chemical treatments on thermal properties. Thermal conductivities were lying between 0.04 and 0.07 W.m⁻¹.K⁻¹, whereas the heat capacity was about 2500 J.kg⁻¹.K⁻¹. Thus, it was found that fibers thermal conductivity is close to the one of commonly used thermal insulation materials and that their heat capacity is significantly higher. It was also found that the influence of chemical treatment on the thermal properties is not significant. Measurement results showed that these fibers could be a promising ecological loose-fill insulation material in the construction field.

Secondly, fibers were used as reinforcement for cement paste. A set of composite samples were formulated by varying fibers volume fractions from 0 to 20%. Their hygroscopic, thermal and mechanical properties were evaluated.

Composites were analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and their thermophysical properties were measured with a Hot Disk thermal constants analyzer during the drying cycle. Sensitivity of these materials to relative humidity was examined by measuring the water content variation in controlled humidity environments. These measurements allowed the quantification of the water diffusion coefficient. This coefficient increased slightly with the increase of fibers content in composite samples.

Concerning thermal properties, the addition of *Posidonia-Oceanica* fibers improved the material insulating properties. In fact, a decrease of about 22% on thermal conductivity values was found with the introduction of 20% of fibers compared to the unfilled cement paste. For *Posidonia-Oceanica* fibers volume fractions considered in this study (0 to 20 Vol.%), the effect of the presence of fibers on thermal diffusivity and on heat capacity is not significant, regarding the measurement uncertainties.

Concerning mechanical properties, flexural and compressive strengths increased for about fiber volume fractions in the range of 5 to 10%. Moreover, a noticeable increase of toughness was observed with increasing fibers amount: for instance, an increase of about 65% was observed with the introduction of 20% of fibers in the composite.

Based on the experimental observations, simplified analytical models were developed to predict thermal conductivity, flexural strength, compressive strength and toughness as a function of fibers volume fraction in the material.

Key words: *Posidonia-Oceanica* fibers, cement paste, natural insulating materials, composites, microstructural properties, thermophysical properties, mechanical properties, drying, moisture absorption.

Introduction générale

Au cours de ces dernières années, nous assistons à une prise de conscience à l'échelle internationale de la nécessité de réduire en urgence l'impact de l'activité humaine sur l'environnement. Les incitations pour intégrer des projets de développement durable sont fortement encouragées dans tous les secteurs.

Le secteur du bâtiment, responsable de la consommation d'une grande partie d'énergie et des émissions de gaz à effet de serre, est fortement concerné par la réduction de sa consommation énergétique. Même si une grande partie de cette consommation est liée à l'exploitation, le poids des matériaux de construction sur l'impact environnemental du secteur du bâtiment tend à augmenter notamment avec l'évolution de l'usage des matériaux d'isolation. Par conséquent, le développement des matériaux à faible impact environnemental, que ce soit pendant la fabrication, l'usage ou encore la démolition s'impose.

L'usage des fibres naturelles dans le développement des matériaux de l'habitat s'inscrit parfaitement dans une démarche de développement durable d'une part, parce qu'il s'agit de la valorisation d'une ressource renouvelable et biodégradable, d'autre part, parce qu'il s'agit d'un matériau dont la production ne nécessite pas de coût énergétique élevé.

Dans ce cadre, ce travail de thèse s'intéresse en particulier à la caractérisation des fibres naturelles extraites de la plante marine *Posidonia-Oceanica*, une plante présente dans certaines mers, notamment en Méditerranée, pour les utiliser dans la fabrication et/ou le renforcement des matériaux de l'habitat. L'objectif est d'utiliser les rejets de ce type de fibres, qui peuvent être collectés en grande quantité sur les plages, et qui ne sont actuellement pas valorisés.

Deux applications principales sont visées :

- fabrication de matériaux d'isolation thermique ;
- renforcement d'une matrice cimentaire qui pourra être utilisée dans un béton de structure.

Avant d'envisager la valorisation des fibres de *Posidonia-Oceanica*, il est nécessaire de disposer d'informations sur leurs propriétés thermiques et de les comparer aux matériaux classiquement utilisés dans l'isolation thermique du bâtiment. Il est également nécessaire de déterminer les propriétés mécaniques, thermiques et hygroscopiques des matériaux incluant ce type de fibres (matériaux cimentaires par exemple) afin de quantifier l'impact de la présence des fibres sur leurs propriétés et leur durabilité.

Le présent mémoire s'articule donc en cinq chapitres.

Le premier chapitre rappellera le contexte environnemental de cette thèse, notamment la place du secteur du bâtiment et des matériaux de construction dans la consommation d'énergie et la problématique du développement de nouveaux matériaux dans un contexte de développement durable. La partie suivante constituera un état de l'art sur les propriétés des fibres. Enfin, une synthèse et une discussion des résultats d'études de la littérature portant sur l'usage de fibres naturelles pour la fabrication des matériaux d'isolation thermique pour le bâtiment et pour le renforcement des matrices cimentaires sera présentée.

Le deuxième chapitre sera consacré dans une première étape à la description des matériaux utilisés dans ce travail. Les méthodes d'extraction des fibres de *Posidonia-Oceanica*, leur traitement chimique et leurs propriétés microstructurales seront présentées. La préparation des échantillons de fibres et de composites sera également décrite dans ce chapitre. Dans une seconde étape, les différentes méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation seront présentées : la microscopie électronique à balayage pour les analyses microstructurales, la spectroscopie infrarouge pour les analyses physico-chimiques, le Hot-Disk pour les mesures thermiques, l'usage de solutions salines pour les mesures hygrométriques et les essais mécaniques de compression et de flexion. Pour chaque méthode, les hypothèses et les conditions de mesures seront précisées.

Le troisième chapitre traitera des propriétés thermophysiques des fibres de *Posidonia-Oceanica* qui pourront être utilisées comme matériau d'isolation thermique du bâtiment. Ce chapitre mettra en exergue l'effet de la densité et du traitement chimique sur les propriétés thermiques des fibres. Ces propriétés seront comparées avec celles des isolants couramment utilisés. A l'issue de ce chapitre, les propriétés de l'isolant thermique qui pourra être fabriqué à partir des fibres de *Posidonia-Oceanica* seront déterminées.

Le quatrième chapitre sera consacré à l'étude des propriétés hygroscopiques des composites mis en œuvre à partir d'une pâte cimentaire et de fibres de *Posidonia-Oceanica*. Un suivi de l'évolution des propriétés thermophysiques au cours du cycle de séchage sera également présenté. D'autre part, la cinétique d'absorption d'eau des composites sous différentes humidités relatives pendant une semaine sera étudiée. Ces mesures permettront de mettre en évidence l'effet de la quantité de fibres et du traitement chimique sur la teneur en eau maximale et sur le coefficient de diffusion.

Le dernier chapitre exposera dans un premier temps, les résultats de mesure de propriétés thermophysiques et mécaniques des composites à l'état durci en fonction de la quantité de fibres. Dans un second temps, une comparaison des résultats expérimentaux à des modèles analytiques simplifiés de prédiction de propriétés effectives sera effectuée pour quelques propriétés :

Introduction générale

conductivité thermique, résistance à la traction, résistance à la compression et ténacité. L'effet de la fraction volumique des fibres sera pris en compte.

Enfin, ce manuscrit se terminera par une conclusion générale reprenant une synthèse des résultats les plus notables de cette étude et les perspectives qui en découlent.

Chapitre 1 :

Revue bibliographique

Introduction

La tradition d'utiliser des fibres naturelles dans des matériaux de l'habitat n'est pas une pratique récente. Au fil des décennies et avec l'industrialisation des pays, les matériaux élaborés avec des ressources naturelles sont remplacés par des matériaux industriels. Toutefois, avec l'avènement de l'ère verte, un retour aux sources basé sur des études scientifiques commence à se dessiner. Partant de ce constat, nous nous proposons d'utiliser les fibres cellulosiques marines de *Posidonia-Oceanica* dans l'élaboration de matériaux de construction.

Dans ce chapitre, nous commençons d'abord par la présentation du contexte environnemental de cette étude visant à réduire l'impact écologique de certains matériaux de l'habitat. Ensuite, nous présentons les principales caractéristiques et particularités des fibres ainsi que les traitements qu'elles peuvent subir. Enfin, nous présentons et discutons certains résultats des études antérieures portant sur l'usage de fibres naturelles dans la fabrication des matériaux d'isolation et pour le renforcement des matrices cimentaires.

1.1. Consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment

La consommation mondiale d'énergie est en forte augmentation. Les prévisions estiment qu'elle devrait augmenter de 48% entre 2012 et 2040 (Energy Information Administration (US), 2016). La demande en énergie est générée par le développement des activités industrielles et la forte urbanisation. Cette augmentation aggrave les risques d'épuisement des ressources énergétiques et engendre des impacts sur l'environnement (Pérez-Lombard, 2008). Une grande partie de cette énergie est consommée par le secteur du bâtiment (résidentiel et tertiaire) notamment pour la climatisation et le chauffage afin de répondre aux besoins des occupants.

En France, l'utilisation de l'énergie finale se décompose comme le montre le tableau 1.1. Le secteur du bâtiment est le secteur le plus énergivore et représente environ la moitié de la consommation d'énergie finale, soit bien plus que les transports (33.1%) et l'industrie (19%). La plus grande partie de la consommation d'énergie dans un ménage est occupée par le chauffage qui présente environ deux tiers de la consommation totale, suivie par les appareils électriques, l'eau chaude sanitaire et enfin la cuisson (Cf. tableau 1.2).

A cela s'ajoute le fait que le secteur du bâtiment est le second générateur des émissions de gaz à effet de serre en France après le transport. Ces émissions ont augmenté de 11% entre 1990 et 2013 (Cf. figure 1.1).

Dans les pays où la croissance démographique est importante et l'amélioration du confort des bâtiments est nécessaire, comme la Tunisie, le secteur du bâtiment est le troisième consommateur d'énergie après l'industrie et les transports (Cf. tableau 1.3). Les consommations sont en forte augmentation et les prévisions estiment que ce secteur risque de devancer tous les autres en 2030 avec un taux de 35%.

En réponse à cette situation, il est primordial d'engager un certain nombre d'actions afin d'apporter des solutions au problème de surconsommation d'énergie. Parmi ces solutions, l'amélioration des performances énergétiques de l'enveloppe des bâtiments, qui est directement liée aux matériaux de construction utilisés. L'usage de matériaux issus des ressources renouvelables est nécessaire afin de limiter le coût énergétique lié à la fabrication des isolants. La valorisation des fibres naturelles dans les matériaux de construction isolants pourrait être intéressante pour des raisons économiques et environnementales vu leur disponibilité, leur biodégradabilité et leur faible coût. L'enjeu est d'utiliser des ressources renouvelables actuellement non valorisées.

*Tableau 1.1: Répartition de la consommation d'énergie finale en France en 2015
(Bilan énergétique de la France, 2015)*

Bâtiment (résidentiel et tertiaire)	44.9 %
Transports	33.1 %
Industrie	19 %
Agriculture	3 %

*Tableau 1.2: Répartition de la consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment en France
(CEREN, 2014)*

Chauffage	67 %
Appareils électriques	16 %
Eau chaude sanitaire	10 %
Cuisson	6 %

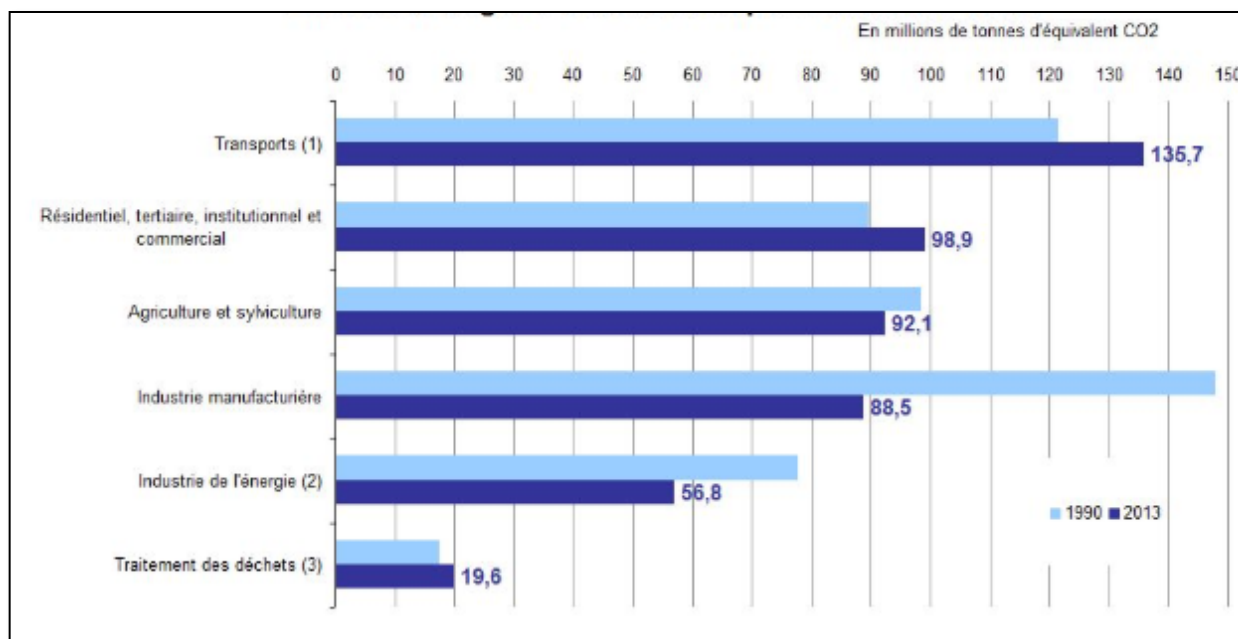


Figure 1.1: Émissions de gaz à effet de serre par secteur en France (Ministère de la transition écologique et solidaire, 2015)

Tableau 1.3: Répartition de la consommation d'énergie finale en Tunisie en 2012 (ANME, 2012)

<i>Industrie</i>	36 %
<i>Transports</i>	30 %
<i>Bâtiment (résidentiel et tertiaire)</i>	27 %
<i>Agriculture</i>	7 %

1.2. Généralités sur les fibres

Les fibres peuvent être classées selon leurs origines en fibres naturelles et fibres synthétiques. Les fibres naturelles peuvent être subdivisées en fibres naturelles d'origine végétale (chanvre, lin, jute) et fibres naturelles d'origine animale (soie, laine, poils). Les fibres synthétiques peuvent être d'origine minérale (verre, carbone, métalliques) ou synthétiques organiques (polypropylène, aramide).

Les fibres végétales peuvent être classées selon leur origine dans la plante. Elles peuvent être des fibres issues de poils séminaux des graines comme le coton et le kapok, des fibres extraites de tiges de plantes comme le lin et le chanvre, des fibres provenant de feuilles comme le sisal et l'alfa ou de tronc comme l'abaca ou de l'enveloppe du fruit comme la noix de coco.

Les fibres végétales dites également lignocellulosiques sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et en faibles proportions de protéines, de lipides et de matières minérales.

La teneur de chaque composant dépend de plusieurs facteurs comme les conditions climatiques, l'état de maturité de la plante et les conditions d'extraction (Reddy, 2005) (Faruk, 2012).

Nous présentons dans le tableau 1.4 la composition chimique de quelques fibres végétales. Ces fibres sont majoritairement formées par de la cellulose. Parmi les fibres du tableau 1.4, les fibres de ramie, de kenaf et de lin possèdent les teneurs en celluloses les plus élevées.

Khiari et al. (Khiari, 2010) ont déterminé la composition chimique des fibres de *Posidonia-Oceanica*. Ils ont montré que ces fibres sont formées de 40% de cellulose, 21.8% d'hémicellulose et 29.8% de lignine. Cette plante contient une quantité importante de cellulose. Elle pourrait donc être valorisée dans les matériaux de construction.

Tableau 1.4: Composition chimique de certaines fibres naturelles (Faruk, 2012)

Fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Cires (%)
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Kenaf	72	20.3	9	-
Lin	71	18.6	20.6	1.5
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5
Chanvre	68	15	10	0.8
Sisal	65	12	9.9	2
Bagasse	55.2	16.8	25.3	-
Paille	38-45	15-31	12-20	-
Coir	32-43	0.15-0.25	40-45	-
Bambou	26-43	30	21-31	-

Tableau 1.5: Caractéristiques physico-mécaniques des fibres végétales comparées aux fibres de verre et de carbone (Baley, 2013)

Fibre	Module d'Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)	Densité
Carbone	230 - 825	0.3 – 1.5	2350 - 3620	1.7 - 2
Verre	72 - 73	3 – 4.8	2000 -3400	2.54
Lin	12 - 85	1 - 4	600 - 2000	1.54
Ramie	61.4 - 128	1.2 – 3.8	400 - 938	1.56
Chanvre	35	1.6	389	1.07
Jute	26.5	1.5 – 1.8	393 - 773	1.44
Sisal	9 - 21	3 - 7	350 - 700	1.45
Coton	5.5 - 12.6	7 - 8	287 - 507	1.5 - 1.6
Noix de coco	4 - 6	15 - 40	131 - 175	1.15

Afin d'améliorer leurs propriétés thermiques et/ou mécaniques, ou d'améliorer la compatibilité entre les fibres et la matrice ou également de réduire leur tendance hydrophile, les fibres peuvent subir plusieurs traitements, mécaniques, chimiques ou thermiques. Le traitement le plus courant, issu de procédés de l'industrie textile est le traitement alcalin appelé encore mercerisation. Ce traitement consiste à immerger les fibres dans des solutions de soude (NaOH) à différentes concentrations, températures ou durées variables. Ce traitement permet d'éliminer une certaine quantité de lignine ainsi que la pectine et les cires qui recouvrent la surface de la fibre, ce qui entraîne une fibrillation des faisceaux de fibres et une surface plus rugueuse. L'effet en général recherché est l'amélioration de l'adhésion entre les fibres et la matrice.

De nombreux travaux ont été consacrés à l'optimisation des conditions du traitement à la soude. Ces conditions diffèrent selon la nature de la fibre : sa forme, ses dimensions, son origine, sa rigidité et sa microstructure. Les conditions de la mercerisation de certaines fibres (concentration de la solution, durée et température du traitement) sont listées dans le tableau 1.6. Les fibres présentées sont destinées à être utilisées comme des renforts dans divers matériaux.

Tableau 1.6: Synthèse bibliographique des conditions de traitements chimiques à la soude

Matrice	Renfort	Traitement			Référence
		Concentration de la soude (% , N, mol)	Durée (h)	Température (°C)	
Polyester	Alfa	3N	2	100	(Brahim, 2007)
Polymère	Sisal	5%	24	5	(Morán, 2008)
			48	25	
			72	40	
Polymère	Alfa	1%	0	-	(Rokbi, 2011)
		5%	24		
		10%	48		
-	Palmier dattier	0.25N à 2N	1 à 3	100	(Zannen, 2014)
Plâtre	Chanvre	1.6 mol	48	20	(Dalmay, 2010)
	Lin				
Polymère	Bagasse	1%	2	25	(Shibata, 2005)
		3%			
		5%			
Ciment	Chanvre	6%	48	20	(Sedan, 2007)
Polymère	<i>Posidonia-Oceanica</i>	2%	2 (2 fois)	80	(Khiari, 2010)
Béton	Palmier dattier	0.75%	1	100	(Tlijani 2016)

1.3. Etat de l'art sur l'usage des fibres naturelles dans la fabrication des matériaux d'isolation thermique pour le bâtiment

1.3.1. Quelques propriétés thermophysiques des matériaux d'isolation thermique courants

Une bonne isolation thermique passe par le choix du matériau. Un matériau d'isolation thermique est un matériau dont la conductivité thermique est inférieure à $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Ces isolants peuvent être d'origine synthétique, minérale ou végétale.

Nous présentons dans le tableau 1.7 les propriétés thermophysiques de quelques matériaux communément employés dans l'isolation thermique de l'habitat dans un but comparatif. Les masses volumiques de ces matériaux sont très variables : elles varient en général de 7 kg.m^{-3} à 250 kg.m^{-3} . Les conductivités thermiques varient entre $0.03 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.06 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Les diffusivités thermiques sont de l'ordre de $10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$. Les capacités thermiques massiques sont comprises entre $1000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $2300 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Tableau 1.7: Propriétés thermophysiques de quelques matériaux isolants (Réglementation thermique, 2012)

	Isolant	Masse volumique (kg.m^{-3})	Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Diffusivité thermique ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$)	Capacité thermique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
Fibres minérales	Laine de roche	18 – 80	0.038 – 0.047	$0.57 \times 10^{-6} - 2.04 \times 10^{-6}$	1030
	Laine de verre	7 – 130	0.034 – 0.056	$0.42 \times 10^{-6} - 4.71 \times 10^{-6}$	1030
Matériaux synthétiques	Polystyrène expansé	≥ 7	0.036 – 0.058	$3.29 \times 10^{-6} - 5.31 \times 10^{-6}$	1450
	Polystyrène extrudé	25 – 60	0.031 – 0.05	$0.57 \times 10^{-6} - 0.85 \times 10^{-6}$	1450
Matériaux naturels	Cellulose	40 – 65	0.038 – 0.044	$34 \times 10^{-6} - 59 \times 10^{-6}$	1600 – 2000
	Laine de chanvre	25 – 60	0.039 – 0.042	$0.41 \times 10^{-6} - 1.2 \times 10^{-7}$	1300 - 1700
	Laine de lin	18 – 35	0.037 – 0.042	$7.5 \times 10^{-7} - 1.3 \times 10^{-6}$	1600
	Laine de bois	38 – 45	0.038 – 0.042	$41 \times 10^{-6} - 62 \times 10^{-6}$	1600 – 2300
	Liège	100 – 250	0.049 – 0.055	$0.14 \times 10^{-6} - 0.31 \times 10^{-6}$	1560
	Paille	80 – 110	0.056	$3.2 \times 10^{-7} - 4.4 \times 10^{-7}$	1600

1.3.2. Effet de la variation de la masse volumique et des conditions opératoires sur la conductivité thermique des matériaux d'isolation

Plusieurs études ont mis en évidence l'impact de la variation de la masse volumique, de la disposition des fibres et de l'influence des conditions de mesure (température et l'humidité) sur la conductivité thermique des matériaux d'isolation thermique.

Finck (Finck, 1930) a étudié expérimentalement les transferts thermiques dans les matériaux fibreux, notamment l'importance relative de la convection et du rayonnement dans ces transferts. L'influence de certains paramètres tels que la masse volumique de l'échantillon et l'arrangement des fibres sur la conductivité thermique est également mise en évidence. Pour les matériaux étudiés (jute, bagasse, kapok, etc), les auteurs ont constaté que la conductivité thermique maximale est observée lorsque les fibres sont parallèles au flux de chaleur et que le minimum est obtenu lorsque les fibres sont perpendiculaires à ce flux. Les courbes expérimentales de conductivité thermique-masse volumique (Cf. figure 1.2) ont toujours présenté une conductivité thermique minimale qui correspond à la masse volumique optimale. La position de cet optimum diffère d'un matériau à un autre. Pour les masses volumiques supérieures à cet optimum, la conductivité thermique augmente. La chaleur dans ce cas est transférée par conduction en phase solide et conduction dans l'air. Pour les masses volumiques inférieures à cet optimum, les valeurs de la conductivité thermique augmentent lorsque la masse volumique diminue à cause des échanges par rayonnement qui jouent dans ce cas un rôle prépondérant dans le transfert de chaleur. Il a été conclu que le transfert par convection est négligeable. *Tilioua et al.* (Tilioua, 2012) ont également montré analytiquement que la chaleur dans les matériaux fibreux est essentiellement transférée par conduction et rayonnement.

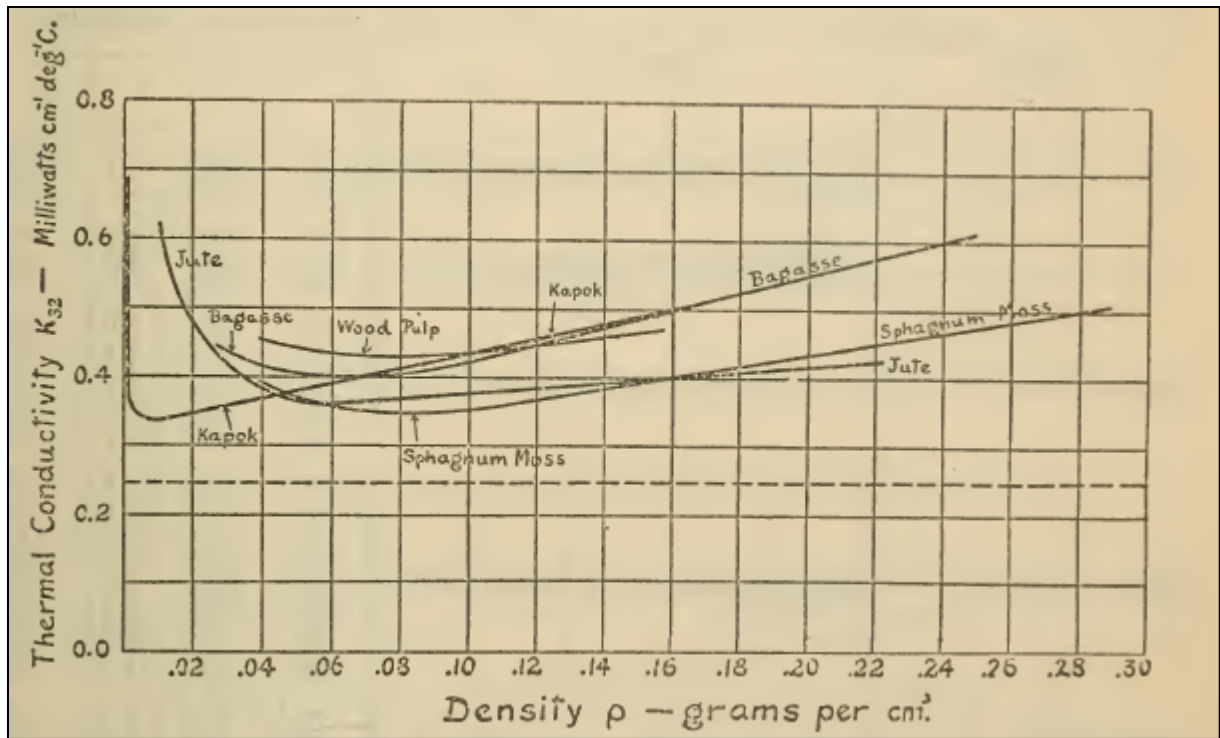


Figure 1.2: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique de certains matériaux fibreux (Finck, 1930)

Des études théoriques sur le transfert de chaleur sur des matériaux fibreux ont été menées par (Bankvall, 1973). L'expression suivante de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique a été proposée :

$$\tilde{k} = a + b\rho + \frac{c}{\rho} \quad (1.1)$$

Le modèle développé considère la conductivité thermique comme une combinaison de plusieurs modes : la conductivité thermique due à la conduction dans le solide ($b\rho$), la conduction dans le gaz (a) et le rayonnement (c/ρ). La convection est négligée.

Cette formule sera utilisée et détaillée dans le chapitre 3.

Des études ultérieures ont vérifié expérimentalement ce modèle, notamment sur des échantillons de fibres de verre. Les mesures expérimentales ont confirmé le modèle. Ces résultats sont présentés dans la figure 1.3 qui résume également la combinaison de différents modes de transferts thermiques dans un matériau fibreux.

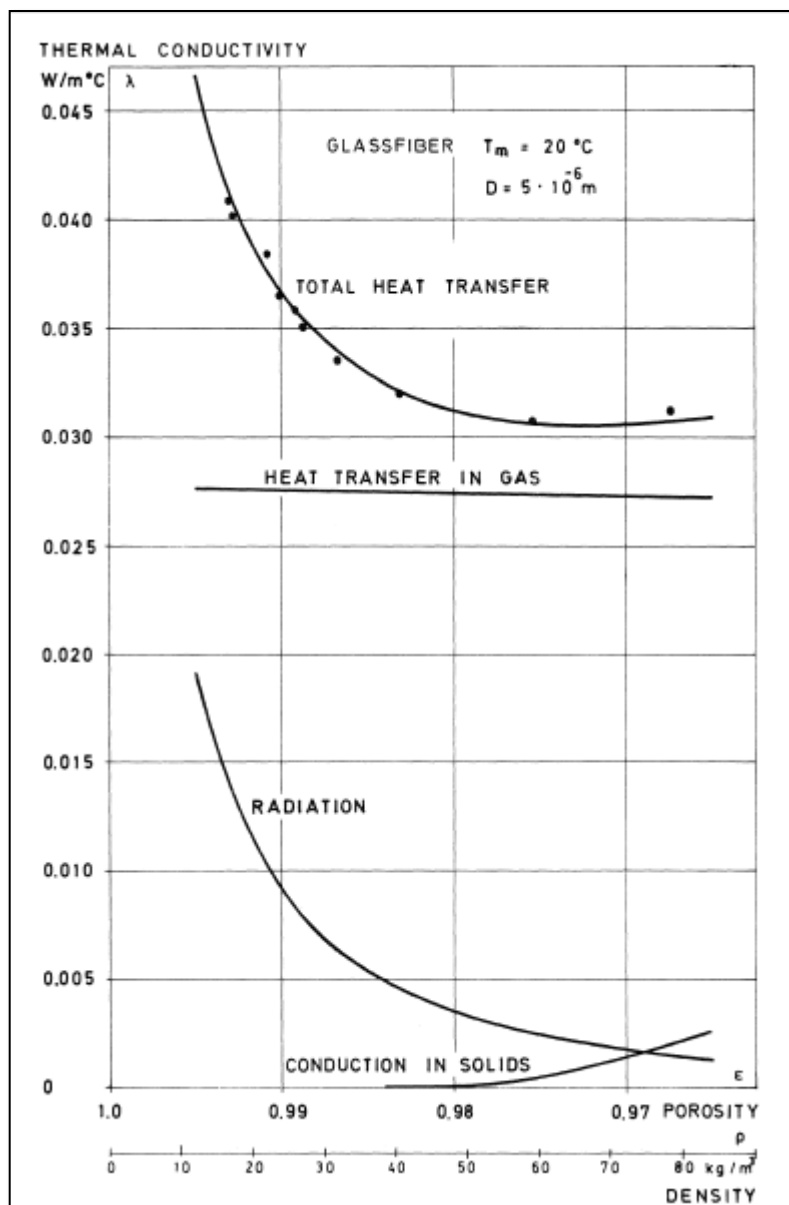


Figure 1.3: Mécanisme des transferts thermiques dans les matériaux fibreux (Bankvall, 1973)

Le modèle semi-empirique de l'équation (1.1) a été également utilisé plus récemment par *Domínguez-Muñoz et al.* (Domínguez-Muñoz, 2010). Ces auteurs ont étudié les incertitudes sur les valeurs de la conductivité thermique des matériaux isolants courants (verre cellulaire, laine de verre, laine de roche, polystyrène expansé, polystyrène extrudé, polyuréthane, liège expansé, mousse phénolique, laine de mouton, coton, fibres de cellulose, bois, perlite). Ils ont déterminé les coefficients de l'expression (1.1) pour chaque isolant. Les valeurs de la constante a sont comprises entre 0.015 et 0.044 $W.m.K^{-1}$. Les valeurs de b varient entre 0 et $1.88 \times 10^{-4} W.m^2.kg^1.K^{-1}$. Les valeurs de c sont nulles pour certains matériaux tels que le verre cellulaire et le polystyrène et comprises entre 0.16 et 0.25 $W.kg.m^{-4}.K^{-1}$ pour d'autres matériaux.

Abdou et Budaiwi (Abdou, 2010) ont mesuré la conductivité thermique d'un ensemble de matériaux isolants (polystyrène, laine de roche, fibres de verre et polyéthylène) à cinq températures entre 5 °C et 40 °C. Les résultats montrent que la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la température. Un exemple de résultat correspondant aux fibres de verre est illustré dans la figure (1.4).

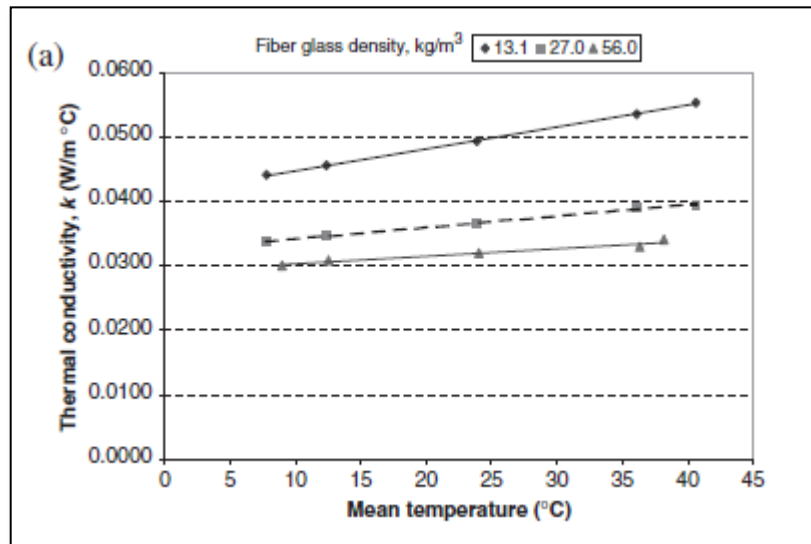


Figure 1.4: Conductivité thermique des fibres de verre en fonction de la température et la masse volumique (Abdou, 2010)

Des études expérimentales et théoriques sur des isolants fibreux ont été menées par Zhang *et al.* (Zhang, 2008) à hautes températures (jusqu'à 700 °C) pour des pressions variant entre 10^{-2} et 10^5 Pa. Les transferts de chaleur considérés combinent les échanges par conduction (dans le solide et dans le gaz) et par rayonnement. Leurs résultats montrent que les valeurs de la conductivité thermique augmentent avec la température d'une façon non linéaire (Cf. figure 1.5). Il a été également montré que la conductivité thermique augmente avec la pression (Cf. Figure 1.6). En effet, c'est la conduction du gaz qui augmente avec la pression. Les contributions de la conduction dans le solide et les échanges radiatifs sont indépendantes de la pression.

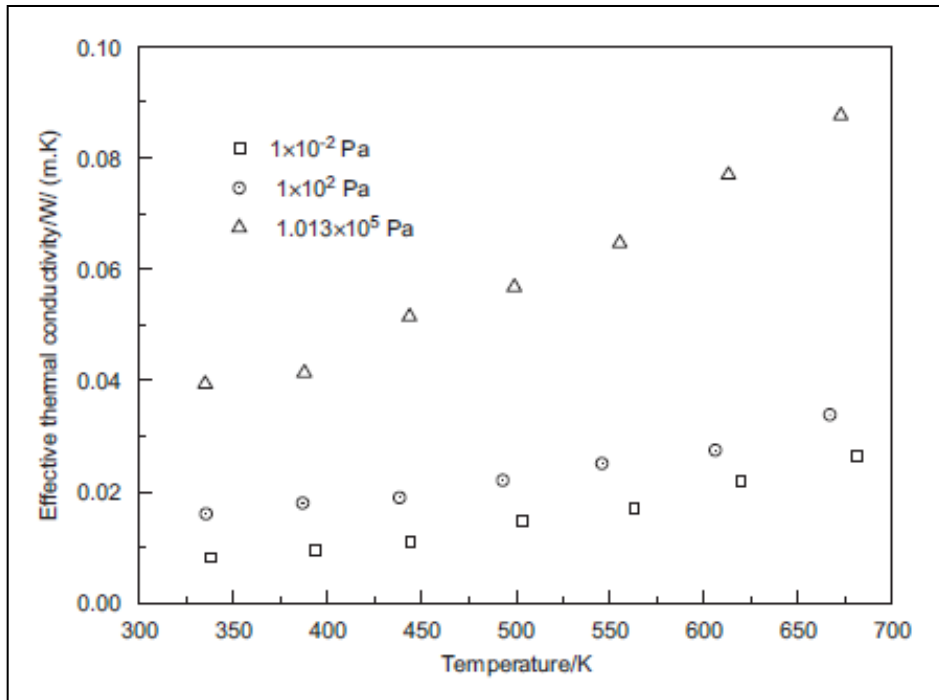


Figure 1.5: Variation de la conductivité thermique en fonction de la température pour différentes pressions d'un isolant fibreux (Zhang, 2008)

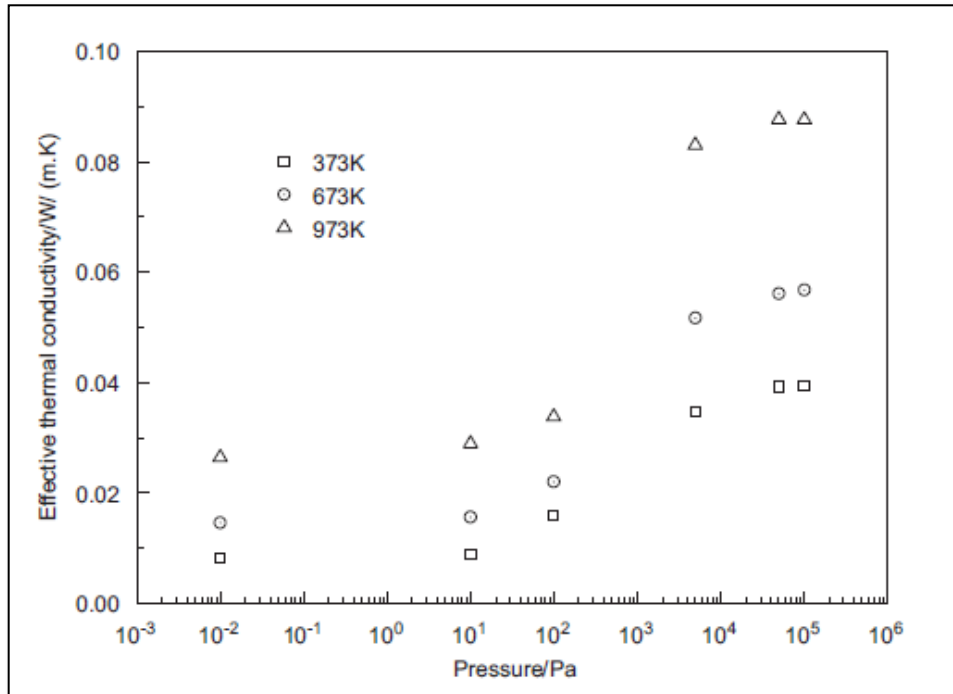


Figure 1.6 : Variation de la conductivité thermique en fonction de la pression pour différentes températures d'un isolant fibreux à haute teneur en alumine (Zhang, 2008)

Abdou et Budaiwi (A. B. Abdou 2013) ont étudié expérimentalement l'influence de l'humidité sur la conductivité thermique des matériaux isolants fibreux (fibre de verre, laine de roche, laine minérale) pour plusieurs masses volumiques (de 27 kg.m^{-3} à 145 kg.m^{-3}) avec des teneurs en eau de 0%, 5%, 10% et 15% aux températures : $14 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $24 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $34 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Il a été conclu que la conductivité thermique augmente avec la température et l'humidité. Des régressions linéaires liant la conductivité thermique avec la température et la teneur en eau ont été déterminées. Un exemple de résultat pour des fibres de verre avec une masse volumique de 27 kg.m^{-3} est présenté dans la figure 1.7.

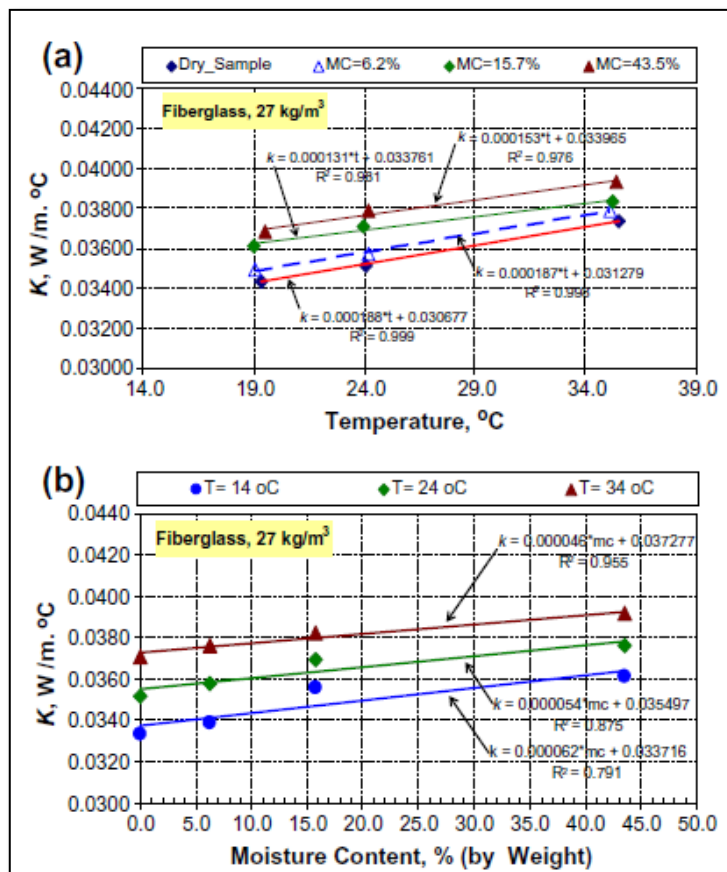


Figure 1.7: Mesures expérimentales et régressions linéaires entre la conductivité thermique et la température (a) et entre la conductivité et la teneur en humidité (b) pour des fibres de verre ($\rho=27 \text{ kg.m}^{-3}$) (A. B. Abdou 2013)

Khokhi et Tahat (Khokhi, 2015) ont mené une étude expérimentale sur un matériau d'isolation en polystyrène produit à Oman. Leurs résultats montrent que plus la masse volumique du matériau est faible, plus sa conductivité thermique est élevée. Ceci peut être dû à l'effet du rayonnement. Les mesures ont été effectuées à des températures de $10 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $24 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $37 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $43 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Il a été révélé que la conductivité thermique augmente d'une façon linéaire avec la température (Cf. Figure 1.8).

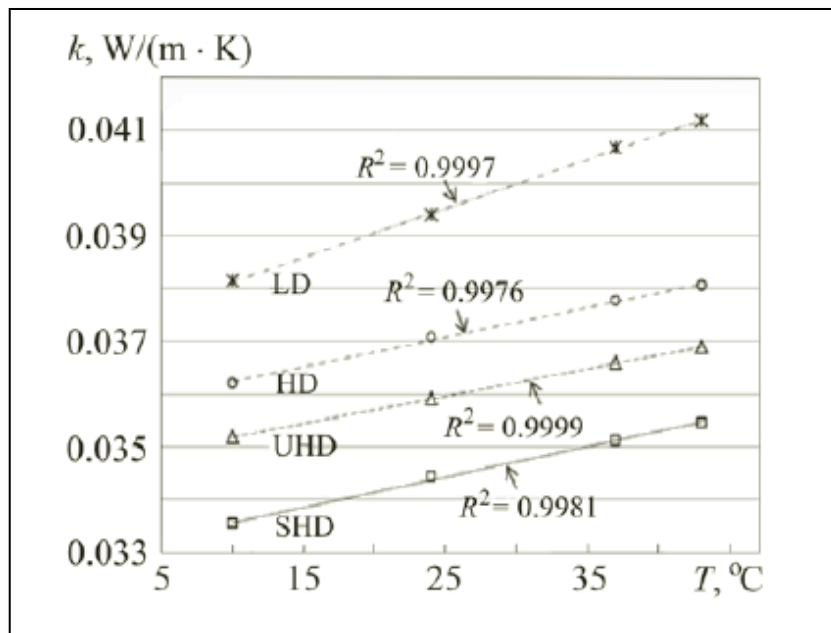


Figure 1.8: Conductivité thermique du polystyrène en fonction de la température pour différentes densités, LD : Low Density, HD : High Density, UHD : Ultra High Density, SHD : So High Density (Khoukhi, 2015)

Koru (Koru, 2016) a mené une étude expérimentale sur des matériaux d'isolation à cellules fermées comme le polystyrène sur une plage de température allant de -10 °C à 50 °C, pour des masses volumiques de 8.9 à 60 kg.m⁻³. Les résultats montrent également que la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la température.

Nous pouvons conclure de cette partie bibliographique que pour tous les matériaux d'isolation cités ci-dessus, la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de température et de l'humidité. Dans nos mesures sur les fibres, nous avons travaillé dans des conditions de laboratoire normales (température 21°C ± 2°C et humidité relative 40% ± 5%).

Nous pouvons également conclure que le paramètre qui a plus d'effet sur la conductivité thermique est la masse volumique de l'échantillon. Généralement, la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la masse volumique. Néanmoins, pour les masses volumiques relativement faibles et à partir d'une masse volumique « optimale » la conductivité thermique croît. Cet optimum est différent d'un matériau à un autre. Pour cela, nous allons étudier dans la suite (Chapitre 3) le comportement de la conductivité d'échantillons de fibres de *Posidonia-Oceanica* en fonction de la masse volumique, en cherchant à déterminer la position de cet optimum s'il existe.

1.3.3. Matériaux d'isolation à base de fibres naturelles

Le développement de matériaux d'isolation thermique à partir de fibres naturelles avec et sans liants a fait l'objet de multiples études. Parmi ces travaux certains ont montré que certaines fibres avaient des propriétés proches de celles des isolants conventionnels.

Zhou et al. (Zhou, 2010) ont fabriqué des panneaux d'isolation avec les fibres de coton sans additions chimiques en utilisant une presse à chaud pour des masses volumiques allant de 150 kg.m^{-3} à 450 kg.m^{-3} , les conductivités thermiques étaient comprises entre $0.059 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.081 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Leurs résultats présentés dans la figure 1.9 montrent une corrélation linéaire entre ces deux propriétés. Il est à noter que les masses volumiques sont plutôt élevées dans ce cas d'étude.

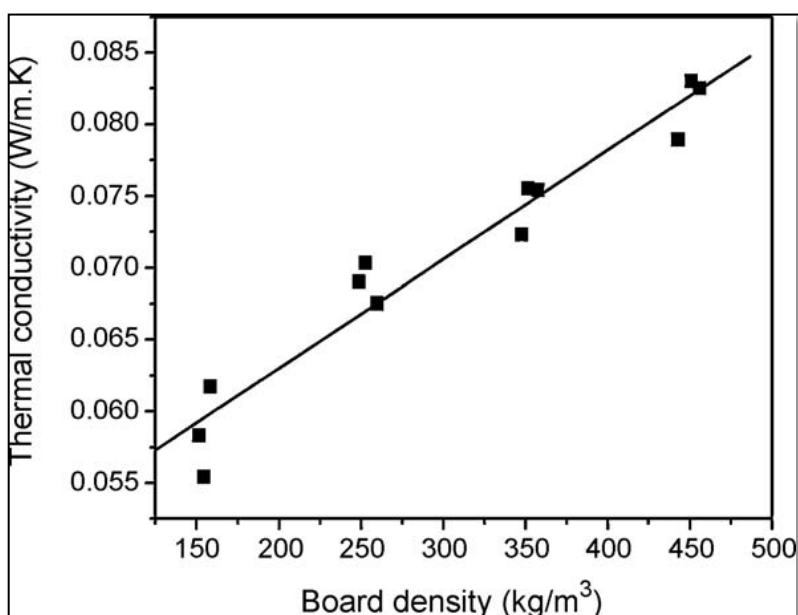


Figure 1.9: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique des panneaux de fibres de coton (Zhou, 2010)

Korjenic et al. (Korjenic, 2011) ont proposé des matériaux d'isolation fabriqués à partir de fibres naturelles de jute, de lin et de chanvre avec l'ajout d'un liant et de copeaux de bois avec les proportions du tableau 1.8. Leurs résultats montrent que les conductivités thermiques varient de $0.039 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0.048 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour des masses volumiques allant de 26 kg.m^{-3} à 82 kg.m^{-3} .

Tableau 1.8: Composition des isolants étudiés par (Korjenic, 2011) et résultats de mesures de conductivité thermique en fonction de la masse volumique

Numéro de l'échantillon	Source	Composition (%)			Epaisseur	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
		Fibres naturelles	Liant	Copeaux de bois			
1	jute	68	20	12	81.2	26.1	0.0458
2	lin	68	20	12	77.4	32.1	0.0429
3	chanvre	48	20	32	77.9	30.2	0.0486
4	chanvre	64	20	16	79.6	29.6	0.0475
5	chanvre	48	20	32	30.3	33.1	0.0419
6	chanvre	64	20	16	40.2	82.1	0.0393

Zach et al. (Zach, 2012) ont effectué des mesures sur un matériau d'isolation en laine de mouton. Les échantillons sont fabriqués par cardage sans ajout de liant après avoir lavé la laine crue afin d'en enlever la graisse. Pour des masses volumiques de 20 kg.m⁻³ à 40 kg.m⁻³, des températures de 10 °C à 40 °C et des épaisseurs d'échantillons de 40 à 80 mm, des conductivités thermiques comprises entre 0.034 W.m⁻¹.K⁻¹ et 0.05 W.m⁻¹.K⁻¹ ont été mesurées (Cf. figure 1.10). Dans ce cas, étant donné que les masses volumiques sont faibles, la conductivité thermique diminue lorsque la masse volumique augmente.

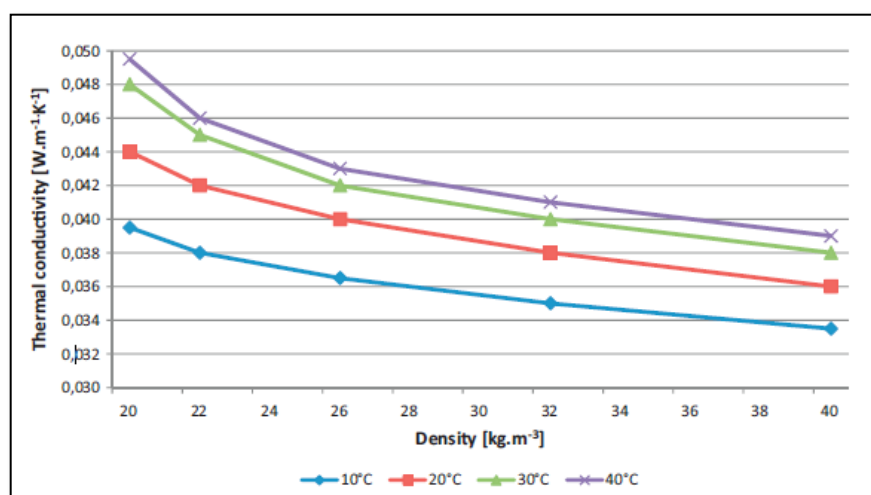


Figure 1.10: Conductivité thermique en fonction de la masse volumique d'échantillons de laine de mouton (Zach, 2012)

Wei *et al.* (Wei, 2015) ont développé un matériau d'isolation à partir de la paille de riz en utilisant une presse à chaud. La préparation des panneaux d'isolation est réalisée par l'ajout d'un mélange de 8% de résine et de l'acétone. Des valeurs de conductivité thermique comprises entre $0.051 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.053 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ont été observées pour des masses volumiques allant de 200 kg.m^{-3} à 350 kg.m^{-3} avec une corrélation linéaire entre ces deux propriétés (Cf. figure 1.11). Dans ce cas, la conductivité thermique augmente avec la masse volumique car les masses volumiques considérées sont relativement élevées (situation proche de celle de la figure 1.9).

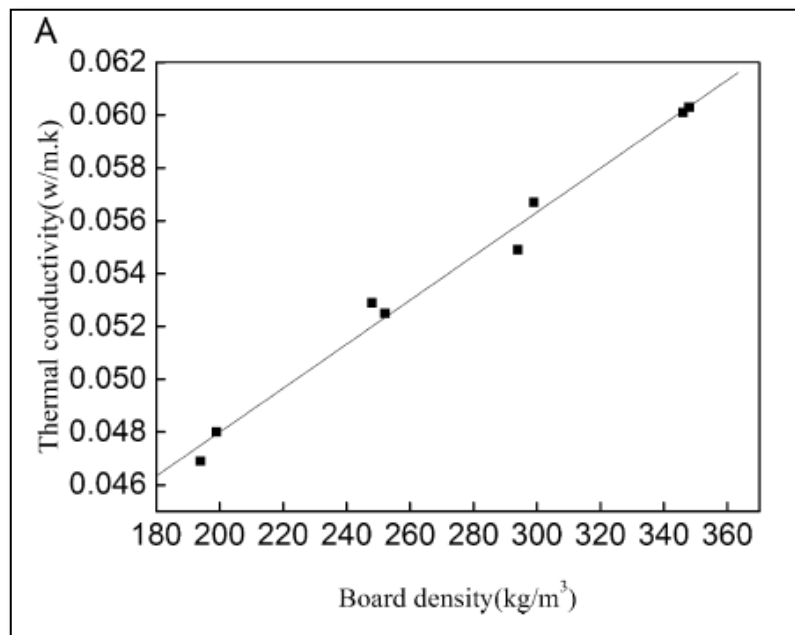


Figure 1.11: Conductivité thermique d'isolants réalisés à base de paille de riz en fonction de la masse volumique (Wei, 2015)

Ali *et Alabdulkarem* (Ali, 2017) ont mis au point un matériau isolant à partir de fibres de la surface des palmiers dattiers. La résine de fécule de maïs a été utilisée comme liant. Des conductivités thermiques entre $0.0475 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.0697 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ sont obtenus pour des masses volumiques de 176 kg.m^{-3} à 260 kg.m^{-3} (Cf. figure 1.12). Dans cette étude, nous observons bien une augmentation de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique, mais cette augmentation n'est pas linéaire, ce qui constitue une déviation au modèle de l'équation (1.1).

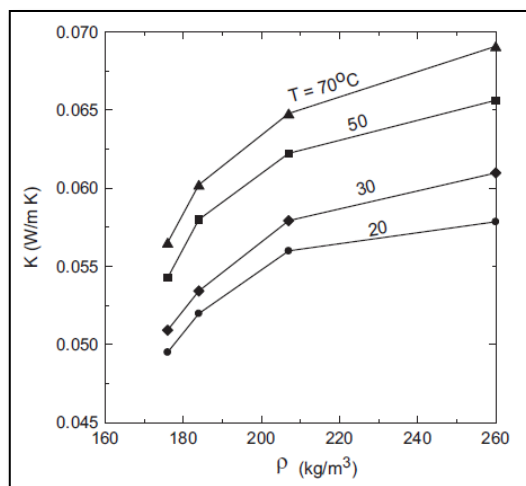


Figure 1.12: Conductivité thermiques des isolants à base de fibres de palmier dattier (Ali, 2017)

Cetiner et al (Cetiner 2018) ont étudié l'utilisation de déchets de bois pour la fabrication d'un matériau d'isolation sans l'ajout d'un liant. Les conductivités thermiques mesurées sont comprises entre $0.053 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.062 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour des masses volumiques comprises entre 117 kg.m^{-3} et 167 kg.m^{-3} (Cf. figure 1.13). Les diffusivités thermiques correspondantes sont comprises entre $0.28 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ et $0.52 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ et les capacités thermiques volumiques entre $0.1 \times 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}$ et $0.22 \times 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}$ (Cf. figure 1.13). Dans ce cas également, l'augmentation de la conductivité thermique avec la masse volumique n'est pas linéaire. Cette étude permet également d'illustrer l'effet de la teneur en eau sur la conductivité des fibres. L'étude montre également la dispersion entre les valeurs mesurées par différentes méthodes.

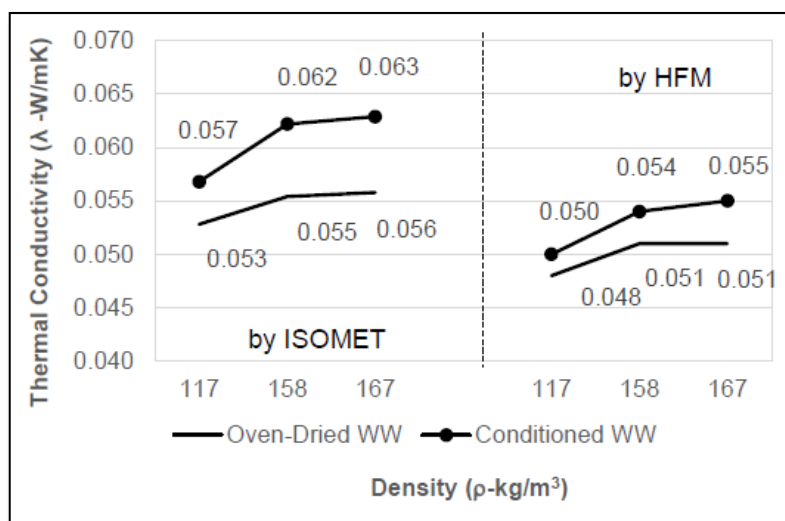


Figure 1.13: Conductivité thermique des isolants à base de déchets de bois en fonction de la masse volumique, mesurées avec deux méthodes

Nous faisons le point dans le tableau 1.9 sur les conductivités thermiques des matériaux isolants mis au point à base des ressources naturelles présentés dans cette section. Nous pouvons classer ces matériaux en deux catégories : des matériaux denses dont la masse volumique est supérieure à 100 kg.m^{-3} et des matériaux moins denses dont la masse volumique est inférieure à 100 kg.m^{-3} . Pour le premier groupe les conductivités thermiques varient entre environ $0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.08 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Pour le second groupe, les conductivités thermiques se situent entre $0.03 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Tableau 1.9: Tableau récapitulatif de la conductivité thermique de quelques isolants fabriqués à partir de ressources naturelles dans des intervalles de masses volumiques

Fibre naturelle	Liant	Masse volumique (kg.m^{-3})	Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Référence
coton	Non	150 - 450	0.059 - 0.081	(Zhou, 2010)
Jute-lin-chanvre	Oui	26 - 82	0.034 - 0.048	(Korjenic, 2011)
Laine de mouton	Non	20 - 40	0.034 - 0.05	(Zach, 2012)
Paille de riz	Résine–Acétone	200 - 350	0.051 - 0.053	(Wei, 2015)
Palmier dattier	Résine de fécule	176 - 260	0.0475 - 0.0697	(Ali, 2017)
Déchets de bois	Non	117-167	0.053- 0.062	(Cetiner 2018)

Dans cette section, au travers de quelques travaux, nous avons passé en revue l'utilisation des fibres naturelles pour la fabrication des matériaux d'isolation. Par ailleurs, ces fibres sont parfois employées pour le renforcement des matrices (ciment, plâtre, polymère,...).

Dans la section suivante, nous nous intéressons aux travaux qui ont étudié le renforcement des matrices cimentaires (pâte de ciment, mortier, béton) par des fibres naturelles.

1.4. Etat de l'art sur l'usage des fibres naturelles dans le renforcement des matrices cimentaires

Le ciment est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde. Les matériaux à base de ciment sont généralement considérés comme des matériaux quasi-fragiles à faible résistance à la traction et à faible ténacité ce qui conduit à de la fissuration dans les structures en béton. Le renforcement des matrices cimentaires par des fibres est une méthode efficace et couramment utilisée pour le contrôle des fissurations dans le matériau. Les fibres fréquemment utilisées sont les fibres organiques (comme

le polypropylène et le nylon), les fibres inorganiques (comme les fibres métalliques, les fibres de verres et les fibres de carbone) et les fibres cellulosiques (comme les fibres de bois).

L'utilisation de fibres naturelles dans les matériaux de construction cimentaires a fait l'objet de plusieurs études parmi lesquelles (Swift, 1978), (Toledo Filho, 2000), (Sedan, 2007), (Roma Jr, 2008), (Chafei, 2015), (Allegue, 2015), (Fantilli, 2016) et (Çomak, 2018).

1.4.1. Formulations des mélanges des composites cimentaires à fibres naturelles

Une synthèse des formulations des composites à matrices cimentaires renforcées par des fibres naturelles est présentée dans le tableau 1.10 dans le but de nous servir pour la formulation de nos mélanges.

Tableau 1.10: Synthèse bibliographique des compositions de mélanges des composites à matrices cimentaires et fibres naturelles

Matrice	Fibres	Eau/Ciment	Fraction volumique (%)	Longueur de fibres (mm)	Traitement chimique	Référence
Béton	Sisal	0.57	1% à 5% *	50	Aucun	(Swift, 1978)
Mortier	Sisal Coco	0.4	3%	375 25	NaOH CaOH	(Toledo Filho, 2000)
Pâte de ciment	Chanvre	0.5	0 à 20%	20	Aucun	(Sedan, 2007)
Pâte de ciment	Sisal Eucalyptus	-	1% à 5% *	1.66 0.66	Aucun	(Roma Jr, 2008)
Pâte de ciment	Posidonia-Oceanica	0.5 à 1	0 à 20%	-	Aucun	(Allegue, 2015)
Pâte de ciment	Lin	1	2%	25	substance hydrofuge eau bouillante coulis de ciment	(Chafei, 2015)
Mortier	Lin Chanvre	0.5	1% à 3%*	16	Plasma	(Fantilli, 2016)
Mortier	Chanvre	0.5	0 à 3% *	6 - 12 - 18	Aucun	(Çomak, 2018)

* fractions massiques

1.4.2. Effet de l'ajout de fibres sur le mode de rupture du matériau

Généralement, la courbe de charge-déplacement d'une matrice minérale renforcée par des fibres comporte deux régions (figure 1.14). Dans la première phase notée *I*, la charge est supportée par la matrice car le module d'élasticité des fibres est souvent plus faible que celui de la matrice. Le comportement du matériau dans cette phase est élastique. Dans la deuxième phase notée *II*, le comportement du matériau n'est plus élastique. Cette phase comporte trois parties : la partie (a) correspond à une chute de charge de la charge maximale du béton P_{cr} à la charge minimale du composite P_0 . Au cours de cette étape, la charge est transmise de la matrice aux fibres. La partie (b) correspond à une augmentation de P_0 à la charge maximale du composite P_{max} . Dans cette étape, les fibres supportent toute la charge. Enfin, la partie (c) correspond à la chute de la charge par rupture ou décollement des fibres. La figure 1.14 correspond à un béton renforcé par des fibres de polypropylène (Kobayashi, 1981). C'est également valable pour les fibres naturelles. En effet, ce comportement a été observé par *Sedan et al.* (Sedan, 2007). Parmi les résultats de leurs travaux, une comparaison entre le comportement en flexion de la pâte de ciment seule et la pâte de ciment renforcée par 16% de fibres de chanvre est présentée dans la figure 1.15. Ce comportement montre également que le matériau devient plus ductile avec l'ajout de fibres.

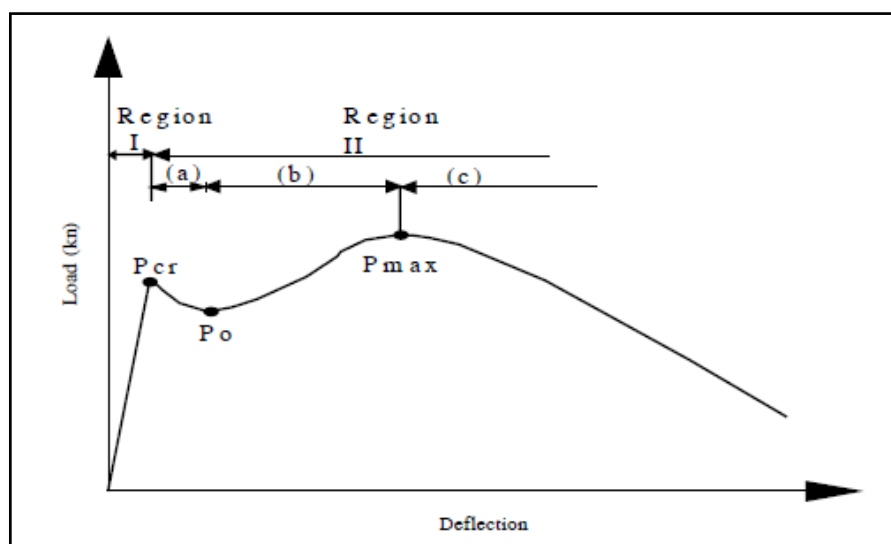


Figure.1.14: Courbe typique charge-déplacement en flexion d'un béton renforcé par des fibres de polypropylène (Kobayashi, 1981)

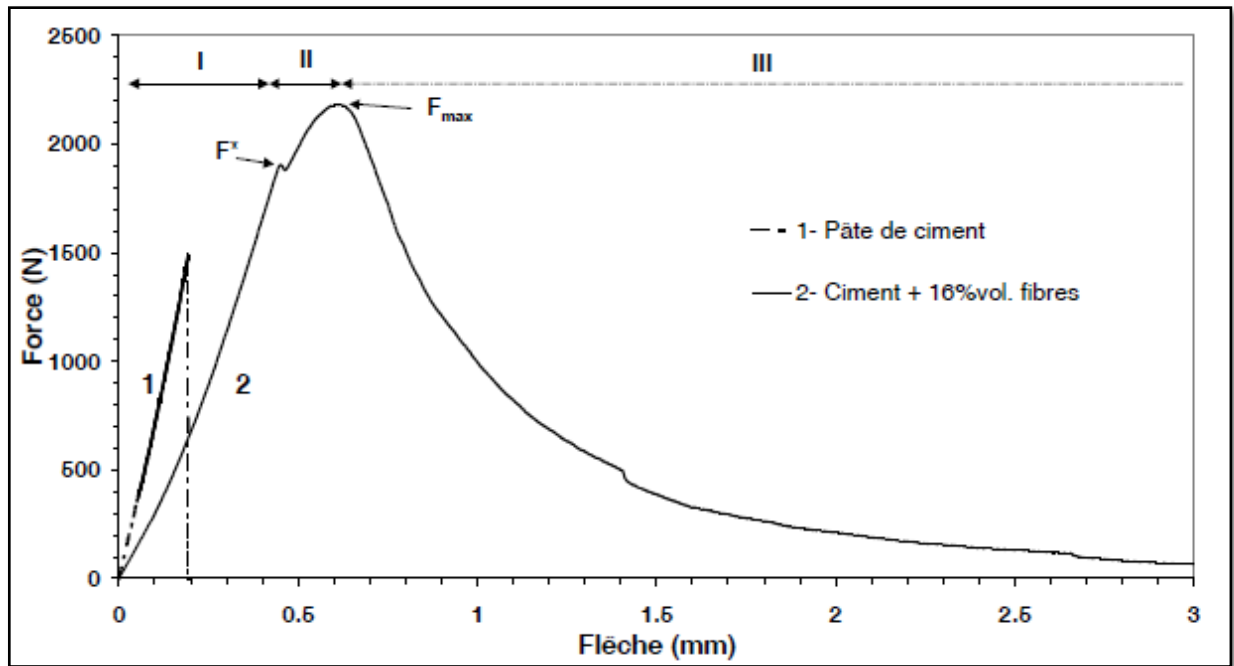


Figure 1.15: Courbe force-déplacement d'un composite ciment fibres de chanvre et d'une pâte de ciment (Sedan, 2007)

1.4.3. Effet de l'ajout de fibres sur la résistance du matériau

Le renforcement des matrices cimentaires par des fibres (naturelles ou synthétiques) entraîne une augmentation de la résistance à la traction par flexion du matériau jusqu'à une fraction volumique optimale. Selon le type de fibre, cette augmentation peut être plus ou moins importante. En effet, Reis (Reis, 2006) a reporté que le renforcement d'un béton par des fibres naturelles augmente la résistance à la flexion de 25% avec des fibres de coco et une légère augmentation de 3.5% avec des fibres de sucre de canne. Néanmoins, une diminution de la résistance à la flexion a été observée avec les fibres de banane.

Çomak *et al.* (Çomak, 2018) ont observé une augmentation de 17% de la résistance à la flexion d'un mortier renforcé par une fraction massique de 3% de fibres de chanvre.

Dans les travaux de Sedan *et al.* (Sedan, 2007), la résistance à la flexion passe de 4.9 MPa pour la pâte de ciment seule à 6.8 MPa pour le composite avec 16% de fibres, soit une amélioration de 40%. Au-delà de 16%, les auteurs ont observé une chute de la résistance à la flexion jusqu'à 4 MPa pour une fraction volumique de fibres de 20%.

1.4.4. Effet de l'ajout de fibres sur la ténacité du matériau

A notre connaissance, il n'existe pas dans la littérature des travaux qui portent sur l'étude de la ténacité des matrices cimentaires avec des fibres naturelles.

Banthia et al. (Banthia, 1996) ont étudié l'influence de l'ajout de 1%, 2% et 3% en volume de nano-fibres métalliques, de carbone et de polypropylène à des matrices cimentaires (pâte de ciment, mortier). Pour la pâte cimentaire avec le dosage (eau : ciment : fumée de silices = 0.35 : 1 : 0.2), la ténacité passe de 0.46 à 2.84 MPa.m^{1/2} pour des fibres de carbone, à 2.62 MPa.m^{1/2} pour des fibres métalliques et à 0.54 MPa.m^{1/2} pour des fibres de polypropylène. Les valeurs élevées observées notamment avec les fibres de carbone et les fibres métalliques sont dues à leurs bonnes propriétés mécaniques. Il faut noter que les fibres utilisées possèdent les propriétés mécaniques suivantes (fibres de carbone : Module d'Young 30 GPa, résistance à la traction 590 MPa, fibres métalliques : Module d'Young 200 GPa, résistance à la traction 600 MPa, fibres de polypropylène : Module d'Young 1.41 GPa, résistance à la traction 32 MPa).

1.4.5. Effet de l'ajout des fibres sur les propriétés thermophysiques du matériau

Les fibres naturelles possèdent généralement une masse volumique et une conductivité thermique inférieures à celles des matrices minérales entre autres les matrices cimentaires. Par conséquent, l'incorporation de fibres naturelles dans une pâte cimentaire, dans un mortier ou dans un béton diminue la masse volumique du composite. La conductivité thermique fortement liée à la masse volumique est ainsi réduite.

Parmi les études antérieures qui s'intéressaient à la détermination des propriétés thermophysiques des matrices cimentaires contenant des fibres lignocellulosiques, les travaux de *Bertina et al.* (Bederina, 2007) ont étudié l'effet de l'ajout de fibres sur la masse volumique et la conductivité thermique d'un béton incorporant des copeaux de bois. Il a été noté qu'il existe une corrélation qui suit une loi parabolique entre la teneur en bois et la masse volumique. Pour un dosage de bois de 100 kg.m⁻³, la masse volumique est réduite de 30%. La conductivité thermique du béton avec deux types de sable en fonction de la quantité des copeaux de bois mesurée expérimentalement et déterminée analytiquement est présentée dans la figure 1.16. L'ajout de 100 kg.m⁻³ de bois réduit la conductivité thermique de 1.2 W.m⁻¹.K⁻¹ à 0.55 W.m⁻¹.K⁻¹ ou de 1.3 W.m⁻¹.K⁻¹ à 0.65 W.m⁻¹.K⁻¹ selon le type de sable, soit une réduction d'environ 50%.

Taoukil et al. (Taoukil, 2013) ont également étudié l'ajout de bois dans un mortier en mettant l'accent sur l'effet de la teneur en eau sur les propriétés thermiques. Cinq formulations ont été testées en variant la fraction massique du bois de 0 à 30% (Mix 0 à Mix 4 sur la figure 1.17). Il a été observé que l'ajout du bois diminue la conductivité thermique des composites et que celle-ci augmente lorsque la teneur en eau augmente : la conductivité thermique à la saturation est 2 à 3 fois plus élevée qu'à l'état sec (Cf. figure 1.17).

La capacité thermique peut être calculée à partir de la conductivité thermique, la diffusivité thermique et la masse volumique. *Amziane et Collet* (Amziane, 2017) ont reporté qu'à partir des mesures de *Taoukil et al.* sur le mortier incorporant du bois, les valeurs de la capacité thermique varient entre 640 et 1490 J.kg.K⁻¹ (Taoukil, 2013). Dans les travaux de *Walker and Pavia* sur le béton de chanvre, la capacité thermique varie entre 1240 et 1350 J.kg⁻¹.K⁻¹ (Walker, 2014). La capacité thermique d'un béton de chanvre calculée à partir de la diffusivité thermique à 20°C est comprise entre 650 et 870 J.kg⁻¹.K⁻¹ (Pierre, 2014). La dispersion des valeurs notée peut être due à la méthode de mesure de la diffusivité thermique difficile pour certains matériaux (Amziane, 2017).

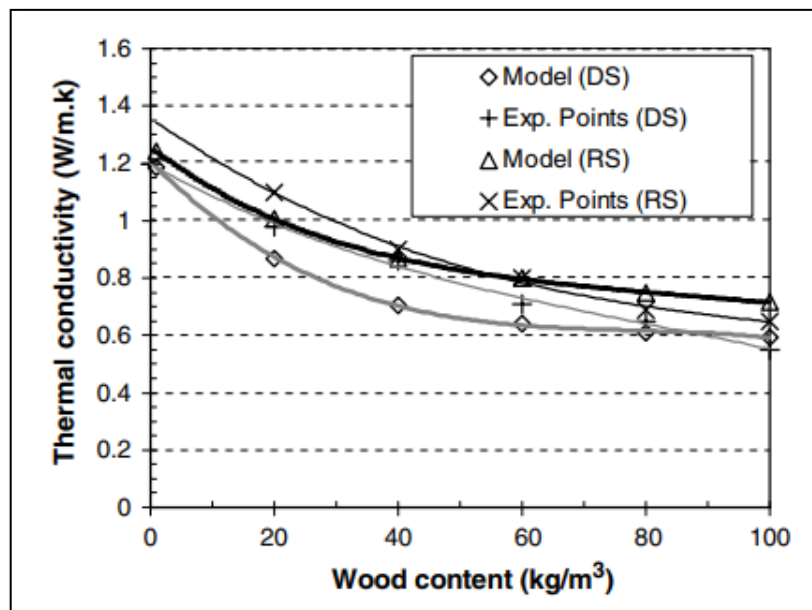


Figure 1.16 : Mesures expérimentales et résultats d'homogénéisation avec le modèle auto-cohérent de la conductivité thermique en fonction du dosage en bois (Bederina, 2007)

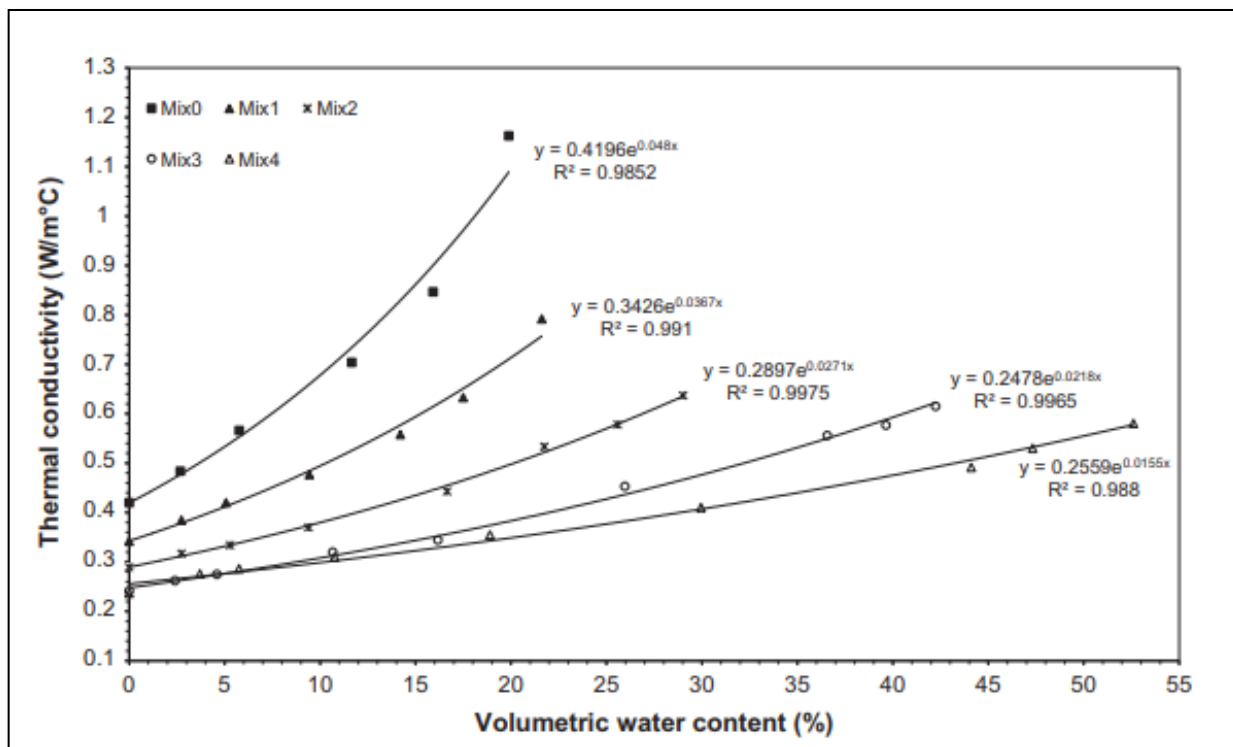


Figure 1.17 : Conductivité thermique d'un mortier contenant du bois en fonction de la teneur en eau volumique et de la quantité du bois (Taoukil, 2013)

Conclusion

L'objectif de cette thèse étant de voir le potentiel de la valorisation des fibres marines de *Posidonia-Oceanica* pour la fabrication des matériaux de l'habitat, l'étude bibliographique réalisée dans ce premier chapitre permet de justifier la démarche et la méthodologie qui seront retenues. Les points suivants peuvent en être tirés :

- Bien qu'elles possèdent généralement des propriétés mécaniques inférieures aux fibres inorganiques, les fibres naturelles possèdent plusieurs avantages comme la biodégradabilité, le faible coût et la légèreté. C'est pourquoi actuellement plusieurs recherches sont menées sur l'usage de fibres naturelles issues de multiples ressources renouvelables.
- Le traitement chimique est plus utilisé pour les fibres destinées à être employées pour le renforcement des polymères que pour les matériaux de construction. Cependant, nous allons le considérer en testant des conditions que nous trouvons adaptées à notre type de fibres et à l'usage prévu. Nous avons choisi de tester le traitement effectué par *Khiari et al.* (Khiari, 2010) sur les fibres de *Posidonia-Oceanica* et le traitement optimisé dans le cadre de la thèse de Tlijani (Tlijani 2016) sur les fibres de Palmier dattier.
- L'influence de la variation des conditions de mesure (température et humidité) sur les propriétés thermophysiques des matériaux fibreux ou de composites est largement étudiée dans la littérature. Nous n'allons pas la considérer dans ce travail : nous allons travailler dans des conditions normales de laboratoire.
- Pour conserver de bonnes propriétés mécaniques des composites, nous allons travailler dans la gamme de fractions volumiques en fibres de 0 à 20%.
- La synthèse bibliographique effectuée permet de justifier certains choix notamment en ce qui concerne les formulations des composites (quantité d'eau, quantité de fibres,...). Elle sert également comme une base de données pour comparer nos résultats avec les résultats des travaux antérieurs.

Le chapitre 2 sera consacré à la présentation des matériaux et des méthodes de caractérisation employées dans cette thèse.

Chapitre 2 :

Matériaux et méthodes

Nomenclature

T_1 : Traitement chimique numéro 1

T_2 : Traitement chimique numéro 2

T_3 : Traitement chimique numéro 3

t_{\min} : Temps minimal, en s

t_{\max} : Temps maximal, en s

ρ : masse volumique, kg.m^{-3}

k : Conductivité thermique, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

α : Diffusivité thermique, en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$

X : Teneur en eau, en g.g^{-1}

m_s : masse sèche, en g

m_h : masse humide, en g

F_f : Charge de rupture en flexion d'une éprouvette non pré-fissurée, en N

F_{ff} : Charge de rupture en flexion d'une éprouvette fissurée, en N

F_c : Charge de rupture en compression, en N

σ_{traction} : Résistance à la flexion d'une éprouvette non pré-fissurée, en MPa

$\sigma_{\text{traction}, f}$: Résistance à la flexion d'une éprouvette pré-fissurée, en MPa

$\sigma_{\text{compression}}$: Résistance à la compression, en MPa

K : Facteur d'intensité de contraintes, en $\text{MPa.m}^{1/2}$

K_I : Facteur d'intensité de contraintes en mode I, en $\text{MPa.m}^{1/2}$

K_{Ic} : Facteur d'intensité de contraintes critique, en $\text{MPa.m}^{1/2}$

G : Taux de restitution d'énergie, en MPa.m

G_c : Taux de restitution d'énergie critique, en MPa.m

E : Module de Young, en MPa

ν : Coefficient de Poisson

L : longueur de la travée, en mm

b : largeur de la section de l'éprouvette, en mm

w : hauteur de la section de l'éprouvette, en mm

Introduction

Dans cette thèse, nous souhaitons déterminer si les fibres de *Posidonia-Oceanica* pourraient être utilisées comme matériau d'isolation. Ces isolants seraient utilisés en « isolation rapportée », c'est-à-dire fixés sur une structure porteuse assurant la tenue mécanique du bâtiment. Dans ce cas, leur rôle est uniquement de limiter le passage de la chaleur à travers la paroi. Nous souhaitons également utiliser ces fibres dans le renforcement d'une matrice cimentaire où la détermination des propriétés mécanique est nécessaire.

Dans ce chapitre nous abordons dans une première étape les matériaux utilisés dans ce travail et leurs caractéristiques. Nous détaillons dans une seconde étape les procédés de préparation des échantillons de fibres et de composites cimentaires et les principales techniques expérimentales de leur caractérisation.

2.1. Matériaux

2.1.1. *Posidonia-Oceanica* : Origine et répartition géographique

La *Posidonia-Oceanica* est une plante aquatique de la famille des *Posidoniaceae*. Elle est constituée de tiges qui portent les racines que l'on nomme rhizomes. Les rhizomes se terminent par des faisceaux de feuilles longues et étroites (Cf. Figure 2.1). Ces feuilles mesurent environ 1 cm de largeur et peuvent atteindre jusqu'à 1.5 m de longueur. Les fruits de cette plante sont appelés 'olives de mer' car ils possèdent les dimensions, la forme et la couleur d'une olive (Cf. Figure 2.1). Cette plante a été décrite pour la première fois sous le nom d'*Alga marina* par G. Bauhan en 1623 (Den Hartog, 1970). Son nom actuel *Posidonia-Oceanica* a été donné par Delile en 1813 (Delile, 1813). Elle se présente sous la forme de feuilles ou de balles. Les balles appelées également "aegagropile" ou "pelotes de mer" sont formées à partir des agglomérats de fibres provenant des feuilles mortes autour des fragments de rhizome sous l'effet des mouvements de la mer.

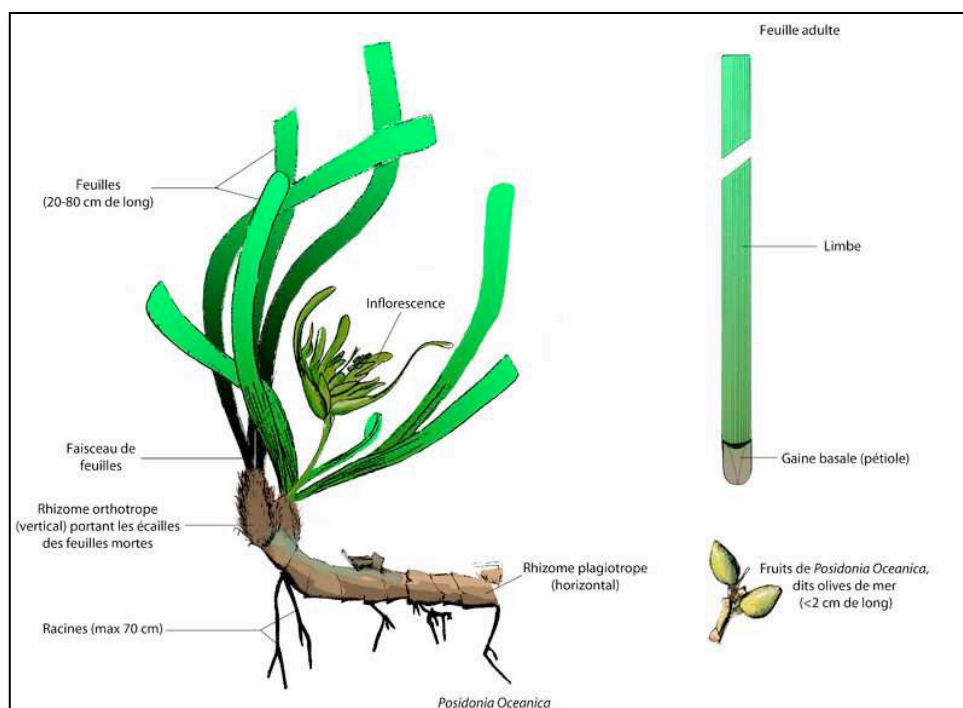


Figure 2.1: Éléments de la plante de *Posidonia-Oceanica* (Vangeluwe, 2007)

La distribution de l'herbier de la *Posidonia-Oceanica* est quasiment continue autour de la méditerranée à l'exception des grands estuaires du Rhône, du Pô, de l'Ebre et du Nil (Cf. Figure 2.2). Elle couvre environ 30000 à 40000 km² de surface (Green, 2003).

En automne, les feuilles mortes de *Posidonia-Oceanica*, les balles et parfois les rhizomes en faible quantité s'accumulent en quantité sur les plages à divers états de fragmentation. Ces accumulations peuvent être sous forme d'un simple tapis ou encore de banquettes qui peuvent atteindre jusqu'à 1 à 2 m d'épaisseur. Jeudy de Grissac et Audoly (Jeudy de Grissac, 1985) ont étudié la structure des banquettes de la région de Marseille (France). Ils ont montré qu'elles présentent une teneur en eau de 30 à 90% et une teneur en sable comprise entre 0.5 et 85%.

Les plages où existent des accumulations des débris de *Posidonia-Oceanica* sont moins appréciées par les baigneurs pour des raisons esthétiques ainsi que pour les odeurs qui peuvent s'en dégager et qui sont souvent associées à la pollution. Cependant, leur présence est un signe de bonne qualité de l'eau. Ces débris peuvent contribuer également à la protection des plages contre les problèmes d'érosion notamment pendant les tempêtes hivernales (Boudouresque, 1996).

Malgré l'importance de leur présence pour les écosystèmes littoraux, l'élimination des banquettes de *Posidonia-Oceanica* est très pratiquée. Elle demeure nécessaire pour les plages à des fins touristiques notamment pour les pays où le tourisme balnéaire est d'extrême importance

économique. Ces débris sont soit transportés et enterrés, soit stockés dans des endroits proches de la plage, soit encore rejetés dans la mer.

Ainsi, envisager une valorisation de ces "déchets" semble intéressante pour s'en débarrasser en partie.

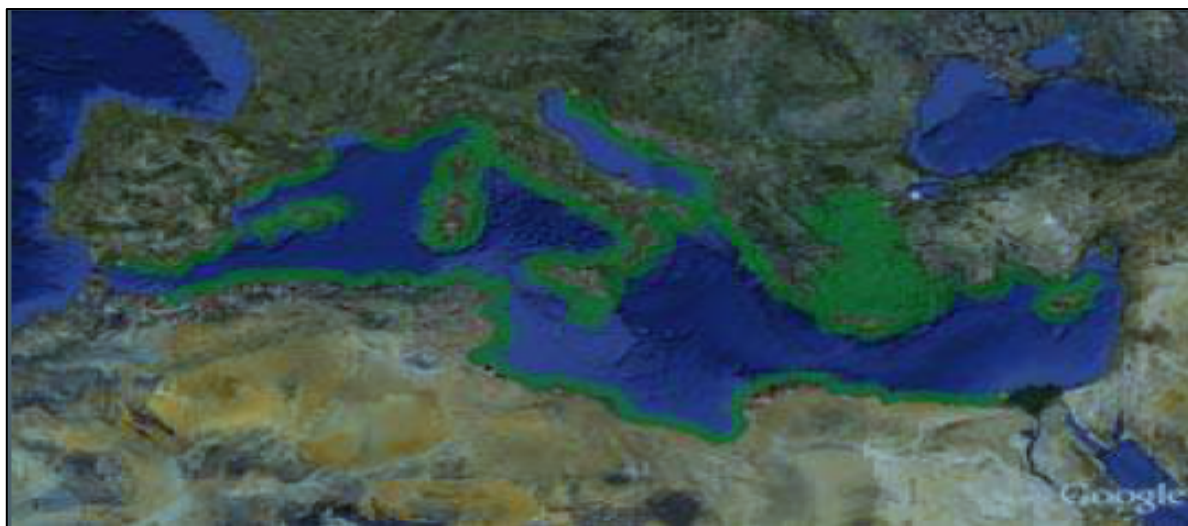


Figure 2.2: Répartition géographique de la plante de *Posidonia-Oceanica* sur la côte méditerranéenne (Vangeluwe, 2007)

2.1.2. Extraction de fibres

Les fibres brutes de *Posidonia Oceanica* se présentent sous la forme de « balles » qui peuvent être directement ramassées sur les plages du littoral (Cf. Figure 2.3-a). Ces balles sont constituées de fibres naturellement compactées. Cette forme n'est pas intéressante pour l'application visée car le matériau dans cet état est trop dense. Les fibres brutes ont été ramassées à Monastir, Tunisie (Cf. Figure 2.4). Une extraction mécanique permet d'isoler les fibres les unes des autres (Cf. Figure 2.3-b). Ces fibres sont ensuite lavées et conservées à 20°C et 60% d'humidité relative. Les fibres ainsi obtenues serviront de référence (fibres non traitées : NT pour la nomenclature).



Figure 2.3: Balles de Posidonia-Oceanica (b) Fibres de Posidonia-Oceanica fibers



Figure 2.4: Banquettes de Posidonia-Oceanica sur la plage de Monastir-Tunisie

2.1.3. Traitement chimique

L'utilisation de traitements chimiques des fibres permet dans la plupart des cas d'améliorer leurs propriétés isolantes et également de faciliter leur mise en œuvre, soit pour une mise en forme sous forme de laine, soit pour un mélange avec des matériaux de construction (gypse, matrices cimentaires...). Le traitement le plus courant, issu de procédés de l'industrie textile est la mercerisation. Ce traitement consiste à immerger les fibres dans des solutions de soude (NaOH) à différentes concentrations, températures ou durées variables (Cf. Figure 2.5). Dans le cas présent, trois traitements (T_1 , T_2 , T_3) ont été utilisés. Ces traitements ont été choisis à partir de la synthèse bibliographique de la section 1.2 du chapitre 1 sur les conditions de traitements des différentes fibres cellulosiques. Le premier, noté T_1 , consiste à immerger les fibres pendant 2h dans une

solution de soude de concentration massique 2% à une température de 80°C. Le deuxième traitement T₂ consiste à immerger les fibres dans une solution de soude de concentration massique 0.75% pendant 1h à une température de 100°C. Le dernier traitement T₃ consiste à reproduire une fois le traitement T₁ sur les fibres déjà traitées avec ce même traitement.



Figure 2.5: Fibres de *Posidonia-Oceanica* dans une solution de soude

2.1.4. Microstructure des fibres

La microscopie électronique à balayage a été utilisée afin de déterminer l'effet du traitement chimique sur la microstructure des fibres. Le principe de cette méthode est expliqué dans la section 2.2.1. Quelques images sont présentées sur la figure 2.6. L'aspect des fibres non traitées est classique pour des fibres ligno-cellulosiques. Chaque fibre (diamètre moyen de 100 μm) est constituée d'un assemblage de fibrilles liées par de l'hémicellulose. Ces fibres sont creuses et ont une surface rugueuse due notamment à la présence de lignine, de pectine et de cire. Ces éléments sont éliminés lors des traitements chimiques (en particulier pour le T₃). Par ailleurs, ces traitements ont pour effet de séparer les fibres en fibrilles individuelles de taille comprise entre 10 et 15 μm . Le traitement T₃ est celui qui conduit à la fibrillation la plus importante.

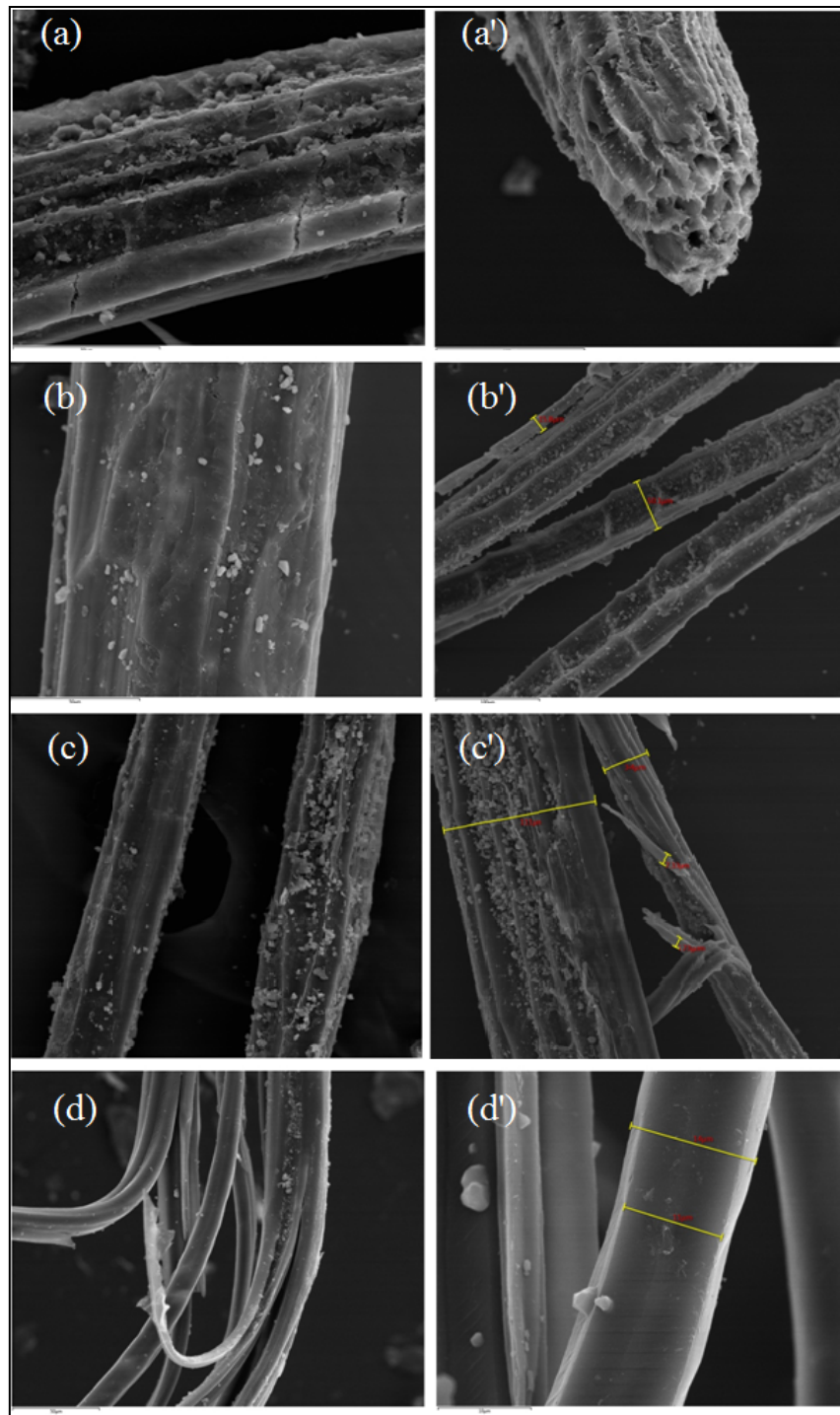


Figure 2.6: Images MEB des fibres : (a) fibres non traitées, (b) fibres traitées T1, (c) fibres traitées T2, (d) fibres traitées T3; (a), (b), (c) et (d): 50 μ m ; (a'), (b') et (c'): 100 μ m ; (d'): 10 μ m

2.1.5. Préparation des échantillons de fibres

Des échantillons de fibres traitées et non traitées initialement séchés dans une étuve à 40°C pendant 24h ont été posés dans des moules parallélépipédiques. Des échantillons de masses volumiques ρ qui valent 17, 27, 38, 60, 93 et 155 kg.m⁻³ ont été préparés en variant les masses de fibres et en les

compactant dans un même volume (Cf. Figure 2.7). Les pesées ont été réalisées à l'aide d'une balance de précision Sartorius™ de résolution égale à 10^{-5} g.

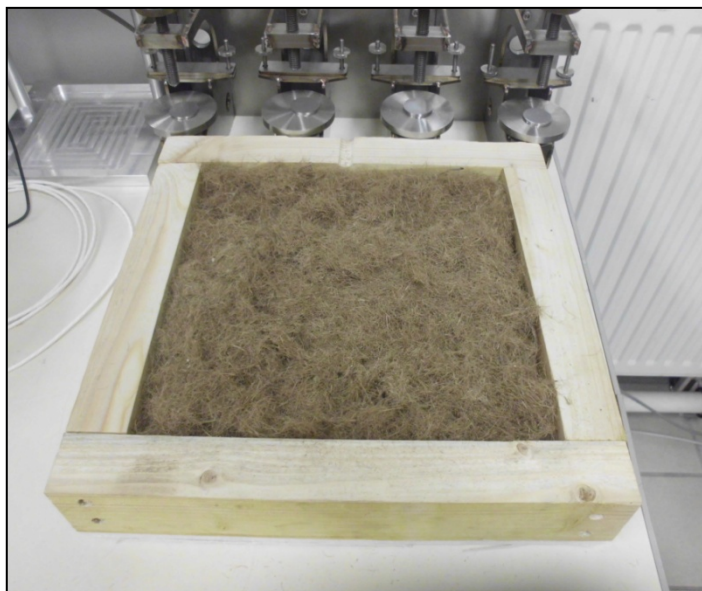


Figure 2.7: Échantillon de fibres de *Posidonia-Oceanica*

2.1.6. Préparation des composites de pâte de ciment avec fibres

Les fibres sont préalablement séchées à l'étuve à 40°C pendant 24h. Nous avons utilisé un ciment Portland CEM I 42.5 R. La poudre de ciment a été initialement malaxée avec les fibres à sec comme le montre la figure 2.8 afin d'avoir une meilleure homogénéité du mélange. Les fractions volumiques des renforts testées sont 0%, 5%, 10%, 15%, et 20%. L'eau est par la suite ajoutée avec le rapport eau-ciment E/C = 0.5. Le produit final est versé dans des moules de dimensions 44 × 44 × 10 mm³ (Cf. Figure 2.9) pour les mesures thermiques et hygrométriques et dans des moules de dimensions 40 × 40 × 160 mm³ (Cf. Figure 2.10) pour les essais mécaniques de compression et de flexion. Des éprouvettes pré-fissurées avec des entailles à mi-travée de 8mm ont été également fabriquées pour mesures de ténacité. Trois échantillons ont été préparés pour chaque série. Le démoulage a été effectué 24h après le coulage. Les échantillons ont été conservés au laboratoire jusqu'à stabilisation de la masse. Les échantillons sont considérés stables après 28 jours de séchage. Un enregistrement de température et de l'humidité dans le local de stockage est effectué durant toute la durée du séchage.



Figure 2.8: Malaxage du mélange



Figure 2.9: Éprouvettes pour essais thermiques et hygrothermiques



Figure 2.10: Éprouvettes pour essais mécaniques

2.1.7. Microstructure des composites

Les images MEB de la microstructure de la pâte de ciment et des composites durcis sont présentées dans la figure 2.9. La pâte cimentaire est un milieu poreux (Figures 2.11-a et 2.11-a'). Les pores sont de dimensions variables. Il existe des pores capillaires et des pores d'hydrates. Les pores capillaires sont des pores inter-granulaires directement liés à la quantité d'eau de gâchage et de diamètre supérieur à 10-30 nm (Powers, 1958). Les pores d'hydrates sont des pores très fins de diamètre inférieur à 10-20 nm. Ce sont des pores intrinsèques aux C-S-H formés au moment de l'hydratation du ciment. Leurs propriétés sont indépendantes de la quantité d'eau de gâchage (Powers, 1947).

L'incorporation des fibres dans la matrice cimentaire engendre des pores supplémentaires (Figures 2.11-b et 2.11-b'). Ces pores résultent de la structure poreuse des fibres de diamètre moyen 100 µm. Nous observons également à partir de la figure 2.11-b qu'il existe des vides à l'interface fibres matrice. Nous pouvons supposer que la liaison fibre matrice est faible. Par conséquent, nous pouvons prévoir que le mode de rupture en traction sera par décohésion interfaciale jusqu'à décollement des fibres.

Par ailleurs, sur certaines régions, nous observons des agglomérations de fibres (Figure 2.11-c et 2.11-c'), ce qui crée une porosité supplémentaire.

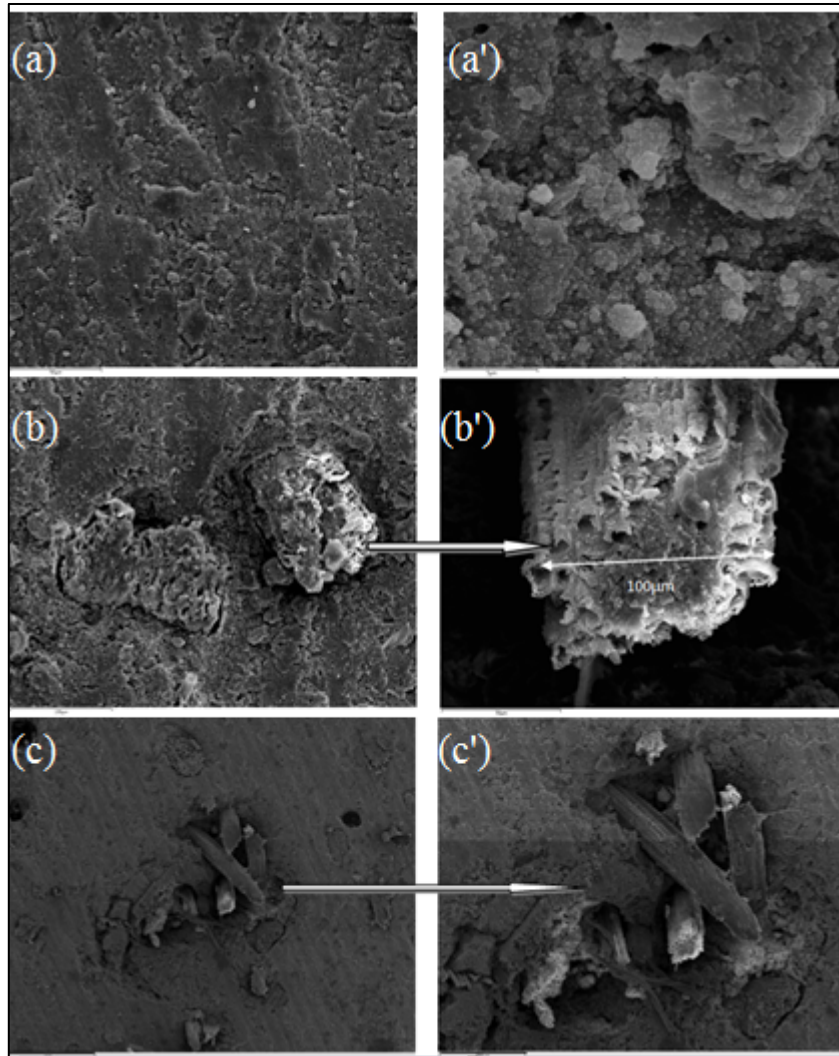


Figure 2.11: Images MEB des de la pâte de ciment (a) et (a') et des composites (b), (b'), (c), (c'); (a): 50 μm ; (a') : 5 μm ; (b): 100 μm ; (b'): 50 μm ; (c) : 500 μm ; (c') : 250 μm

2.2. Méthodes

2.2.1. Microscopie électrique à balayage

La technique utilisée pour l'analyse de la morphologie des échantillons est la microscopie électronique à balayage (MEB). Cette méthode permet de produire des images de surface de haute résolution. Elle utilise un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon. L'analyse des multiples interactions faisceau-échantillon permet de construire une image de l'échantillon. Plus de détails sur le principe du MEB sont disponibles dans les références (Egerton, 2005) , (Stokes, 2008) et (Goldstein, 2017).

Dans ce travail, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (MEB) JEOL 6301F pour les images des fibres et des composites. Les composites ont été sciés en morceaux et séchés

jusqu'à masse constante. Les échantillons (fibres et composites) ont été par la suite imprégnés de résine époxy pour imperméabiliser leur structure. Les échantillons ont été ensuite polis et métallisés au carbone pour éviter la surcharge d'électrons sur la surface.

L'appareillage utilisé et les composites préparés sont présentés respectivement dans les figures 2.12 et 2.13.



Figure 2.12: Microscope électronique à balayage JEOL 6301F



Figure 2.13: Échantillon de composites préparés pour les observations au MEB

2.2.2. Spectroscopie Infrarouge FTIR

Les analyses de changements chimiques dans les échantillons au cours du séchage ont été menées par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR (Fourier Transform Infrared spectroscopy) en mode réflexion totale atténuée (ATR). Son principe et ses avantages sont bien décrits dans les références (Diem, 1994) et (Griffiths, 2007). Cette technique permet de déterminer l’empreinte spectrale des groupements moléculaires qui constituent un échantillon.

L’échantillon à caractériser est mis en contact avec un cristal. Une onde évanescente est créée suite à la réflexion du faisceau infrarouge sur la surface interne du cristal. L’énergie de cette onde est en partie absorbée, le rayonnement réfléchi est renvoyé vers le détecteur à travers le cristal.

Nous avons utilisé un spectromètre Frontier PerkinElmerTM avec une platine ATR équipée d’un cristal en diamant synthétique (ZnSe) (Cf. Figure 2.14). Les acquisitions ont été effectuées en accumulant 32 balayages entre 4000 et 600 cm^{-1} . Le logiciel SpectrumTM fourni avec spectromètre permet d’effectuer certains traitements sur les spectres obtenus. D’abord, le spectre initial sans échantillon est soustrait à chaque spectre brut. Ensuite, les courbes subissent une correction ATR.

Les spectres en transmittance sont retenus pour l’identification des liaisons chimiques et les spectres en absorbance pour les amplitudes des pics.

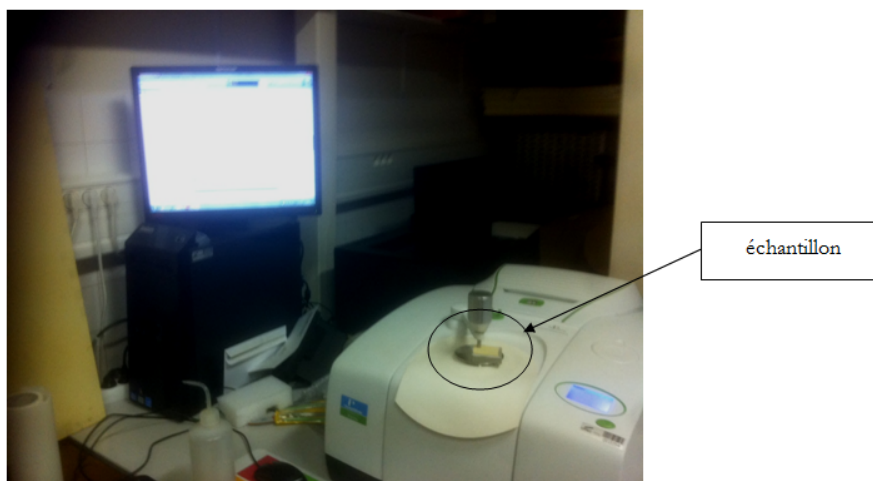


Figure 2.14: Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier

2.2.3. Méthode de mesure des propriétés thermiques : Méthode du Hot-Disk

Le suivi des propriétés thermophysiques des échantillons se fait par la méthode du disque chaud (Hot-Disk). Cette méthode est décrite en détails dans les références (Gustafsson, 1991), (Log, 1995) et (Krapez, 2007). Elle permet de mesurer simultanément la conductivité thermique k et la diffusivité thermique α .

C'est une méthode en régime transitoire. Son principe consiste à placer une sonde, composée d'une résistance thermique souple (couche mince de Nickel déposée sur du Kapton) en sandwich entre deux blocs identiques du matériau que l'on souhaite caractériser. Une puissance constante est imposée à la sonde qui joue à la fois le rôle d'une source de chaleur et d'un capteur de température. En effet, la mesure de la résistance électrique de la sonde permet de connaître l'évolution de sa température.

La nature du matériau (isolant, conducteur, ...), les dimensions de l'échantillon qui doivent respecter l'hypothèse du milieu semi-infini par rapport à la sonde, ainsi que ses constituants, déterminent le choix de la sonde, la puissance et la durée d'expérience.

Dans cette étude, un Hot Disk TPS 2500 a été utilisé (Cf. Figure 2.15). Les mesures sur les échantillons de fibres sont effectuées en utilisant une sonde 7577 de rayon 2.001 mm. Les puissances appliquées sont 10 mW pendant 10s ou 5 mW pendant 20s. Les mesures sur les échantillons de composites cimentaires ont été effectuées en utilisant une sonde 5465 de rayon 3.189 mm. Une puissance de chauffe de 80 mW a été appliquée pendant une durée de 20s.

200 points de mesure de température sont enregistrés. Un exemple d'augmentation de la température est présenté dans la figure 2.16. La variation de température maximale a été limitée à environ 5°C, ce qui est la valeur recommandée pour ce type de mesures. La conductivité thermique et la diffusivité ont été ensuite estimées par le modèle thermique implémenté dans le logiciel. L'estimation est réalisée en considérant un ensemble de données de température dans un intervalle de temps $[t_{min}, t_{max}]$. Pour prendre en compte les conditions expérimentales, il est nécessaire de supprimer un certain nombre de points au début et à la fin de la courbe expérimentale. En effet, l'échantillon est considéré comme un corps infini. C'est pourquoi la profondeur de pénétration doit être inférieure à la distance la plus courte entre n'importe quel point des extrémités de l'échantillon et n'importe quel point du capteur. Les temps les plus courts ne doivent pas être pris en compte en raison de la présence de couches isolantes dans le capteur et pour minimiser l'influence de l'inertie thermique de la sonde. Ces conditions sont bien décrites dans la référence (Bohac, 2000).

Toutes les expériences ont été réalisées dans les conditions précisées ci-dessus. Un exemple du tracé des résidus entre les données de température expérimentales et le modèle thermique Hot-Disk est présenté dans la figure 2.17 (correspondant aux données de la figure 2.16). Les résidus sont inférieurs à 10^{-3} K, qui est la valeur la plus élevée recommandée pour ce type de mesures. Nous avons observé également que ces résidus sont distribués aléatoirement autour de zéro (résidus non signés).

Pour vérifier la répétabilité des mesures conductivité thermique et de diffusivité thermique (Cf. Figure 2.18), 20 mesures ont été réalisées pour des fibres non traitées de masse volumique 27 kg.m^{-3} . La valeur moyenne de la conductivité thermique est de $0,049 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.002 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cet écart représente 4% de la valeur moyenne. La valeur moyenne de la diffusivité thermique est de $0.92 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ avec un écart-type de $0.086 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$. Cet écart représente 9% de la valeur moyenne. Comme cela était attendu, les valeurs de conductivité thermique sont moins dispersées que les valeurs de diffusivité thermique. Ces variations sont considérées satisfaisantes. Nous pouvons conclure qu'avec cette méthode nous avons une bonne répétabilité des mesures thermiques.

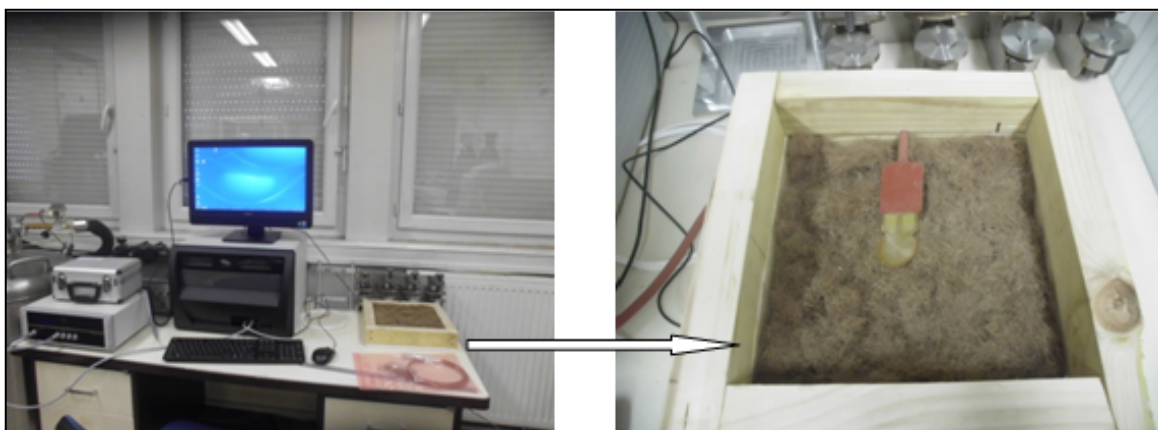


Figure 2.15: Dispositif Hot-Disk TPS 2500 et positionnement d'une sonde sur un lit de fibres

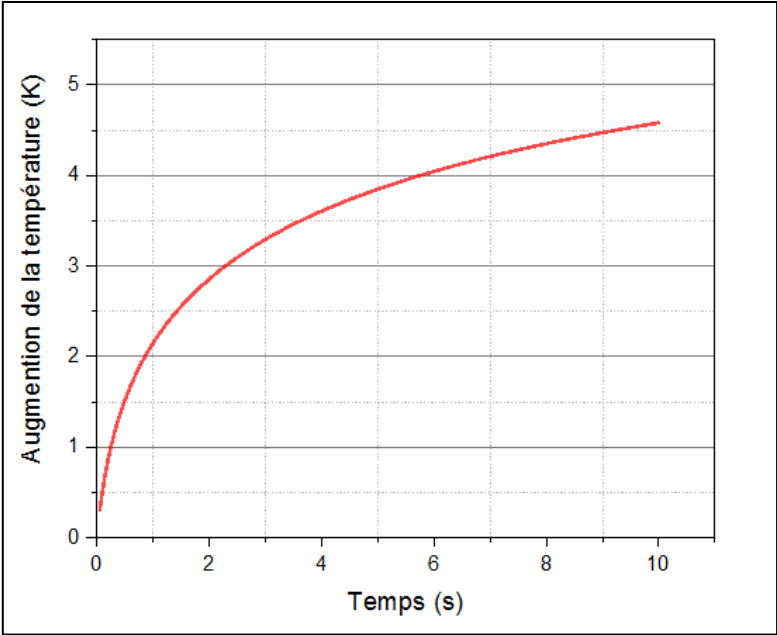


Figure 2.16: Exemple d'augmentation de la température en fonction du temps lors d'une caractérisation thermique à l'aide de l'analyseur du Hot-Disk

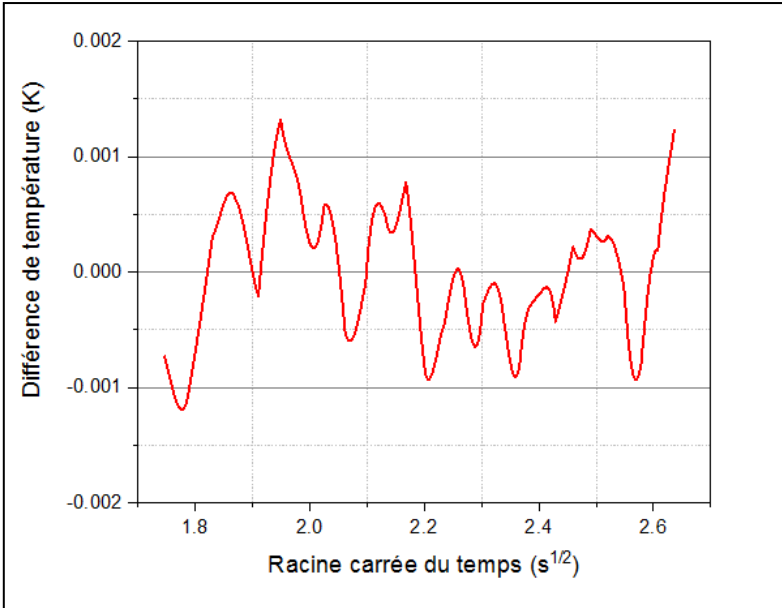


Figure 2.17: Résidus issus de l'analyse des données de la figure 2.16

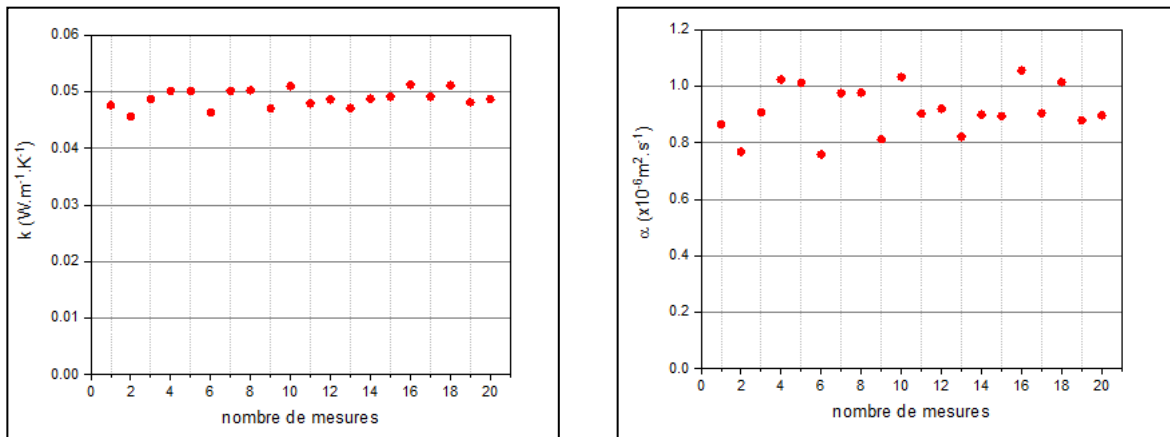


Figure 2.18: Test de répétitivité de conductivité thermique et de diffusivité thermique des fibres de *Posidonia-Oceanica* (fibres non traitées, $\rho=27\text{kg.m}^{-3}$, $T= 28^{\circ}\text{C}$)

2.2.4. Méthode de mesure des propriétés hygrométriques : Méthode des sels

La mesure de l'absorption d'humidité des composites ciment-fibres a été effectuée selon la norme NF EN ISO 12571 (2013) pour les matériaux et produits pour le bâtiment. Le dispositif expérimental est composé de bocaux dans lesquels sont insérés un tire-pied en PVC et une grille (Cf. Figure 2.19), permettant de disposer un échantillon au-dessus de la solution saline. Les solutions salines, présentées dans le tableau 2.1, ont été réalisées par l'adjonction d'une quantité de sel dans un volume d'eau pure. Les sels ont été dissous dans un bain marie à 40°C pour être sûr que la solution est bien saturée. La quantité de sel doit être suffisamment importante. La "sursaturation" a été confirmée par l'apparition de cristaux. Ces solutions ont été préparées 24h avant le début de l'essai.

Les échantillons de ciment sont préalablement séchés dans une étuve à 40°C jusqu'à la stabilisation de leur masse.

La teneur en eau X est calculée en connaissant la masse sèche et la masse humide de l'échantillon comme suit :

$$X = \frac{m_h - m_s}{m_s} \times 100 \quad (2.1)$$

La masse sèche m_s est la masse initiale de l'échantillon et la masse humide m_h est la masse de l'échantillon après un certain temps dans un bocal à humidité relative contrôlée.



Figure 2.19: Composite dans un bocal à humidité relative contrôlée

Tableau 2.1: Humidité relative de l'air des solutions salines utilisées

Sel	Humidité relative (à 20°C) (en %)	Masse de sel pour saturer 1 litre d'eau (en kg)
CaNO ₃ , 4H ₂ O	55	3.5
NaCl	76	0.5
KCl	86	0.5

2.2.5. Méthode de mesure des propriétés mécaniques

2.2.5.1. Hypothèses et généralités sur la mécanique de la rupture en élasticité linéaire

Nous traitons dans la partie mécanique deux aspects : l'aspect résistance et l'aspect ténacité. La résistance représente la capacité d'un matériau à reprendre une sollicitation par unité de section. La ténacité représente la capacité d'un matériau de s'opposer à la propagation d'une fissure. Cette grandeur est évaluée expérimentalement en utilisant des éprouvettes pré-fissurées.

Dans ce travail, pour la détermination des résistances mécaniques, nous considérons que les matériaux étudiés présentent un comportement élastique linéaire, c'est-à-dire que nous considérons que les déformations dans le solide sont réversibles et nous admettons l'hypothèse des petites perturbations. Les éprouvettes de composites fabriquées sont bien malaxées pour que les fibres soient réparties d'une manière homogène et aléatoire dans la matrice. Dans ce cas, le matériau est considéré isotrope. Cependant, en réalité les composites présentent un comportement orthotrope.

En effet, au moment du coulage, les fibres tendent à s'orienter horizontalement. D'où l'existence d'une direction prédominante de leur répartition dans la matrice. L'effet l'orthotrope sera négligé et les composites seront considérés isotropes.

Par ailleurs, le comportement à la rupture est analysé avec la mécanique linéaire élastique de la rupture. Dans ce cas, la fissure est étudiée, soit par une analyse de contraintes au voisinage de la fissure soit par une approche énergétique. En effet, la première approche se base sur l'écriture du champ de contraintes au voisinage de la fissure. Les contraintes présentent une singularité (contraintes infinies au voisinage de la pointe de fissure). D'où l'apparition du facteur d'intensité des contraintes K qui permet de quantifier l'intensité de la singularité de ces contraintes, donc de caractériser l'état mécanique dans cette zone pour les modes d'ouverture plan (mode I) qui est le mode d'ouverture le plus pénalisant, cisaillement plan (mode II) et cisaillement anti-plan (mode III). Une représentation schématique de ces trois modes est présentée dans la figure 2.20.

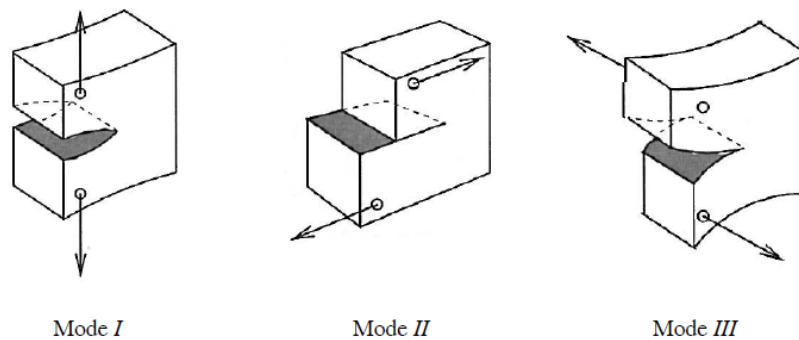


Figure 2.20: Modes d'ouverture de fissure (Michel, 2003)

En 1957, Irwin a supposé l'existence d'une valeur critique du facteur d'intensité de contraintes en mode I, appelée également ténacité K_{Ic} au-delà de laquelle il y a propagation de la fissure (Irwin, 1957). Ceci est extensible pour les autres modes d'ouverture de fissure. Par la suite, nous ne parlerons que du mode I qui correspond à notre cas d'étude.

La limitation de cette méthode réside dans la difficulté de calculer les champs mécaniques en termes de contraintes au voisinage immédiat de la pointe de fissure. Par conséquent, le facteur d'intensité de contraintes K représente une solution approximative du champ de contraintes et non la solution complète.

La deuxième approche est l'analyse énergétique, proposée par Griffith en 1921 (Griffith, 1921) et en 1924 (Griffith, 1924). Cette approche se base sur l'équilibre thermodynamique d'un système

fissuré. Une variable caractérisant la rupture appelée taux de restitution d'énergie, notée G est mise en évidence. Cette grandeur représente l'énergie disponible pour une extension de fissure par unité d'aire. Sa valeur critique G_c est une caractéristique du matériau.

Il existe une relation entre la ténacité K_c et G_c pour les matériaux isotropes qui s'écrit sous la forme suivante (Matthews, 1994) :

$$- K_{Ic}^2 = EG_c \text{ en contraintes planes} \quad (2.2)$$

$$- K_{Ic}^2 = \frac{EG_c}{(1-\nu^2)} \text{ en déformations planes} \quad (2.3)$$

Le cas de la flexion 3 points d'une poutre correspond à un problème de contraintes planes.

En revanche, la différence entre les deux équations précédentes n'est pas importante car le coefficient de poisson ν est proche de 0.25, ce qui conduit à une valeur de ν^2 proche de 0.06.

2.2.5.2. Mesure de la résistance à la traction par flexion et de la résistance à la compression

Les essais de traction par flexion et de compression ont été réalisés conformément à la norme NF EN 196-1 (196-1, 2006). L'essai de flexion a été réalisé à l'aide d'une machine de type FORM+TEST de capacité de 50 kN. L'échantillon est placé horizontalement sur les rouleaux d'appui comme le montre la figure 2.21. Une charge verticale de vitesse constante de 50 N.s⁻¹ est appliquée jusqu'à la rupture. La contrainte maximale à la flexion qui est la contrainte maximale supportée par le matériau avant la rupture en traction est déterminée avec la formule suivante :

$$\sigma_{traction} = \frac{1.5 \times F_f \times L}{bw^2} \quad (2.4)$$

Cette formule donne la résistance à la traction. Ceci correspond à la limite élastique en traction du matériau dans la direction axiale de la poutre atteinte sur la fibre inférieure et à mi-travée avec F_f la charge à la rupture, b la largeur de section, w la hauteur et L la longueur de la travée.

Cette formule est valable également dans le cas de fibres unidirectionnelles disposées horizontalement (cas anisotrope) comme le cas du béton armé.

Les deux moitiés de l'échantillon rompu pendant l'essai de flexion (éprouvettes entaillées et non entaillées) sont utilisées pour les essais de compression comme l'autorise la norme NF EN 196-1. L'éprouvette à tester est centrée par rapport aux plateaux de la machine comme le montre la figure 2.22. Une presse de type FORM+TEST et de capacité 500 kN a été utilisée pour l'essai de compression avec une vitesse de chargement de 2400 N.s⁻¹. La résistance à la compression qui est

la contrainte maximale supportée par le matériau avant la rupture en compression est déterminée à partir de la charge de rupture F_c avec la formule suivante :

$$\sigma_{compression} = \frac{F_c}{b^2} \quad (2.5)$$



Figure 2.21: Éprouvette de composite sous essai de flexion



Figure 2.22: Éprouvette de composite sous essai de compression

2.2.5.3. Mesure de la ténacité

La ténacité du matériau a été déterminée en déformation plane conformément à la norme ISO 12135 (2016). L'éprouvette entaillée est placée dans la machine de flexion 3 points comme le montre la figure 2.23. A la fin de l'essai, l'effort à la rupture F_{ff} , la géométrie de l'éprouvette et la longueur de fissure permettent de déterminer le facteur d'intensité de contraintes critique à partir d'une solution approximative du champ de contraintes en élasticité linéaire tel que :

$$K_{IC} = \frac{LF_{ff}}{bw^{3/2}} f(\beta) \quad (2.6)$$

avec:

$$\beta = \frac{a}{w}, L = 4w \quad (2.7)$$

et

$$f(\beta) = \frac{3}{2} \sqrt{\beta} \frac{1.99 - \beta(1-\beta)(2.15 - 3.93\beta + 2.7\beta^2)}{(1+2\beta)(1-\beta)^{3/2}} \quad (2.8)$$

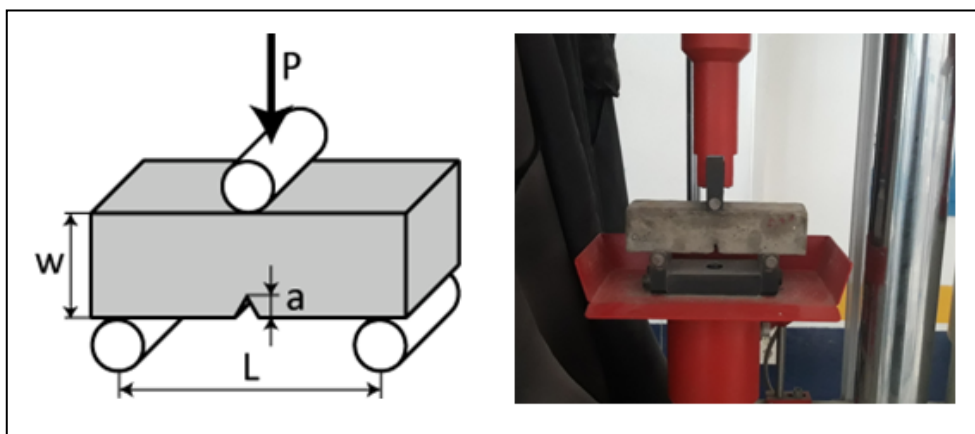


Figure 2.23: Éprouvette pré-fissurée sous essai de flexion 3 points

Conclusion

Dans l'objectif d'une caractérisation chimique, microstructurale, thermique, hygrothermique et mécanique des matériaux étudiés (fibres et/ou composites), nous avons présenté dans ce chapitre le processus de préparation des échantillons et leurs propriétés microstructurales. Nous avons passé en revue les principales méthodes de caractérisation que nous avons utilisées à savoir: la microscopie électronique à balayage pour les analyses microstructurales, la spectroscopie infrarouge pour les analyses chimiques, le Hot-Disk pour les mesures thermiques, l'utilisation des solutions salines pour le comportement hygroscopique et les essais mécaniques de compression et de traction par flexion. Les résultats de ces mesures vont être présentés et discutés dans les chapitres qui suivent.

Chapitre 3 :

Caractérisation thermique des fibres de Posidonia-Oceanica en vue de leur utilisation en tant que matériau d'isolation de parois de bâtiment

Nomenclature

k : Conductivité thermique, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

k_f : Conductivité thermique de fibres de *Posidonia-Oceanica*, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

\tilde{k} : Conductivité thermique du modèle, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

k_g : Conductivité thermique de la phase gazeuse, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

k_s : Conductivité thermique de la phase solide, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

k_r : Conductivité thermique due aux transferts radiatifs, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

C_p : Capacité thermique massique, en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

$C_{p,f}$: Capacité thermique massique des fibres, en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

α : Diffusivité thermique, en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$

α_f : Diffusivité thermique des fibres, en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$

ρ : Masse volumique, en kg.m^{-3}

ρ_f : Masse volumique des fibres, en kg.m^{-3}

Φ : flux thermique, en W

ϕ : flux thermique échangé rapporté à l'unité de surface, en W.m^{-2}

ϕ_{conv} : flux thermique échangé par convection, en W

ϕ_{rad} : flux thermique échangé par rayonnement, en W

h_c : coefficient de convection, en $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$

S : Surface perpendiculaire au flux de chaleur, en m^2

T : Température, en K

T_s : Température de la surface du solide, en K

T_{air} : Température de l'air, en K

σ_B : constante de Stefan-Boltzmann, en $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$

ε : émissivité

g : accélération de la pesanteur, en m.s^{-2}

β : coefficient de dilatation thermique de l'air, en K^{-1} ,

ρ_{air} : masse volumique de l'air, en kg.m^{-3}

P : perméabilité, en m^2

ΔT : différence de température entre les deux faces du matériau, en K

e : épaisseur de l'échantillon, en mm

μ_{air} : viscosité dynamique de l'air, en $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$ ou Pa.s

a : constante, en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

b : constante, en $\text{W.m}^2.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

c : constante, en $\text{W.kg.m}^{-4}.\text{K}^{-1}$

A : Vecteur de paramètres a, b et c

J : Matrice Jacobienne

J^T : Matrice Jacobienne transposée

N : Nombre de mesures expérimentales

q: Nombre de paramètres à identifier

σ : écart type

Introduction

Les isolants thermiques les plus utilisés actuellement peuvent être classés en plusieurs catégories à savoir : les isolants synthétiques sous forme de mousses expansées ou extrudées (polystyrène, polyuréthane), les isolants fibreux d'origine minérale (laine de verre, laine de roche) et les isolants fibreux d'origine végétale (laine de chanvre-lin, ouate de cellulose...).

Ces isolants sont utilisés en « isolation rapportée », c'est-à-dire qu'ils sont fixés sur une structure porteuse assurant la tenue mécanique du bâtiment. Leur rôle est uniquement de limiter le passage de la chaleur à travers la paroi.

Afin de limiter l'impact environnemental lié à la fabrication de ces isolants, il est important de mettre au point de nouveaux matériaux d'isolation obtenus à partir de ressources renouvelables. Dans ce chapitre, nous souhaitons déterminer si les fibres de *Posidonia- Oceanica* pourraient être utilisées comme matériau d'isolation.

Ce chapitre est structuré en trois parties. Dans une première partie, nous présentons quelques généralités sur les transferts thermiques dans les matériaux poreux, notamment les isolants fibreux. Dans une deuxième partie, nous présentons et discutons les résultats de mesures expérimentales de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique des fibres. Ces mesures sont utilisées pour estimer la capacité thermique massique et pour mettre en évidence l'influence de la variation de la masse volumique et du traitement chimique. Dans une dernière partie, nous comparons les

propriétés thermophysiques des fibres de *Posidonia-Oceanica* à celles des matériaux d'isolation courants.

3.1. Transferts thermiques dans les isolants fibreux

Nous distinguons trois modes de transfert de chaleur : la conduction, la convection et le rayonnement (Adams, 1964).

La conduction est un transfert de chaleur à l'intérieur des corps solides ou fluides provoqué par la présence d'un gradient de température. Il se fait de proche en proche au sein d'un matériau par contact physique direct et sans déplacement de matière. Le mécanisme de conduction se traduit par la loi de *Fourier* qui relie la densité du flux $\vec{\phi}$ (flux échangé rapporté à l'unité de surface) avec le gradient de la température T et la conductivité thermique k . Dans le cas d'un matériau homogène isotrope, k est une grandeur scalaire constante, la loi de *Fourier* s'exprime par :

$$\vec{\phi} = -k \text{ grad } \vec{T} \quad (3.1)$$

La convection est un échange de chaleur entre un fluide mobile gazeux ou liquide et la surface d'un corps solide qui est à une température différente. Elle s'opère par déplacement de matière. Nous distinguons deux types de transfert de chaleur par convection : la convection naturelle et la convection forcée. La convection naturelle est provoquée par des différences de température qui se manifeste par une différence de densité entre les parties de fluide. La convection forcée est due à l'action d'une sollicitation mécanique du fluide (pompe, ventilateur,...).

Le flux ϕ_{conv} échangé par convection le long d'une surface S à une température de surface T_s dans un milieu ambiant ayant une température T_{air} , s'exprime par la relation de *Newton* :

$$\phi_{conv} = h_c S (T_s - T_{air}) \quad (3.2)$$

En notant h_c le coefficient de convection.

Le rayonnement est un échange à distance entre deux ou plusieurs corps. Le flux radiatif ϕ_{rad} émis pour une surface S d'un corps noir à une température T_s s'exprime par la loi de *Stephan-Boltzmann* :

$$\phi_{rad} = \sigma S T_s^4 \quad (3.3)$$

Où σ_B est la constante de Stefan-Boltzmann.

Pour un corps quelconque, l'énergie émise dépend de son émissivité ε . Ainsi, le flux ϕ_{rad} devient :

$$\phi_{rad} = \varepsilon \sigma_B S T_s^4 \quad (3.4)$$

Les isolants fibreux sont composés de deux phases : la phase fibreuse qui est la matrice solide et la phase fluide qui est l'air. La chaleur peut être transférée par conduction dans la phase solide par conduction dans la phase gazeuse, par convection du fait des mouvements de l'air et par rayonnement dans les porosités du matériau. Ainsi, il est intéressant d'estimer l'importance relative de la contribution de chaque mode. Dans un milieu poreux, l'importance des transferts thermiques par convection par rapport aux transferts par conduction peut être quantifiée par le calcul du nombre de Rayleigh modifié Ra^* (Bhattacharyya, 1980) défini par :

$$Ra^* = \frac{g \beta \rho_{air}^2 C_p}{\mu_{air}} \times \frac{P}{k} \times \Delta T \times e \quad (3.5)$$

Où g est l'accélération de la pesanteur, β , ρ_{air} , μ_{air} , C_p sont respectivement le coefficient de dilatation thermique de l'air, sa masse volumique, sa viscosité dynamique et sa capacité thermique massique. P est la perméabilité, ΔT est la différence de température entre les deux faces du matériau, e est son épaisseur, et k est sa conductivité thermique. Quand la valeur du nombre Ra^* est inférieure à 40, la convection peut être négligée devant la conduction.

Les transferts thermiques par convection sont généralement négligés, comme dans les références (Finck 1930) (Tilioua, 2012) (Bankvall, 1973) (Domínguez-Muñoz, 2010). Par conséquent, nous n'allons pas les prendre en compte dans cette étude.

Les résultats expérimentaux de la variation de la conductivité thermique des isolants fibreux k en fonction de leur masse volumique ρ sont expliqués avec l'expression semi-empirique suivante :

$$\tilde{k} = a + b\rho + \frac{c}{\rho} \quad (3.6)$$

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, cette relation a été vérifiée pour de nombreux matériaux isolants, parmi lesquels les travaux de *Bankvall* (Bankvall, 1973) et de *Domínguez- Muñoz et al.* (Domínguez-Muñoz, 2010). Cette expression est valable en admettant l'hypothèse de découplage entre les modes de transfert de chaleur. Les constantes a , b et c sont déterminées pour chaque échantillon en utilisant la méthode des moindres carrés.

- a caractérise la contribution de la conduction dans la phase gazeuse. Ce terme correspond à la conductivité thermique k_g ;

- $b\rho$ traduit le transfert thermique en phase solide. Ce terme correspond à la conductivité thermique k_s ;

- c/ρ traduit la contribution du rayonnement aux transferts thermiques. Ce terme correspond à la conductivité thermique k_r .

Les paramètres a , b et c sont identifiés à partir des mesures expérimentales. Une estimation des incertitudes sur ces paramètres est établie selon la méthode utilisée dans les travaux de *Boudenne et al.* (Boudenne, 2006). La matrice de variance-covariance du vecteur A est approximée comme suit :

$$\text{var-cov}(A) = s^2 [J^T J]^{-1} \quad (3.7)$$

Où, A est le vecteur des paramètres estimés, J est la matrice Jacobienne définie par :

$$J = \begin{pmatrix} 1 & \dots & 1 \\ \rho_1 & \ddots & \rho_N \\ 1 & \dots & 1 \\ \rho_1 & \dots & \rho_N \end{pmatrix} \quad (3.8)$$

J^T est la matrice Jacobienne transposée et σ^2 est la variance qui s'écrit comme suit :

$$\sigma^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (k_i - \tilde{k}_i)^2}{N - q} \quad (3.9)$$

k_i et \tilde{k}_i sont respectivement les conductivités thermiques expérimentales et du modèle correspondants au $i^{\text{ème}}$ échantillon de masse volumique ρ_i . N représente le nombre de mesures expérimentales ($N = 6$) et q représente le nombre de paramètres identifiés ($q = 3$). Les incertitudes sur les paramètres a , b et c sont données par les éléments diagonaux de la matrice variance-covariance.

Par ailleurs, les propriétés thermophysiques d'un matériau, sa masse volumique ρ , sa conductivité thermique k , sa diffusivité thermique α et sa capacité thermique massique C_p sont liées par la relation suivante :

$$\alpha = \frac{k}{\rho C_p} \quad (3.10)$$

En remplaçant la conductivité thermique k par l'équation (3.2), la diffusivité thermique α devient :

$$\alpha = \left(b + \frac{a}{\rho} + \frac{c}{\rho^2} \right) \times \frac{1}{C_p} \quad (3.11)$$

La pente de la courbe des valeurs expérimentales de la diffusivité thermique α en fonction du rapport de k/ρ permet l'identification de la capacité thermique massique C_p .

3.2. Effet de la masse volumique et du traitement chimique sur la conductivité thermique des fibres et comparaison des valeurs expérimentales avec un modèle reliant la conductivité thermique à la masse volumique

La conductivité thermique est le paramètre quantifiant le pouvoir isolant d'un matériau de construction. Les conductivités thermiques expérimentales k_f en fonction des masses volumiques ρ_f des fibres brutes et traitées sont présentées dans le tableau 3.1. Nous rappelons que ces mesures ont été obtenues par la méthode du Hot-Disk.

Une comparaison des valeurs mesurées de la conductivité thermique k_f en fonction de la masse volumique des fibres ρ_f au modèle de l'équation (3.6) sont présentés sur les figures 3.1 à 3.4 pour les fibres non traitées et les 3 traitements chimiques sélectionnés. Le calage du modèle de l'équation (3.4) sur les données expérimentales permet d'identifier des paramètres a , b et c . Les valeurs de ces paramètres seront discutées par la suite dans ce chapitre.

Tableau 3.1 : Valeurs expérimentales de la conductivité thermique des fibres de *Posidonia-Oceanica* en fonction de la masse volumique

		k_f (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)			
		NT	T ₁	T ₂	T ₃
ρ_f (kg.m ⁻³)	155	0.070	0.066	0.069	0.060
	93	0.065	0.055	0.063	0.052
	60	0.057	0.054	0.058	0.047
	38	0.050	0.045	0.056	0.048
	27	0.043	0.044	0.047	0.043
	17	0.047	0.046	0.052	0.047

Nous observons à travers les figures 3.1, 3.2, 3.3 et 3.4 que les fibres de *Posidonia-Oceanica* suivent la tendance générale des matériaux d'isolation. Elles possèdent une masse volumique optimale $\rho_{f, opt}$ qui correspond à la conductivité thermique la plus faible. Pour les masses volumiques supérieures à $\rho_{f, opt}$, la conductivité thermique augmente d'une façon linéaire et la chaleur est principalement transférée par conduction. A faibles masses volumiques, inférieures à $\rho_{f, opt}$, la conductivité thermique augmente rapidement.

En ce qui concerne l'influence du traitement chimique des fibres, les résultats des mesures montrent que c'est le traitement T₃ qui influe le plus sur la conductivité thermique. Une légère diminution de la conductivité thermique des fibres est observée après chaque traitement par rapport aux fibres non traitées. Le traitement T₃ est le traitement qui influe le plus sur la conductivité thermique, les valeurs les moins élevées sont observées avec ce traitement. L'effet du traitement est plus significatif aux masses volumiques élevées. En effet, pour la masse volumique de 155 kg.m⁻³, la conductivité thermique des fibres est réduite de 14% avec le traitement T₃ par rapport aux fibres non traitées. Cependant, cette différence ne dépasse pas 2% pour la masse volumique minimale (17 kg.m⁻³).

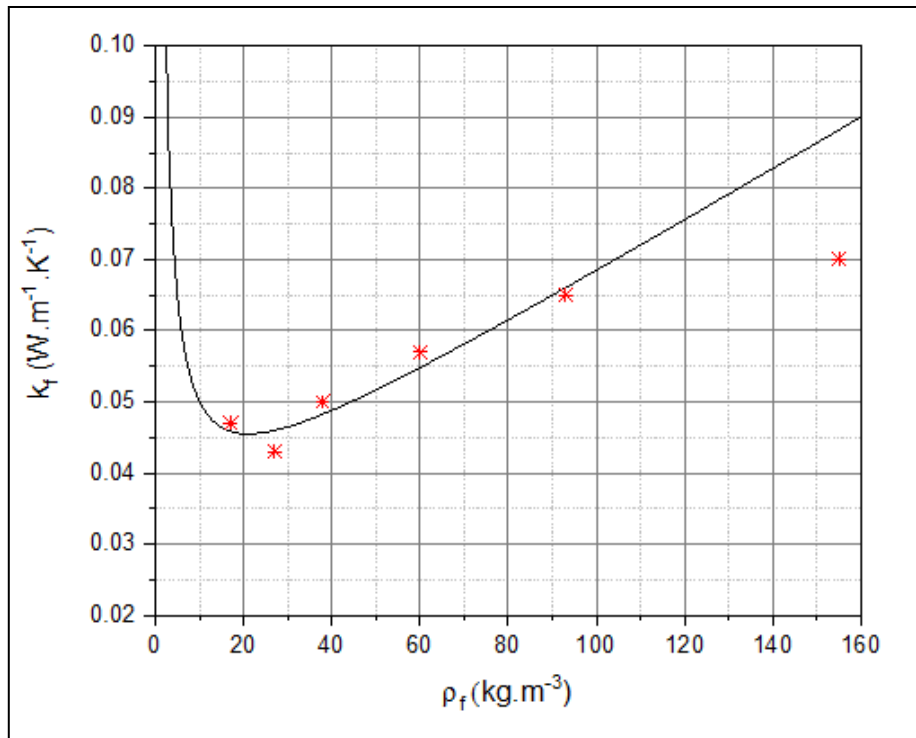


Figure 3.1 : Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres non traitées avec le modèle de l'équation (3.6)

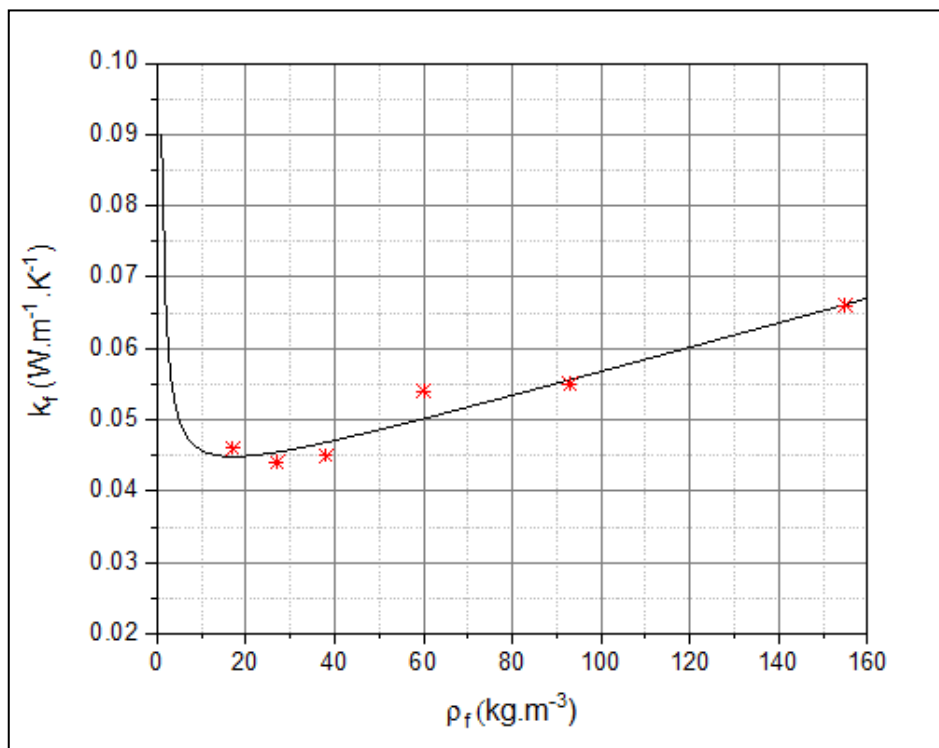


Figure 3.2: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_1 avec le modèle de l'équation (3.6)

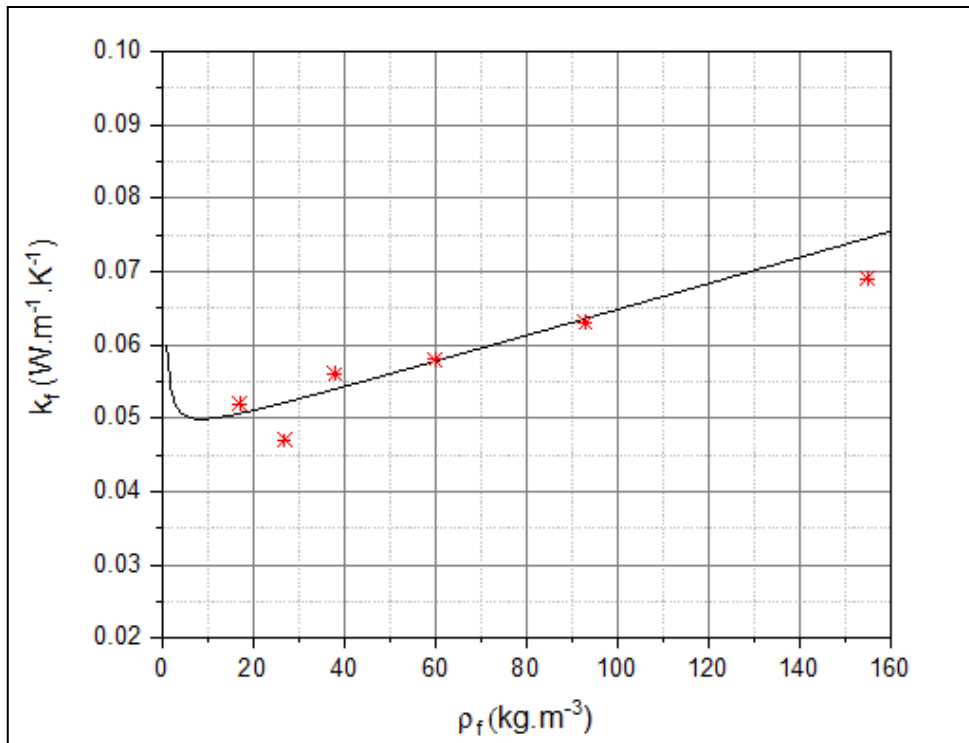


Figure 3.3: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_2 avec le modèle de l'équation (3.6)

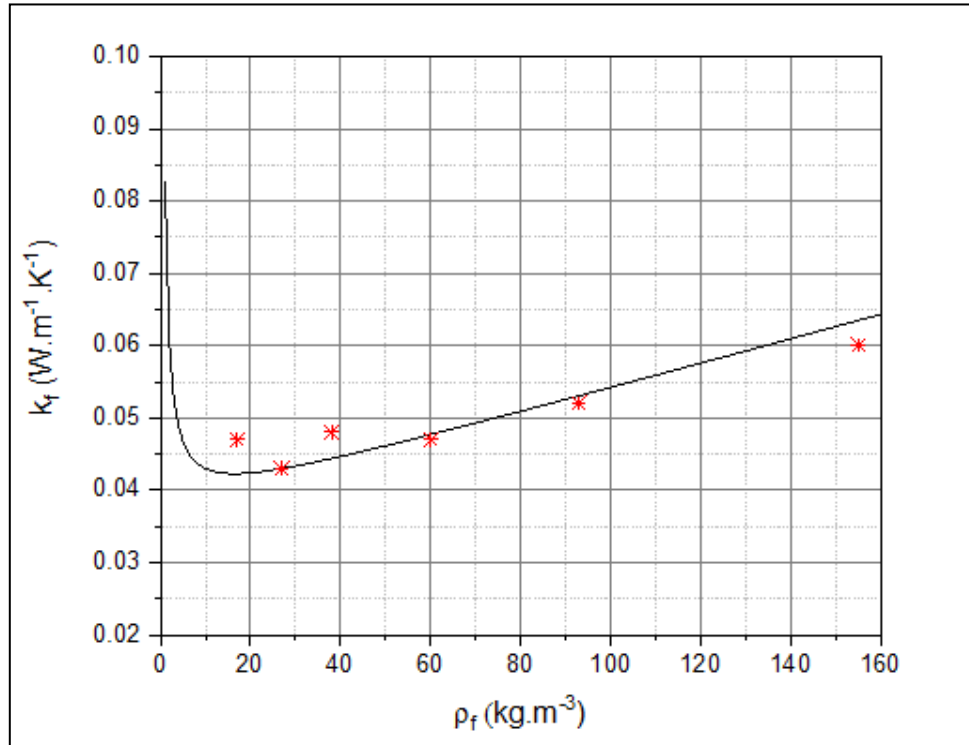


Figure 3.4: Comparaison des conductivités thermiques expérimentales des fibres traitées par le traitement T_3 avec le modèle de l'équation (3.6)

Les valeurs identifiées des paramètres a , b et c de l'équation (3.6) et leurs incertitudes sont présentées dans le tableau 3.2. La constante a lié à la conductivité thermique en phase gazeuse, est plus élevée pour les fibres traitées que pour les fibres brutes. La différence entre les trois traitements est relativement faible (principalement entre T_1 et T_2). Le paramètre b est lié au transfert par conduction dans la phase solide. Il est plus élevé pour les fibres brutes comparées aux fibres traitées. Cette diminution due au traitement chimique peut être associée à l'élimination de certaines substances telles que les hémicelluloses et la lignine. Le paramètre c associé à la partie radiative varie beaucoup avec des erreurs très élevées. Il est plus élevé pour les fibres brutes par rapport aux fibres traitées en raison de la modification de surface due au traitement chimique. Les incertitudes élevées associées à ce coefficient proviennent de nombre de mesures limité pour les masses volumiques faibles. Ces mesures n'étaient pas expérimentalement possibles à cause de la tendance de fibres à s'agglomérer, qui empêche d'obtenir des masses volumiques inférieures à 17 kg.m^{-3} .

Les valeurs a , b et c sont du même ordre de grandeur que les coefficients des matériaux d'isolation présentés dans la référence (Domínguez-Muñoz, 2010). Les valeurs de la constante a sont proches de celles de la laine de roche, du polystyrène extrudé, du polyuréthane, du liège expansé, des fibres de polyester et des fibres de bois. Les valeurs de la constante b sont proches du verre cellulaire, de la fibre de cellulose, du polyester, de perlite expansée et des particules de bois. Les valeurs de la constante c sont proches de la laine de verre et du coton.

Tableau 3.2: Coefficients de l'équation de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique (Équation 3.6) avec leurs incertitudes

	a (W.m⁻¹.K⁻¹)	b (W.m².kg⁻¹.K⁻¹)	c (W.kg.m⁻⁴.K⁻¹)
Fibres non traitées	0.030 ± 0.021	$3.7 \times 10^{-4} \pm 1.6 \times 10^{-4}$	0.16 ± 0.44
Fibres traitées T ₁	0.039 ± 0.014	$1.7 \times 10^{-4} \pm 1.1 \times 10^{-4}$	0.05 ± 0.28
Fibres traitées T ₂	0.047 ± 0.014	$1.8 \times 10^{-4} \pm 1.1 \times 10^{-4}$	0.01 ± 0.29
Fibres traitées T ₃	0.037 ± 0.021	$1.1 \times 10^{-4} \pm 1.6 \times 10^{-4}$	0.12 ± 0.43

Les constantes a , b et c des matériaux d'isolation présentés dans la référence (Domínguez-Muñoz, 2010) et les constantes des fibres de *Posidonia-Oceanica* présentés dans le tableau 3.2 sont utilisées pour comparer le comportement de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique des fibres de *Posidonia-Oceanica* à d'autres isolants (Cf. Figure 3.5). À faibles masses volumiques, les fibres traitées et non traitées de *Posidonia-Oceanica* présentent un comportement

similaire à la perlite expansée et à la fibre de cellulose. En revanche, à masses volumiques élevées les conductivités thermiques de fibres de *Posidonia-Oceanica* se situent légèrement au-dessus des conductivités thermiques des autres matériaux d'isolation.

Les fibres de *Posidonia-Oceanica* considérées dans cette étude possèdent des conductivités thermiques entre $0.043 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.070 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Ces fibres présentent une masse volumique optimale qui correspond à la conductivité thermique la plus abaissée. Pour les séries d'échantillons étudiées, la masse volumique expérimentale optimale au-delà de laquelle la conductivité thermique augmente est 27 kg.m^{-3} .

Par ailleurs, il est possible de calculer la masse volumique optimale $\rho_{f,opt}$ à partir de la relation de l'équation (3.6) en prenant $\frac{\partial k}{\partial \rho} = 0$. La valeur de $\rho_{f,opt}$ dépend uniquement des paramètres b et c et s'écrit comme suit :

$$\rho_{f,opt} = \sqrt{\frac{b}{c}} \quad (3.12)$$

Le tableau 3.3 récapitule les valeurs de $\rho_{f,opt}$. Ces valeurs sont comprises entre 16 et 34 kg.m^{-3} .

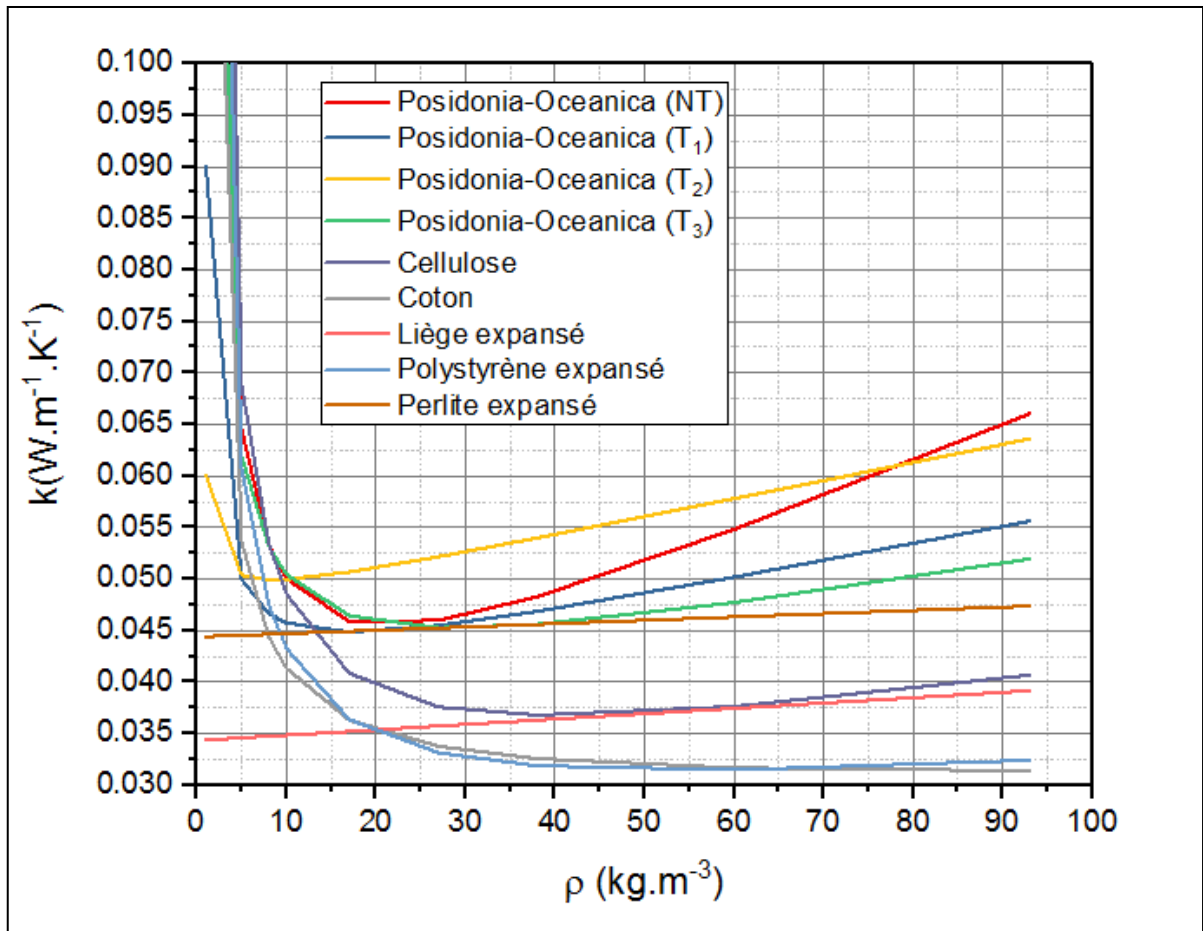


Figure 3.5: Conductivité thermique en fonction de la densité des fibres de *Posidonia-Oceanica* et des matériaux d'isolation courants

Tableau 3.3: Masses volumiques optimales des fibres de *Posidonia-Oceanica*

	$\rho_{f,opt} (kg.m^{-3})$
NT	21
T_1	17
T_2	16
T_3	34

3.3. Effet de la masse volumique et du traitement chimique sur la diffusivité thermique des fibres

Les valeurs de diffusivité thermique α_f des fibres de *Posidonia-Oceanica* sont présentées dans le tableau 3.4. L'analyse de ces données expérimentales montre que la diffusivité thermique dépend de la masse volumique. Les valeurs de α augmentent de 0.3×10^{-6} à $1 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ pour des masses volumiques allant de 17 à 155 kg.m^{-3} . Par ailleurs, l'effet de la mercerisation des fibres avec les traitements T_1 et T_2 sur la diffusivité thermique est marginal. En outre, la diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T_3 est supérieure de 40% aux masses volumiques élevées et inférieure de 16% aux faibles masses volumiques par rapport à celles des fibres non traitées.

La diffusivité thermique α_f des fibres de *Posidonia-Oceanica* à des masses volumiques allant de 60 à 155 kg.m^{-3} est proche de celles des matériaux d'isolation de copeaux de bois présentés dans la référence (Cetiner, 2018) qui sont comprises entre 0.28×10^{-6} et $0.52 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ aux masses volumiques de 117 kg.m^{-3} à 167 kg.m^{-3} .

Tableau 3.4: Valeurs expérimentales de la diffusivité thermique des fibres de *Posidonia-Oceanica* en fonction de la masse volumique

		$\alpha_f (\times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1})$			
		<i>NT</i>	<i>T₁</i>	<i>T₂</i>	<i>T₃</i>
<i>$\rho_f (\text{kg.m}^{-3})$</i>	155	0.32	0.32	0.30	0.44
	93	0.29	0.42	0.35	0.49
	60	0.54	0.45	0.48	0.65
	38	0.81	0.61	0.64	0.56
	27	0.90	0.88	0.86	0.60
	17	1.02	1.06	1.05	0.85

3.4. Détermination de la capacité thermique massique des fibres

La diffusivité thermique des fibres α_f est tracée en fonction du rapport de la conductivité thermique par rapport à la masse volumique k_f/ρ_f selon l'équation (3.10) et présentée sur les figures de 3.6 à 3.9. Les valeurs de la capacité thermique massique $C_{p,f}$ sont ainsi calculées à partir de la pente de courbes obtenues par régression linéaire sur les données des figures 3.6 à 3.9. Les mesures sont plus dispersées pour le traitement T₃.

Les valeurs obtenues de la capacité thermique massique des fibres de *Posidonia-Oceanica* varient de 2169 à 2533 J.kg⁻¹.K⁻¹. Ces fibres pourraient être considérées comme un matériau d'isolation intéressant à cause de leurs valeurs de capacité thermique relativement élevées, ce qui correspond à une inertie importante. La capacité thermique massique des fibres traitées avec le traitement T₃ est augmentée de 17% par rapport aux fibres non traitées. Cependant, pour les fibres traitées avec les traitements T₁ et T₂ la variation des valeurs de $C_{p,f}$ est marginale par rapport aux fibres non traitées et ne dépasse pas 1%. Ces résultats peuvent être expliqués par la modification de la composition chimique des fibres après le traitement T₃ confirmant les observations effectuées par microscopie électronique.

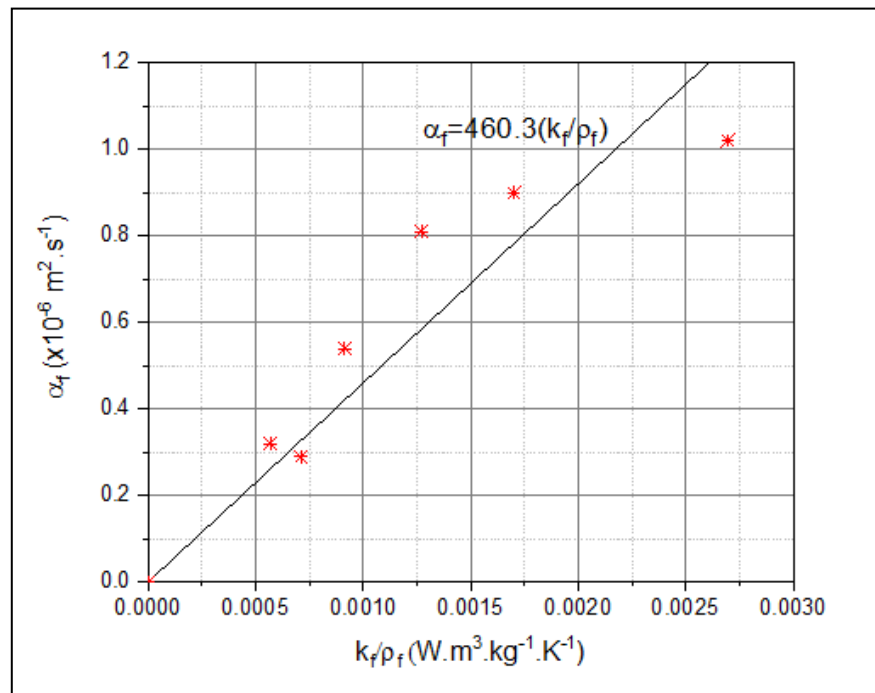


Figure 3.6: Diffusivité thermique des fibres non traitées en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique

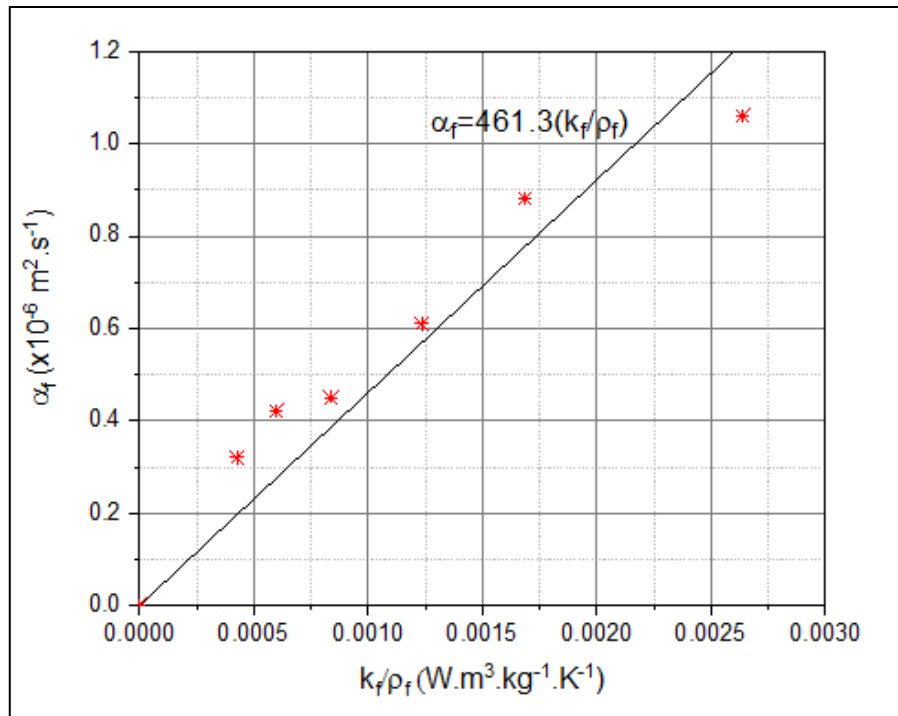


Figure 3.7: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T_1 en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique

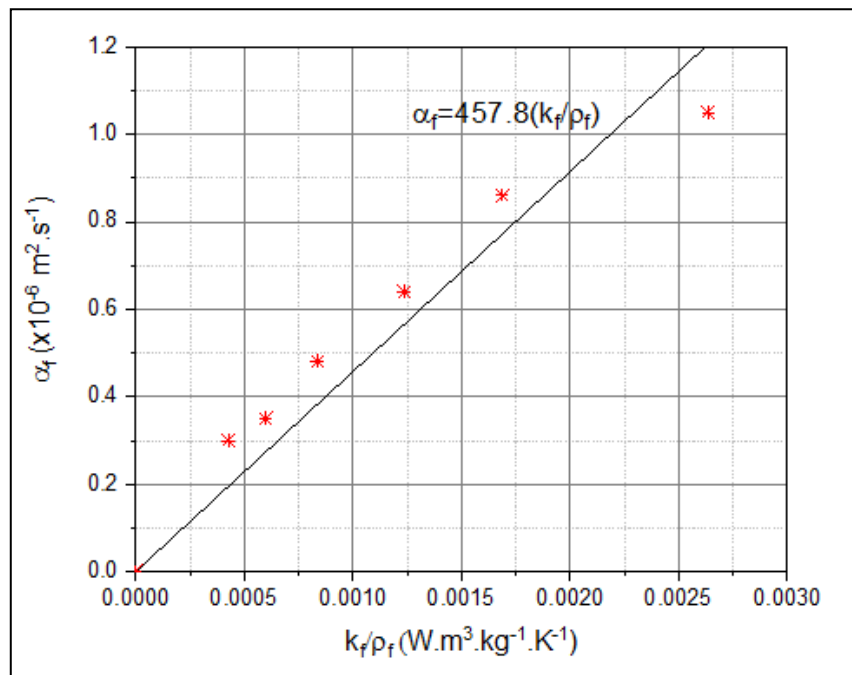


Figure 3.8: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T_2 en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique

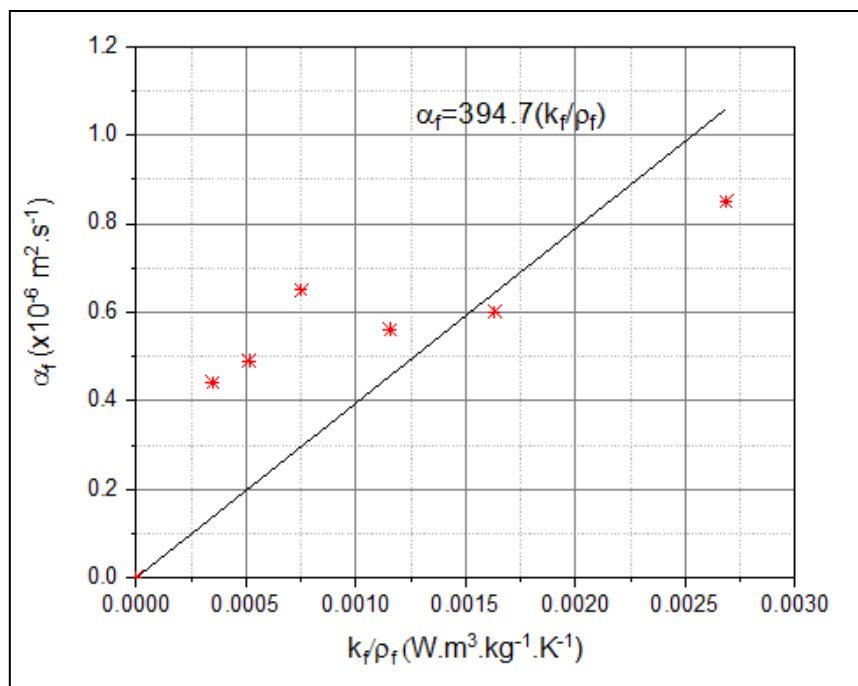


Figure 3.9: Diffusivité thermique des fibres traitées avec le traitement T_3 en fonction du rapport de la conductivité thermique et de la masse volumique

Tableau 3.5: Valeurs estimées de la capacité thermique massique des fibres de *Posidonia-Oceanica*

	NT	T_1	T_2	T_3
$C_{p,f}$ ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	2174	2169	2188	2533

3.5. Comparaison des fibres de *Posidonia-Oceanica* avec des matériaux d'isolation courants

La performance d'un matériau d'isolation est essentiellement liée à sa conductivité thermique, un bon isolant thermique est celui qui possède une conductivité thermique faible. Pour des conductivités comparables, il est de préférable que la capacité thermique soit élevée.

Une valorisation des fibres de *Posidonia-Oceanica* est envisagée pour la fabrication de matériaux d'isolation thermique pour le bâtiment. Pour cela, leurs propriétés thermiques (k_f et $C_{p,f}$) sont comparées à celles des matériaux classiquement utilisés pour l'isolation des bâtiments (Cf. Figures 3.10 et 3.11). Les valeurs de conductivité thermique et de la capacité thermique massique des matériaux d'isolation courants sont obtenues de la réglementation thermique en vigueur en France (Réglementation thermique, 2012).

L'examen des figures 3.10 et 3.11 permet de tirer les points suivants :

- Comparées à la laine de roche et à la laine de verre, les fibres *Posidonia-Oceanica* ont une conductivité thermique supérieure de 25% et une capacité thermique massique deux fois supérieure.
- Comparées au polystyrène expansé et au polystyrène extrudé, les fibres de *Posidonia-Oceanica* ont une conductivité thermique supérieure de 23% et une capacité thermique massique supérieure de 38%.
- Comparées au chanvre et à la cellulose, les fibres de *Posidonia-Oceanica* ont une conductivité thermique comparable et une capacité thermique massique supérieure de 30%.
- Comparées à la laine de bois, les fibres de *Posidonia-Oceanica* ont des conductivités thermiques plus faibles et des capacités thermiques comparables.

En conclusion, les propriétés thermiques des fibres naturelles cellulosiques de *Posidonia-Oceanica* sont comparables à celles du chanvre, de la cellulose et des laines de bois. Par conséquent, il apparaît que ce type de fibres peut être un bon candidat pour une utilisation comme isolant thermique dans le domaine du bâtiment.

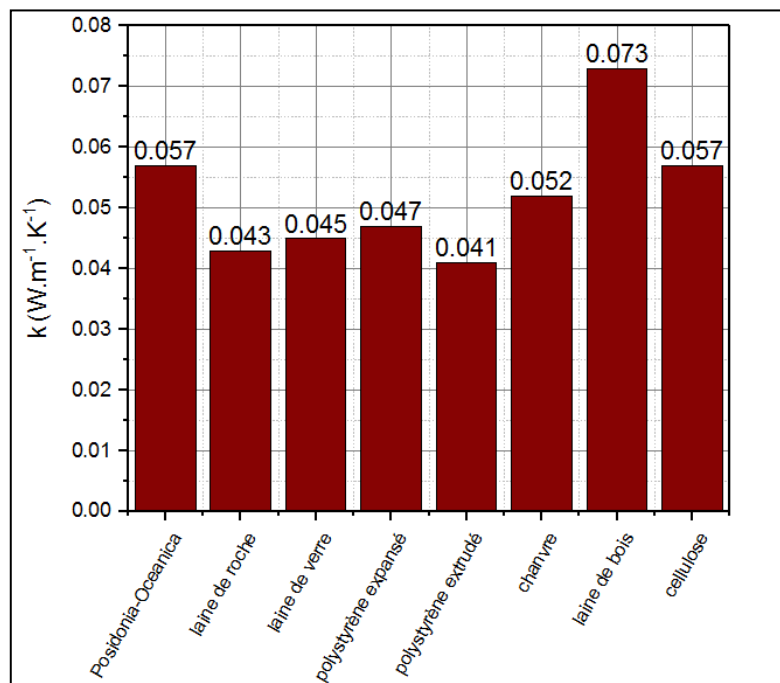


Figure 3.10: Comparaison de la conductivité thermique des fibres de *Posidonia-Oceanica* avec les conductivités thermiques des matériaux d'isolation courants

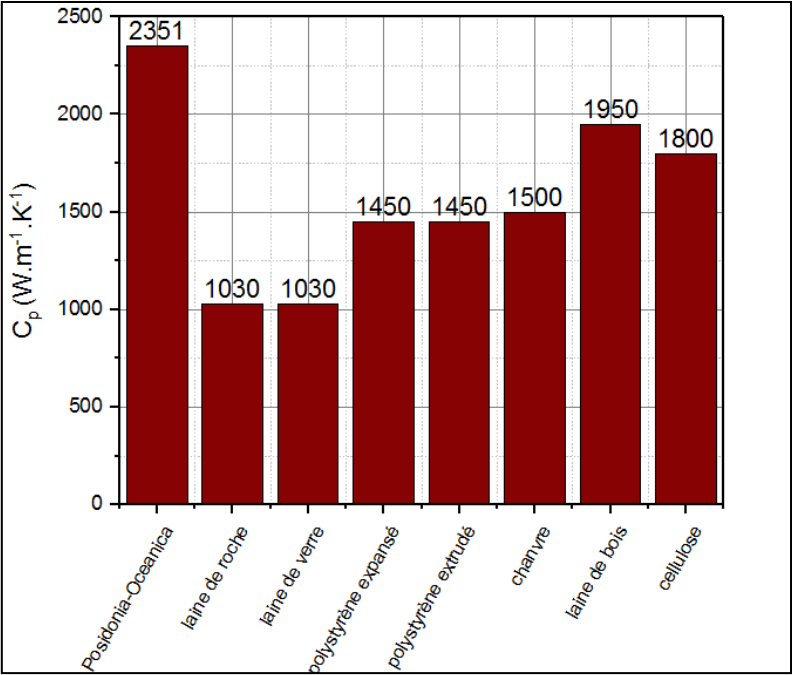


Figure 3.11: Comparaison de la capacité thermique massique des fibres de Posidonia-Oceanica avec les capacités thermiques massiques des matériaux d’isolation courants

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les propriétés thermiques des fibres de *Posidonia-Oceanica*. Les caractérisations effectuées ont permis de mettre en évidence l'effet de la densité des fibres et de traitements chimiques.

Dans un premier temps, nous avons observé que les fibres immergées dans la solution d'hydroxyde de sodium dans les conditions des traitements T₁ et T₂ ont des propriétés similaires à celles des fibres non traitées. Toutefois, une légère diminution de la conductivité thermique aux masses volumiques élevées et une augmentation de la capacité thermique massique ont été observées avec le traitement T₃.

Dans un second temps, nous avons trouvé que la conductivité thermique des fibres présente une masse volumique optimale qui donne la conductivité thermique minimale. Pour les masses volumiques supérieures, la conductivité thermique augmente par conduction. Pour les masses volumiques inférieures, la conductivité augmente rapidement par l'importance de l'effet du rayonnement. Par ailleurs, la diffusivité thermique augmente avec l'augmentation de la masse volumique.

La détermination des propriétés thermiques des fibres de *Posidonia-Oceanica* nous a permis de les comparer à celle des matériaux couramment utilisés pour l'isolation thermique des bâtiments. Il apparaît que ce type de fibres possède une conductivité thermique équivalente à celle d'autres isolants naturels, ce qui permet de garantir un niveau d'isolation important. Ces fibres possèdent une capacité thermique massique plus élevée, ce qui correspond à une inertie plus importante, propriété recherchée pour les matériaux de construction.

Nous concluons de nos résultats et analyses que les fibres de *Posidonia-Oceanica* possèdent des propriétés thermiques qui en font un bon candidat pour une utilisation comme isolant thermique dans le domaine du bâtiment. Ces fibres pourraient être utilisées de préférence traitées deux fois dans une solution d'hydroxyde de sodium de concentration 2% pendant 2 heures à une température de 80 °C (traitement T₃). Leur utilisation dans leur état brut est également intéressante.

Ainsi, ces fibres pourraient être utilisées seules en isolation rapportée pour le remplissage des parois. Ils peuvent être encore mélangées à des matériaux de construction (gypse, matériaux à matrice cimentaire...). Nous allons étudier dans les chapitres suivants le potentiel de la valorisation de ces fibres pour le renforcement des matrices cimentaires.

Chapitre 4 :

**Propriétés hygroscopiques des
composites de pâte cimentaire
renforcée par des fibres de Posidonia-
Oceanica**

Nomenclature

k : Conductivité thermique, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

ρ : Masse volumique, en $kg.m^{-3}$

α : Diffusivité thermique, en $m^2.s^{-1}$

D : Coefficient de diffusion, en $m^2.s^{-1}$

D^0 : Coefficient de diffusion d'humidité de la matrice, en $m^2.s^{-1}$

X : Teneur en eau, en %

X_{max} : Teneur en eau maximale, en %

X_i : Teneur en eau initiale, en %

X^* : Teneur en eau adimensionnelle

X^0_{max} : Teneur en eau maximale de la matrice, en %

t_s : Temps de séchage, en jours

t : Temps, en s

x : Position comptée à partir de la face d'échange, en mm

e : épaisseur de l'échantillon de composite, en mm

A_{eau} : Amplitude du pic relatif à l'eau en absorbance dans les spectres infrarouge, en %

$A_{silicates}$: Amplitude du pic relatif aux silicates en absorbance dans les spectres infrarouge, en %

$A_{carbonate\ de\ calcium}$: Amplitude du pic relatif au carbonate de calcium en absorbance dans les spectres infrarouge, en %

Introduction

Dans le domaine de l'habitat, la température n'est pas le seul facteur influençant le confort mais aussi l'humidité relative. De ce fait, le contrôle du niveau de l'humidité dans le bâtiment représente actuellement une problématique sérieuse.

L'étude des propriétés diffusives des matériaux de construction en général et du ciment contenant des fibres naturelles en particulier est intéressante pour traiter les problèmes de séchage et d'imprégnation.

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'étude des propriétés hygroscopiques des matériaux composites formés d'une pâte de ciment incluant des fibres de *Posidonia-Oceanica*. Dans un premier temps, nous présentons le suivi des spectres IR et des propriétés thermophysiques (masse volumique, conductivité thermique, diffusivité thermique) au cours du séchage.

Dans un second temps, nous présentons les résultats de mesure de la teneur en eau contenue dans les échantillons et mesurées sous différentes humidités relatives en utilisant la méthode des solutions salines. Ces mesures permettent de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans les matériaux étudiés. Les résultats permettent de mettre en évidence l'influence de la quantité des fibres de *Posidonia-Oceanica* et du traitement chimique sur les propriétés hygroscopiques des échantillons.

4.1. Séchage

Nous rappelons en préalable que la pâte de ciment et les composites cimentaires sont considérés durcis après 28 jours de séchage.

4.1.1. Suivi du séchage des composites cimentaires par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les échantillons de ciment et de composites sont analysés par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) en mode transmission. Ces analyses permettent d'identifier les fonctions chimiques présentes dans la pâte de ciment et les composites. Les spectres de la pâte de ciment et du composite cimentaire avec 20% de fibres sont respectivement présentés dans les figures 4.1 et 4.2. Les attributions des pics correspondants sont recensées dans le tableau 1. Les travaux de (Baron, 1980), (Gao, 1999), (Farcas, 2001) et (Socrates, 2004) constituent l'ensemble des ressources utilisées pour identifier l'origine des pics observés sur les spectres infrarouge.

En comparant le spectre de la pâte de ciment seule au spectre du composite, nous n'avons pas observé l'apparition de bandes supplémentaires relatives aux fibres pour la zone d'analyse considérée.

Ces analyses infrarouge sont également effectuées durant le cycle de séchage. Les bandes caractéristiques du ciment ne varient pas au cours du séchage. Néanmoins, l'amplitude des pics d'eau correspondant aux bandes 1650 cm^{-1} et 3650 cm^{-1} diminue. De ce fait, il a été choisi de calculer le rapport entre l'amplitude des pics liés à l'eau par rapport aux amplitudes des principaux pics de ciment. L'objectif est de suivre l'évolution de ce rapport en fonction de la durée du séchage des échantillons et d'identifier si cette évolution est monotone.

Trois pics ont été choisis comme pics de référence :

- Le pic d'absorption à 872 cm^{-1} (Carbonate de Calcium CaCO_3) ;
- Le pic d'absorption à 1393 cm^{-1} (Carbonate de Calcium CaCO_3) ;
- Le pic d'absorption à 1016 cm^{-1} (Silicates $(\text{CaO})_x\text{SiO}_2(\text{H}_2\text{O})_y$) .

Dans la suite de cette section, nous présentons l'évolution du pic d'absorption lié à l'eau situé à 1650 cm^{-1} . Les résultats obtenus sont transposables au cas du pic situé à 3650 cm^{-1} .

Les résultats correspondants (Cf. figures 4.3, 4.4 et 4.5) montrent que pour l'ensemble des échantillons, les amplitudes des pics liés à la présence d'eau diminuent au cours du temps. Toutefois, la corrélation entre ces amplitudes et le temps de séchage n'est pas nette vu la dispersion des valeurs obtenues. Une étude plus approfondie avec des mesures supplémentaires peut donc être entreprise pour déterminer cette relation.

Cette dispersion des résultats expérimentaux peut s'expliquer par :

- Un contact très imparfait entre le cristal du dispositif ATR et les échantillons qui sont poreux, granulaires et peu déformables.
- Une forte hétérogénéité des matériaux et la présence de zones d'hétérogénéités de taille importante par rapport à la taille de la zone d'analyse.

Les figures 4.3, 4.4 et 4.5 montrent également que le séchage de la pâte de ciment est plus rapide que celui des composites. En effet, les amplitudes normalisées pour la pâte de ciment diminuent rapidement aux temps courts (trois premiers jours) et tendent par la suite à être constantes. Dans le cas des composites, ces amplitudes diminuent de manière plus régulière au cours du séchage.

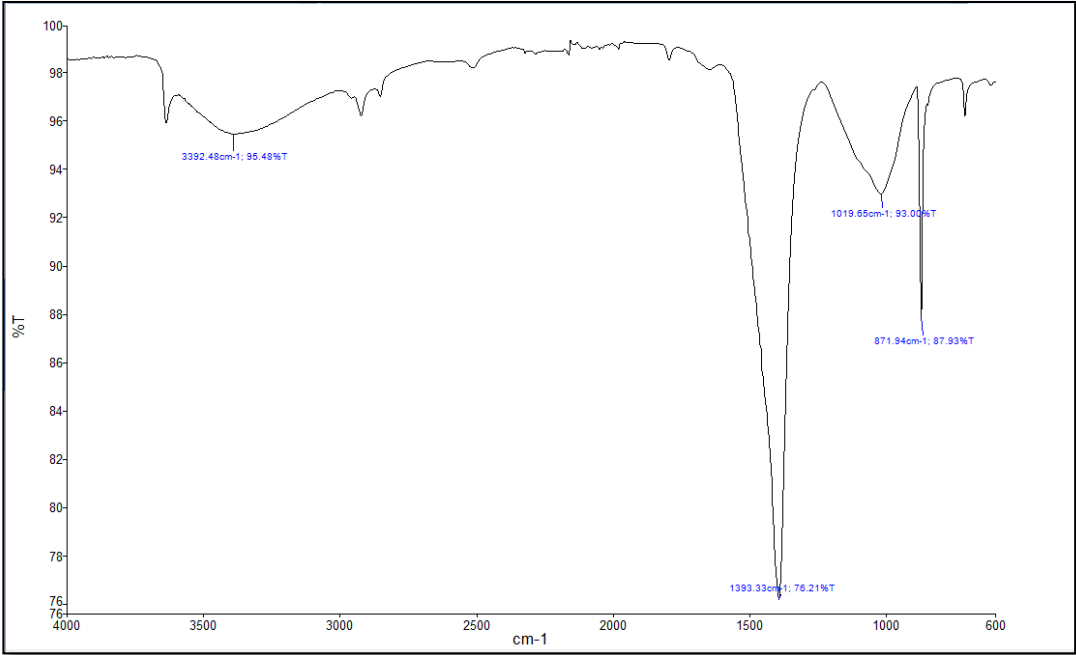


Figure 4.1: Spectre FTIR de la pâte de ciment (après 28 jours de séchage)

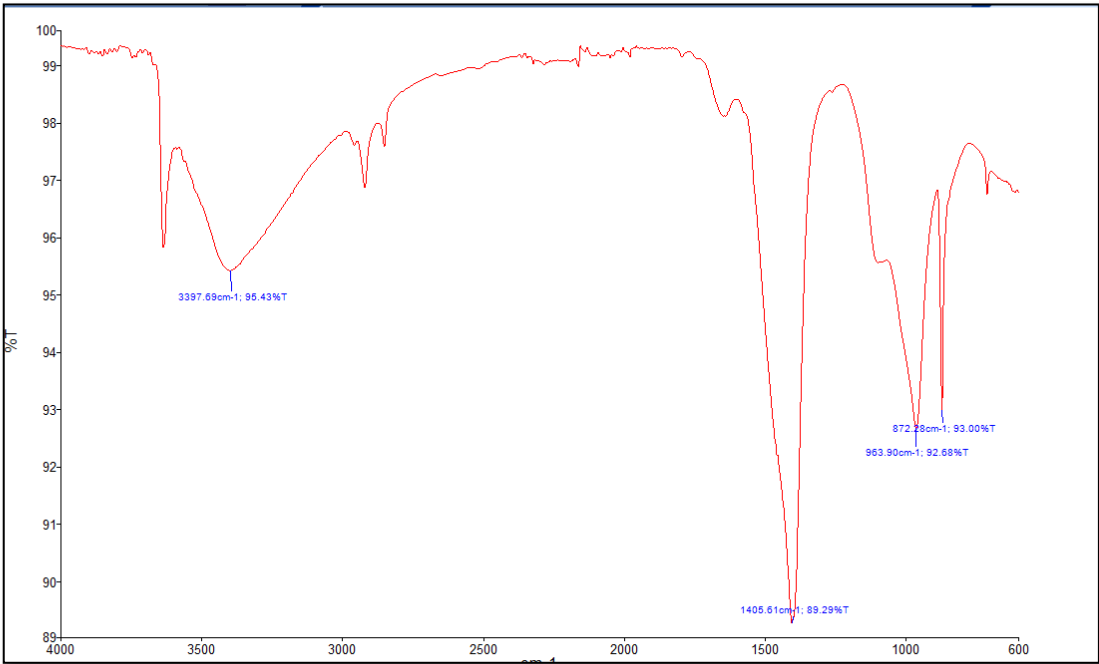


Figure 4.2: Spectre d'un composite : pâte de ciment avec 20% de fibres (après 28 jours de séchage)

Tableau 4.1: Analyse des spectres de la pâte de ciment durcie

Bande observée (cm^{-1})	Groupe ment fonctionnel associé	Constituant associé	Formule chimique
3358	OH	Portlandite	$Ca(OH)_2$
3650	OH	Eau contenue dans les hydrates	H_2O
1650	OH	Eau contenue dans les hydrates	H_2O
610	S-O	Sulfates	$SaSO_4$
1016	Si-O	Silicates	$(CaO)_xSiO_2(H_2O)_y$ (CSH)
872	C-O	Carbonate de calcium	$(CaCO_3)$
712	C-O	Carbonate de calcium	$(CaCO_3)$
1393	C-O	Carbonate de calcium	$(CaCO_3)$

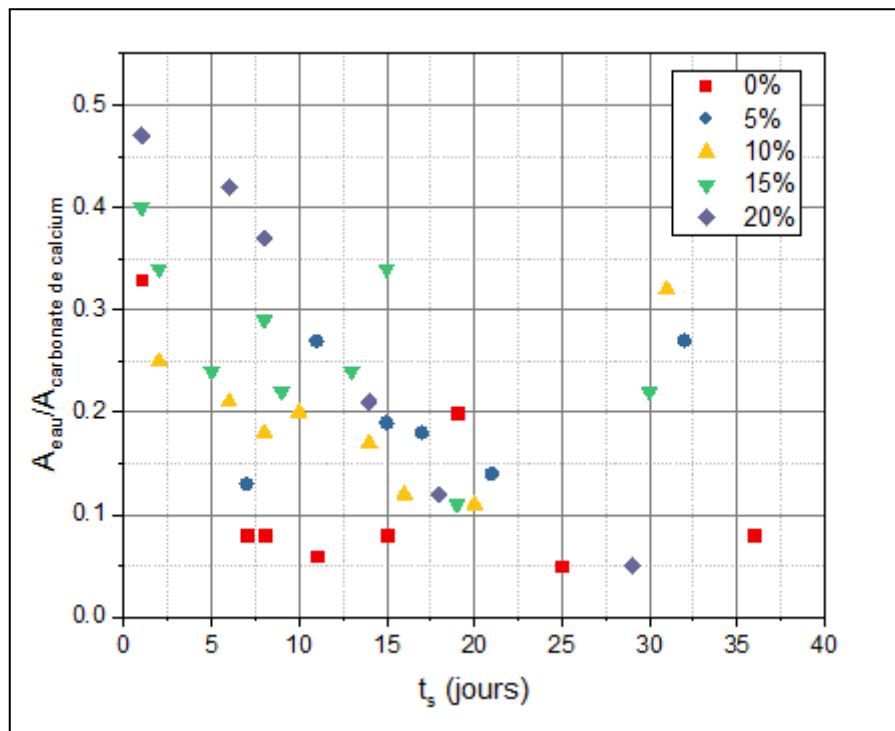


Figure 4.3: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau ($1650cm^{-1}$) et du pic lié au Carbonate de calcium $CaCO_3$ ($872 cm^{-1}$) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons

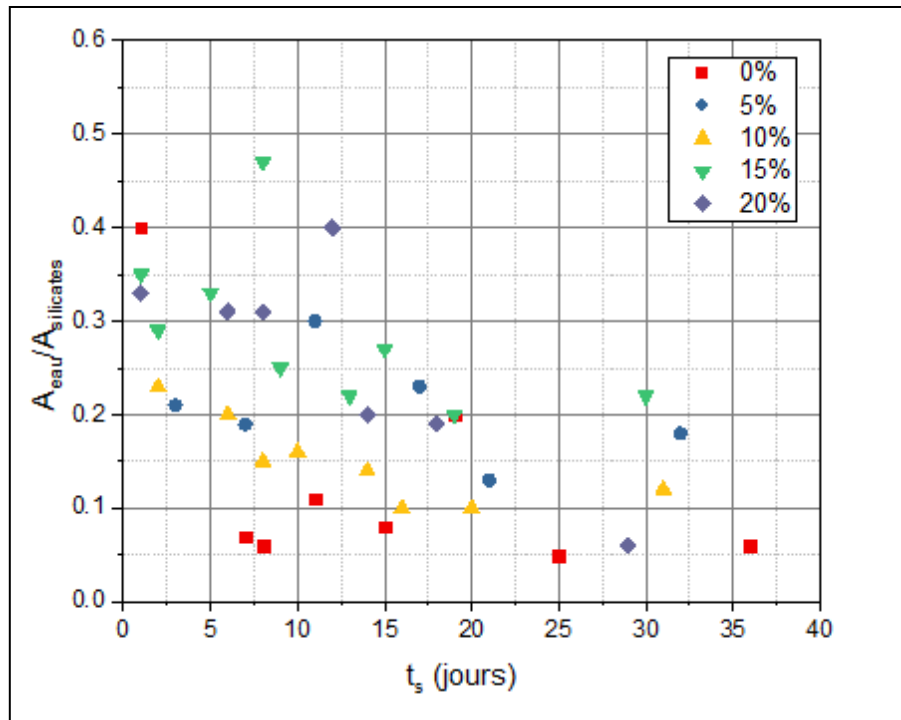


Figure 4.4: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau (1650cm^{-1}) et du pic lié au Silicates $(\text{CaO})_x\text{SiO}_2(\text{H}_2\text{O})_y$ (1016cm^{-1}) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons

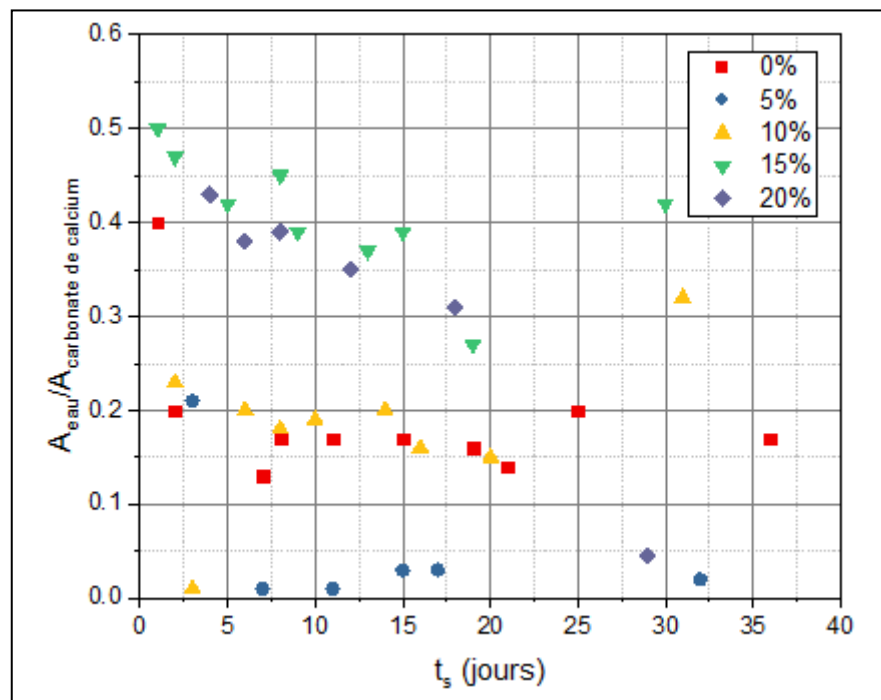


Figure 4.5: Rapport des amplitudes du pic lié à l'eau (1650cm^{-1}) et du pic lié au Carbonate de calcium CaCO_3 (1390cm^{-1}) en fonction du temps de séchage pour les différents échantillons

4.1.2. Effet du séchage des composites sur la masse volumique

La variation de la masse volumique en fonction de l'âge des éprouvettes est présentée dans la figure 4.6. Pour l'ensemble des échantillons, une diminution de la masse volumique est observée pendant le séchage. Ceci est dû à l'évaporation de l'eau de gâchage contenue dans le matériau. Cette réduction est plus rapide au cours des premiers jours et moins importante par la suite.

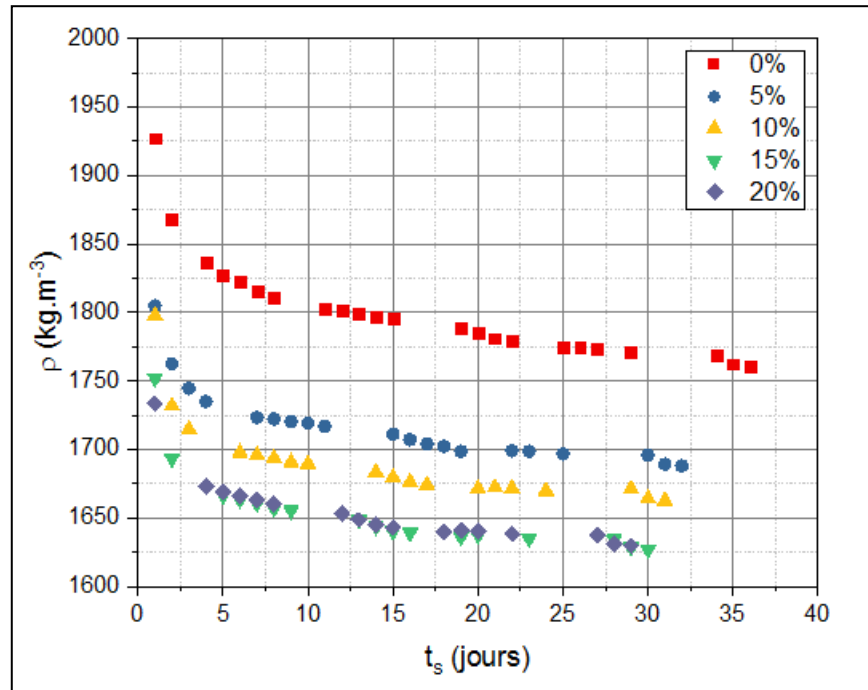


Figure 4.6: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction du temps de séchage

4.1.3. Effet du séchage des composites sur la conductivité thermique

L'évolution de la conductivité thermique au cours du séchage pour l'ensemble des échantillons est présentée dans la figure 4.7. Sans surprise, les valeurs de conductivité thermique en fonction du temps de séchage présentent la même allure que la masse volumique : une diminution rapide jusqu'au 10^{ème} jour et une variation moins importante durant le reste du cycle du séchage. L'eau de gâchage contenue dans l'échantillon est progressivement éliminée et les pores se remplissent d'air.

Malgré le fait que les échantillons aient été conservés dans un local à température et humidité relative constantes lors du séchage, il est probable qu'un gradient d'humidité soit présent à l'intérieur des échantillons. Lors des caractérisations (mesures de masse volumique et de conductivité thermique), l'hypothèse d'homogénéité de l'échantillon n'est de ce fait pas garantie. Cependant, les échantillons possédant des dimensions similaires et des propriétés physiques du

même ordre de grandeur, il est supposé que leurs comportements respectifs peuvent être étudiés de manière comparative.

Généralement, il existe des corrélations entre les variations relatives de la conductivité thermique en fonction des variations relatives de la masse volumique des composites (Ibos, 2012). Dans ce travail, ce type de corrélation est observé pour les composites en fonction de la quantité de fibres. Ceci sera ultérieurement présenté dans le chapitre 5. La mise en évidence de ce type de corrélation est testée également pour les variations relatives de conductivité thermique et de masse volumique lors du séchage. Le résultat est présenté sur la figure 4.8 pour tous les échantillons étudiés. La corrélation entre ces données existe mais elle est moins nette dans ce cas.

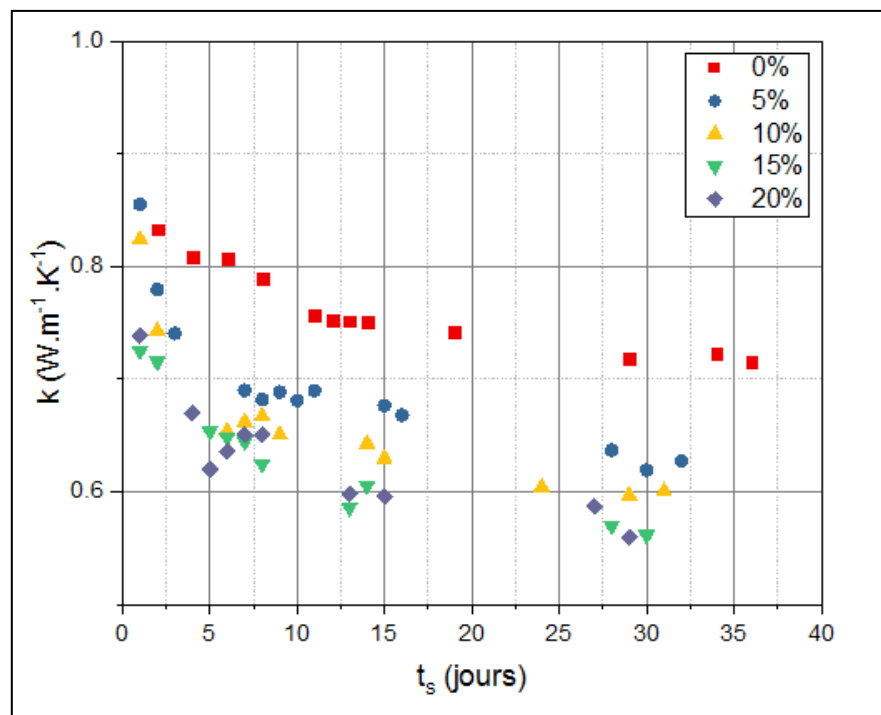


Figure 4.7: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction du temps de séchage

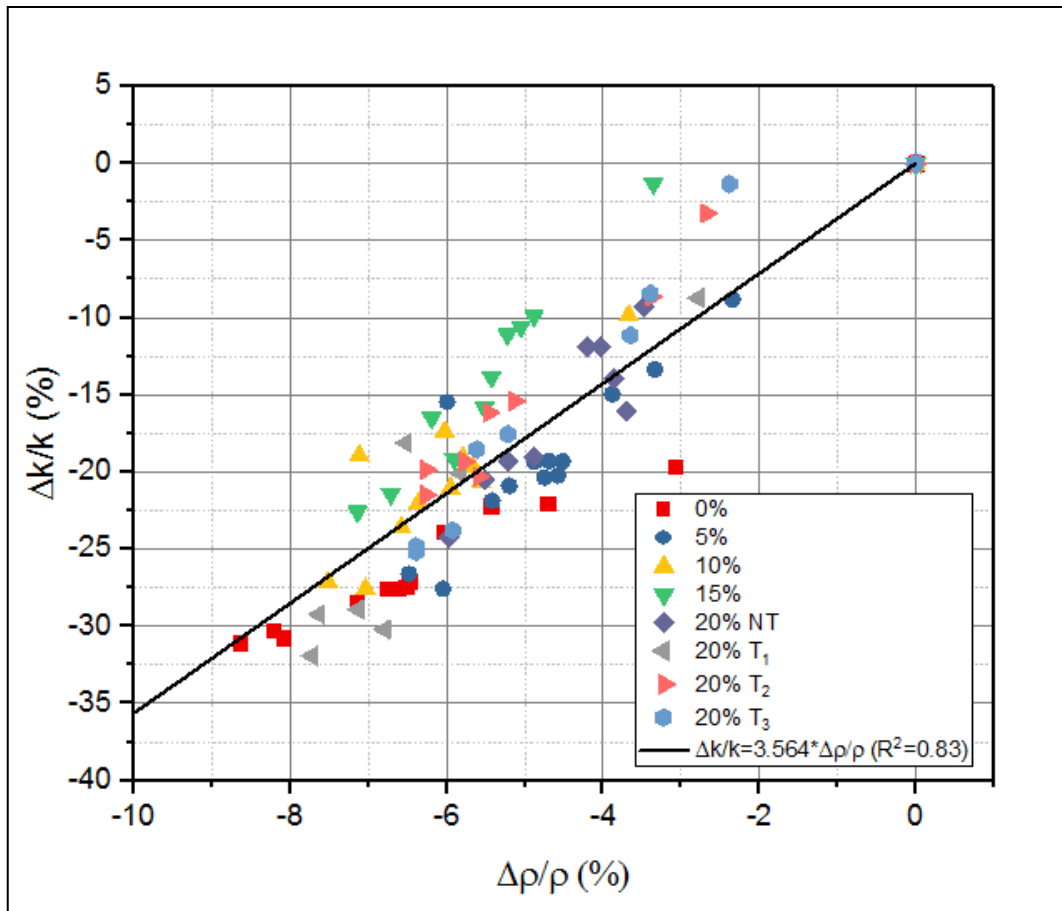


Figure 4.8: Variations relatives de la conductivité thermique en fonction de la variation relative de la masse volumique des composites ; prise en compte des variations de propriétés lors du séchage pour l'ensemble des échantillons

4.1.4. Effet du séchage des composites sur la diffusivité thermique

La figure 4.9 regroupe les valeurs de diffusivité thermique α en fonction du temps de séchage. La matrice seule présente le même comportement que la masse volumique et la conductivité thermique. Cependant, pour tous les composites incluant des fibres la diffusivité thermique est quasi-constante au cours du temps.

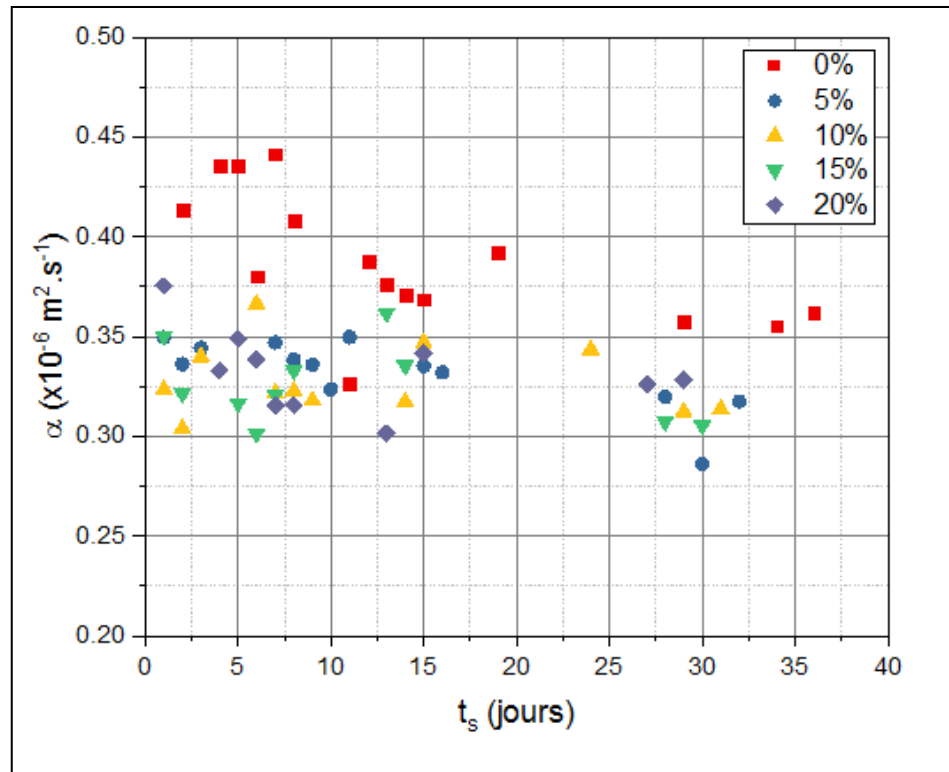


Figure 4.9: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction du temps de séchage

4.2. Absorption d’humidité

4.2.1. Effet de la fraction volumique des fibres sur l’absorption de l’humidité des composites

Les teneurs en eau en fonction du temps des différents échantillons placés sous les conditions d’humidité 55%, 76% et 86% sont illustrées respectivement dans les figures 4.10, 4.11 et 4.12.

Il en ressort que les valeurs de la teneur en eau augmentent au cours du temps. Ceci est attendu car les échantillons sont conditionnés dans des environnements à humidité relative élevée. Comme attendu également, la prise d’eau est très rapide aux temps courts (ici durant les deux premiers jours) et ralentit par la suite pour tendre vers une stabilisation aux temps les plus longs. Nous pouvons également noter les teneurs en eau augmentent avec la teneur en fibres et en fonction de l’Humidité Relative dans laquelle est placé le matériau.

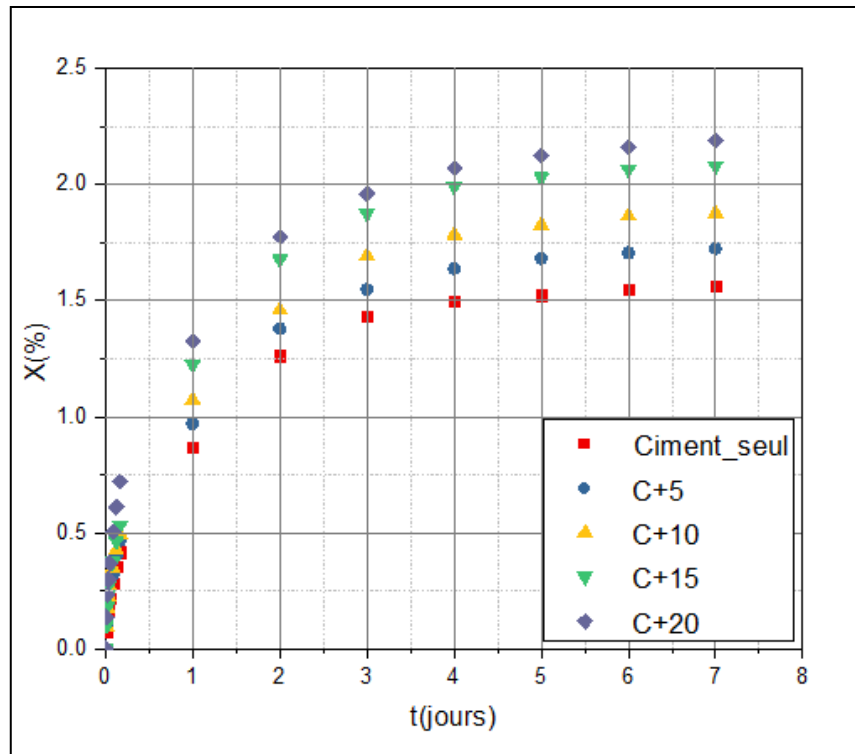


Figure 4.10: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 55%

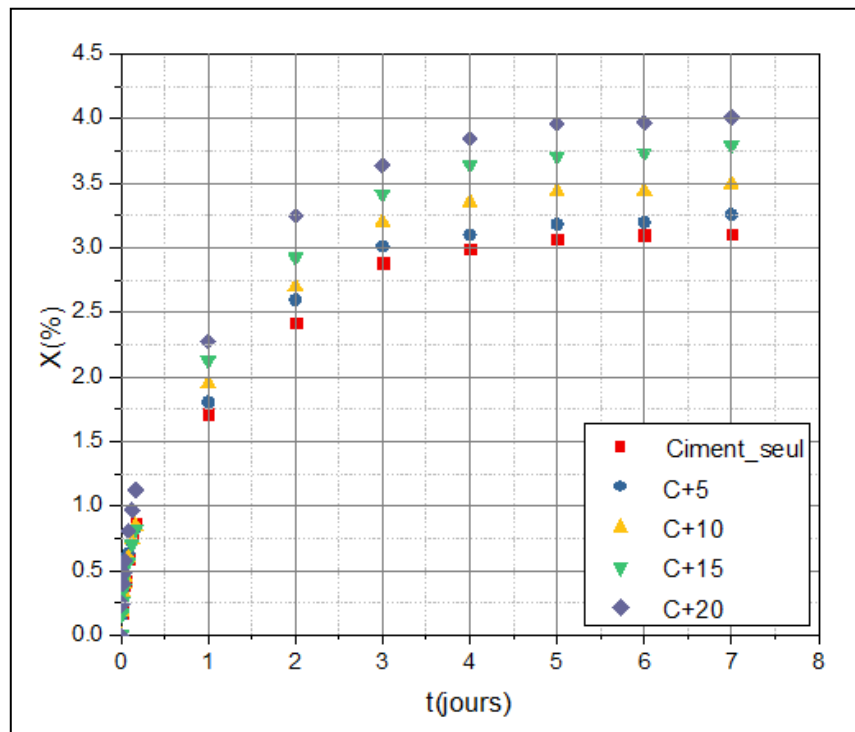


Figure 4.11: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 76%

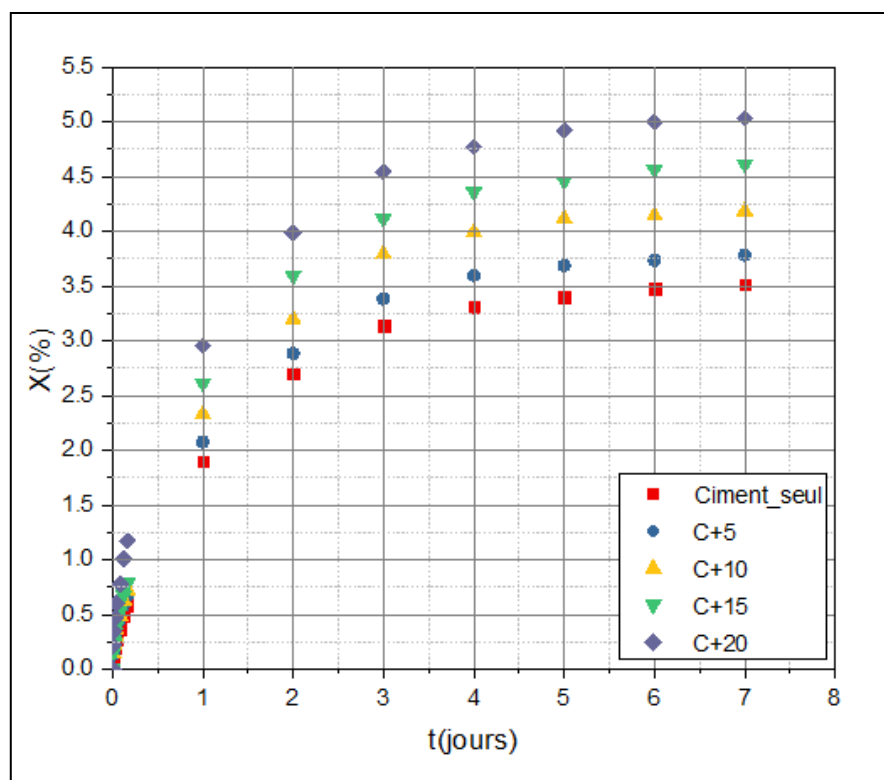


Figure 4.12: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et de la fraction volumique en fibres pour une humidité relative de 86%

4.2.2. Effet du traitement chimique des fibres sur l'absorption de l'humidité des composites

Nous présentons dans les figures 4.13, 4.14 et 4.15 la variation des teneurs en eau en fonction du temps pour les différents traitements chimiques et pour les humidités relatives 55%, 76% et 86%. Nous ne notons pas de différences notables entre les traitements chimiques.

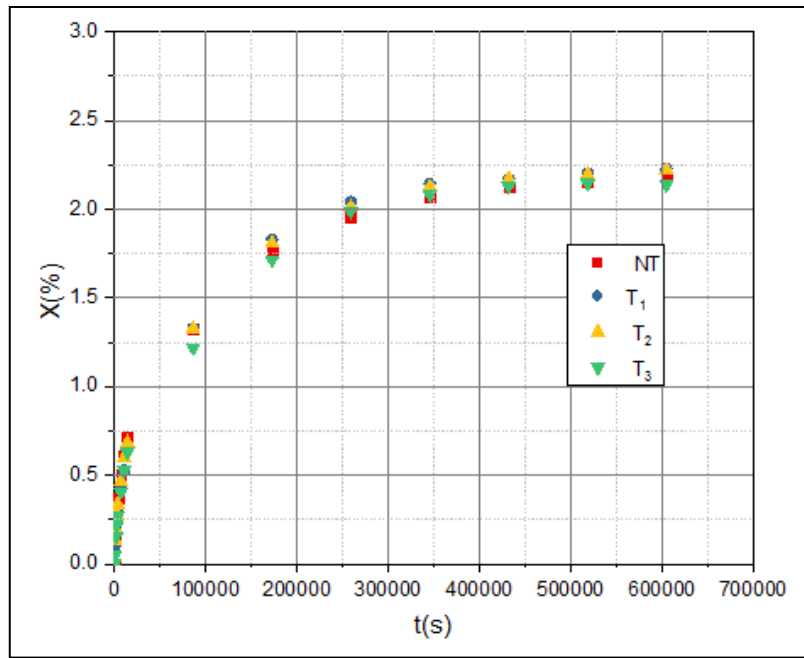


Figure 4.13: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 55%

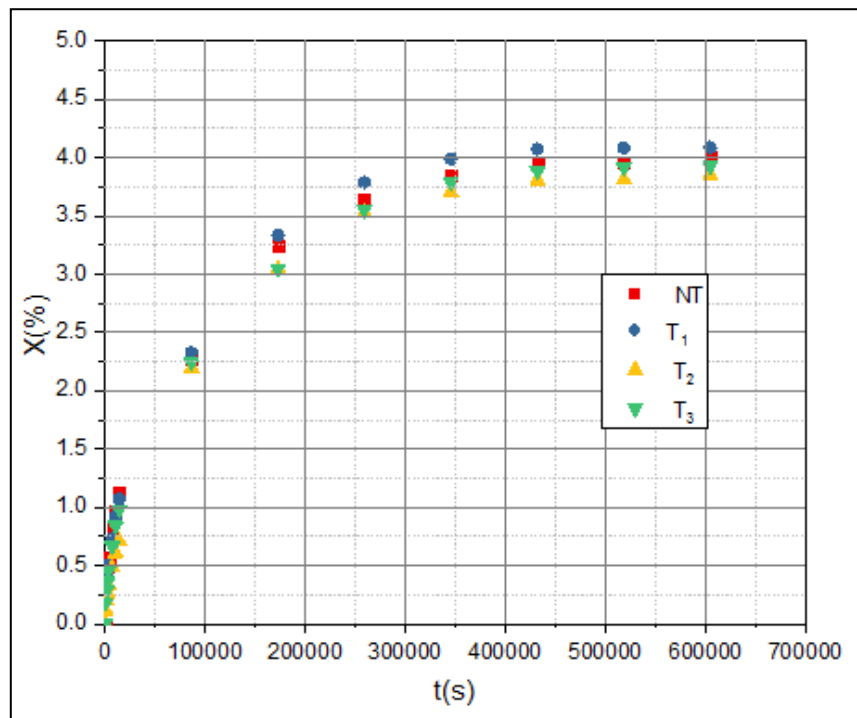


Figure 4.14: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 76%

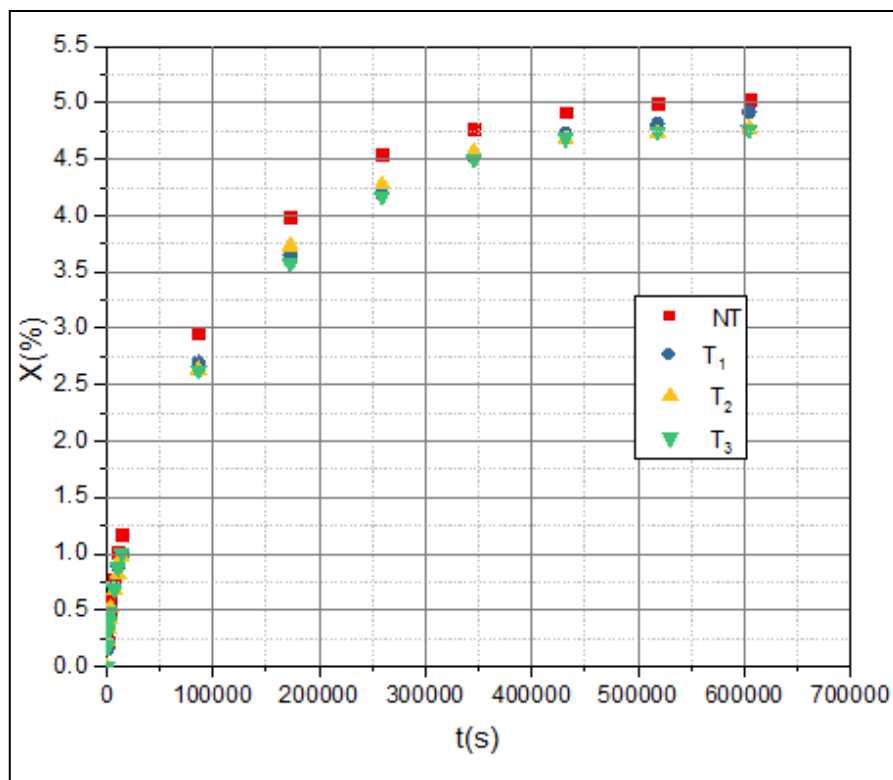


Figure 4.15: Évolution de la teneur en eau des composites en fonction du temps et du traitement chimique des fibres pour une humidité relative de 86%

4.2.3. Teneur en eau maximale

La teneur en eau maximale est la teneur en eau pour laquelle l'échantillon est en équilibre avec le milieu ambiant. Ce processus nécessite des temps longs. Ces temps peuvent durer plusieurs semaines voire plusieurs mois. Néanmoins, afin de pouvoir quantifier la variation de la teneur en eau en fonction de la quantité des fibres, nous avons considéré que la teneur en eau maximale X_{max} est atteinte après une semaine d'absorption de l'eau. Nous présentons dans la figure 4.16, les valeurs de X_{max} en fonction de la fraction volumique des fibres dans les trois conditions d'humidité que nous testons.

L'examen de la figure 4.16 montre que la teneur en eau maximale augmente avec l'ajout de fibres. Ce résultat est attendu vu le caractère hydrophile des fibres naturelles. En effet, l'ajout d'une fraction volumique de fibres augmente de 20% la teneur en eau maximale de :

- 40% pour les échantillons conservés dans la solution de $CaNO_3, 4H_2O$ ($HR= 55\%$) ;
- 29% pour les échantillons conservés dans la solution de $NaCl$ ($HR= 76\%$);
- 43% pour les échantillons conservés dans la solution de KCl ($HR= 86\%$).

Par ailleurs, pour les trois ambiances utilisées, la teneur en eau maximale augmente linéairement avec la fraction volumique en fibres.

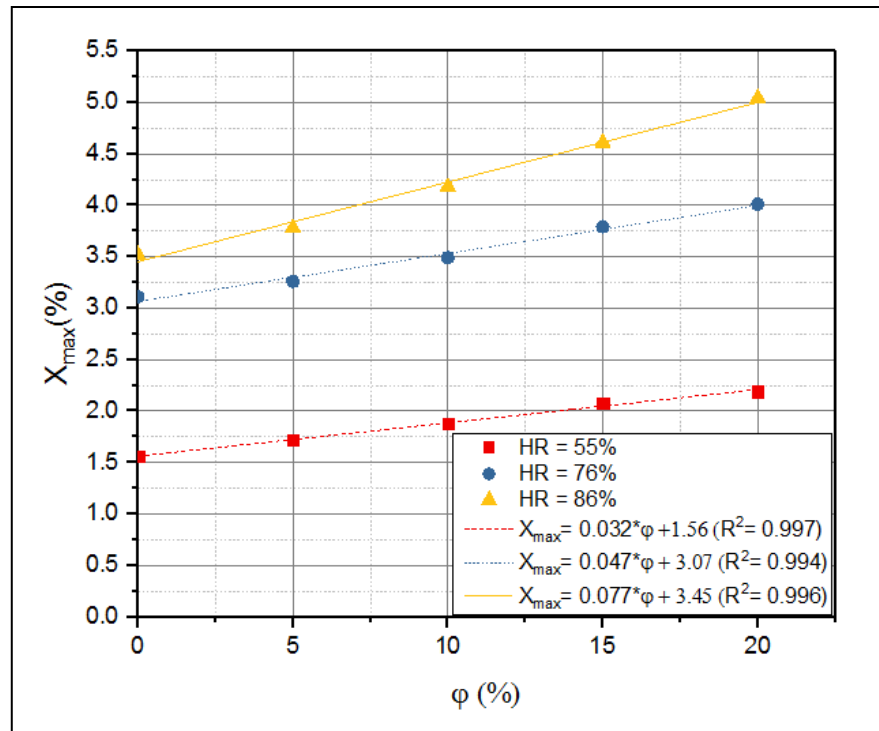


Figure 4.16: Teneur en eau maximale relevée au bout de 7 jours en fonction de la fraction volumique des fibres pour les différentes conditions d'humidité

4.2.4. Détermination du coefficient de diffusion massique

Le coefficient de diffusion massique est un paramètre physique phénoménologique lié au transfert de la matière dans un milieu poreux. Il représente l'aptitude de l'eau à migrer dans un matériau sous l'effet d'un gradient de pression totale, de pression partielle de vapeur ou de température. Sa détermination est basée sur la collecte et l'analyse des données expérimentales.

Dans cette partie, nous nous proposons de déterminer le coefficient de diffusion massique D en régime transitoire à partir des résultats de mesures de la teneur en eau en fonction du temps des composites étudiés dans un environnement à humidité relative contrôlée présentés ci-dessus. Ce coefficient est identifié à travers deux méthodes utilisées dans la référence (Agoua, 2001).

Ces méthodes considèrent les hypothèses simplificatrices suivantes :

- le régime est transitoire ;
- le transfert est monodirectionnel selon l'épaisseur de l'échantillon ;

- le coefficient de diffusion D est constant ;
- le milieu est semi infini.

Toutes les méthodes d'identification du coefficient de diffusion D partent de l'équation suivante :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D \times \frac{\partial^2 X}{\partial^2 x} \quad (4.1)$$

x et t définissent respectivement la position selon la direction de l'épaisseur de l'échantillon et le temps.

Nous définissons la teneur en eau adimensionnelle X^* en fonction de la teneur en eau maximale X_{max} et la teneur en eau initiale (à $t = 0$) X_i comme suit :

$$X^* = \frac{X - X_{max}}{X_{max} - X_i} \quad (4.2)$$

L'équation (4.1) peut s'écrire :

$$\frac{\partial X^*}{\partial t} = D \times \frac{\partial^2 X^*}{\partial^2 x} \quad (4.3)$$

En se référant à la figure 4.17, les conditions aux limites sont :

$$\text{À } t = 0, \text{ quelque soit } x, X^* = 0 \text{ et pour } t > 0, X^*(x=0) = 1 \quad (4.4)$$

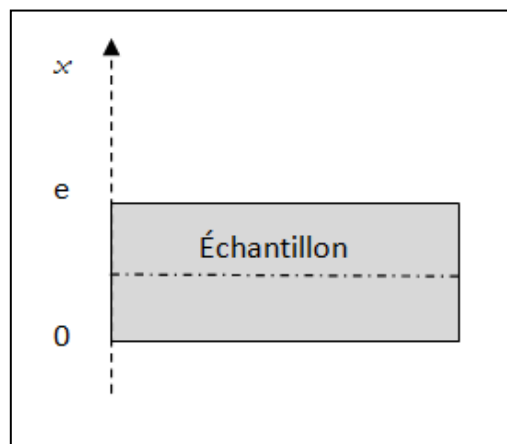


Figure 4.17: Configuration géométrique de l'échantillon

- **Méthode 1**

L'équation (4.3) à deux variables peut se réduire en une équation à une seule variable en faisant le changement de variable suivant :

$$\eta = \frac{x}{\sqrt{4Dt}} \quad (4.5)$$

L'équation (4.3) associée aux conditions limites (4.4) devient :

$$\frac{\partial^2 X^*}{\partial \eta^2} + 2\eta \frac{\partial X^*}{\partial \eta} = 0 \quad (4.6)$$

Cette équation différentielle possède une solution analytique aux temps courts. Cette solution nous enseigne en particulier que la teneur en eau adimensionnelle X^* varie en fonction de la racine carré du temps \sqrt{t} comme suit :

$$X^*(t) = \frac{4}{e} \sqrt{\frac{D}{\pi}} \sqrt{t} \quad (4.7)$$

Le coefficient de diffusion D est donc déterminé à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe des mesures expérimentales de X^* en fonction de \sqrt{t} connaissant la valeur de l'épaisseur de l'échantillon e (égale à 10 mm dans notre cas).

Un exemple de courbe expérimentale de la teneur en eau adimensionnelle X^* en fonction de la racine carrée du temps est illustré dans la figure 4.18.

- **Méthode 2**

Pour cette méthode, l'échantillon est considéré comme une plaque infinie d'épaisseur e . La condition aux limites (4.4) est ainsi imposée sur les deux faces de l'échantillon : La teneur en eau tend vers sa valeur maximale sur les deux faces de l'échantillon. Nous avons donc (Cf. figure 4.17):

$$\text{Pour } t > 0, X^*(x=0) = 1 \text{ et } X^*(x=e) = 1 \quad (4.8)$$

Une solution analytique du système d'équations (4.3) et (4.8) est connue (Crank, 1979). Cette solution est la suivante :

$$X^*(x, t) = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{4}{(2n+1)\pi} \exp \left[- \left(\frac{(2n+1)\pi}{e} \right)^2 Dt \right] \sin \left(\frac{(2n+1)\pi}{e} x \right) \quad (4.9)$$

L'intégration sur l'épaisseur totale de l'équation (4.5) donne :

$$X^*(t) = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2 \pi^2} \exp \left[- \left(\frac{(2n+1)\pi}{e} \right)^2 Dt \right] \quad (4.10)$$

Par ailleurs, aux temps longs, les contributions d'ordre n élevés sont minoritaires du fait de la présence des exponentielles. Ainsi, nous pouvons retenir uniquement le premier terme et nous obtenons l'équation asymptotique suivante :

$$X^*(t) = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp \left[- \left(\frac{\pi}{e} \right)^2 Dt \right] \quad (4.11)$$

Le coefficient D est tiré à partir de la formule suivante :

$$D = \frac{1}{t_{0.5}} \frac{e^2}{\pi^2} \operatorname{Ln} \left(\frac{16}{\pi^2} \right) \quad (4.12)$$

Le coefficient de la diffusion D est déterminé selon l'équation (4.12) à l'aide du temps de demi-montée ou encore appelé temps de demi-adsorption.

Un exemple de courbe expérimentale de la teneur en eau adimensionnelle X^* en fonction du temps utilisée pour la détermination du temps de la demi-montée $t_{0.5}$ est présentée dans la figure 4.19.

Les tableaux 4.2 et 4.3 récapitulent les valeurs du coefficient de diffusion massique D des divers échantillons à partir des deux méthodes et pour les trois humidités relatives. Les valeurs du coefficient d'humidité sont du même ordre de grandeur ($10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) quels que soient le taux de fibres, le traitement chimique et les conditions. Ce coefficient augmente légèrement avec l'augmentation de la fraction volumique des fibres. Cette augmentation est de 3 à 9% avec la méthode 1 et de 6 à 8% avec la méthode 2. Cependant, nous constatons plus de dispersions entre les méthodes et les conditions de mesures qu'entre les fractions volumiques des fibres.

La dispersion des valeurs de D obtenues pour la méthode 2 provient probablement de l'imprécision sur la valeur du temps de demi-montée qui nécessite un échantillonnage temporel court. Il est donc probable que la méthode 1 soit la plus précise dans ce cas d'étude.

Par la suite, nous ne considérerons donc que les résultats de la méthode 1.

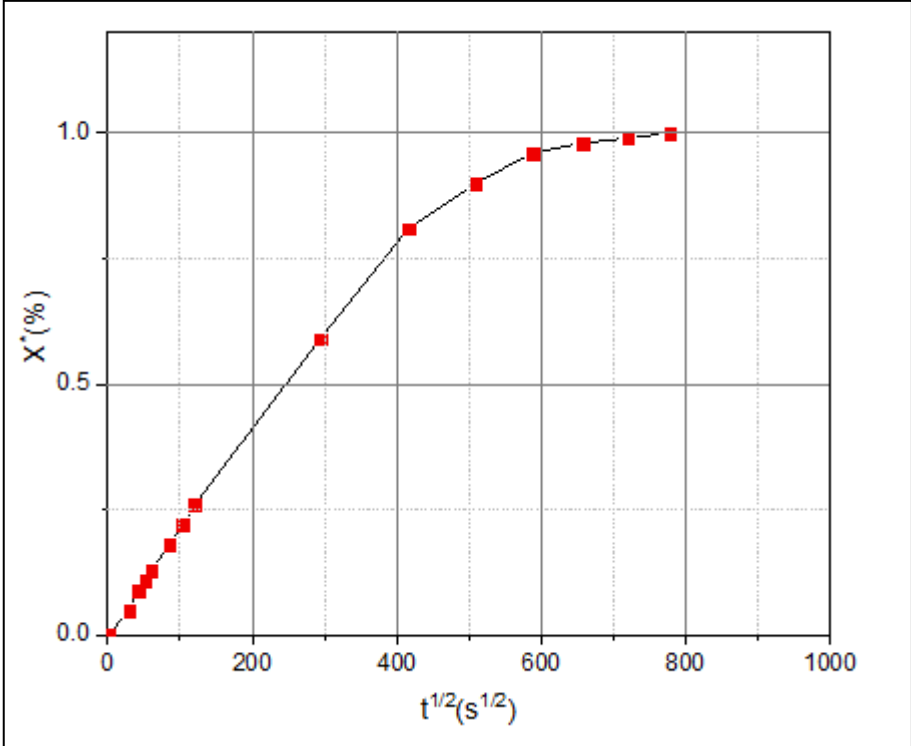


Figure 4.18: Teneur en eau adimensionnelle en fonction de la racine carrée du temps : données relatives à l'échantillon de composite avec 15% de fibres, HR 55%

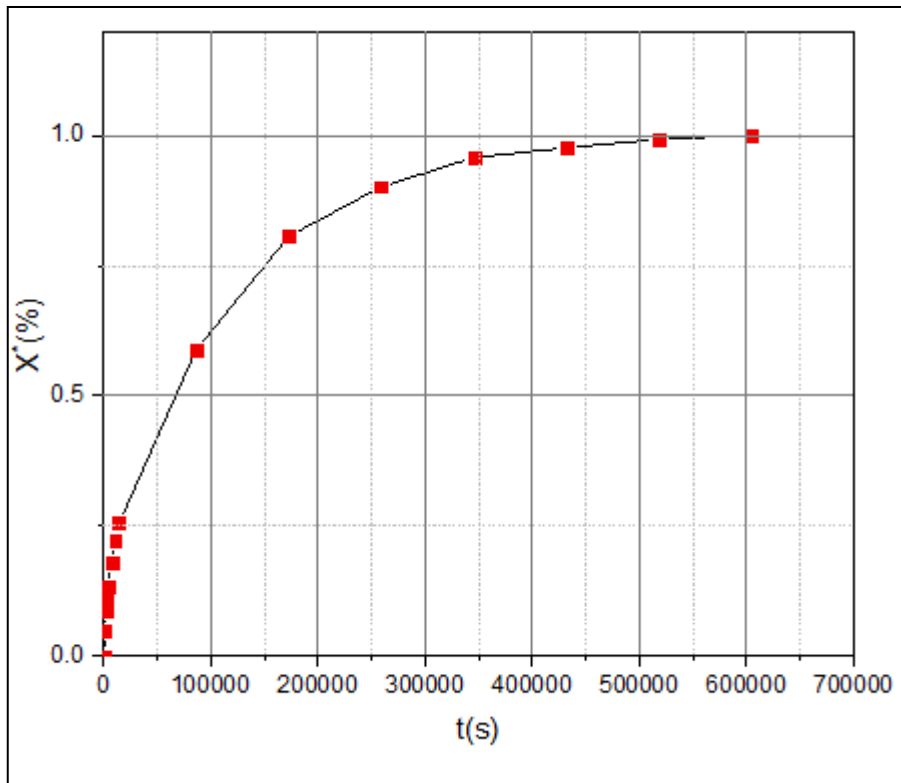


Figure 4.19: Teneur en eau adimensionnelle en fonction du temps : données relatives à l'échantillon de composite avec 15% de fibres, HR 55%

Tableau 4.2: Coefficient de diffusion massique des composites par la méthode 1

φ (%)	D ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)			Moyenne ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Ecart type ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)
	HR = 55%	HR = 76%	HR = 86%		
0%	6.3	6.25	6.05	6.20	0.13
5%	6.38	6.28	6.06	6.24	0.16
10%	6.38	6.31	6.45	6.38	0.07
15%	6.48	6.36	6.45	6.43	0.06
20% NT	6.86	6.43	6.51	6.60	0.23
20% T1	6.76	6.45	6.25	6.49	0.26
20% T2	6.77	6.45	6.47	6.56	0.18
20% T3	6.45	6.45	6.38	6.43	0.04

Tableau 4.3: Coefficient de diffusion massique des composites par la méthode 2

ϕ (%)	D ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)			Moyenne ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Ecart type ($\times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)
	HR = 55%	HR = 76%	HR = 86%		
0%	7.02	6.89	6.13	6.7	0.48
5%	7.2	6.47	6.22	6.6	0.51
10%	7.42	6.78	6.31	6.8	0.56
15%	7.38	6.74	6.42	6.8	0.49
20% NT	7.46	7.32	6.65	7.1	0.43
20% T1	7.66	7.36	6.22	7.1	0.76
20% T2	7.51	7.37	6.24	7	0.70
20% T3	7.3	6.85	6.24	6.8	0.53

Nous récapitulons les résultats de l'effet de la teneur en fibres et du traitement chimique sur les composites d'un point de vue hydrique. Pour une meilleure comparaison des échantillons entre eux, les valeurs du coefficient de diffusion d'humidité et la teneur en eau maximale ont été normalisées au coefficient de diffusion d'humidité et de teneur en eau de la matrice. Nous traçons sur les figures 4.20 et 4.21 les variations relatives pour l'ensemble des échantillons pour les différentes conditions d'humidité.

Les variations relatives D/D_0 et X_{max}/X_{max}^0 augmentent avec l'ajout de fibres. Les variations relatives de la teneur en eau maximale sont plus importantes que les variations relatives du coefficient de diffusion. L'ajout de fibres influence plus les propriétés d'absorption d'eau que celles de diffusion.

Pour les traitements chimiques T₁, T₂ et T₃, sous les conditions d'humidité 55%, 76% et 86% les teneurs en eau relatives se situent autour de 1. Le traitement chimique n'a donc pas d'effet significatif sur l'absorption et la diffusion d'eau dans les composites contrairement à ce que nous attendions avec l'élimination d'une partie de la lignine lors du traitement chimique des fibres.

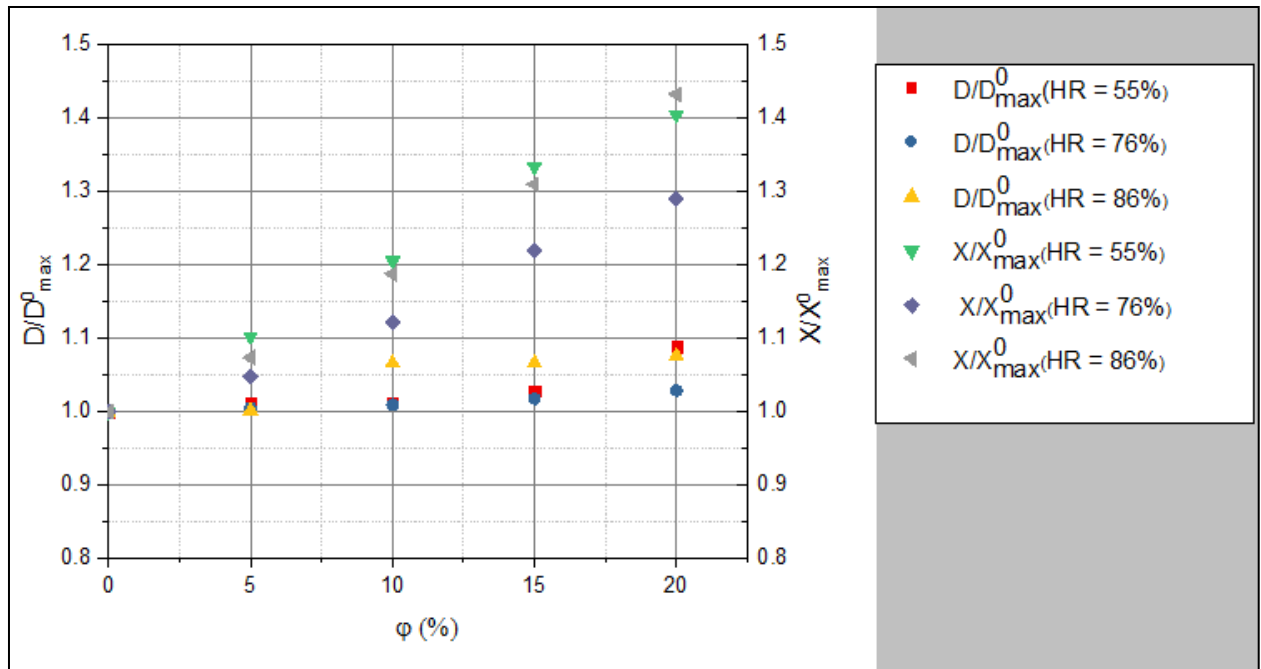


Figure 4.20: Variations relatives du coefficient de diffusion et la teneur en eau maximale pour l'ensemble d'échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres et de l'humidité relative

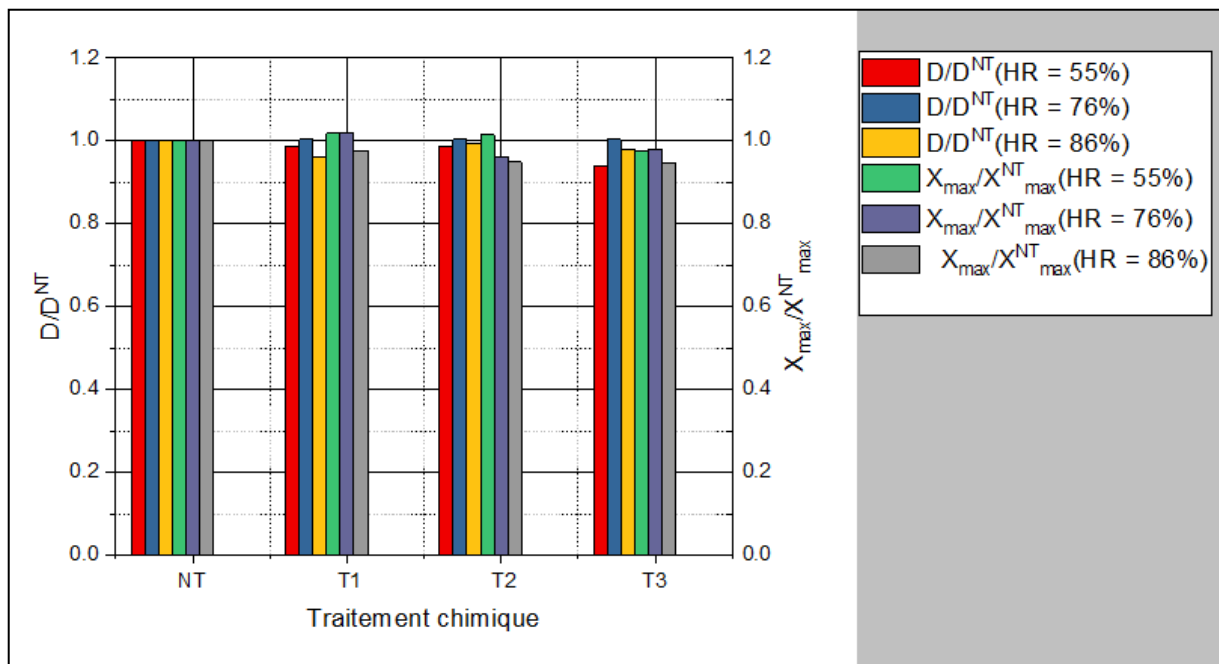


Figure 4.21: Variations relatives du coefficient de diffusion et la teneur en eau maximale pour l'ensemble d'échantillons en fonction du traitement chimique des fibres et de l'humidité relative

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons particulièrement mis l'accent sur l'effet de l'ajout de fibres de *Posidonia-Oceanica* sur les propriétés hygroscopiques des matrices cimentaires. Au cours du cycle de séchage, les valeurs des propriétés thermophysiques diminuent jusqu'à stabilisation au bout de 28 jours. Les spectres infrarouge étudiés montrent que l'ajout de fibres modifie la cinétique de séchage du ciment. Celle-ci est bien ralentie.

Nous avons également étudié dans ce chapitre la cinétique d'absorption d'eau sous les humidités relatives 55%, 78% et 86% et déterminé le coefficient de diffusion. Les résultats révèlent que la teneur en eau augmente rapidement pendant les premiers jours et tend par la suite vers une valeur d'équilibre. Il apparaît que cette valeur d'équilibre augmente avec l'humidité relative. Enfin, le coefficient de diffusion augmente légèrement avec la quantité de fibres. Ce qui fait que l'ajout de fibres dans la pâte de ciment permet de réguler le taux d'hygrométrie du matériau dans son application envisagée dans l'habitat : sa capacité à absorber et à restituer l'humidité est légèrement augmentée. En contrepartie, cette propriété peut affecter la durabilité du matériau.

Dans le chapitre suivant, nous nous intéressons à la caractérisation thermique et mécanique des composites objets de notre étude à l'état durci.

Chapitre 5 :

**Propriétés thermiques et
mécaniques des composites de pâte
cimentaire renforcée par des fibres
de *Posidonia-Oceanica***

Nomenclature

k : Conductivité thermique, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_H : Conductivité thermique homogénéisée, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_m : Conductivité thermique de la matrice, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_f : Conductivité thermique des fibres, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_{h1} : Conductivité thermique dans le volume V_2 , en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_{h2} : Conductivité thermique dans le volume V_3 , en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_{inf} : Conductivité thermique de la borne inférieure, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

k_{sup} : Conductivité thermique de la borne supérieure, en $W.m^{-1}.K^{-1}$

C_p : Capacité thermique massique, en $J.kg^{-1}.K^{-1}$

$C_{p,H}$: Capacité thermique massique homogénéisée , en $J.kg^{-1}.K^{-1}$

$C_{p,f}$: Capacité thermique massique des fibres , en $J.kg^{-1}.K^{-1}$

$C_{p,m}$: Capacité thermique massique de la matrice , en $J.kg^{-1}.K^{-1}$

α : Diffusivité thermique, en $m^2.s^{-1}$

ρ : Masse volumique, en $kg.m^{-3}$

ρ_H : Masse volumique homogénéisée, en $kg.m^{-3}$

ρ_f : Masse volumique des fibres, en $kg.m^{-3}$

ρ_m : Masse volumique de la matrice, en $kg.m^{-3}$

φ : Fraction volumique de fibres, en %

φ_m : Fraction volumique de fibres, en %

φ_{p1} : Fraction volumique de fibres parallèle au flux de chaleur dans le volume V_1 , en %

φ'_{p1} : Fraction volumique de fibres parallèle au flux de chaleur dans le volume V_2 , en %

φ_{s1} : Fraction volumique de fibres en série avec le flux de chaleur dans le volume V_2 , en %

d : Diamètre effectif des fibres, en m

d_0 : Diamètre moyenne des fibres, en m

d_0' : Diamètre équivalent d'une fibre, en m

l : longueur moyenne des fibres, en m

D_1 : Distance entre les fibres dans la direction horizontale, en m

D_2 : Distance entre les fibres dans la direction verticale, en m

$\sigma_{\text{traction, c}}$: Résistance à la traction par flexion des composites, en MPa

$\sigma_{\text{traction, T}}$: Résistance à la traction directe du composite, en MPa

$\sigma_{\text{compression, c}}$: Résistance à la compression du composite, en MPa

$\sigma_{\text{traction, m}}$: Résistance à la traction par flexion de la matrice, en MPa

τ : Résistance de cisaillement, en MPa

K_c : Facteur d'intensité des contraintes critiques (ténacité), en $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

G_c : Taux de restitution d'énergie critique du composite, en $\text{MPa}\cdot\text{m}$

G_m : Taux de restitution d'énergie critique de la matrice, en $\text{MPa}\cdot\text{m}$

G' : Taux de restitution d'énergie critique dans le volume contenant la fibre et la matrice, en $\text{MPa}\cdot\text{m}$

E_c : Module de Young du composite, en MPa

E_m : Module de Young de la matrice, en MPa

E_f : Module de Young des fibres, en MPa

Introduction

Dans ce chapitre, nous mettons en évidence tout d'abord expérimentalement les principales propriétés thermiques et mécaniques des composites d'une matrice cimentaire renforcée par différentes fractions de fibres de *Posidonia-Oceanica*. Nous considérons dans ce chapitre uniquement les résultats obtenus sur les composites "durcis". Ensuite, nous validons les résultats expérimentaux par des modèles analytiques phénoménologiques simplifiés explicitant la conductivité thermique, la traction par flexion, la compression et la ténacité en fonction de la fraction volumique des fibres et les caractéristiques géométriques des composites.

5.1. Mesures expérimentales

5.1.1. Propriétés thermophysiques

Dans cette section, nous présentons les résultats de mesures expérimentales des propriétés thermophysiques (masse volumique, conductivité thermique, diffusivité thermique et capacité thermique massique) et des propriétés mécaniques (résistance à la traction par flexion, résistance à la compression et ténacité des composites durcis. Ces résultats correspondent aux composites durcis. Rappelons que les échantillons sont considérés durcis après 28 jours de séchage à l'air libre.

5.1.1.1. Masse volumique

Les résultats de mesure de la masse volumique de différents échantillons sont donnés dans le tableau 5.1. Sur les figures 5.1 et 5.2, nous traçons l'évolution de la masse volumique des échantillons en fonction de la fraction volumique et du traitement chimique des fibres.

Les résultats de la figure 5.1 montrent que l'augmentation de la fraction volumique des fibres dans la matrice rend le matériau légèrement moins dense. En effet, la masse volumique passe de 1760 kg.m^{-3} à 1630 kg.m^{-3} (soit une réduction de 7% par rapport à l'échantillon témoin).

Normalement, l'évolution de la masse volumique des composites doit suivre une relation affine en fonction de la masse volumique des fibres, selon la relation suivante :

$$\rho_H = \varphi\rho_f + (1 - \varphi)\rho_m \quad (5.1)$$

Nous remarquons que cette loi est vérifiée pour les échantillons incluant des fibres. En revanche, la masse volumique obtenue pour $\varphi=0$ est inférieure à la masse volumique de l'échantillon sans fibres. Ceci tend à montrer que l'incorporation de fibres dans la matrice cimentaire tend à accroître la porosité de la matrice.

Les résultats de la masse volumique des composites renforcés par 20% de fibres pour les différents traitements chimiques, mis en évidence dans les figures 5.2 montrent que le traitement chimique avec de l'hydroxyde de Sodium n'a pas d'influence notable sur la masse volumique. En effet, la variation des valeurs de la masse volumique ne dépasse pas 1%.

Tableau 5.1: Valeurs expérimentales de la masse volumique

φ (%)	ρ (kg.m ⁻³)
0%	1760 ± 40
5%	1687 ± 40
10%	1663 ± 12
15%	1637 ± 15
20% NT	1630 ± 20
20% T ₁	1627 ± 11
20% T ₂	1641 ± 23
20% T ₃	1630 ± 57

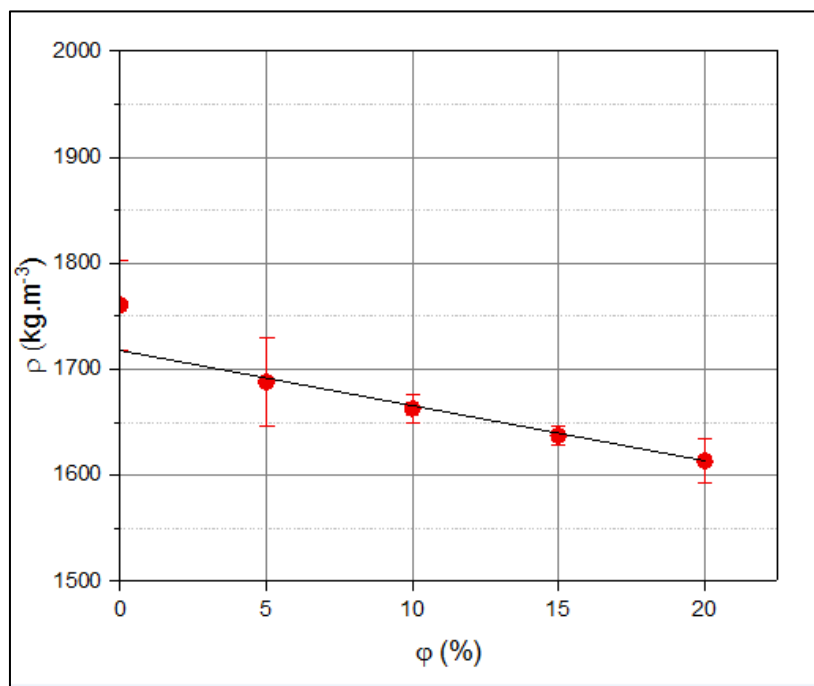


Figure 5.1: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres

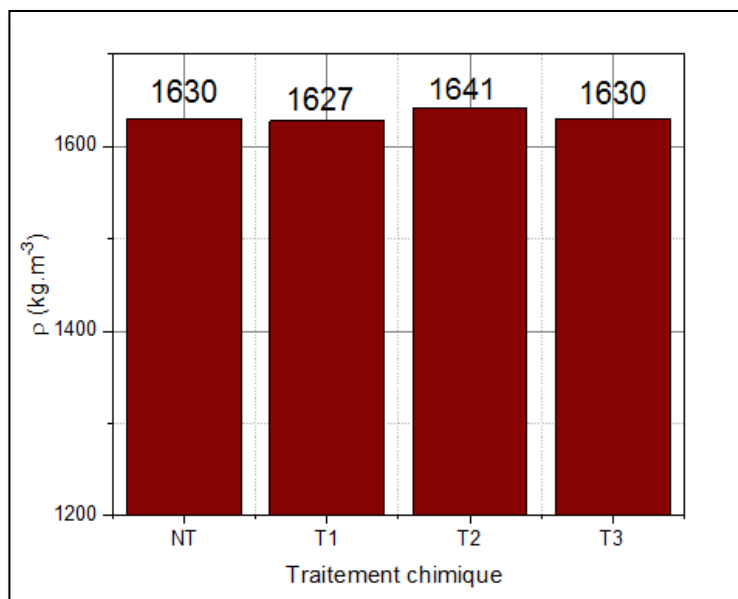


Figure 5.2: Variation de la masse volumique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres (pour $\phi=20\%$)

5.1.1.2. Conductivité thermique

Les résultats de mesure de la conductivité thermique de différents échantillons sont donnés dans le tableau 5.2. Nous traçons sur les figures 5.3 et 5.4, l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la fraction volumique des fibres et du traitement chimique.

La conductivité thermique passe de $0.718 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le ciment seul à $0.559 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le composite avec 20% en volume de fibres, ce qui correspond à une réduction de 22%. Néanmoins, nous notons très peu de différence dans les valeurs de conductivité thermique pour les différents traitements chimiques par rapport aux composites avec fibres non traitées. Cette différence ne dépasse pas 2%.

En plus du fait que les fibres possèdent une conductivité thermique plus faible que la matrice, l'ajout de fibres dans la matrice crée de nombreuses interfaces qui agissent thermiquement comme des résistances de contact successives et conduisent à une diminution de la conductivité thermique.

En outre, le tracé des variations relatives de la conductivité thermique en fonction des variations relatives de masse volumique des échantillons montre l'existence d'une corrélation entre ces propriétés. Ceci peut être observé sur la figure 5.5 en considérant les mesures de conductivité thermique et de masse volumique des composites durcis obtenues en fonction de la concentration

en fibres. Ce résultat confirme ceux déjà observés lors de travaux antérieurs pour d'autres types de fibres naturelles utilisées en renfort de matrices organiques ou minérales (Ibos, 2012).

Tableau 5.2: Valeurs expérimentales de la conductivité thermique

ϕ (%)	k (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
0%	0.718 ± 0.029
5%	0.627 ± 0.025
10%	0.597 ± 0.024
15%	0.570 ± 0.023
20% NT	0.559 ± 0.022
20% T ₁	0.545 ± 0.022
20% T ₂	0.567 ± 0.023
20% T ₃	0.569 ± 0.023

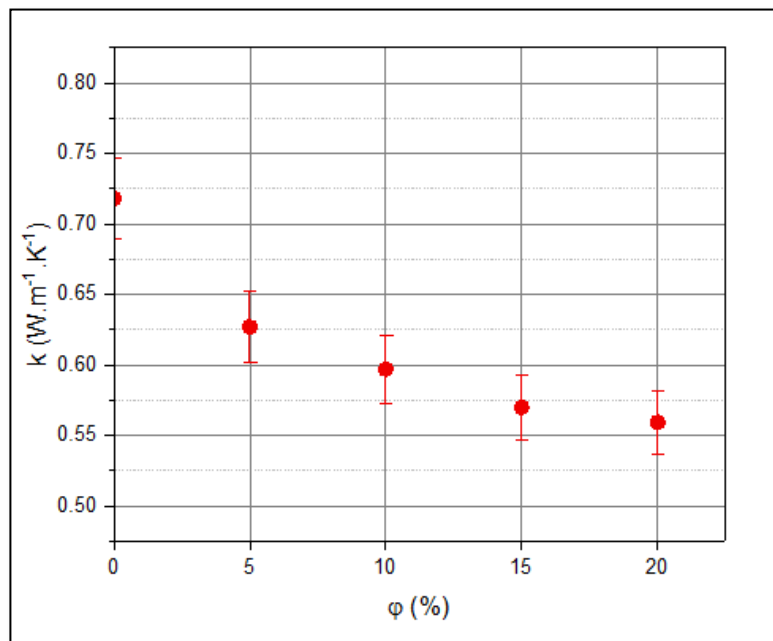


Figure 5.3: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres

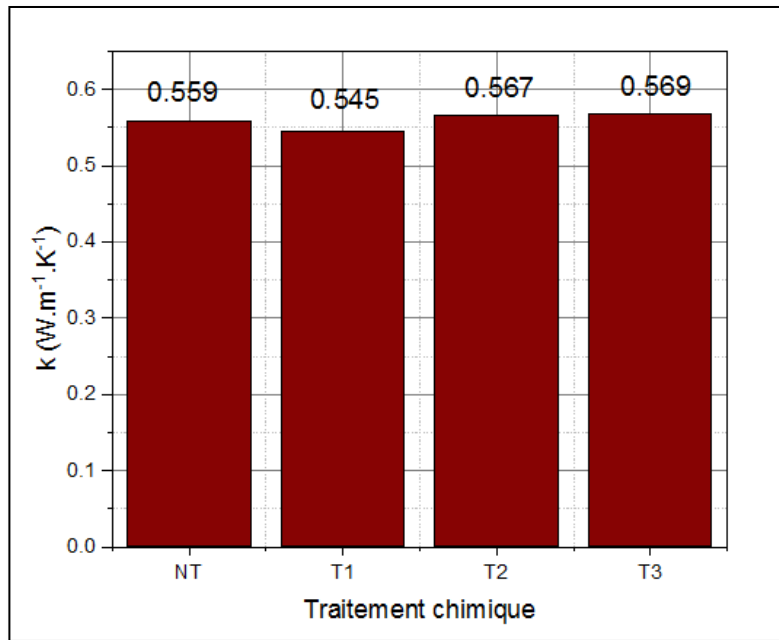


Figure 5.4: Variation de la conductivité thermique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres (pour $\varphi=20\%$)

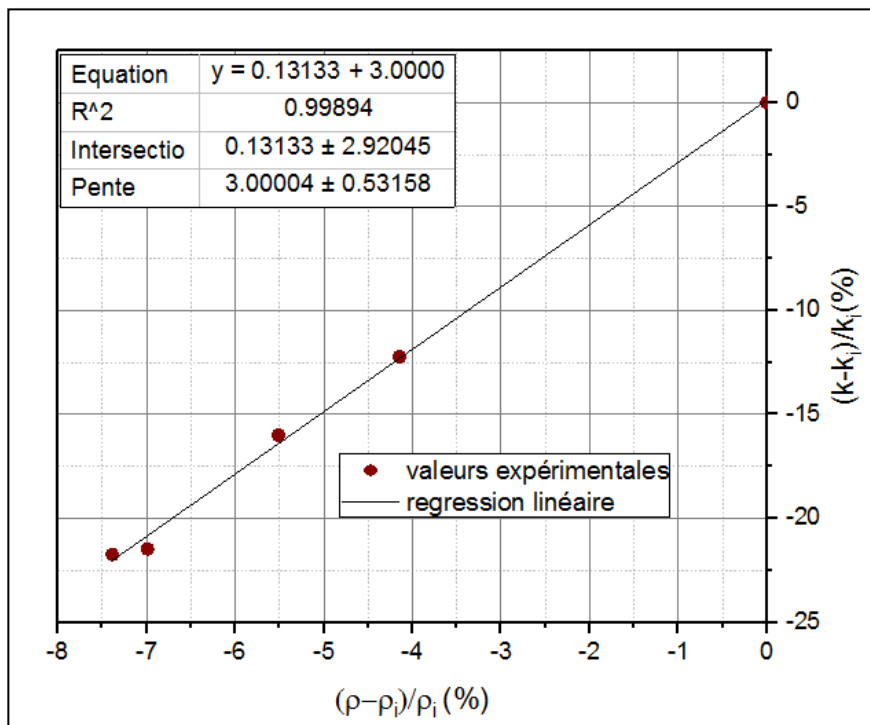


Figure 5.5: Variations relatives de la conductivité thermique en fonction de la variation relative de la masse volumique des composites ; effet de la concentration en fibres

5.1.1.3. Diffusivité thermique

Les valeurs de la conductivité thermique des échantillons sont données dans le tableau 5.3. Nous présentons sur les figures 5.6 et 5.7 les valeurs de la diffusivité thermique en fonction respectivement de la fraction volumique et du traitement chimique des fibres.

Les valeurs de la diffusivité thermique des composites sont comprises entre $0.362 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $0.298 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. La diffusivité thermique diminue légèrement avec l'incorporation des fibres dans la matrice cimentaire. Une diminution de 12% est observée dès l'introduction de 5% de fibres. Par contre, nous ne notons pas de variation significative des valeurs de diffusivité thermique en augmentant la fraction volumique des fibres au-delà de 5%.

Concernant l'influence du traitement chimique des fibres sur la diffusivité thermique, nous observons une légère diminution des valeurs de la diffusivité thermique des composites avec les traitements chimiques de fibres. Par rapport aux fibres non traitées, cette diminution est de 2% pour le traitement T₁, 3% pour le traitement T₂ et 6% pour le traitement T₃.

Tableau 5.3: Valeurs expérimentales de la diffusivité thermique

φ (%)	α ($\times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)
0%	0.362 ± 0.033
5%	0.317 ± 0.029
10%	0.312 ± 0.028
15%	0.307 ± 0.028
20% NT	0.318 ± 0.029
20% T ₁	0.312 ± 0.028
20% T ₂	0.310 ± 0.028
20% T ₃	0.298 ± 0.027

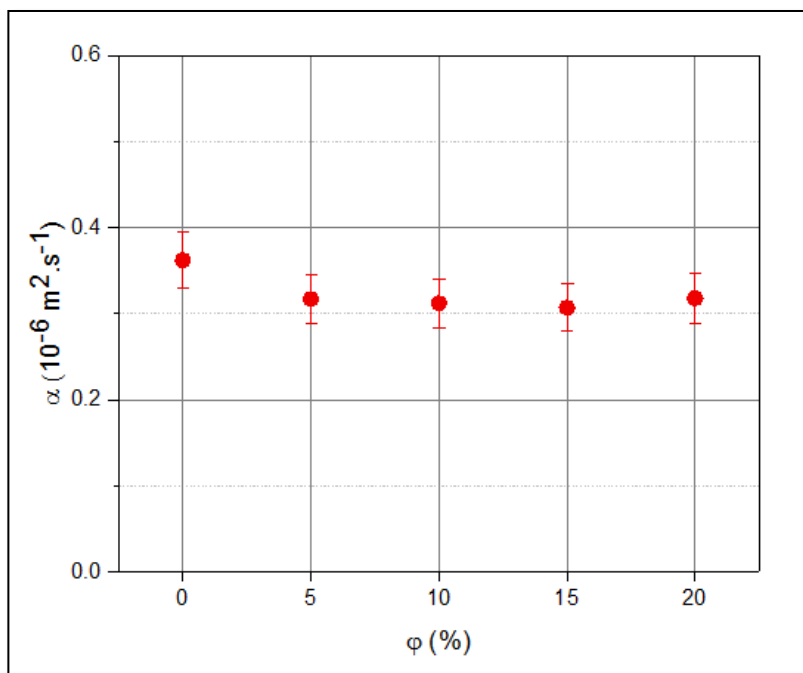


Figure 5.6: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres

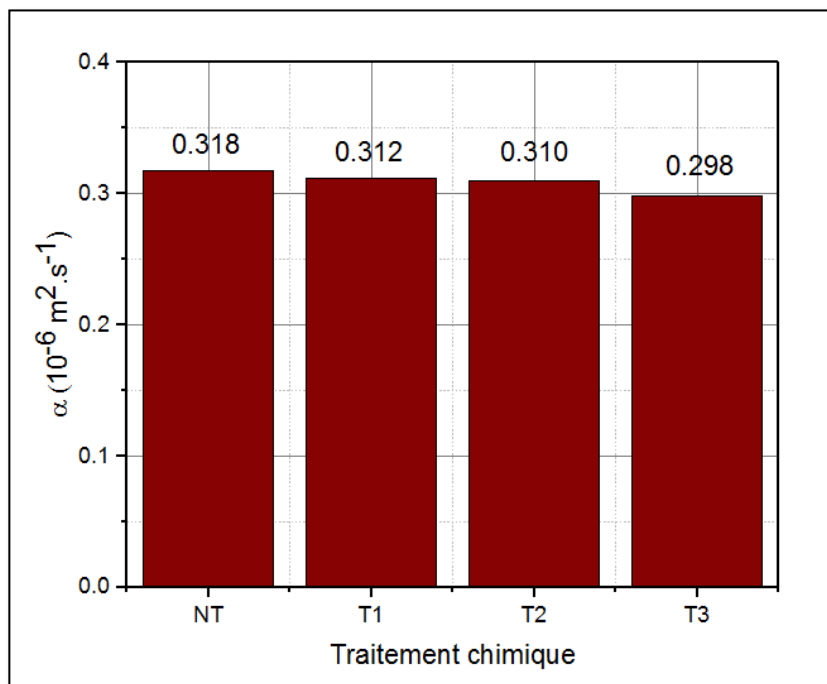


Figure 5.7: Variation de la diffusivité thermique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres (pour $\varphi=20\%$)

5.1.1.4. Capacité thermique massique

Le tableau 5.4 regroupe les valeurs de la capacité thermique massique des échantillons en fonction de la fraction volumique et de la fraction massique des fibres. Ces valeurs déterminées à partir des mesures de la masse volumique ρ , de la conductivité thermique k et de la diffusivité thermique α selon la relation suivante :

$$C_p = \frac{k}{\rho\alpha} \quad (5.2)$$

Les incertitudes sur les valeurs de la capacité thermique massique $u(C_p)$ sont déterminées à partir des incertitudes sur la masse volumiques $u(\rho)$, les incertitudes sur la conductivité thermique $u(k)$ et les incertitudes sur la diffusivité thermique $u(\alpha)$ comme suit :

$$u(C_p) = C_p \left(\frac{u^2(\rho)}{\rho^2} + \frac{u^2(k)}{k^2} + \frac{u^2(\alpha)}{\alpha^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (5.3)$$

Normalement, la capacité thermique massique homogénéisée du composite $C_{p,H}$ en fonction de la fraction massique des fibres φ_m et des capacités thermiques des fibres $C_{p,f}$ et de la matrice $C_{p,m}$ suit la loi suivante :

$$C_{p,H} = \varphi_m C_{p,f} + (1 - \varphi_m) C_{p,m} \quad (5.4)$$

La capacité thermique massique des fibres de *Posidonia-Oceanica* non traitées est de 2170 J.kg⁻¹.K⁻¹. Cette valeur est déterminée dans le chapitre 3 relatif à la publication (Hamdaoui, 2018). Nous nous attendons ainsi à une augmentation de la capacité thermique massique des composites avec l'introduction des fibres.

Nous n'avons pas noté une variation significative dans les valeurs de la capacité thermique massique en fonction de la variation de la fraction volumique des fibres (Cf. figure 5.8). Les valeurs de la capacité thermique massique variant autour de 1127 J.kg⁻¹.K⁻¹, augmentent légèrement avec l'introduction d'une fraction volumique de 5% en fibres. Puis, elles diminuent. Une légère augmentation de 3% et de 4% est également observée avec les traitements chimiques T₂ et T₃ (Cf. figure 5.9).

Par ailleurs, il est important de noter que nous pouvons considérer que la variation des valeurs de la capacité thermique massique en fonction de la masse volumique et du traitement chimique sont négligeables car elles sont obtenues à travers des mesures expérimentales de la masse

volumique, de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique présentant chacune des incertitudes de mesures. De ce fait, les incertitudes sur les valeurs de C_p sont élevées.

Tableau 5.4: Valeurs expérimentales de la capacité thermique massique

φ (%)	φ_m (%)	C_p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)
0%	0%	1127 ± 291
5%	2.69%	1172 ± 346
10%	5.51%	1151 ± 346
15%	8.47%	1136 ± 347
20% NT	11.59% NT	1079 ± 321
20% T ₁	11.59% T ₁	1074 ± 368
20% T ₂	11.59% T ₂	1114 ± 338
20% T ₃	11.59% T ₃	1117 ± 327

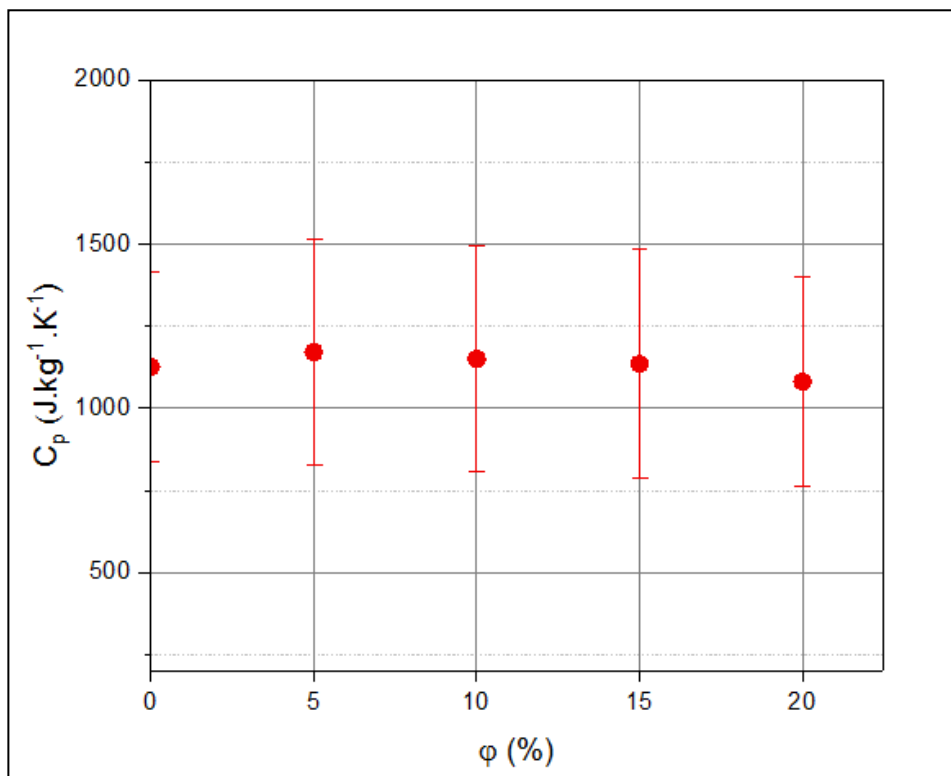


Figure 5.8: Variation de la capacité thermique massique des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres

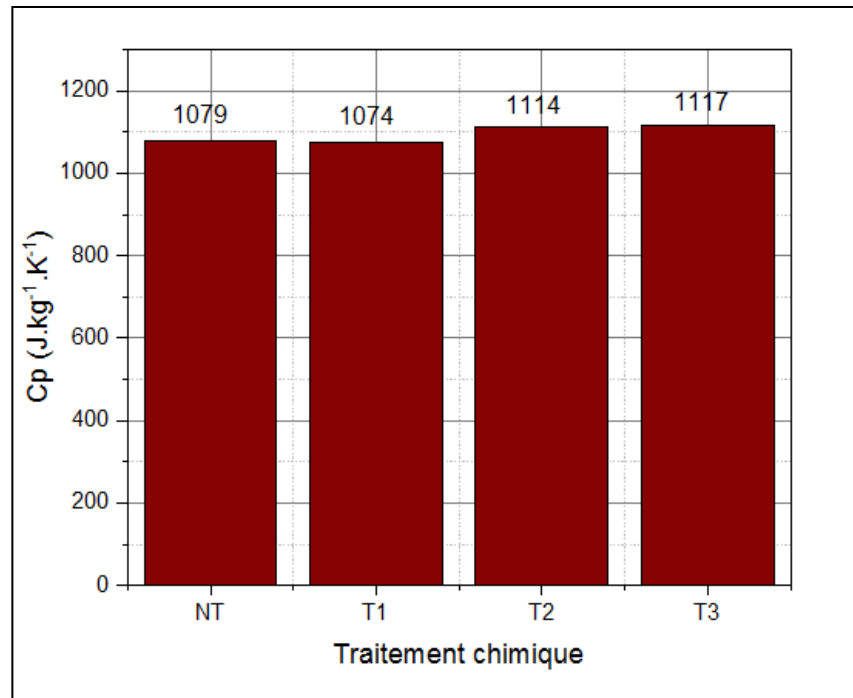


Figure 5.9: Variation de la capacité thermique massique des échantillons en fonction du traitement chimique des fibres

5.1.2. Propriétés mécaniques

Pour la suite, nous supposons que l'influence du traitement chimique est négligeable sur les propriétés mécaniques des composites. Cette hypothèse est adoptée suite à des essais mécaniques préliminaires et aux résultats présentés précédemment.

5.1.2.1. Traction par flexion

Le tableau 5.5 et la figure 5.10 présentent les résultats expérimentaux de la traction des composites obtenue par flexion pour les différentes fractions volumiques de fibres.

Nous observons que la résistance à la traction augmente de 27% pour les composites incluant 5% en volume de fibres par rapport au ciment témoin. Au-delà de ce dosage, les valeurs de la résistance à la traction diminuent mais restent supérieures à la résistance de la pâte de ciment non renforcée.

Tableau 5.5: Valeurs expérimentales de la résistance à la traction par flexion des composites

φ (%)	$\sigma_{\text{traction, c}}$ (MPa)
0%	3.67 ± 0.27
5%	4.69 ± 0.24
10%	4.45 ± 0.41
15%	4.34 ± 0.24
20%	4.34 ± 0.36

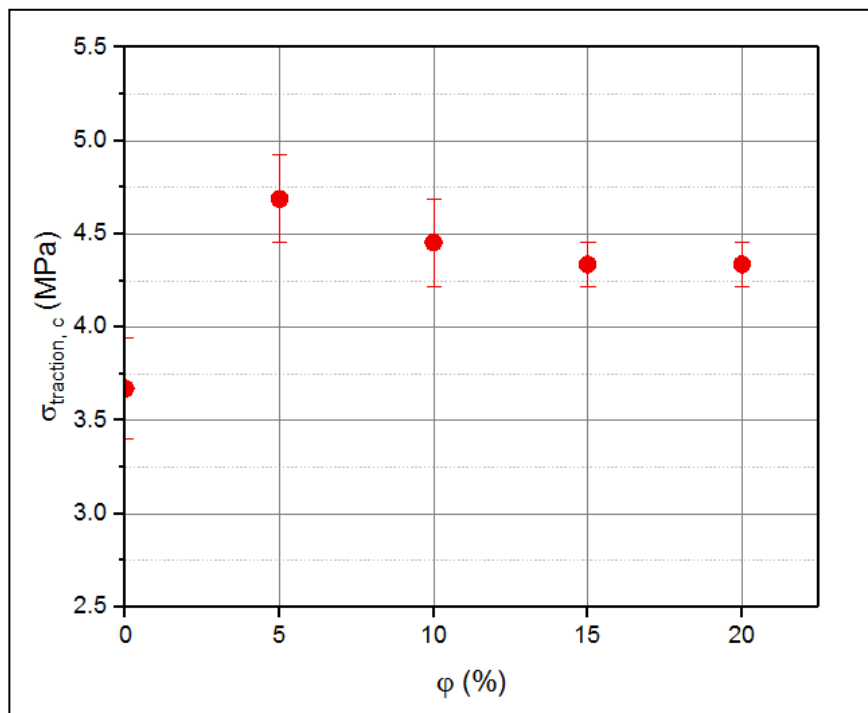


Figure 5.10: Variation de la résistance à la traction par flexion des composites en fonction de la fraction volumique des fibres

5.1.2.2. Compression

Le tableau 5.6 et la figure 5.11 présentent les valeurs expérimentales de la résistance à la compression des échantillons en fonction de la fraction volumique des fibres.

Ces résultats révèlent un comportement à la compression identique à celui de la traction. La résistance à la compression augmente avec l'ajout de fibres jusqu'à un maximum correspondant à une augmentation de 27% par rapport à l'échantillon témoin. Puis, elle diminue. En revanche, l'optimum en compression est obtenu à 10% de fibres.

Tableau 5.6: Valeurs expérimentales de la résistance à la compression des composites

ϕ (%)	$\sigma_{\text{compression}}$ (MPa)
0%	22.61 ± 0.66
5%	25.25 ± 0.83
10%	28.61 ± 1.01
15%	24.67 ± 1.09
20%	24.47 ± 1.26

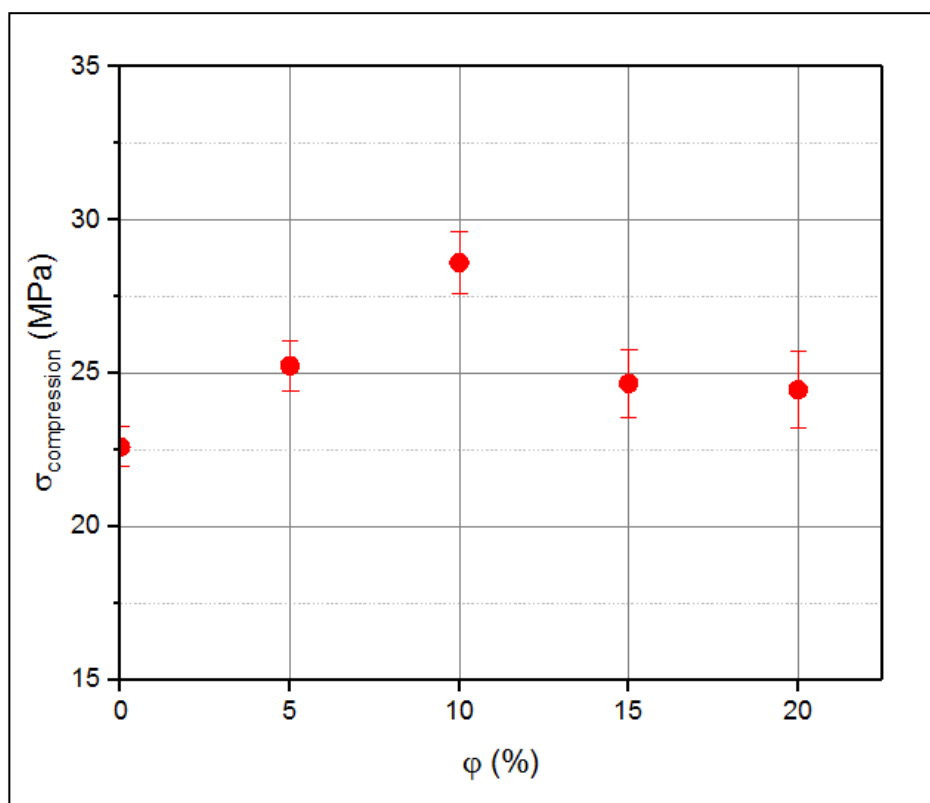


Figure 5.11: Variation de la résistance à la compression des composites en fonction de la fraction volumique des fibres

5.1.2.3. Ténacité

Le tableau 5.7 et la figure 5.12 présentent les valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique obtenu en utilisant des éprouvettes pré-entaillées comme décrit dans la section 2.2.5.3 du chapitre 2.

Nous observons une augmentation linéaire et significative du facteur de ténacité quand la fraction volumique des fibres augmente. Une augmentation de 65% du facteur d'intensité de contrainte critique est notée pour les composites incluant 20% en fibres. Nous pouvons ainsi en déduire que l'ajout de fibres améliore significativement la ténacité du matériau et donc sa résistance à la propagation de fissures. Ceci prouve que la fragilité du matériau diminue et que sa ductilité augmente. Cette propriété est à la fois attendue et recherchée.

Tableau 5.7: Valeurs expérimentales du facteur d'intensité de contrainte critique

φ (%)	K_c (MPa.m ^{1/2})
0%	0.245 ± 0.042
5%	0.294 ± 0.001
10%	0.318 ± 0.021
15%	0.379 ± 0.021
20%	0.404 ± 0.037

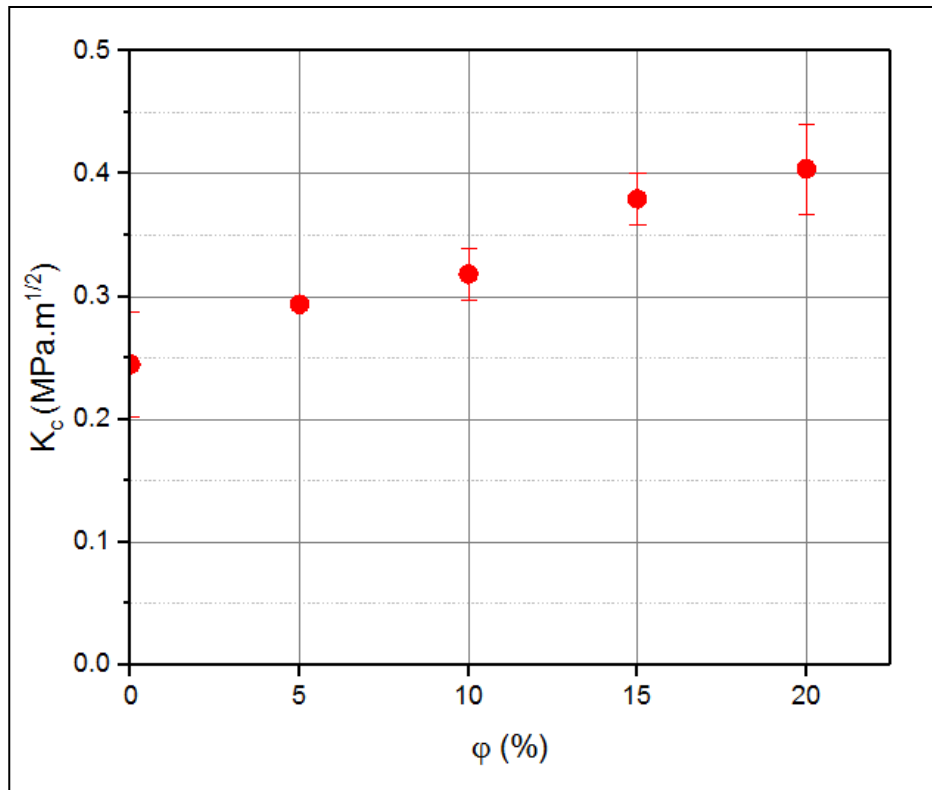


Figure 5.12: Variation du facteur d'intensité de contrainte critique des composites en fonction de la fraction volumique des fibres

5.2. Prédiction analytique des propriétés thermiques et mécaniques par un modèle phénoménologique simplifié

5.2.1. Hypothèses, microstructure et modèle géométrique

Les propriétés thermiques et mécaniques des composites dépendent de plusieurs facteurs à savoir : la forme des renforts, leur dimension, leur orientation, l'interface renfort-matrice, ...

Afin de prédire les propriétés des composites, nous considérons les hypothèses simplificatrices suivantes :

- les fibres sont de forme cylindrique (diamètre moyen 100 μ m) ;
- les fibres sont de longueur moyenne 10 mm ;
- les fibres sont stratifiées dans la matrice.

Nous avons observé précédemment à partir des images MEB des composites que les fibres tendent à s'agglomérer. Ce phénomène dépend de la fraction volumique des fibres. Ainsi, nous pouvons définir un diamètre effectif des fibres en fonction de la fraction volumique.

Nous supposons que ce diamètre effectif noté d est linéairement croissant en fonction de la fraction volumique. Ce diamètre effectif est identifié à l'aide des observations MEB comme suit :

$$d = d_0 + 20\varphi d_0 \quad (5.5)$$

Le modèle géométrique considéré pour les prédictions analytiques est celui de la figure 5.13.

D'après les observations microscopiques des fibres de *Posidonia-Oceanica* et des composites (Cf. chapitre 2), les fibres sont de diamètre moyen $100\mu\text{m}$ et de longueur moyenne 10 mm .

Nous présentons dans les figures 5.13 et 5.14 la répartition des fibres dans la matrice pour le modèle et la cellule élémentaire représentative qui correspond à une demi-fibre cylindrique incluse dans un parallélépipède.

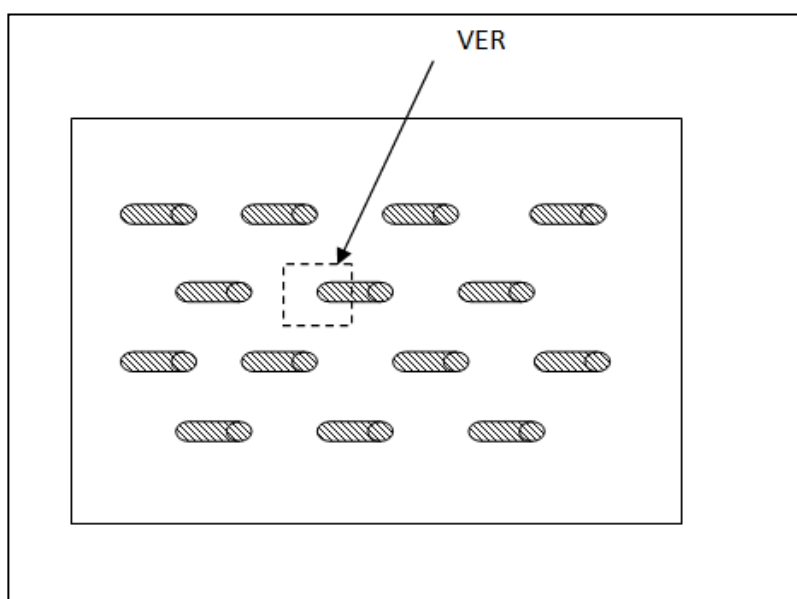


Figure 5.13: Répartition simplifiée des fibres dans la matrice

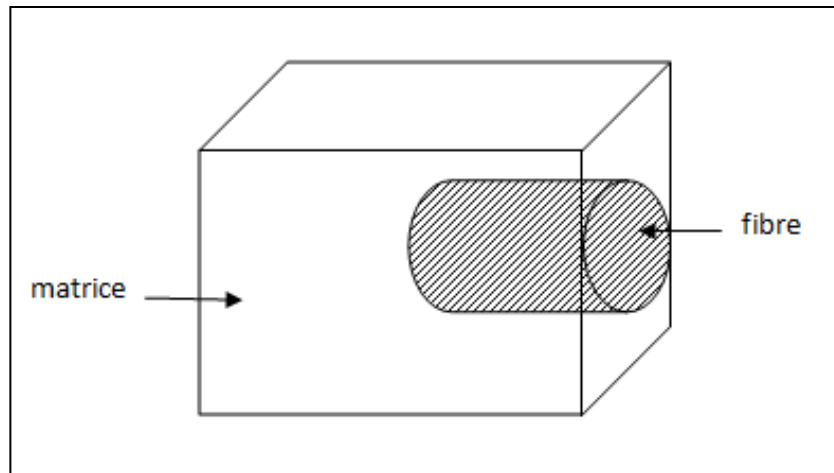


Figure 5.14: Volume élémentaire représentatif du composite V_0

- **Modèle thermique**

Pour le modèle thermique, la fibre cylindrique de longueur l et de diamètre d_0 est remplacée par un parallélépipède équivalent de même longueur et de diamètre d_0' tel que (Cf. figure 5.15):

$$\frac{\pi d_0^2}{4} \times \frac{l}{2} = d_0'^2 \times \frac{l}{2} \Leftrightarrow d_0' = d_0 \frac{\sqrt{\pi}}{2} \quad (5.6)$$

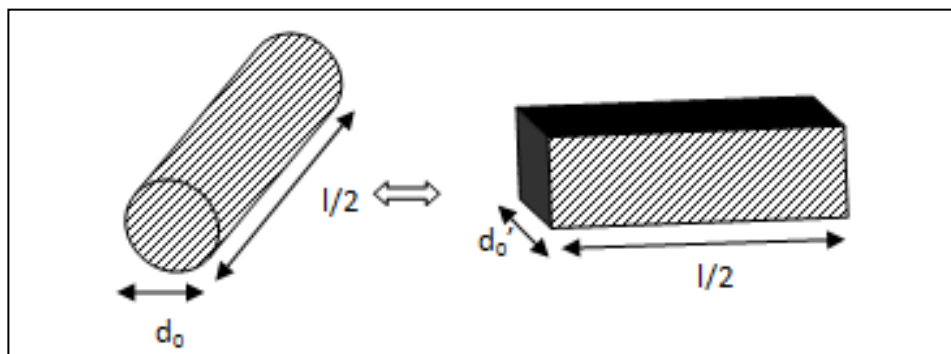


Figure 5.15: modélisation des inclusions dans le modèle thermique

Le nouveau volume élémentaire et le sens du flux de chaleur sont schématisés sur la figure 5.16.

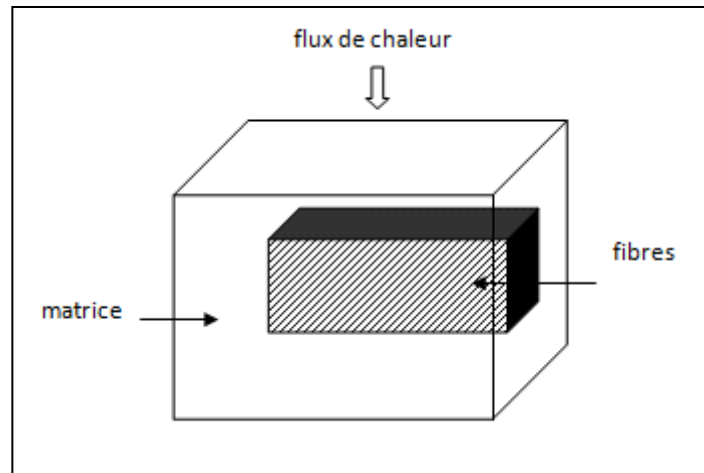


Figure 5.16: Volume élémentaire représentatif modifié V_1 pour le modèle thermique

La projection surfacique du VER est présentée dans la figure 5.17.

Le volume V_1 est composé d'un parallélépipède de ciment en parallèle par rapport au flux de la chaleur avec un volume V_2 . Ce dernier est formé d'un parallélépipède de fibre inscrit dans un parallélépipède de ciment comme le montre la figure 5.18. Nous pouvons ainsi définir une fraction volumique parallèle φ_{p1} tel que :

$$\varphi_{p1} = \frac{l}{l + D_1} \quad (5.7)$$

Où l est la longueur moyenne des fibres, D_1 est la distance entre les fibres dans la direction horizontale.

La conductivité thermique équivalente homogénéisée du composite est :

$$k_H = \varphi_{p1} k_{h1} + (1 - \varphi_{p1}) k_m \quad (5.8)$$

Où k_{h1} est la conductivité thermique équivalente du volume V_2 et k_m est la conductivité thermique de la matrice.

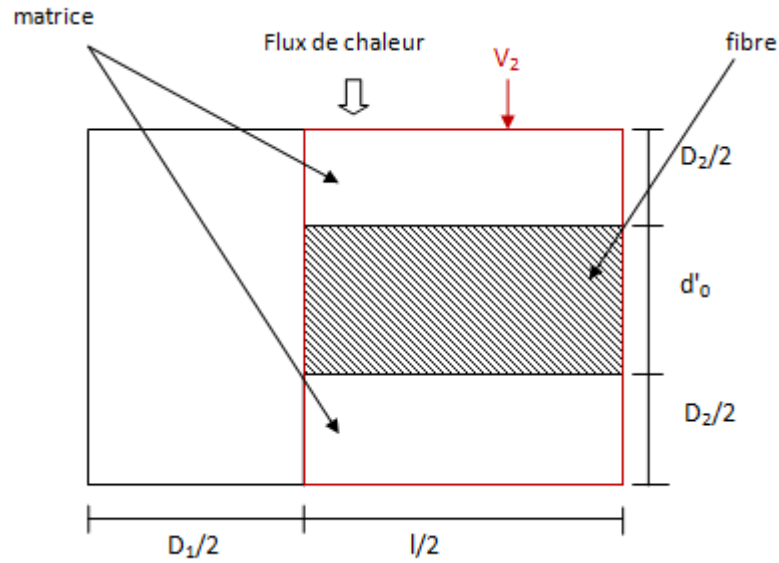


Figure 5.17: Modèle géométrique pour la prédiction de la conductivité thermique

Pour déterminer k_{h1} , nous subdivisons le volume élémentaire V_2 en deux. Un volume correspondant à la matrice seule en série avec un volume V_3 correspondant à un parallélépipède de fibre inscrit dans un parallélépipède de ciment comme le montre la figure 5.19. Nous raisonnons sur le deuxième volume V_2 et nous définissons une fraction volumique en série notée φ_{s1} tel que :

$$\varphi_{s1} = \frac{d_0'}{d_0' + D_2} = \frac{\sqrt{\pi}d_0}{\sqrt{\pi}d_0 + 2D_2} \quad (5.9)$$

Nous obtenons ainsi l'expression de la conductivité thermique k_{h1} :

$$\frac{1}{k_{h1}} = \frac{\varphi_{s1}}{k_{h2}} + \frac{(1 - \varphi_{s1})}{k_m} \quad (5.10)$$

Où k_{h2} est la conductivité thermique équivalente dans le volume V_3 .

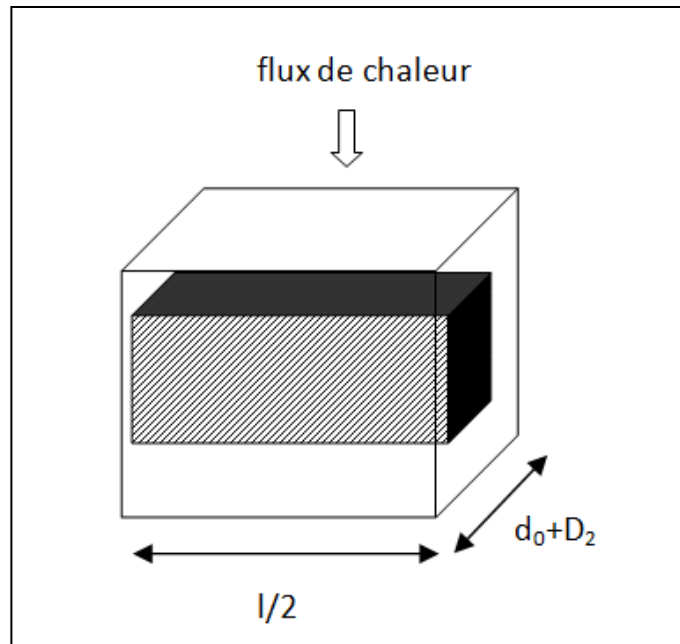


Figure 5.18: Sous volume élémentaire représentatif V_2 pour le modèle thermique

Pour déterminer k_{h2} , nous raisonnons sur le volume V_3 présenté dans la figure 5.19.

Nous pouvons définir la fraction volumique parallèle φ_p' telle que :

$$\varphi_{p1}' = \frac{d_0'}{d_0' + D_2} = \frac{\sqrt{\pi}d_0}{\sqrt{\pi}d_0 + 2D_2} \quad (5.11)$$

Ainsi :

$$k_{h2} = \varphi_{p1}'k_f + (1 - \varphi_{p1}')k_m \quad (5.12)$$

La fraction volumique en fibres est :

$$\varphi_f = \varphi_{p1} \times \varphi_{s1} \times \varphi_{p1}' \quad (5.13)$$

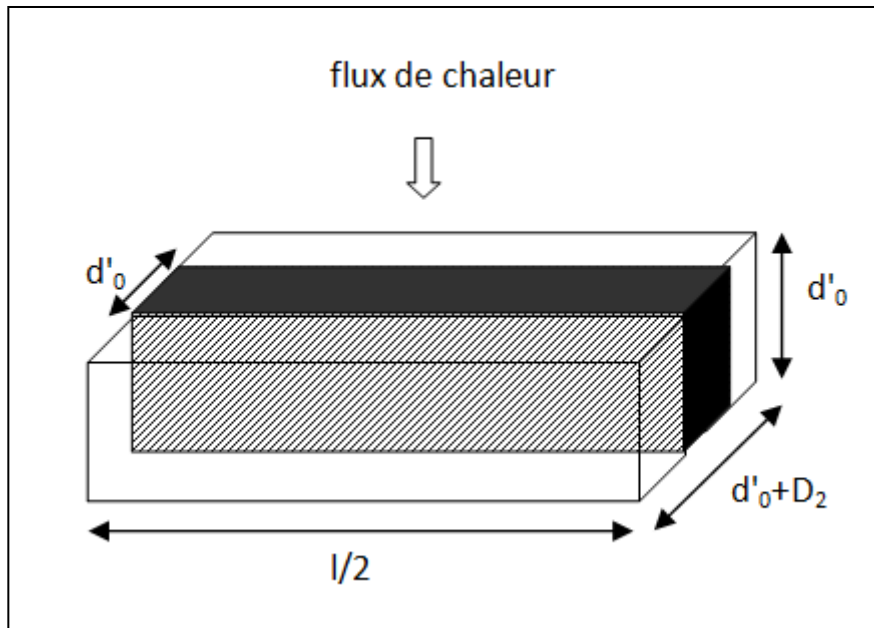


Figure 5.19: Sous volume élémentaire représentatif V_3 pour le modèle thermique

Notons que pour cette partie, les résultats restent les mêmes si nous utilisons le diamètre effectif de fibres d au lieu du diamètre de fibres d_0 . Ceci revient à appliquer une homothétie sur la cellule V_1 .

- **Modèle mécanique**

Selon l'adhérence entre les fibres et la matrice, deux modes de rupture sont possibles (Matthews, 1994):

- rupture des fibres ;
- rupture par décollement des fibres.

Au cours de l'essai de traction par flexion, nous avons observé que la rupture se produit plutôt par arrachement de fibres que par rupture de celles-ci (Cf. figure 5.20).

Ainsi, la figure 5.21 présente le comportement typique de la contrainte en fonction de la déformation du composite. La figure 5.22 présente le modèle géométrique correspondant.

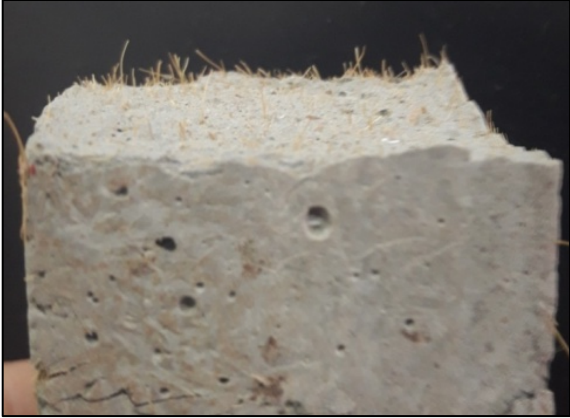


Figure 5.20: Éprouvette de composite après rupture par traction (rupture par glissement de fibres)

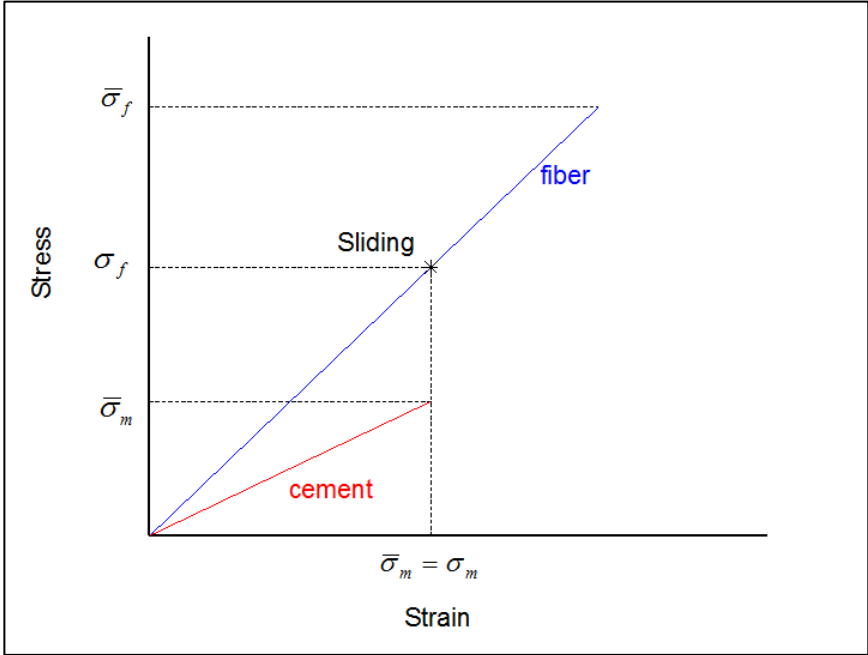


Figure 5.21: Relation contrainte-déformation typique d'une pâte de ciment avec fibres, rupture par glissement de fibres

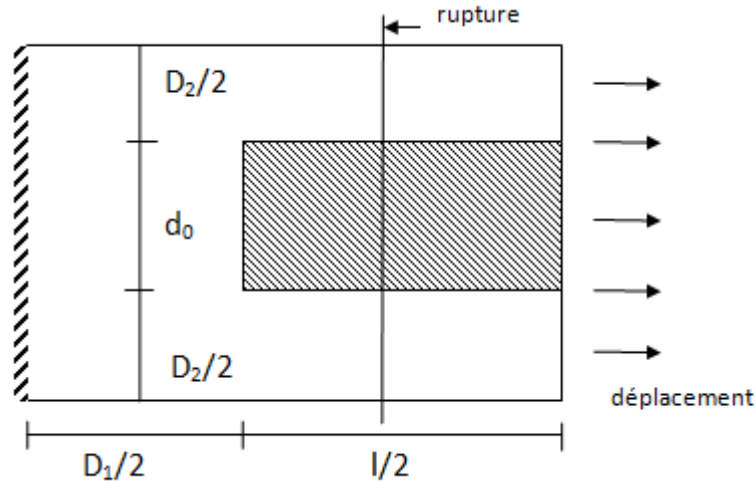


Figure 5.22: Modèle géométrique pour la prédiction des propriétés mécaniques

La résistance à la traction dans le composite, $\sigma_{traction,c}$ est définie à partir de la résistance au cisaillement de l'interface τ , de la résistance à traction de la matrice $\sigma_{traction,m}$, des propriétés géométriques de la fibre l et d et des fractions volumiques des fibres φ . Selon les références (Matthews, 1994) (Van Hattum, 1999), la résistance à la traction est donnée par l'équation (5.14) où d est le diamètre de fibres agglomérées supposé variable en fonction de la fraction volumique donné par l'équation (5.5).

$$\sigma_{traction,c} = \varphi \times \frac{\tau \times l}{2d} + (1 - \varphi) \times \sigma_{traction,m} \quad (5.14)$$

5.2.2. Conductivité thermique

Les valeurs expérimentales de la conductivité thermique sont comparées avec la borne supérieure et la borne inférieure données par les modèles du premier ordre.

Rappelons que les modèles de premier ordre permettent de définir pour un matériau composite la borne inférieure k_{inf} et la borne supérieure k_{sup} de l'intervalle de conductivité thermique k . La borne basse est basée sur un assemblage en série des couches qui constituent le matériau et la direction de flux thermique. La borne haute est basée sur un assemblage en parallèle.

Pour un milieu à deux phases, les bornes k_{inf} et k_{sup} s'écrivent en fonction des fractions volumiques des fibres φ et les conductivités thermiques des fibres et de la matrice k_f et k_m comme suit :

$$\frac{1}{k_{\text{inf}}} = \frac{(1-\varphi)}{k_m} + \frac{\varphi}{k_f} \quad (5.15)$$

$$k_{\text{sup}} = (1-\varphi)k_m + \varphi k_f \quad (5.16)$$

La figure 5.23 illustre une comparaison entre les valeurs expérimentales de la conductivité thermique, le modèle développé dans ce chapitre et les 2 modèles du premier ordre. Les valeurs expérimentales et les valeurs du modèle que nous considérons se situent bien entre les bornes inférieures et supérieures des modèles série et parallèle. Le modèle développé pour l'estimation de la conductivité thermique permet de bien prédire les mesures expérimentales sauf pour la conductivité thermique correspondant à la fraction volumique 20%, légèrement supérieure aux prédictions du modèle.

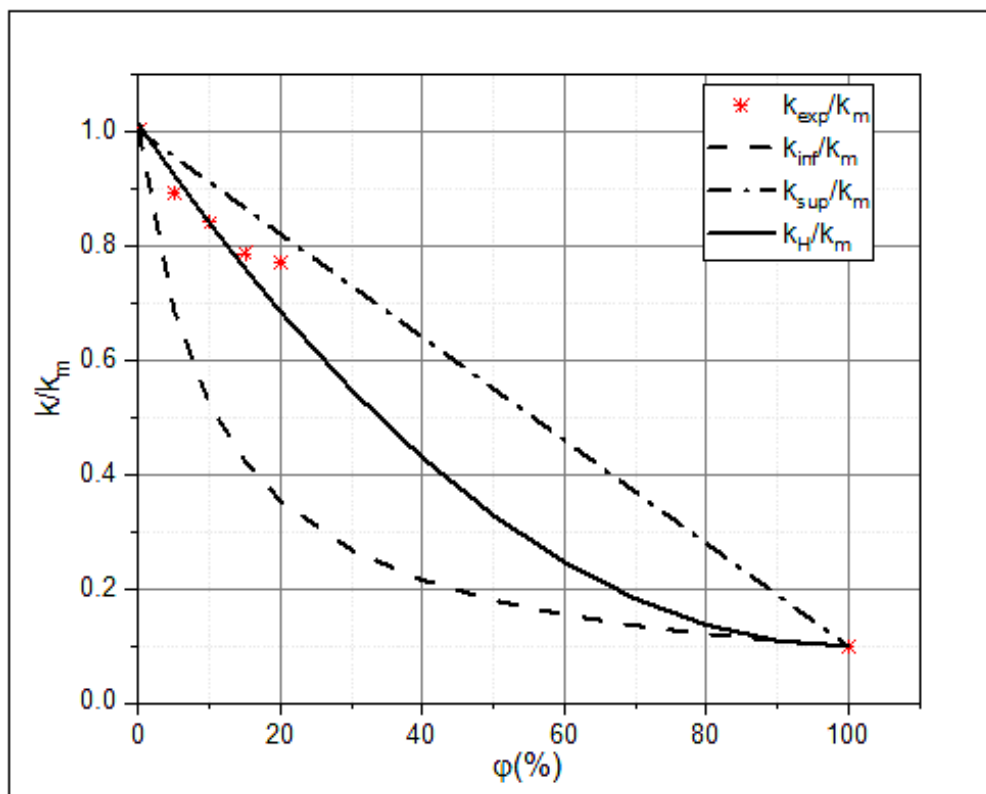


Figure 5.23: Comparaison de la conductivité thermique expérimentale avec la conductivité thermique analytique

5.2.3. Résistance à la traction

Pour déterminer la variation de la résistance à la traction en fonction de la fraction volumique des fibres, nous considérons l'équation (5.10). En remplaçant le diamètre effectif d par l'équation (5.4), l'équation (5.14) devient :

$$\sigma_{traction,c} = \varphi \times \frac{\tau \times l}{2(d_0 + 20\varphi d_0)} + (1 - \varphi) \times \sigma_{traction,m} \quad (5.17)$$

La valeur de la résistance au cisaillement de l'interface est estimée par le calage du modèle avec les données expérimentales. Nous trouvons une valeur de τ de 0.656 MPa. La figure 5.23 présente une comparaison des valeurs expérimentales de la résistance à la traction obtenue par flexion avec le modèle analytique présenté précédemment. La résistance à la traction obtenue par flexion est croissante jusqu'à une résistance maximale correspondant à un taux optimal de fibres dans la matrice cimentaire. Au-delà de cette valeur, la résistance à la flexion commence à diminuer.

Ce phénomène a été également observé et cité dans certains travaux, parmi lesquels (Sedan, 2007) et (Allegue, 2015).

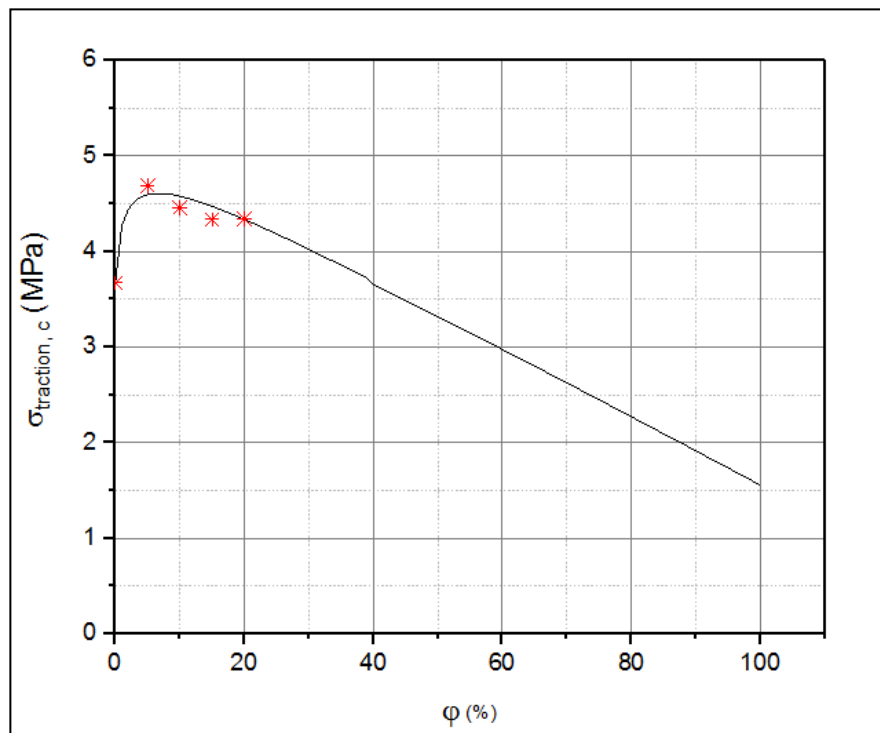


Figure 5.24: Comparaison de la résistance à la traction du modèle analytique avec les résultats de mesures

5.2.4. Compression

La résistance à la compression des composites peut être obtenue à partir de la résistance à la traction directe. Par ailleurs, l'essai de traction directe est assez complexe et sa réalisation demande beaucoup de soin. La difficulté de cet essai réside dans le soin particulier que nécessite le collage des éprouvettes pour être sûr que la rupture se produit au niveau de l'éprouvette et pas au niveau du collage. Cependant, cet essai est rarement pratiqué. Il est souvent remplacé par l'essai de traction par flexion (trois points ou quatre points) ou par l'essai de fendage (essai brésilien).

Afin d'obtenir la résistance à la traction directe $\sigma_{traction,T}$ à partir de la résistance à la traction obtenue par flexion $\sigma_{traction,T}$, le CERIB (Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie du Béton) propose le coefficient 0.6 (Beinish, 2000). La résistance à la traction du composite est donc :

$$\sigma_{traction,T} = 0.6\sigma_{traction,c} \quad (5.18)$$

La résistance à la compression et la résistance à la traction sont corrélées par la relation suivante (Neville, 1995) (Yao, 2017) :

$$\sigma_{compression,c} = f\sigma_{traction,T}^g \quad (5.19)$$

Où f et g sont deux constantes à déterminer par ajustement du modèle avec les mesures expérimentales.

Remplaçons $\sigma_{traction,T}$ par dans l'équation (5.19) par l'équation (5.18) puis par l'équation (5.17), $\sigma_{compression,c}$ devient :

$$\sigma_{compression,c} = 0.6f\left(\varphi \times \frac{\tau \times l}{2(d_0 + 20\varphi d_0)} + (1 - \varphi) \times \sigma_{traction,m}\right)^g \quad (5.20)$$

En se référant aux mesures expérimentales, nous trouvons une valeur de f égale à 8.3 et une valeur de g égale à 0.5. La valeur de la résistance au cisaillement de l'interface τ est prise égale à 0.656 MPa valeur trouvée dans la section 5.2.3.

Le modèle de l'équation (5.20) présentant l'évolution de la résistance à la compression en fonction de la fraction volumique des fibres est tracé sur la figure 5.25. Ce modèle présente la même tendance que les données expérimentales : une augmentation de la résistance à la

compression jusqu'à une valeur maximale au-delà de laquelle la résistance à la compression diminue.

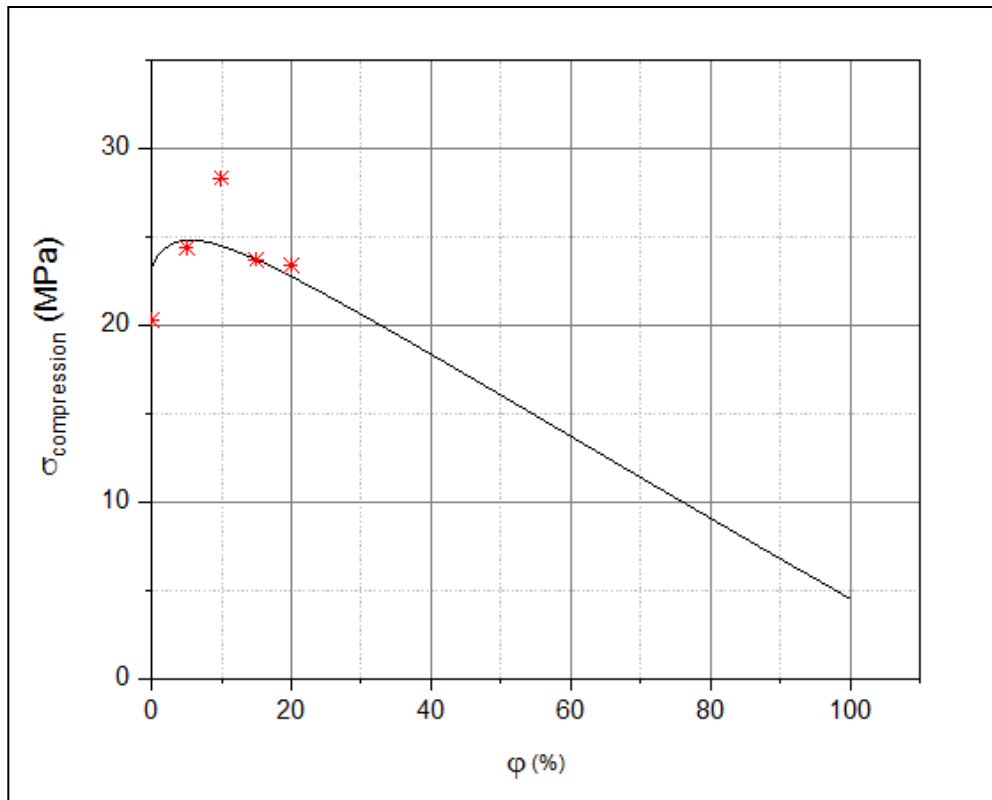


Figure 5.25: Comparaison de la résistance la compression du modèle analytique avec les résultats de mesures

5.2.5. Ténacité

Dans cette partie, nous raisonnons sur l'énergie de rupture d'un VER homogénéisé qui est liée à la ténacité par la formule suivante (Matthews, 1994) :

$$K_c = \sqrt{E_c G_c} \quad (5.21)$$

Le taux de restitution d'énergie homogénéisé du composite G_c peut être exprimé en fonction du taux de restitution d'énergie dans la partie du volume contenant la matrice seule G_m et le taux de restitution d'énergie de la partie contenant une partie de fibre et une partie de matrice G' .

$$G_c \cdot S = G_m \cdot S + G' \cdot 2\pi d \frac{l}{2} \quad (5.22)$$

Où S est la surface de dimensions $(d+D_2)^2$.

Le taux de restitution d'énergie G_c devient :

$$G_c = G_m + G' \frac{\pi dl}{(d + D_2)^2} \quad (5.23)$$

Le module d'Young peut s'écrire selon la loi de mélange comme suit :

$$E_c = \varphi \cdot E_f + (1 - \varphi) \cdot E_m \quad (5.24)$$

En remplaçant dans l'équation (5.15) G_c par l'équation (5.17), E_c par l'équation (5.18) et d par l'équation (5.2), nous aboutissons la formule suivante :

$$K_c = \sqrt{(\varphi \cdot E_f + (1 - \varphi) \cdot E_m) \cdot (G_m + G' \frac{\pi(d_0 + 20\varphi d_0)l}{(d_0 + 20\varphi d_0 + D_2)^2})} \quad (5.25)$$

D'après les travaux de *Haecker et al.*, le module d'Young d'une pâte de ciment Portland avec un rapport eau/ciment de 0.5 est de 20 GPa (Haecker, 2005). Le taux de restitution d'énergie de la matrice G_m est déterminé à partir de la valeur expérimentale de la ténacité et le module d'Young de ciment ($G_m=0.003$ MPa.m). Le module d'Young des fibres de *Posidonia-Oceanica* E_f et le taux de restitution d'énergie dans le sous volume contenant la fibre et la matrice G' sont estimés par le calage du modèle avec les mesures expérimentales. Nous trouvons la valeur de G' égale à 0.0035 MPa.m et la valeur de E_f égale à 50 GPa. Cette dernière peut être admise car dans la littérature les modules d'Young de fibres naturelles varient de 6 à 130 GPa (Wambua, 2003) et (Baley, 2013).

La figure 5.26 illustre le modèle donnant la prédiction de la ténacité en fonction de la fraction volumique des fibres comparé aux valeurs expérimentales. La fonction liant la ténacité à la fraction volumique des fibres est croissante linéaire.

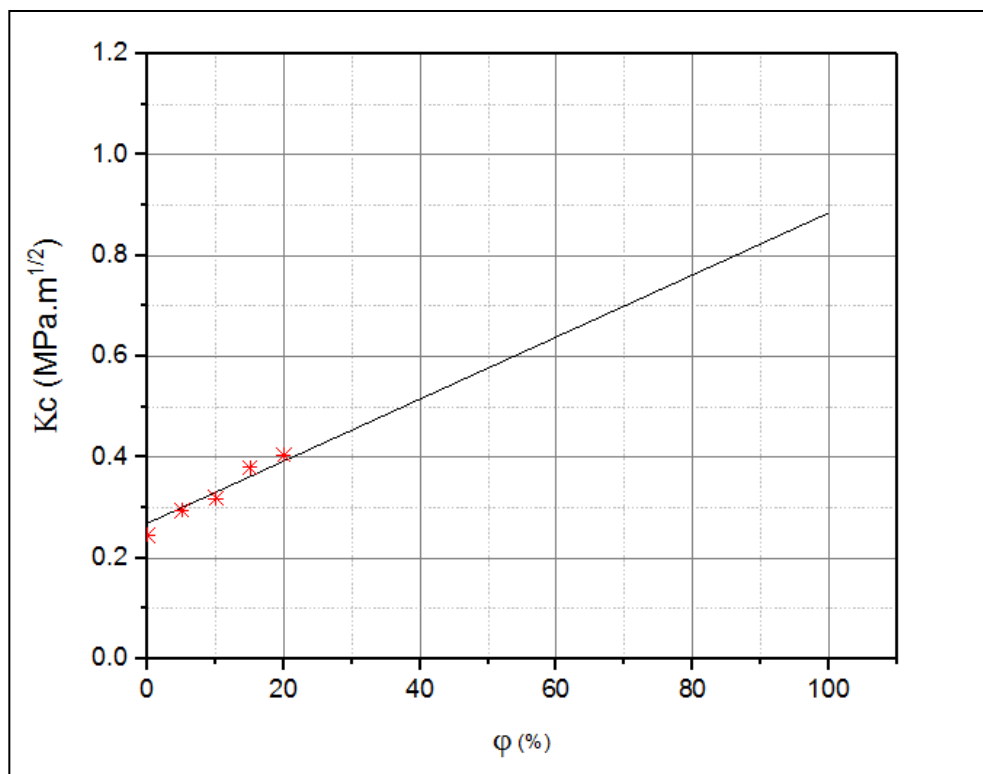


Figure 5.26: Mesures expérimentales et modèle analytique de la ténacité des composites en fonction de la fraction volumique de fibres

Conclusion

Lors de ce chapitre, nous avons mené une étude expérimentale sur les composites cimentaires incluant des fibres de *Posidonia-Oceanica* avec des fractions volumiques allant de 0 à 20%.

Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la fraction volumique des fibres améliore progressivement les propriétés isolantes du matériau tout en le rendant moins dense, propriétés recherchées dans les matériaux pour leur application envisagée dans le secteur de la construction. Par exemple, une diminution de 22% sur la valeur de la conductivité thermique a été notée avec le composite chargé par 20% de fibres par rapport à l'échantillon de ciment témoin. En revanche, l'influence du traitement chimique des fibres sur les propriétés thermiques des composites n'est pas significative.

Pour les propriétés mécaniques, nous constatons que la résistance à la traction par flexion et la compression augmentent légèrement jusqu'à 5 à 10% en volume puis elles diminuent. Cependant, une augmentation importante des valeurs de ténacité a été observée avec l'augmentation du dosage en fibres. Cette augmentation est de 65% pour la fraction volumique 20% par rapport à l'échantillon témoin.

Nous avons développé dans la deuxième partie de ce chapitre des modèles de prédiction des propriétés thermiques et mécaniques dont les hypothèses se basent sur des observations microscopiques et macroscopiques et dépendent de la fraction volumique et des propriétés géométriques des fibres. Ces modèles sont validés par les mesures expérimentales.

Conclusions et Perspectives

Ce travail de thèse s'inscrit dans le contexte de la réduction de la consommation énergétique dans le secteur du bâtiment par le développement des matériaux de construction à impact environnemental limité. Dans ce cadre, nous avons étudié la possibilité de valoriser des fibres naturelles extraites de la plante marine *Posidonia-Oceanica* pour deux types d'applications : la mise au point d'un matériau d'isolation thermique pour le bâtiment et le renforcement d'une pâte cimentaire.

L'étude bibliographique sur les caractéristiques de fibres naturelles a permis de déterminer les comportements typiques de ces fibres et de choisir des méthodes de préparation des échantillons (extraction des fibres, traitements, mélanges) adaptées.

La première partie de cette thèse a été consacrée à l'étude de la possibilité de l'usage des fibres de *Posidonia-Oceanica* dans l'isolation thermique du bâtiment. Les caractérisations thermiques effectuées avec le Hot-Disk ont permis de déterminer l'influence de la densité et du traitement chimique de fibres. Il a été montré que la conductivité thermique en fonction de la masse volumique des échantillons présente une valeur minimale qui correspond à une masse volumique optimale. Pour les masses volumiques supérieures, où la conduction est le mode de transfert thermique prépondérant, la conductivité thermique augmente. Pour les masses volumiques inférieures, la conductivité augmente également du fait de la contribution des transferts par rayonnement. Pour les masses volumiques considérées, qui varient entre 17 et 155 kg.m⁻³, la conductivité thermique est comprise entre 0.043 et 0.07 W.m⁻¹.K⁻¹, donc équivalente à celle d'autres isolants, notamment les isolants naturels comme le chanvre et la cellulose. Un niveau d'isolation important peut donc être atteint avec ce type de fibres. La capacité thermique massique, identifiée à partir de la pente de la courbe linéaire de la diffusivité thermique en fonction du rapport de la conductivité et la masse volumique, est d'environ 2500 J.kg⁻¹.K⁻¹. Cette valeur est plus élevée que celle des matériaux d'isolation courants. Ce qui fait que ces fibres possèdent une inertie plus importante.

Les traitements chimiques sélectionnés, typiques de ceux utilisés classiquement pour des fibres naturelles n'ont pas d'effet significatif sur les propriétés thermiques des fibres de *Posidonia-Oceanica*, notamment les traitements T₁ et T₂. Néanmoins, une légère diminution de la

conductivité thermique et une augmentation de la capacité thermique massique ont été notées avec le traitement T₃. Ce qui fait que ces fibres pourraient être utilisées traitées avec le traitement T₃ c'est-à-dire traitées deux fois avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration 2% pendant 2 heures à une température de 80 °C. Leur utilisation dans leur état brut est également intéressante, surtout pour éviter l'impact environnemental lié à l'usage de l'hydroxyde de sodium.

La deuxième partie de cette thèse a été consacrée à l'étude de l'effet de l'introduction des fibres de *Posidonia-Oceanica* dans une matrice cimentaire sur les propriétés et la durabilité de celle-ci pour les fractions volumiques en fibres allant de 0 à 20%.

Du point de vue hygroscopique, l'évolution des propriétés thermophysiques a été suivie pendant le cycle de séchage. La masse volumique et la conductivité thermique ont diminué avec le temps, notamment aux temps courts. Les spectres infrarouge ont été également enregistrés au cours de séchage et ont permis de distinguer deux types de bandes :

- bandes caractéristiques de ciment (dont l'amplitude est fixe au cours du séchage) ;
- bandes relatives à l'eau (dont d'amplitude diminue au cours du séchage).

Par la suite, le rapport entre l'amplitude des pics liés à l'eau par rapport aux amplitudes des pics liés au ciment a été calculé afin de voir si cette évolution est monotone au cours du temps. Les résultats ont montré que les amplitudes normalisées tendent à diminuer au cours du temps. Cependant, cette évolution n'est pas monotone dans tous les cas. Les dispersions obtenues s'expliquent par le contact imparfait qui pouvait exister entre le matériau et le cristal du dispositif ATR et par l'hétérogénéité du matériau par rapport à la zone d'analyse. Cette difficulté est inhérente à la méthode de mesure utilisée. Ces mesures ont également montré que le séchage de la pâte de ciment est plus rapide que celui des composites.

Une fois durcis, une série de composites a été conservée sous des humidités relatives de 55%, 76% et 86% pendant une semaine et les gains massiques ont été suivis. Comme attendu, ces mesures ont permis les constats suivants :

- la prise d'eau est rapide aux temps courts et ralentit par la suite ;
- la teneur en eau maximale augmente linéairement avec la teneur en fibres ;
- la teneur en eau maximale augmente avec l'augmentation de l'humidité relative du milieu.

L'étude de la cinétique de sorption a également permis de déterminer le coefficient de diffusion à partir de deux méthodes :

- la pente de la partie linéaire de la courbe expérimentale de teneur en eau normalisée en fonction de la racine carrée du temps ;
- le temps de demi-montée de courbe de teneur en eau adimensionnelle en fonction du temps.

La première méthode étant la méthode la plus précise, les valeurs du coefficient de diffusion qu'elle fournit ont été retenues. Ce coefficient augmente légèrement avec la fraction volumique de fibres et reste de l'ordre de $10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Il est cependant important de noter que l'effet du traitement chimique n'est pas significatif ni sur la teneur en eau maximale ni sur le coefficient de diffusion quels que soient les échantillons considérés.

Du point de vue thermique, l'effet de la fraction volumique de fibres de *Posidonia-Oceanica* sur les propriétés thermophysiques des composites durcis a été étudié. Il apparaît que les composites incluant des fibres sont légèrement moins denses : la masse volumique diminue de 7%. Les propriétés isolantes de la matrice cimentaire sont également améliorées : une diminution de 22% de la conductivité thermique a été notée pour 20% en volume de fibres. L'effet de l'introduction de fibres sur la diffusivité thermique et sur la capacité thermique massique n'est pas significatif.

Du point de vue mécanique, les essais mécaniques de flexion 3 points et de compression effectués sur des composites contenant des quantités variables de fibres ont révélé que la résistance à la traction et la résistance à la compression augmentent de 27% au maximum. La fraction volumique optimale de fibres pour la résistance mécanique est comprise entre 5 à 10%.

Par ailleurs, les essais mécaniques de flexion 3 points sur des éprouvettes pré-fissurées ont permis de calculer la ténacité des composites en fonction de la fraction volumique en fibres. Celle-ci augmente linéairement avec la fraction volumique en fibres, jusqu'à 65% pour une fraction volumique de 20% par rapport à la pâte de ciment de référence.

Des modèles analytiques phénoménologiques simplifiés ont été également développés pour certaines propriétés et ont permis d'obtenir des modèles de conductivité thermique, de résistance à la traction, de résistance à la compression et de ténacité en fonction de la fraction volumique de fibres dans le matériau. Ces modèles ont été validés par comparaison avec les données expérimentales.

Ainsi, en s'appuyant sur les résultats présentés ci-dessous, nous pouvons conclure que :

- l'usage de fibres de *Posidonia-Oceanica* en isolation rapportée est une application intéressante pouvant se substituer en partie à l'usage d'isolants synthétiques dont la

consommation d'énergie liée à leur production est importante. Pour garantir de bonnes propriétés isolantes, des masses volumiques proches de 20 kg.m^{-3} doivent être utilisées.

- L'introduction de fibres de *Posidonia-Oceanica* dans une matrice cimentaire est également intéressante. Les propriétés isolantes et mécaniques du matériau peuvent être améliorées. Le choix de la quantité de fibres dépend de l'application visée. Si celle-ci nécessite une résistance maximale, la fraction volumique de fibres ne doit de préférence pas dépasser 10%. Si les propriétés isolantes ou la ductilité sont prioritaires, la fraction volumique peut être supérieure.

Les travaux effectués dans cette thèse pourront faire l'objet d'études complémentaires :

- Sur le plan expérimental et pour compléter les essais menés durant cette thèse il serait intéressant :
 - d'étudier le remplacement de la matrice cimentaire par un béton et de vérifier si l'effet de l'ajout de fibres est le même pour un matériau incluant des granulats minéraux ;
 - d'établir les isothermes de sorption des matériaux par étude de la cinétique de sorption d'eau sous d'autres humidités relatives ;
 - de caractériser les matériaux d'un point de vue acoustique ;
 - de réaliser une maquette de cloison séparant deux ambiances différentes (température, humidité relative) et incluant les fibres de *Posidonia-Oceanica*, soit mélangées à un matériau de structure, soit utilisées en isolation rapportée. L'instrumentation de cette cloison à l'aide de différents capteurs (sondes de température, de teneur en eau et d'humidité, fluxmètres) permettrait de disposer de données sur le comportement hygrothermique de ces fibres à une échelle proche de celle rencontrée dans une situation réelle.
- Sur le plan théorique, Il serait intéressant de développer des modèles de prédiction pour ce type de matériau qui prennent en compte la dispersion aléatoire de fibres dans la matrice (dispersion en taille de fibres et en orientation).

Les mesures expérimentales effectuées permettront d'alimenter des modèles numériques de transfert thermique et hygrothermique à l'échelle matériau ou encore à l'échelle paroi.

Références bibliographiques

Abdou, A. A., & Budaiwi, I. M. «Comparison of thermal conductivity measurements of building insulation materials under various operating temperatures.» *Journal of building physics*, 2010: 171-184.

Abdou, A., & Budaiwi, I. «The variation of thermal conductivity of fibrous insulation materials under different levels of moisture content.» *Construction and Building materials*, 2013: 533-544.

Adams, W. H. M. *Transmission de la chaleur*. Dunod, 1964.

Agoua, E., Zohoun, S., & Perré, P. « Utilisation d'une double enceinte pour déterminer le coefficient de diffusion d'eau liée dans le bois en régime transitoire: recours à la simulation numérique pour valider la méthode d'identification: A double climatic chamber used to measure the diffusi.» *International journal of heat and mass transfer*, 2001: 3731-3744.

Ali, M. E., & Alabdulkarem, A. «On thermal characteristics and microstructure of new insulation material extracted from date palm trees surface fibers.» *Construction and Building Materials*, 2017: 276-284.

Allegue, L., Zidi, M., & Sghaier, S. «Mechanical properties of *Posidonia oceanica* fibers reinforced cement.» *Journal of Composite Materials*, 2015: 509-517.

Amziane, S., & Collet, F. *Bio-aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM*. Springer, 2017.

ANME. «NAMA for Renewable Energy and Energy Efficiency in the building sector in Tunisia.» 2012.

Baley, C. «Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites.» *Tech. L'ingénieur*, 2013.

Baley, C. *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur, 2013.

Bankvall, C. «Heat transfer in fibrous materials.» (*Journal of Testing and Evaluation*) 1, n° 3 (1973).

Bibliographie

- Banthia, N., & Sheng, J. «Fracture toughness of micro-fiber reinforced cement composites.» *Cement and Concrete Composites*, 1996: 251-269.
- Baron, A. *Application de la spectrométrie infrarouge à l'étude des ciments*. Bulletin de la société Française de la céramique, 1980.
- Bederina, M., Marmoret, L., Mezreb, K., Khenfer, M. M., Bali, A., & Quéneudec, M. «Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes : experimental study and modelling.» *Construction and Building Materials*, 2007: 662-668.
- Beinish, H. *Éprouvettes en béton : leurs essais*. CERIB, 2000.
- Bhattacharyya, R. K. «Heat transfer model for fibrous insulations.» (Thermal Insulation Performance, ASTM STP) 718, n° 272-286 (1980).
- Bilan_énergétique_de_la_France. «Bilan énergétique de la France 2015.» 2015.
- Bohac, V., Gustavsson, M. K., Kubicar, L., & Gustafsson, S. E. «Parameter estimations for measurements of thermal transport properties with the hot disk thermal constants analyzer.» *Review of Scientific Instruments*, 2000: 2452-2455.
- Boudenne, A., Ibos, L., & Candau, Y. «Analysis of uncertainties in thermophysical parameters of materials obtained from a periodic method.» (Measurement Science and Technology) 17, n° 7 (2006).
- Boudouresque, C. F. *Impact de l'homme et conservation du milieu marin en méditerranée*. GIS Posidonie, 1996.
- Brahim, S. B., & Cheikh, R. B. «Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite.» *Composites Science and Technology*, 2007: 140-147.
- CEREN. «Les chiffres du bâtiment.» 2014.
- Cetiner, I. D. Shea, A. «Wood waste as an alternative thermal insulation for buildings.» (Energy and Buildings) 168, n° 1 (2018).
- Cetiner, I., D. Shea, A. «Wood waste as an alternative thermal insulation building material solution.» *Energy and Buildings*, 2018: 374-384.
- Chafei, C., Khadraoui, F., Boutouil, M., & Gomina, M. «Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite.» *Construction and Building Materials*, 2015: 229-235.
- Çomak, B., Bideci, A., & Bideci, Ö. S. «Effects of hemp fibers on characteristics of cement based mortar.» *Construction and Building Materials*, 2018: 794-799.
- Crank, J. *The mathematics of diffusion*. Oxford university press, 1979.

Dalmay, P., Smith, A., Chotard, T., Sahay-Turner, P., Gloaguen, V., & Krausz, P. «Properties of cellulosic fibre reinforced plaster: influence of hemp or flax fibres on the properties of set gypsum.» *Journal of materials science*, 2010: 793.

Delile, A. R. *Flore de l'Egypte*. 1813.

Den Hartog, C. «The sea-grasses of the world.» 1970.

Diem, M. *Introduction to modern vibrational spectroscopy*. New York, USA: John Wiley, 1994.

Domínguez-Muñoz, F., Anderson, B., Cejudo-López, J. M., & Carrillo-Andrés, A. «Uncertainty in the thermal conductivity of insulation materials.» (*Energy and Buildings*) 42, n° 11 (2010).

Egerton, R. F. *Physical principles of electron microscopy*. New York, USA: Springer, 2005.

Energy Information Administration (US), & Government Publications Office (Eds.). *International Energy Outlook 2016: With Projections to 2040*. Government Printing Office., 2016.

Fantilli, A. P., Chiaia, B., & Gorino, A. «Fiber volume fraction and ductility index of concrete beams.» *Cement and Concrete Composites*, 2016: 139-149.

Farcas, F., & Touze, P. «La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments.» *Bull. Lab. Ponts Chaussées* (Bull. Lab. Ponts Chaussées), 2001: 77-88.

Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. «Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010.» *Progress in polymer science*, 2012: 1552-1596.

Finck. «Mechanism of heat flow in fibrous materials.» (*Bureau of standards journal of research*) 5, n° 974–984 (1930).

Finck, J. L. «Mechanism of heat flow in fibrous materials.» (*Bureau of standards journal of research*) 5, n° 974–984 (1930).

Gao, X. F., Lo, Y., Tam, C. M., & Chung, C. Y. «Analysis of the infrared spectrum and microstructure of hardened cement paste.» *Cement and concrete Research*, 1999: 805-812.

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. New York, USA: Springer, 2017.

Green, E. P., & Short, F. T. *World Atlas of Seagrasses. Prepared by the UNEP World Conservation Monitoring Centre*. Berkeley, USA: University of California Press, 2003.

Griffith, A. A., & Eng, M. «VI. The phenomena of rupture and flow in solids.» (*Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*) 221, n° 582-593 (1921).

Griffith, A. «The theory of rupture.» (*First Int. Cong. Appl. Mech*), n° 55-63 (1924).

Griffiths, P. R., & De Haseth, J. A. *Fourier transform infrared spectrometry*. Hoboken New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2007.

Gustafsson, S. E. «Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials.» (Review of scientific instruments) 62, n° 3 (1991).

Haecker, C. J., Garboczi, E. J., Bullard, J. W., Bohn, R. B., Sun, Z., Shah, S. P., & Voigt, T. «Modeling the linear elastic properties of Portland cement paste.» *Cement and Concrete Research*, 2005: 1948-1960.

Hamdaoui, O., Ibos, L., Mazioud, A., Safi, M., & Limam, O. «Thermophysical characterization of Posidonia Oceanica marine fibers intended to be used as an insulation material in Mediterranean buildings.» *Construction and Building Materials*, 2018: 68-76.

Ibos, L. *Métrologie thermique appliquée à la caractérisation thermophysique de composites et au contrôle de structures par thermographie*. HDR, Université Paris-Est, 2012.

Irwin, G. R. «Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate.» (J. appl. Mech.) 1957.

«ISO 12135. Metallic materials -- Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness.» 2016.

Jeudy de Grissac, A., & Audoly, G. «Etude préliminaire des banquettes de feuilles mortes de Posidonia oceanica de la région de Marseille (France).» (Rapp. Comm. Int. Mer. Medit) 29, n° 5 (1985).

Khiari, R., Mhenni, M. F., Belgacem, M. N., & Mauret, E. «Chemical composition and pulping of date palm rachis and Posidonia oceanica—A comparison with other wood and non-wood fibre sources.» *Bioresource Technology*, 2010: 775-780.

Khoukhi, M., & Tahat, M. «Effect of temperature and density variations on thermal conductivity of polystyrene insulation materials in Oman climate.» *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2015: 994-998.

Kobayashi, K., & Cho, R. «Flexural behaviour of polyethylene fibre reinforced concrete.» *International journal of cement composites and lightweight concrete*, 1981: 19-25.

Korjenic, A., Petránek, V., Zach, J., & Hroudová, J. «Development and performance evaluation of natural thermal-insulation materials composed of renewable resources.» *Energy and Buildings*, 2011: 2518-2523.

Koru, M. «Determination of thermal conductivity of closed-cell insulation materials that depend on temperature and density.» *Journal for Science and Engineering*, 2016: 4337-4346.

Krapez, J. C. «Mesure de l'effusivité thermique-Méthodes photothermiques.» (Techniques de l'ingénieur) 2007.

Log, T., & Gustafsson, S. E. «Transient plane source (TPS) technique for measuring thermal transport properties of building materials.» (Fire and materials) 19, n° 1 (1995).

Matthews, F.L. Rawlings, R.D. *Composite materials: Engineering and science*. Abington, England: Woodhead Publishing, 1994.

Michel, J. C., & Suquet, P. «Nonuniform transformation field analysis.» (International journal of solids and structures) 40, n° 25 (2003).

Mnistère_de_la_transition_écologique_et_solidaire. *Observations et Statistiques*. 1 12 2015. <http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/lessentiel/ar/199/0/emissions-gaz-effet-serre-secteur-france.html> (accès le 10 1, 2018).

Morán, J. I., Alvarez, V. A., Cyras, V. P., & Vázquez, A. «Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers.» *Cellulose*, 2008: 149-159.

Neville, Adam M. *Properties of concrete*. London: Longman, 1995.

«NF EN ISO 12571. Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de sorption hygroscopique.» 2013.

Pérez-Lombard, L., Ortiz, J., & Pout, C. «A review on buildings energy consumption information.» *Energy and buildings* (Energy and buildings), 2008: 394-398.

Pierre, T., Colinart, T., & Glouannec, P. «Measurement of thermal properties of biosourced building materials.» *Journal of Thermophysics*, 2014: 1832-1852.

Powers, T.C. «Structure and physical properties of hardened Portland cement paste.» (Journal of American Ceramic Society) 41, n° 1 (1958).

Powers, T.C., Brownyard, T.L. «Studies of the physical properties of hardened.» (Journal Proceedings) 43, n° 9 (1947).

Reddy, N., & Yang, Y. «Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications.» *TRENDS in Biotechnology*, 2005: 22-27.

Réglementation thermique. Ed. CSTB, 2012.

Reis, J. M. L. «Fracture and flexural characterization of natural fiber-reinforced polymer concrete.» *Construction and building materials*, 2006: 673-678.

Rokbi, M., Osmani, H., Imad, A., & Benseddiq, N. «Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite.» *Procedia Engineering*, 2011: 2092-7.

Roma Jr, L. C., Martello, L. S., & Savastano Jr, H. «Evaluation of mechanical, physical and thermal performance of cement-based tiles reinforced with vegetable fibers.» *Construction and Building Materials*, 2008: 668-674.

Sedan, D., Pagnoux, C., Smith, A., & Chotard, T. «Propriétés mécaniques de matériaux enchevêtrés à base de fibre de chanvre et matrice cimentaire.» *18ème Congrès Français de Mécanique*. Grenoble, 2007.

Shibata, S., Cao, Y., & Fukumoto, I. «Effect of bagasse fiber on the flexural properties of biodegradable composites.» *Polymer composites*, 2005: 689-694.

Socrates, G. *Infrared and Raman characteristic group frequencies: tables and charts*. John Wiley & Sons, 2004.

Stokes, D. *Principles and practice of variable pressure: environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM)*. Cornwall, UK: John Wiley & Sons, 2008.

Swift, D. G., & Smith, R. B. L. «Sisal fibre reinforcement of cement paste and concrete.» *Int. Conf. on Materials of Construction for Developing Countries*. Bangkok: Asian Inst. of Tech., 1978. 193-198.

Taoukil, D., Sick, F., Mimet, A., Ezbakhe, H., & Ajzoul, T. «Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite.» *Construction and Building Materials*, 2013: 104-115.

Tijani, M. *Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants: valorisation des déchets de bois de palmier*. Doctoral dissertation, Université Paris-Est, 2016.

Tilioua, A., Libessart, L., Joulin, A., Lassue, S., Monod, B., & Jeandel, G. «Determination of physical properties of fibrous thermal insulation.» (In EPJ Web of Conferences) 33, n° 02009 (2012).

Toledo Filho, R. D., Scrivener, K., England, G. L., & Ghavami, K. «Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites.» *Cement and concrete composites*, 2000: 127-143.

Van Hattum, F. W. J., & Bernardo, C. A. «A model to predict the strength of short fiber composites.» *Polymer composites*, 1999: 524-533.

Vangeluwe, D. *Effets de la transplantation sur la biométrie et sur la dynamique des nutriments, du carbone et de la chlorophylle de *Posidonia oceanica* (L.) Delile*. 2007.

Walker, R., Pavia, S. «Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes.» *Construction and Building Materials*, 2014: 270-276.

Wambua, P., Ivens, J., & Verpoest, I. «Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?» *composites science and technology*, 2003: 1259-1264.

Wei, K., Lv, C., Chen, M., Zhou, X., Dai, Z., & Shen, D. «Development and performance evaluation of a new thermal insulation material from rice straw using high frequency hot-pressing.» *Energy and Buildings*, 2015: 116-122.

Yao, W., Jiang, S., Fei, W., & Cai, T. «Correlation between the Compressive, Tensile Strength of Old Concrete under Marine Environment and Prediction of Long-Term Strength.» *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017.

Zach, J., Korjenic, A., Petránek, V., Hroudová, J., & Bednar, T. «Performance evaluation and research of alternative thermal insulations based on sheep wool.» *Energy and Buildings*, 2012: 246-253.

Zannen, S., Ghali, L., Halimi, M. T., & Hssen, M. B. «Effect of chemical extraction on physicochemical and mechanical properties of doum palm fibres.» *Advances in Materials Physics and Chemistry*, 2014: 203.

Bibliographie

Zhang, B. M., Zhao, S. Y., & He, X. D. «Experimental and theoretical studies on high-temperature thermal properties of fibrous insulation.» *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 2008: 1309-1324.

Zhou, X. Y., Zheng, F., Li, H. G., & Lu, C. L. «An environment-friendly thermal insulation material from cotton stalk fibers.» *Energy and Buildings*, 2010: 1070-1074.

196-1, NF EN. «Méthodes d'essais des ciments, détermination des résistances mécaniques.» 2006.