



Comportement thermo-hydrrique de mortiers cimentaires contenant des matériaux à changement de phase (MCP) biosourcés et/ou des fibres végétales de miscanthus : études aux échelles du matériau et de la paroi

Komi Gbekou

► To cite this version:

Komi Gbekou. Comportement thermo-hydrrique de mortiers cimentaires contenant des matériaux à changement de phase (MCP) biosourcés et/ou des fibres végétales de miscanthus : études aux échelles du matériau et de la paroi. Génie civil. Université Gustave Eiffel, 2023. Français. ⟨NNT : 2023UEFL2060⟩. ⟨tel-05237696⟩

HAL Id: tel-05237696

<https://theses.hal.science/tel-05237696v1>

Submitted on 3 Sep 2025

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.



HAL Authorization

THÈSE DE DOCTORAT



Comportement thermo-hydrigue de mortiers cimentaires contenant des matériaux à changement de phase (MCP) biosourcés et/ou des fibres végétales de miscanthus : Etudes aux échelles du matériau et de la paroi

Thèse de l'Université Gustave Eiffel

École doctorale n° 531, Sciences, Ingénierie et Environnement – SIE

Spécialité : Génie Civil

Thèse préparée au **laboratoire Navier**

sous la direction de **Karim BENZARTI**, Directeur de Recherche,
la co-direction de **Abderrahim BOUDENNE**, Professeur des universités
le co-encadrement de **Anissa EDDHAHAK**, Maîtresse de conférences ,

Thèse soutenue à l'université Gustave Eiffel, le 23 Novembre 2023, par

Franck Komi GBEKOU

Composition du jury

Membres du jury avec voix délibérative :

Rachid BENNACER	Professeur, Ecole Normale Supérieure, Paris-Saclay	Président
Florence COLLET	Professeure, Université de Rennes	Rapporteur
Naima BELAYACHI	Professeure, Université d'Orléans	Rapporteur
Mohammed LACHI	Professeur, Université de Reims Champagne-Ardenne	Examineur
Karim BENZARTI	Directeur de Recherche, Université Gustave Eiffel	Directeur
Abderrahim BOUDENNE	Professeur, Université Paris-Est Créteil	Co-directeur
Anissa EDDHAHAK	Maîtresse de conférences, HDR , Arts et métiers Paris	Encadrante



Remerciements

*A ma mère, femme forte et visionnaire sans qui tout cela n'aurait jamais été possible,
Merci pour tout Maman.*

J'exprime une profonde gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse.

En premier lieu, je tiens à remercier mon directeur de thèse, M. Karim BENZARTI et mon encadrement, Prof. Abderrahim BOUDENNE et Mme Anissa EDDHAHAK, pour avoir cru en moi dès le premier jour de l'entretien et m'avoir garanti un soutien constant tout au long de cette expérience. Je remercie particulièrement mon directeur pour sa patience, sa disponibilité, son expertise et son engagement inébranlable tout au long de cette aventure académique, qui m'a ajouté un goût en plus pour la recherche et a grandement enrichi ce travail de recherche.

J'adresse également mes sincères remerciements à tout le personnel technique de tous les labos ayant contribué à ce gros travail, Jean-François, Jean-Daniel, Baraka, Thibault, Cédric, Patrick pour leur contribution et leur disponibilité à chaque moment où j'ai exprimé le besoin.

Merci à tout le personnel du laboratoire Navier, à l'équipe MSA et aux membres de l'équipe RMP à laquelle je me suis greffé. Les échanges quotidiens ont enrichi mon expérience.

A tous les doctorants, Postdocs et stagiaires passés par le labo pendant ma thèse, merci pour la camaraderie et l'ambiance instaurée et qui j'espère continuera toujours. Au « club des cinq » ça y est on l'a fait. Antoine, Margaux, Nabil, Kassem et moi, à notre rencontre en 2020 on se doutait bien qu'on finirait la thèse mais sûrement pas avec les expériences communes qu'on a eues. Pouvoir se tirer vers le haut en même temps tout en étant des points de supports dans les moments difficiles étaient exceptionnels. Merci Antoine pour les discussions, Margaux pour la gentillesse et les rigolades et Nabil pour les bonnes séances de discussions sur tout et rien avec l'humour en plus, Valentine pour ta gentillesse et ta disponibilité.

A cette nouvelle famille que je me suis créée au laboratoire, merci pour tout. Il n'y a sûrement pas de mot pour décrire l'expérience de vie commune au laboratoire et en dehors entre les moments de football, basket, la salle de gym et les restaurants. A mon frère de tous les jours Ahmad (Hamoodi) du duo Tic & Tac, et à Rahima qui est devenue une grande sœur vers laquelle on court presque systématiquement au besoin.

Enfin, une reconnaissance éternelle envers tous mes amis & frères (au Togo & en France), ma famille et à toi mon amour. Vous avez été une source constante de soutien moral et émotionnel. Mimi, Amevi, Island-boy, Ibish, Lau, Lou, X, le QFC, et les frères, chaque moment passé entre mes plaintes, les encouragements, les discussions pour décompresser est inestimable, et je suis reconnaissant de vous avoir eu à mes côtés tout au long de cette aventure.

Au-delà de l'expérience scientifique, cette thèse a été un voyage humain enrichissant, rendu possible grâce à la contribution de chacun d'entre vous. **Merci du fond du cœur.**

Résumé

Ce travail de thèse s'inscrit dans le contexte général de l'amélioration des performances thermo-hydrauliques des matériaux d'enveloppe dans le bâtiment, en vue de réduire la consommation d'énergie et d'optimiser le confort des occupants. Il propose en particulier de comparer le comportement thermo-hydraulique de trois solutions différentes aux échelles du matériau et de la paroi : des mortiers cimentaires incorporant soit des matériaux à changement de phase (MCP) microencapsulés d'origine biosourcée, soit des fibres végétales de miscanthus micronisées, soit une combinaison de ces deux types d'inclusions. Cette dernière solution, qualifiée de mortier hybride, explore la possibilité de combiner les avantages des différents constituants pour obtenir un composite présentant à la fois des propriétés d'isolant thermique, une capacité de stockage passive d'énergie par chaleur latente, et une capacité de régulation d'humidité (hygroscopicité).

A l'échelle du matériau, une première étape a consisté à définir des protocoles de formulation adaptés aux différentes solutions de mortiers considérées et permettant de compenser la perte d'ouvrabilité liée à l'introduction des inclusions. Un programme complet de caractérisation microstructurale, mécanique et thermo-hydraulique a ensuite été appliqué de manière systématique aux formulations de mortiers contenant des teneurs variables en MCP et/ou en fibres végétales, après 28 jours de durcissement. Il ressort globalement que le mortier avec MCP et le composite hybride présentent des propriétés d'isolation thermique nettement supérieures à celle du mortier de référence, mais que leur hygroscopicité n'est pas significativement améliorée car la présence des MCP tend à restreindre les transferts hydriques au sein de ces matériaux. L'introduction des fibres de miscanthus conduit en revanche à une amélioration conjointe des performances thermiques et hygriques. Par ailleurs, quel que soit le type d'inclusion utilisé, une augmentation significative de la porosité et une chute importante des propriétés mécaniques du mortier sont observées par rapport à la référence. Pour chacune des solutions, une teneur « optimale » en inclusions offrant un compromis entre gains de propriétés thermo-hydrauliques et perte de résistance mécanique est alors sélectionnée pour l'investigation à l'échelle supérieure.

Pour les besoins de l'étude à l'échelle de la paroi, un dispositif bi-climatique spécifique a d'abord été conçu et développé au laboratoire, afin de pouvoir simuler différents scénarios climatiques. Des murs réalisés à partir des 3 solutions de mortiers précédemment sélectionnées, ont ensuite été instrumentés de capteurs et exposés à des sollicitations cycliques de température (entre 15°C et 40°C) et d'humidité relative (entre 33 et 55% HR). Les réponses thermiques de ces différentes parois ont été systématiquement comparées à celle du mur en mortier de référence, de manière à pouvoir quantifier les gains de performance associés à l'incorporation des inclusions. Pour la paroi contenant les MCP, un amortissement assez modeste de l'ordre de 1°C de la température est mesuré à différentes profondeurs pendant la phase de chauffage (lorsque la face extérieure est sollicitée à 40°C), comparé à la référence. Des simulations numériques menées à l'échelle du bâtiment et intégrant l'influence du changement de phase des MCP sur les transferts thermiques, prédisent néanmoins des gains énergétiques significatifs pour le chauffage hivernal (33%) et les besoins de climatisation (27-31%) sous différents climats. La paroi contenant les fibres de miscanthus conduit à un amortissement bien plus important de la variation de température au niveau de l'environnement intérieur pendant la

phase de chauffage, avec un écart de l'ordre de 4°C par rapport à la référence, et permet aussi d'amortir efficacement les variations d'humidité. Enfin, la paroi de mortier hybride démontre également des performances thermiques intéressantes, avec une atténuation de l'ordre de 4°C de la température ressentie sur la face intérieure pendant la phase de chauffe, comparé à la référence. Cependant, cette paroi de mortier hybride présente un effet limitant sur les transferts d'humidité, ce qui peut compromettre le confort intérieur.

En conclusion, le mortier incorporant les fibres de miscanthus seules semble donc fournir les meilleures performances thermo-hydrrique et constitue une solution prometteuse pour une utilisation comme matériau d'enveloppe. De manière générale, les données expérimentales collectées dans le cadre de cette thèse aux échelles du matériau et de la paroi constituent une base précieuse pour des travaux de modélisation ultérieurs.

Abstract

This doctoral work addresses the general issue of improving the thermo-hygic performance of building envelope materials, with the aim of reducing energy consumption and optimizing occupant comfort. More specifically, it is proposed to compare the thermo-hygic behavior of three different solutions at both the material and wall scales: cementitious mortars incorporating either biobased microencapsulated phase change materials (PCM), micronized miscanthus fibers, or a combination of these two types of inclusions. This latter solution, referred to as a hybrid mortar, explores the possibility of combining the advantages of different components to achieve a composite that exhibits both thermal insulation properties, passive energy storage capacity through latent heat, and humidity regulation capabilities (hygroscopicity).

At the material scale, the first step involved defining formulation protocols suitable for the different mortar solutions considered, allowing for compensation of the loss of workability associated with the introduction of inclusions. A comprehensive program of microstructural, mechanical, and thermo-hygic characterization was then systematically applied to mortar formulations containing varying amounts of PCM and/or plant fibers, after 28 days of curing. Overall, it was found that the mortar with PCM and the hybrid composite exhibit superior thermal insulation properties compared to the reference mortar, but their hygroscopicity is not significantly improved as the presence of PCM tends to restrict moisture transfers within these materials. The introduction of miscanthus fibers, on the other hand, leads to a simultaneous improvement in both thermal and hygic performance. Furthermore, regardless of the type of inclusion used, a significant increase in porosity and a significant drop in the mechanical properties of the mortar are observed compared to the reference. For each of the solutions, an "optimal" content of inclusions, offering a compromise between gains in thermo-hygic properties and loss of mechanical strength, is then selected for investigation at the larger scale.

For the purposes of the study at the wall scale, a specific bi-climatic setup was first designed and developed in the laboratory to simulate different climate scenarios. Walls made from the three mortar solutions previously selected were then equipped with sensors and subjected to cyclic temperature (between 15°C and 40°C) and relative humidity (between 33% and 55% RH) fluctuations. The thermal responses of these different walls were systematically compared to that of the reference mortar wall in order to quantify the performance gains associated with the incorporation of inclusions. For the wall containing PCMs, a relatively modest damping effect of approximately 1°C in temperature was measured at various depths during the heating phase (when the exterior face was subjected to 40°C) compared to the reference. However, numerical simulations conducted at the building scale, taking into account the influence of PCM phase change on heat transfer, predict significant energy savings for winter heating (33%) and air conditioning requirements (27-31%) under different climates. The wall containing miscanthus fibers resulted in a much greater damping of temperature variation at the interior environment during the heating phase, with a difference of approximately 4°C compared to the reference, and also effectively dampened humidity variations. Lastly, the hybrid mortar wall also demonstrated interesting thermal performance, with a reduction of around 4°C in perceived temperature on the interior face during the heating phase compared to the reference. However,

Abstract

this hybrid mortar wall has a limiting effect on moisture transfer, which may compromise indoor comfort.

In conclusion, the mortar formulation containing exclusively miscanthus fibers seems to emerge as the most promising choice among the three solutions considered, demonstrating superior thermo-hygric performance for potential use as an envelope material. Besides, the comprehensive experimental data gathered in this thesis, at both material and wall scales, forms a valuable foundation for future modeling work.

Table des matières

Remerciements	i
Résumé	ii
Abstract.....	iv
Table des matières.....	vi
Liste des tableaux	xiii
Listes des figures.....	xiv
Introduction Générale.....	1
I. Chapitre I : Etude bibliographique	7
I.1 Introduction.....	7
I.2 Les matériaux à changement de phase pour le stockage passif d'énergie thermique dans le bâtiment	7
I.2.1 Le stockage d'énergie thermique.....	7
I.2.1.1 Stockage d'énergie par chaleur sensible.....	8
I.2.1.2 Stockage d'énergie par chaleur chimique.....	8
I.2.1.3 Stockage d'énergie par chaleur latente	9
I.2.2 Les matériaux à changements de phase	10
I.2.2.1 Classification des MCP	10
I.2.2.1.1 Les MCP organiques	11
I.2.2.1.2 Les MCP inorganiques	12
I.2.2.1.3 Les MCP eutectiques.....	12
I.2.2.1.4 Les MCP biosourcés.....	12
I.2.2.2 Critères de choix et caractéristiques des MCP.....	14
I.2.3 Utilisation des MCP dans les matériaux de construction	15
I.2.3.1 Intérêt des MCP dans le domaine du bâtiment	15
I.2.3.1.1 Méthodes d'incorporation des MCP dans les matériaux de construction	17
I.2.3.2 Influence de l'incorporation des MCPs sur les propriétés des matériaux cimentaires.....	18
I.2.3.2.1 Influence sur la rhéologie et l'ouvrabilité du mortier.....	18
I.2.3.2.2 Influence sur le processus d'hydratation	20
I.2.3.2.3 Influence sur la microstructure	22
I.2.3.2.4 Influence sur les propriétés mécaniques	23

I.2.3.2.5	Influence sur les propriétés thermiques	25
I.3	Le béton biosourcé pour les applications d'isolation thermique dans le bâtiment	27
I.3.1	Les fibres naturelles.....	28
I.3.2	Caractéristiques des plantes lignocellulosiques.....	30
I.3.2.1	Composition chimique.....	30
I.3.2.2	Organisation structurelle et cellulaire des plantes lignocellulosiques.....	33
I.3.3	Le Miscanthus	34
I.3.4	Influence de l'incorporation des fibres sur les propriétés des mortiers cimentaires.....	37
I.3.4.1	Influence sur la rhéologie et l'ouvrabilité du mortier	37
I.3.4.2	Influence sur le processus d'hydratation	39
I.3.4.3	Influence sur la microstructure des mortiers.....	41
I.3.4.4	Influence sur les propriétés mécaniques	42
I.3.4.5	Influence sur les propriétés thermiques	44
I.3.4.6	Influence sur les propriétés hydriques	46
I.4	Les solutions hybrides pour le stockage passif d'énergie et l'isolation thermique.....	49
I.5	Comportement thermo-hydrique des matériaux de construction à l'échelle de la paroi	53
I.5.1	Etudes expérimentales	53
I.5.2	Etudes numériques	62
I.5.2.1	Les modèles de couplage thermo-hydrique	63
I.5.2.1.1	Le Modèle de Philip et De Vries	63
I.5.2.1.2	Le modèle de Luikov.....	63
I.5.2.1.3	Le modèle de Künzelt.....	64
I.5.2.1.4	Le modèle de Mendes.....	64
I.5.2.2	Les méthodes de résolution numériques.....	65
I.5.2.3	Exemples d'études numériques du comportement thermo-hydrique de parois de bétons biosourcés	67
I.5.2.4	Prise en compte du changement de phase des MCP dans les modèles de transfert de chaleur.....	72
I.5.2.4.1	La méthode enthalpique	73
I.5.2.4.2	La méthode de terme de source de chaleur latente	73
I.5.2.4.3	La méthode de la capacité thermique apparente.....	74
I.5.2.4.4	Exemples d'applications.....	75
I.6	Conclusion	80

II. Chapitre II : Caractérisation multiphysique des différents mortiers à l'échelle matériau	82
Introduction.....	82
II.1 Mechanical and thermophysical properties of cement mortars including bio-based microencapsulated phase change materials.....	83
Abstract.....	84
II.1.1 Introduction	84
II.1.2 Materials and Methods	87
II.1.2.1 Raw Materials.....	87
II.1.2.2 Mix design and preparation of the PCM mortar samples	88
II.1.2.3 Characterization techniques.....	91
II.1.2.3.1 Laser diffraction analysis	91
II.1.2.3.2 Differential scanning calorimetry (DSC)	91
II.1.2.3.3 Water accessible porosity and apparent density of hardened PCM mortars.....	92
II.1.2.3.4 Microstructural observations using scanning electron microscopy (SEM)	93
II.1.2.3.5 Thermogravimetric analysis (TGA)	93
II.1.2.3.6 Mechanical characterization of the hardened PCM mortars	94
II.1.2.3.7 Characterization of the thermophysical properties.....	94
II.1.3 Results and discussion.....	96
II.1.3.1 Preliminary characterization of the mPCM dispersion.....	96
II.1.3.1.1 Particle size distribution.....	96
II.1.3.1.2 DSC characterization of the mPCM particles	97
II.1.3.1.3 Thermophysical properties of the microencapsulated PCMs	100
II.1.3.2 Experimental investigations on PCM mortars	101
II.1.3.2.1 Microstructural characterization	101
II.1.4 Conclusions	113
II.1.5 Appendix – Complementary tables	114
II.2 Mechanical and thermal properties of cement mortar composites incorporating micronized miscanthus fibers	115
Abstract:.....	116
II.2.1 Introduction	116
II.2.2 Materials and methods.....	119
II.2.2.1 Materials.....	119

Table des matières

II.2.2.2	Mix design and preparation of the mortar samples.....	120
II.2.2.3	Characterization methods	123
II.2.2.3.1	Water accessible porosity and apparent density.....	123
II.2.2.3.2	Microstructural observations by Scanning Electron Microscopy (SEM).....	124
II.2.2.3.3	Thermogravimetric Analysis (TGA).....	124
II.2.2.3.4	Mechanical characterizations of hardened mortars	124
II.2.2.3.5	Characterization of thermophysical properties.....	125
II.2.3	Results and discussion.....	126
II.2.3.1	Influence of miscanthus fibers on the workability of the fresh mortar mixes	126
II.2.3.2	Microstructural characterizations	127
II.2.3.2.1	SEM observations	127
II.2.3.2.2	Thermogravimetric analyses (TGA)	129
II.2.3.2.3	Dry density and water accessible porosity	131
II.2.3.3	Mechanical properties	133
II.2.3.4	Thermophysical properties	134
II.2.4	Conclusion.....	138
II.3	Hygrothermal characterization of cement mortar composites incorporating micronized vegetal fibers.....	140
	Abstract.....	141
II.3.1	Introduction	141
II.3.2	Materials and methods.....	144
II.3.2.1	Materials and sample preparation.....	144
II.3.2.2	Characterization techniques.....	146
II.3.2.2.1	Characterization of thermophysical properties.....	146
II.3.2.2.2	Moisture Buffer Value	147
II.3.2.2.3	Assessment of the water vapor permeability.....	148
II.3.2.2.4	Characterization of the sorption-desorption behavior	150
II.3.2.2.5	Assessment of the capillary absorption parameters.....	150
II.3.3	Results and discussion.....	152
II.3.3.1	Influence of moisture conditions on thermophysical properties.....	152
II.3.3.2	Water vapor permeability	157
II.3.3.3	Sorption/desorption behavior	158

Table des matières

II.3.3.3.1	Experimental characterization.....	158
II.3.3.3.2	Theoretical modeling	161
II.3.3.4	Moisture Buffer Value.....	162
II.3.3.5	Capillary absorption behavior	163
II.3.4	. Conclusion.....	166
II.4	Mechanical and hygrothermal properties of cement mortars including both phase change materials and miscanthus fibers	168
	Abstract.....	169
II.4.1	Introduction	169
II.4.2	Materials and experimental methods.....	170
II.4.2.1	Materials.....	170
II.4.2.2	Mix design and sample preparation.....	171
II.4.2.3	Experimental methods	173
II.4.2.3.1	Scanning electron microscopy	173
II.4.2.3.2	Density and water-accessible porosity	173
II.4.2.3.3	Mechanical characterizations.....	173
II.4.2.3.4	Assessment of thermophysical properties	174
II.4.2.3.5	Determination of the Moisture Buffer Value	174
II.4.3	Results	174
II.4.3.1	SEM observation	174
II.4.3.2	Density and water-accessible porosity.....	175
II.4.3.3	Mechanical properties	176
II.4.3.4	Thermophysical properties	177
II.4.3.5	Moisture Buffer Value.....	179
II.4.4	Conclusion.....	180
	Conclusion du Chapitre II.....	181
III.	Chapitre III : Etude des performances thermo-hydrauliques à l'échelle de la paroi	183
	Introduction.....	183
III.1	Thermal performance of a building envelope including microencapsulated phase change materials (PCMs): A multiscale experimental and numerical investigation	184
	Abstract.....	185
III.1.1	Introduction	185

III.1.2	Materials and experimental methods	187
III.1.2.1	Materials	187
III.1.2.2	Thermophysical properties.....	188
III.1.2.3	Experimental setup for bi-climatic wall test.....	189
III.1.2.3.1	Preparation and instrumentation of walls.....	189
III.1.2.3.2	The bi-climatic experimental setup.....	190
III.1.2.3.3	Experimental hygrothermal case study	191
III.1.3	Mathematical model	191
III.1.4	Results	194
III.1.4.1	Thermal response of the walls under cyclic heating/cooling solicitation.....	194
III.1.4.2	Thermal response of the walls under steady-state heating at 40°C	196
III.1.4.3	Numerical study of building under real climatic conditions	197
III.1.4.3.1	Model validation.....	197
III.1.4.3.2	Comparison of the thermal behavior of M15D and M0 buildings.....	199
III.1.5	Conclusion.....	203
III.2	Comparative study of the hygrothermal behaviors of a cement mortar wall including micronized miscanthus fibers and a reference wall	205
	Abstract.....	206
III.2.1	Introduction	206
III.2.2	Materials and experimental methods.....	208
III.2.2.1	Materials	208
III.2.2.2	Material-scale characterizations.....	209
III.2.2.3	Experimental setup for the bi-climatic wall test.....	210
III.2.2.3.1	The bi-climatic experimental setup.....	210
III.2.2.3.2	Wall preparation and sensors insertion	211
III.2.2.3.3	Boundary conditions and climatic scenarios.....	212
III.2.3	Results	213
III.2.3.1	Material scale properties of the two mortars	213
III.2.3.2	Comparison of the walls' behaviors under cyclic temperature	215
III.2.3.3	Comparison of the walls' behaviors under steady-state heating at 40°C	219
III.2.3.4	Comparison of the walls' behaviors under hygric solicitation.....	221
III.2.4	Conclusion.....	224

Table des matières

III.3.1	Réponse du mur aux sollicitations cycliques de température	225
III.3.2	Réponse du mur à la sollicitation en régime stationnaire	231
III.3.3	Réponse du mur aux sollicitations hydriques	233
Conclusion du Chapitre III		236
Conclusion générale et perspectives		238
IV.	Références bibliographiques	243

Liste des tableaux

Tableau I.1. Exemples de MCP biosourcés, d'après [54]	13
Tableau I.2. Critères de sélection des MCP [2–4].....	14
Tableau I.3. Propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [99,101,102]	30
Tableau I.4. Composition chimique de quelques fibres végétales [99,107–110].	32
Tableau I.5. Scénarios étudiés par Essid et al. [216].....	79
Table II.1. Composition of the reference cement mortar (M0) based on reference [225].	88
Table II.2. Compositions of the various PCM mortar admixtures.	89
Table II.3. Characteristics of the melting and crystallization peaks of the mPCM particles, as determined by DSC at a rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$	98
Table II.4. Densities of the raw materials used in the miscanthus mortar formulations (values provided by the suppliers, except for the miscanthus fibers)	120
Table II.5. Composition of the various mortar admixtures including micronized miscanthus fibers.....	121
Table II.6. Theoretical compositions of the various miscanthus mortars in kg per m^3 for the fresh mix.	121
Table II.7. Composition of the various mortar formulations including micronized miscanthus fibers.....	145
Table II.8. Experimental values of water vapor permeability (δ) obtained for the various mortars exposed to dry and wet environments.	158
Table II.9. Adjustment parameters for the GAB model	162
Table II.10. Capillary test results of various mortars	164
Table II.11. Characteristics of the melting and crystallization peaks of the mPCM particles, as determined by DSC at a rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$	170
Table II.12. Composition of the various mortars considered in this study.....	171
Table III.1. Composition of the two mortar formulations used in this work.	188
Table III.2. Thermal proprieties of M15 introduced in COMSOL-Multiphysics [11].	193
Table III.3. Damping rate ξ (%) and phase shift (h).....	202
Table III.4. Energy saving using bio-based PCM.	203
Table III.5. Composition of the two mortar formulations used in this work.	209

Listes des figures

Figure I.1. Schéma simple du principe de stockage d'énergie thermique (Thermal Energy Storage – TES- en anglais) [30].	7
Figure I.2. Schéma de quelques systèmes de stockage thermique par chaleur sensible	8
Figure I.3. Schéma d'un système de stockage de chaleur chimique à base de sulfate de magnésium hydraté [37].	9
Figure I.4. Densité énergétique vs température (échelle logarithmique) et comparaison du volume théorique nécessaire pour stocker 10 GJ de chaleur selon quatre principes différents [38].	9
Figure I.5. Principe de fonctionnement des MCP [39].	10
Figure I.6. Classification des MCP selon leur la nature et leur composition chimique [40,41].	11
Figure I.7. Images MEB d'une microcapsule d'alginate de calcium contenant de l'huile de coco (A) et de sa section transversale (B) [56].	14
Figure I.8. Exemples de systèmes présentés lors du concours de maisons solaires « Solar Decathlon houses » : (a et b) utilisation des MCP comme composants de sol et de mur, ou (c et d) intégrés dans les dalles et dans les panneaux structuraux isolés [62].	15
Figure I.9. Comparaison des épaisseurs de parois nécessaires pour obtenir une capacité d'accumulation de chaleur équivalente avec différents matériaux de construction.	16
Figure I.10. Exemples de MCP macroencapsulés [40,41]	17
Figure I.11. Description du processus de microencapsulation pour un MCP paraffinique, d'après [41]	18
Figure I.12. Evolution de l'affaissement du béton avec le taux d'incorporation de MCP [78].	19
Figure I.13. Variation de la quantité d'eau ajouté avec la teneur en MCP (Cunha et al.[80])	20
Figure I.14. Résultats de Snoeck et al. [77] concernant l'effet de l'incorporation des MCP sur les propriétés de prise du mortier : (a) retard de prise ; (b) pic de température d'hydratation,	21
Figure I.15. (a) Variation de la température de différents mélanges mortier-MMCP en fonction du temps lors des tests semi-adiabatiques et (b) Évolution du degré d'hydratation (Djamai et al. [81])	21
Figure I.16. Evolution de la masse volumique et de la porosité apparente du béton en fonction du pourcentage de MCP ajouté	22
Figure I.17. (a) Densité et (b) porosité ouverte du béton géopolymère(GPC) et du béton ordinaire (PCC) en fonction de la concentration de mPCM [82]	23
Figure I.18. Effet de la teneur massique en MCP sur la résistance en compression d'un mortier à 28 jours, d'après Fenollera et al. [68]	24
Figure I.19. Taux de réduction de la résistance à la compression des bétons en fonction de la teneur massique en MCP selon divers travaux répertoriés par Berardi et al. [69,70,73,75,76,89–92]	24
Figure I.20. (a) Courbes DSC (endothermique) du mortier en fonction du taux de MCP incorporé. (b) Masse thermique des échantillons de mortier avec différentes proportions de MCP [69].	26
Figure I.21. Taux de réduction de la conductivité thermique de mortiers cimentaires en fonction du taux d'incorporation de MCP, selon divers travaux répertoriés par Berardi et al. [69,70,73,76,82,89,92].	27
Figure I.22. Les différentes formes de fibres végétales[98].	29

Table des illustrations

Figure I.23. Classification des fibres naturelles [100].....	30
Figure I.24. Structure moléculaire de la cellulose [100].	31
Figure I.25. Structure moléculaire de la lignine [100]	31
Figure I.26. Exemples de structures moléculaires d'hémicelluloses à longue chaîne principale, de type xylane présentes dans les bois de feuillus, et de type glucomannanes présentes dans les bois de résineux [105,106].....	32
Figure I.27 Schéma descriptif d'une fibre lignocellulosique [103,104].....	33
Figure I.28. Plante de Miscanthus (Source: Kellogg Biological Station Long-Term Ecological Research, biofuel research site; Photo Credit: J.E.Doll, Michigan State University)	34
Figure I.29. Répartition de la culture du Miscanthus en France.....	35
Figure I.30. Analyse du cycle de vie du miscanthus utilisé en biocombustible	36
Figure I.31. Schéma du cycle végétatif du miscanthus [117,118].....	36
Figure I.32. Volume de miscanthus par type de conditionnement	37
Figure I.33. Capacité d'absorption d'eau des fibres de miscanthus, pour différentes tailles de particules (Chen et al. [129]).....	38
Figure I.34. Influence de l'incorporation de différentes fibres végétales sur l'ouvrabilité de mortiers cimentaires	38
Figure I.35. Effet de l'introduction dans une matrice cimentaire de différentes teneurs en cendre d'enveloppe de riz (RHA) sur le pic exothermique de la réaction d'hydratation [139].....	39
Figure I.36. (a) Profondeur de pénétration de l'aiguille Vicat en fonction du temps, pour des pâtes de ciment formulées avec une eau de gâchage contenant les composés extractibles de trois types de chanvre (notés CA, CB et CC) ; (b) Evolution de la teneur en portlandite pendant l'hydratation des mêmes pâtes de ciment [137].	40
Figure I.37. Influence de la teneur en fibres végétales sur la masse volumique de quelques bétons biosourcés ..	42
Figure I.38. Influence de la teneur en fibres végétales sur la résistance à la compression de différents composites cimentaires	43
Figure I.39. Evolutions des propriétés thermo-physiques des mortiers en fonction de la teneur massique en fibres de thé (notée ST content) [159].....	44
Figure I.40. Variation de la conductivité thermique en fonction du taux de fibres de palmier dattier, pour trois composites cimentaires : MDP6 (fibres de diamètre 6 mm), MDP3 (fibres de diamètre 3 mm) et MDPmix (mélange des deux types de fibres).	45
Figure I.41. Influence de l'humidité sur la conductivité thermique pour des béton de chanvre de différentes masses volumiques (Cérézo [165])	46
Figure I.42. Influence du taux de fibres de bois sur les isothermes de sorption de mortiers biosourcés [172]	47
Figure I.43. Mécanismes de fixation de l'humidité dans un pore lors de l'adsorption [160,174].....	48
Figure I.44. Comparaison des valeurs MBV de différents mortiers biosourcés [124,178].	49
Figure I.45. Évolutions de (a) la conductivité thermique et (b) de la chaleur spécifique C_p en fonction de la température, pour des mélanges sol argileux/fibres de roseau contenant différentes teneurs en MCP (entre 0 et 20% en masse [180]	50

Table des illustrations

Figure I.46. Isothermes de sorption obtenus pour des mélanges sol argileux-fibres de roseau contenant différentes teneur en MCP (entre 0 et 20% en masse), et pour un mortier cimentaire classique (courbe verte) [180].	51
Figure I.47. Comparaison entre les conductivités thermiques mesurées à différentes températures pour un béton de chanvre de référence et pour un béton contenant des fibres de chanvre imprégnées par un MCP [183].	52
Figure I.48. Schéma d'un dispositif expérimental bi-climatique à l'échelle de la paroi	54
Figure I.49. Dispositif expérimental utilisé par Chennouf et al. [149,165]	54
Figure I.50. (a) Variations de l'humidité relative en fonction du temps à différentes profondeurs du mur béton-DPC soumis à des cycles d'humidité ; (b) Réponse thermique du mur béton-DPC exposé à des cycles de température [26,176].	55
Figure I.51. Dispositif expérimental bi-climatique utilisé par Rahim et al. [188] : (a) schéma du dispositif expérimental et montage de l'essai, (b) zones de mesures et positions des capteurs, (c) protocole expérimental.	56
Figure I.52. Variations en fonction du temps de la température et de l'humidité relative dans des murs de béton HLC (à gauche) et de béton SLC (à droite) exposés à des cycles combinés de température (entre 10°C et 25°C) et d'humidité (entre 60% et 80% HR) [188]	56
Figure I.53. (a)-(b), Instrumentation d'un mur de terre chanvre, et (c) schéma du dispositif bi-climatique utilisé par Boumediene [24].	57
Figure I.54. Composition de la paroi ISOBIO étudiée par Boumediene et al. [24] (1. Enduit extérieur chaux-chanvre 2. Panneau d'isolation rigide en chanvre 3. Isolant souple Biofib Trio 4. Panneau d'OSB 5. Membrane Intello 6. Isolant souple Biofib Trio 7. Panneau de paille compressée 8. Enduit intérieur en terre)	57
Figure I.55. Evolutions en fonction du temps (a) de la température, (b) de l'humidité relative et (c) de la pression de vapeur, à différentes profondeurs d'un mur de béton de chanvre exposé à des cycles dynamiques correspondant aux variations journalières de température à Kairouan [24,189] (les profondeurs en cm de chaque capteurs sont marqués entre les parenthèse).	58
Figure I.56. Cellule utilisée par Al-Absi et al. pour étudier le comportement de parois multicouches intégrant des MCP [67].	59
Figure I.57. Comparaison des évolutions journalières de la température dans des cellules comportant une paroi classique en briques (courbe en noir) et une paroi multicouche incluant un panneau avec des MCP (courbe en rouge) [67]	59
Figure I.58. Evolutions de la température dans des cellules comportant des façades sans MCP (cellule A) ou incorporant 15% de MCP (cellule B) exposées en conditions climatiques réelles, d'après Bahrar et al. [64].	60
Figure I.59. Schéma (a) et photographie (b) du dispositif expérimental utilisé par Wu et al. [193]; (c) description des différentes configurations de parois multicouches testées.	61
Figure I.60. (a) Amplitudes des variations de température et d'humidité relative dans les différents systèmes multicouches étudiés par Wu et al. [193]; (b) Amplitude de la variation de température et retard de la réponse à différents points de mesure, pour les différentes configurations de parois.	62
Figure I.61. Environnement du logiciel EnergyPlus et modules associés [198]	66
Figure I.62. Comparaison entre les valeurs de température mesurées dans le mur en béton de chanvre, et les valeurs numériques issues du modèle développé par Colinart et al. [190]. (a) réponses spatiales à t = 0s et 15jours; (b) réponses transitoires à x = 5, 18 et 29cm.	68
Figure I.63. Comparaison entre les températures mesurées et les valeurs théoriques à des profondeurs de (b) 3 cm, (c) 7,5 cm et (d) 12,5 cm dans le mur DPC. L'épaisseur de la paroi est de 15 cm.	69

Table des illustrations

Figure I.64. Comparaison des réponses numériques (modèle de Künzle avec prise en compte de l'hystérésis ou non) et expérimentales du mur DPC exposé à des variations d'humidité relative, à des profondeurs de (a) 3 cm ; (b) 7,5 cm et (c) 12,5 cm.	69
Figure I.65. Variation de la température et de la pression de vapeur dans l'épaisseur de la paroi au cours du dernier cycle stabilisé pour le climat de : (a) Rennes, (b) Toulouse, (c) Kairouan, (d) Djerba. Résultats expérimentaux : lignes continues ; résultats numériques : lignes pointillées [189].	71
Figure I.66. Différentes configurations de parois multicouches considérées dans le travail de Anter et al. [191].	76
Figure I.67. Simulations des évolutions journalières (a) du flux thermique et (b) de la température au niveau de l'environnement intérieur, dans le cas de parois sans MCP ou comportant une couche de MCP (d'épaisseur variable) soumises aux conditions climatiques estivales d'Assouan en Egypte [191].	76
Figure I.68. Simulations des évolutions journalières de la température au niveau de l'environnement intérieur, dans le cas de parois sans MCP ou comportant une couche de MCP (d'épaisseur variable de 10 à 30 mm) soumises [215].	77
Figure I.69. (a) Paroi biosourcée IBS-IZOLOX (b) et panneau de MCP considérés dans l'étude de Kharbouch et al. [63]	78
Figure I.70. Simulations des variations de température dans l'environnement intérieur, pour des parois biosourcées avec ou sans MCP exposées à des conditions extérieures représentatives d'une journée estivale [63]	78
Figure I.71. Types de panneaux étudiés [216]	79
Figure I.72. Evolution de la température sur 24 h pour les différentes parois étudiées	80
Figure II.1. Optimization of the water dosage using mini-slump tests: (a) Experimental setup and (b) evolution curves of the spread diameter as function of the W/C ratio obtained for the various PCM mortar admixtures studied.	90
Figure II.2. Experimental protocol used to determine the water accessible porosity and apparent density based on the NF P 18-459 standard: (a) $2 \times 2 \times 4$ cm ³ mortar samples, (b) conditioning under vacuum, (c) imbibition with water, (d) hydrostatic weighing, and (e) drying in an oven at 105°C	93
Figure II.3. Mechanical characterization of the PCM mortars: (a) 3-point bending test, (b) fractured mortar samples after the bending test, and (c) compression test on the half specimens.	94
Figure II.4. Schematic representation of the hot disk setup used to measure the thermophysical properties of the solid mPCM samples and PCM mortars under controlled temperature and RH conditions.	95
Figure II.5. Particle size distribution of the ME29D dispersion as determined by wet laser diffraction analysis: Particle size distribution curves by (a) volume and (b) cumulated volume.	96
Figure II.6. SEM images obtained at different magnifications of the microencapsulated PCM particles contained in the ME29D dispersion (after the evaporation of water).	97
Figure II.7 Typical DSC thermograms (heat flow versus temperature) obtained over the heating/cooling steps at a rate of 0.5°C min ⁻¹ for the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion).	97
Figure II.8. Typical thermogram (reversing heat capacity versus temperature) of the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion) obtained at a scanning rate of 0.5°C min ⁻¹	98
Figure II.9. Typical TGA, DTG, and STDA curves recorded at 10°C .min ⁻¹ under an air atmosphere for the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion).	99
Figure II.10. Evolution curves of the (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity obtained for the mPCM particles as a function of temperature.	100

Table des illustrations

Figure II.11. Evolution of the volumetric heat capacity of the mPCM particles with temperature.....	101
Figure II.12. SEM images obtained in BSE mode showing the microstructure of the various PCM mortars at different magnifications: (a) to (a'') M0, (b) to (b'') M5D, (c) to (c'') M10D, (d) to (d'') M15D, and (e) to (e'') M20D.	103
Figure II.13. Typical TGA curves collected at a heating rate of $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ for the various PCM mortars studied.	105
Figure II.14. Typical DTG curves (first derivative signals) obtained for the various PCM mortars. The DTG curve obtained for the mPCM particles is superimposed for comparison (dotted line, labelled ME29D).	105
Figure II.15. Mean values of the (a) apparent density and (b) water accessible porosity of the various PCM mortar compositions according to the NF P18-459 standard.	106
Figure II.16. Evolution of the apparent density and water accessible porosity of the PCM mortars as a function of the volume fraction of the mPCM particles.	107
Figure II.17. Mechanical properties of the various PCM mortars: The mean values of the (a) flexural and (b) compressive strength.	108
Figure II.18. Evolution of the flexural and compressive strength of the PCM mortars as a function of the volume fraction of mPCM particles.	108
Figure II.19. Evolution of the (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity with temperature for the various PCM mortars.	110
Figure II.20. Evolutions of the thermal conductivity of the PCM mortars as a function of the volume content of mPCM particles in the solid and liquid phase, respectively.	111
Figure II.21. Evolution of the (a) volumetric heat capacity and (b) specific heat capacity as a function of temperature for the various PCM mortars.	112
Figure II.22. SEM pictures of the miscanthus fibers.	119
Figure II.23. Preconditioning of miscanthus fibers: (a) soaking of fibers in water, (b) filtration with a tissue, (c) soaked fibers ready for incorporation.	122
Figure II.24. Slump test on mortars: (a) mini-cone filled with mortar, (b) slumped mortar.	123
Figure II.25. Determination of the water accessible porosity and apparent density of mortars.	124
Figure II.26. Mechanical characterization of the mortar samples: (a) 3-point bending configuration, (b) broken specimen (c) half sample tested in compression.	125
Figure II.27. Experimental setup used to measure thermophysical properties of mortars.	126
Figure II.28. Slump of the bio-based mortar mixes as function of their miscanthus fiber content	126
Figure II.29. Microstructural examination of the different mortars using SEM images in BSE mode and at varying magnifications: (a)-(a') M0, (b)-(b') M2.5F, (c)-(c') M5F, (d)-(d') M7.5F, and (e)-(e') M10F.	129
Figure II.30. Typical TGA curves (mass loss) recorded at 10°C/min for the different mortars.	130
Figure II.31. Typical DTG curves (first derivative signals) of the different mortars at 28 days. The curve recorded for neat miscanthus fibers is also superimposed for comparison (in dotted line).	131
Figure II.32. Mean values of (a) the apparent density and (b) the water accessible porosity for the different mortars studied at 28 days.	132

Table des illustrations

Figure II.33. Dependence of the apparent density/the water accessible porosity of mortars (at 28 days) on the miscanthus fiber content.	132
Figure II.34. Mechanical properties of the different mortars at 28 days: (a) Flexural and (b) compressive strengths.	133
Figure II.35. Flexural and compressive strengths versus weight fraction of miscanthus fibers in the mortars ...	134
Figure II.36. Temperature dependence of (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity for the different bio-based mortars.	135
Figure II.37. Thermal conductivity of mortars (at 25°C) versus weight content of miscanthus fibers.	136
Figure II.38. Thermal conductivity (at 25°C) versus density of mortars.	137
Figure II.39. Temperature dependence of the volumetric heat capacity for the different mortars	138
Figure II.40. Scanning Electron Microscopy (SEM) images of the micronized miscanthus fibers at different magnifications.	144
Figure II.41. Experimental setup used to assess the thermophysical properties of mortars over the 15-45°C temperature range and at different RH levels.....	146
Figure II.42. Description of the experimental setup used to evaluate the moisture buffer value.	148
Figure II.43. Experimental setup for the determination of the water vapor permeability.	149
Figure II.44. Gravimetric vapor sorption analyzer (SPS model from ProUmid). Cubic mortar specimens are installed in the sample loader.	150
Figure II.45. (a) and (b) Experimental setup used for capillary absorption tests, (c) weighing of the samples with a precision balance.....	151
Figure II.46. Temperature dependence of the thermal conductivity at (a)10% RH and (b) 100% RH for the various mortars studied.....	153
Figure II.47. Temperature dependence of the thermal diffusivity at (a)10% RH and (b) 100% RH for the various mortars studied.....	154
Figure II.48. Dependence of the thermal conductivity of mortars at 25°C upon the weight content of miscanthus fibers, for different levels of relative humidity.	156
Figure II.49. Dependence of the thermal conductivity of M10F mortar upon temperature, for different levels of relative humidity.	157
Figure II.50. Adsorption/desorption isotherms recorded for the different mortar formulations.....	160
Figure II.51. Moisture storage capacity determined for the different mortar formulations.....	160
Figure II.52. Comparison of theoretical adsorption isotherms provided by the GAB model with experimental data, for the various mortars under study.....	162
Figure II.53. Moisture Buffer Values of various mortars including miscanthus fibers, and comparison with the NordTest classification.	163
Figure II.54. Evolution of the absorbed water per surface unit during capillary absorption test, for the various mortar specimens	164
Figure II.55. Evolutions of the capillary absorption coefficient and the capillary moisture content as a function of the miscanthus fiber content in the cement mortars.	165

Table des illustrations

Figure II.56. (a) Liquid dispersion of mPCMs and (b) presoaked miscanthus fibers after filtration.	173
Figure II.57. SEM images (backscattered electron mode) showing the microstructure of the MDF mortar at different magnifications: (a) $\times 600$, (b) $\times 1200$	175
Figure II.58. (a) Density and (b) water-accessible porosity of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).	176
Figure II.59. Flexural and compressive strengths of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).....	177
Figure II.60. Evolutions versus temperature of (a) the thermal conductivity and (b) the thermal diffusivity of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).	178
Figure II.61. Moisture Buffer Values of the various mortars and NordTest classification.	180
Figure III.1. Thermophysical properties (at 50% RH) of M0 and M15D determined by the HD method (solid & liquid state of the PCM core).	189
Figure III.2. (a) Wall preparation with sensors; (b) Experimental setup; (c) IR image of wall to check uniform heat transfer and to prevent the heat losses.....	190
Figure III.3. Case studies applied to the wall.	191
Figure III.4. M15D enthalpy curve variation calculated using COMSOL.	194
Figure III.5. Responses of the walls during 24h under temperature solicitations cycles between 40°/15°C: (a) M0; (b) M15D.	195
Figure III.6. Comparison between M0 and M15D for a steady-state regime at 40°C.....	196
Figure III.7. Validation of numerical models using the heating/cooling test at the middle of bio-based PCM wall (5cm).....	198
Figure III.8. Validation of numerical models using the heating/cooling test.	199
Figure III.9. Geometry of the building model.	200
Figure III.10. Simulated indoor temperature of the M15D and AAC M0 buildings: (a) Mediterranean climate and (b) hot-dry climate (c) degraded oceanic climate.....	201
Figure III.11. Energy consumption for M15D and for M0 buildings: (a) Mediterranean climate and (b) hot-dry climate (c) degraded oceanic climate.	203
Figure III.12. Picture of the custom-designed frame structure.....	211
Figure III.13. (a) Sensors positions at various depths of the wall; (b) final experimental setup.	212
Figure III.14. Mechanical and density properties of mortars M7.5F and M0 at 25°C and 50% HR.....	214
Figure III.15. Thermophysical properties and MBV of the mortars at 25°C and 50% HR.	215
Figure III.16. Thermal responses of the two walls under cyclic temperature variations between 40°C and 15°C: (a) M0; (b) M7.5F	216
Figure III.17. Compared thermal responses of the two mortar walls under a 24-hour cyclic temperature variation between 40°C and 15°C	217
Figure III.18. Temperature profiles across the two walls at different moments of the heating stage: (a) M0 and (b) M7.5F.....	218

Table des illustrations

Figure III.19. Coupled heat and mass transfer in the biobased M7.5 wall: Relative humidity evolution within the wall during cyclic temperature solicitation	219
Figure III.20. Compared thermal responses of the two mortar walls under steady-state heating solicitation.	220
Figure III.21. Temperature profiles across the two walls at different moments of the steady-state heating solicitation.....	220
Figure III.22. Comparative evolution of vapor pressure in both walls under steady-state heating solicitation...	221
Figure III.23. Evolution of the relative humidity in the M7.5F wall under hygric solicitation: (a) at positions 0, 2.5 cm and 5 cm; (b) at positions 7.5 cm and 10 cm.....	223
Figure III.24. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à des cycles successifs entre 40°C et 15°C.....	226
Figure III.25. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à un cycle de 24h entre 40°C et 15°C.....	227
Figure III.26. Comparaison des profils de température mesurés à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de chauffe (t = 0, 3h, 12h).....	227
Figure III.27. Comparaison des profils de température dans les différentes parois (M0, M15D, M7,5F et MDF) à différents instants de la phase de chauffe (t=0 et t=12h).....	229
Figure III.28. Comparaison des profils de température à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de refroidissement (t=12h, 15h, 18h et 24h).	230
Figure III.29. Comparaison de la réponse thermique de toutes les parois (M0, M15D, M7,5F& MDF) en fonction du temps à chaque position pendant la phase de chauffe	230
Figure III.30. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à un créneau entre 20 et 40°C suivi d'un maintien prolongé à cette température.	231
Figure III.31. Comparaison des profils de température à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de chauffe prolongée à 40°C (t= 0, 12h, 60h).....	232
Figure III.32. Comparaison des profils de température dans les différentes parois (M0, M15D, M7,5F et MDF) à différents instants de la phase de chauffe continue à 40°C (t=0 et 60h).	233
Figure III.33. Evolutions de l'humidité relative à différentes profondeurs du mur hybride MDF lors du cycle de sollicitation hygrique : (a) positions 0, 2,5 cm et 5 cm ; (b) positions 7,5 cm et 10 cm.....	234
Figure III.34. Comparaison des évolutions d'humidité relative à différentes profondeurs dans les murs MDF et M7,5F lors de la sollicitation hygrique : (a) positions 0, 2,5 cm et 5 cm ; (b) position 7,5 cm et 10 cm.	235

Introduction Générale

Dans son dernier rapport paru en 2023, le Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat (GIEC) évalue le réchauffement climatique à la surface du globe à 1,1°C par rapport à la période préindustrielle, et avance une estimation de 1,5°C en 2030. Ce réchauffement est principalement dû aux émissions de gaz à effet de serre et aux activités humaines. Afin de limiter rapidement ce réchauffement, plusieurs décisions commencent à être prises par les pouvoirs publics au niveau national, continental et mondial. Par exemple, en France, la « Loi relative à l'énergie et au climat » (2019) renforce les objectifs de réduction des émissions nationales de gaz à effet de serre, fixant notamment une neutralité carbone d'ici 2050. Aux Etats-Unis, le gouvernement s'est engagé à travers son plan climat à réduire les émissions de gaz à effet de serre et à atteindre la neutralité carbone au niveau national d'ici 2050¹. Ce programme comprend des mesures telles que l'investissement dans les énergies renouvelables, la promotion des véhicules électriques et la rénovation énergétique des bâtiments. Au niveau Européen, le Paquet Énergie-Climat² de l'Union européenne (2020) fixe des objectifs pour les États membres de l'UE, avec un l'objectif de réduction des émissions de gaz à effet de serre de 40% d'ici 2030 par rapport aux niveaux de 1990, à travers la maîtrise de la demande énergétique et le développement et la promotion des énergies renouvelables. On peut également mentionner le Pacte Vert pour l'Europe (Green Deal)³ qui vise à rendre l'Europe neutre en carbone d'ici 2050, en déployant des efforts importants de transition écologique dans plusieurs secteurs, tels que l'énergie, les transports, l'agriculture et la rénovation énergétique des bâtiments.

Les émissions de gaz à effet de serre sont causées par l'industrialisation intensive, l'exploitation excessive des ressources et la surconsommation. La trajectoire haussière continue de ces émissions, de l'ordre de 3% par an, est fortement liée à la croissance démographique mondiale. Dans son rapport « Perspectives de la population mondiale », le Département des Affaires Economiques et Sociales des Nations Unies a évalué la population mondiale à 8 milliards en novembre 2022⁴, et anticipe un chiffre de 9,7 milliards en 2050 [1]. Cette croissance démographique s'accompagne très logiquement d'une augmentation des besoins primaires, notamment en termes d'énergie, d'alimentation ou encore de logement.

Le secteur du bâtiment et de la construction apparaît comme l'un des plus polluants et énergivores. Le « Rapport sur l'état mondial des bâtiments et de la construction en 2022 » publié par les Nations Unies mentionne une émission de CO₂ provenant de l'utilisation des bâtiments de l'ordre de 10 gigatonnes sur l'année considérée [2]. De son côté, l'Alliance Mondiale pour le Bâtiment et la Construction estime que la consommation énergétique liée au seul secteur du bâtiment correspond à environ 36% de la consommation totale d'énergie dans le monde [3]. Cette consommation d'énergie dans le bâtiment englobe différentes

¹<https://www.whitehouse.gov/briefing-room/statements-releases/2022/11/11/fact-sheet-president-biden-announces-new-initiatives-at-cop27-to-strengthen-u-s-leadership-in-tackling-climate-change/>

² <https://www.ecologie.gouv.fr/cadre-europeen-energie-climat>

³ <https://www.consilium.europa.eu/fr/policies/green-deal/>

⁴ <https://www.un.org/fr/global-issues/population>

contributions : l'énergie utilisée pour la production des matériaux (lors des phases d'extraction et de transformation des matières premières), celle utilisée pendant la phase de construction des bâtiment, et enfin l'énergie nécessaire pendant toute la phase d'exploitation des bâtiments pour assurer le confort des occupants (éclairage, chauffage, climatisation, etc...) [4]. Cette dernière contribution représente une part importante de la consommation totale.

En France, le chauffage représente environ 65% de la consommation d'énergie dans le secteur résidentiel et 43% dans le secteur tertiaire (locaux commerciaux) [5]. La part d'énergie liée aux besoins de climatisation reste encore relativement faible pour le secteur résidentiel et représente 9% dans le secteur tertiaire. Une voie pertinente pour réduire cette demande consiste à améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments. Différentes solutions technologiques peuvent être déployées pour parvenir à cet objectif, basées sur l'emploi de méthodes de gestion passive ou active de l'énergie : on peut citer en particulier l'utilisation de panneaux d'isolation thermique, de systèmes de gestion de l'éclairage, de dispositifs de contrôle automatique des appareils de climatisation/chauffage, ou encore de systèmes de stockage d'énergie [6–8]. Cependant, ces solutions ne garantissent toujours pas le maintien d'un confort thermique optimal en toute saison, été comme hiver [9].

Dans ce contexte, la recherche s'oriente notamment vers le développement de matériaux innovants, qui soient à la fois plus respectueux de l'environnement et capables de générer des gains significatifs en termes de performances énergétiques et de confort des usagers dans les bâtiments de demain.

Parmi les solutions envisagées, les matériaux à changement de phase (MCP) offrent des perspectives particulièrement intéressantes. En effet, les MCP sont capables de stocker de l'énergie par chaleur latente dans un volume réduit, puis de diffuser cette énergie lors d'un changement de phase. Considérés comme des réservoirs d'énergie, les MCP peuvent être incorporés dans les matériaux de construction classiques (plâtre, ciment, béton) dans l'objectif de limiter le recours aux systèmes énergivores de chauffage et de climatisation [10–12]. Les MCP se comportent également comme des « amortisseurs » thermiques, en atténuant les fluctuations de température dans les pièces d'habitations, favorisant ainsi la sensation de confort thermique des occupants tout au long de l'année [13]. Leurs performances thermiques supérieures à celle des matériaux traditionnels permettent même d'envisager une optimisation (réduction) de l'épaisseur des parois [14]. En outre, les MCP peuvent aussi bien convenir à la conception de constructions nouvelles, que servir à la rénovation du bâti ancien.

De nombreuses études de la littérature se sont ainsi intéressées aux propriétés thermo-physiques des MCP et des matériaux cimentaires incorporant des MCP, le plus souvent sous forme microencapsulée (capsules constituées d'une coque en polymère PMMA et contenant généralement un MCP paraffinique). La plupart de ces travaux ont porté spécifiquement sur la caractérisation de ces matériaux par DSC (calorimétrie différentielle à balayage), sur des observations morphologiques / microstructurales ou encore sur leur caractérisation mécanique [15,16]. Des travaux complémentaires restent cependant nécessaires à l'échelle matériau pour optimiser les procédés de mise en œuvre des mélanges cimentaire incorporant des MCP, et mieux appréhender les relations existantes entre le procédé employé, la microstructure et les

propriétés finales du système. L'utilisation de MCP biosourcés en remplacement des MCP paraffiniques est également un axe en plein développement[17], qui mérite d'être approfondi en vue de réduire encore davantage l'empreinte environnementale de ces systèmes. Par ailleurs, le comportement thermo-hydrique des matériaux de construction incorporant des MCP reste encore un sujet peu abordé voire quasi-inexistant dans la littérature, particulièrement lorsque l'on passe de l'échelle matériau à l'échelle paroi. La connaissance de ce comportement à l'échelle de la structure est pourtant primordiale si l'on souhaite évaluer de manière rigoureuse les gains générés par les MCP en termes de performances énergétiques et de confort thermique/hydrique des usagers.

L'utilisation de bétons biosourcés incluant des fibres végétales, comme les bétons de chanvre ou de lin [18] par exemple, constitue une autre alternative intéressante pour améliorer l'isolation des bâtiments [19–21]. Il s'agit de matériaux légers, qui peuvent être substitués aux matériaux traditionnels pour la réalisation d'éléments non structuraux dans les bâtiments, ou être employés comme matériaux de remplissage sur des éléments porteurs. Ces matériaux présentent généralement d'excellentes performances thermiques, mais également acoustiques, ainsi qu'un comportement fortement hygroscopique qui leur permet de réguler les variations d'humidité dans l'environnement intérieur [17,22,23], contribuant au confort des usagers [24–27]. En outre, les matériaux biosourcés à base d'agréats végétaux permettent aussi de réduire de manière importante l'empreinte carbone des bâtiments [19–21] et limitent la dépendance aux ressources non renouvelables [28]. Pour ce type de matériaux également, les études disponibles concernent principalement des travaux menés à l'échelle matériau, tandis que les investigations aux échelles supérieures (paroi et bâtiment) restent encore peu nombreuses.

Ce travail de thèse propose justement de comparer les performances de différents matériaux d'enveloppe en termes de performances thermiques et de capacité de régulation hydrique (hygroscopicité) à différentes échelles.

Les solutions qui seront explorées sont les suivantes :

- Des mortiers cimentaires contenant des matériaux à changement de phase (MCP) microencapsulés d'origine biosourcée, dont l'empreinte environnementale est réduite par rapport à celle des MCP paraffiniques classiques [29]. Le point de fusion de ces MCP est de l'ordre de 29°C, ce qui les destine plutôt à une utilisation dans des zones géographiques exposées à des climats chauds,
- Des mortiers incorporant des fibres végétales, plus particulièrement des fibres de miscanthus en raison du potentiel d'exploitation important de cette plante en France. Le choix s'est dirigé vers une poudre de miscanthus micronisée (avec une distribution de taille de particules entre 200 µm et 500 µm), afin de favoriser l'obtention d'une distribution homogène de particules fines après incorporation dans la matrice cimentaire. Ce critère ouvre la possibilité d'explorer ultérieurement l'imprimabilité du mortier dans un contexte de fabrication additive. De plus, l'utilisation des fibres de miscanthus dans les matériaux de construction est encore peu documentée et mérite d'être approfondie,

- On s'intéressera également à des mortiers hybrides incorporant à la fois des MCP et des fibres de miscanthus. L'objectif sous-jacent est de vérifier si l'association de ces constituants conduit à des effets de synergie et permet d'obtenir un composite présentant à la fois de bonnes propriétés d'isolation thermique, une aptitude à réguler l'humidité, ainsi qu'une capacité à stocker de l'énergie sous forme de chaleur latente.

Cette étude s'appuie principalement sur une démarche expérimentale à deux échelles interconnectées :

- A l'échelle matériau, on s'attachera en premier lieu à élaborer des protocoles de formulation adaptés aux différentes solutions de mortiers considérées, et permettant de conserver une ouvrabilité compatible avec la mise en œuvre des mélanges frais. Des caractérisations systématiques de la microstructure, des propriétés mécaniques et des caractéristiques thermo-hydriques des différents mortiers contenant des teneurs variables en MCP et/ou en fibres végétales seront ensuite réalisées après durcissement (à 28 jours). Cette étape permettra de dresser un premier bilan sur les avantages/inconvénients des différentes solutions de matériaux étudiées. Elle permettra également d'identifier pour chaque type de mortier, la teneur en MCP et/ou fibres de miscanthus conduisant au meilleur compromis entre gain de propriétés thermo-hydriques et chute de propriétés mécaniques. Les formulations ainsi sélectionnées seront utilisées pour l'étude à l'échelle supérieure,
- A l'échelle de l'élément de structure du bâtiment (paroi), des murs fabriqués à partir des formulations précédemment sélectionnées seront instrumentés de capteurs de température et d'humidité, puis soumis à un environnement bi-climatique permettant de simuler différents scénarios météorologiques en conditions dynamiques (cycles de température et d'humidité relative). On notera que le dispositif bi-climatique utilisé sera conçu et mis au point dans le cadre de la thèse. Les réponses des différents murs de mortiers modifiés seront ensuite systématiquement comparées à la réponse du mur de référence (mortier sans ajout d'inclusions), et analysées à la lumière des résultats obtenus à l'échelle matériau. Cette méthodologie permettra de mieux appréhender l'impact des différentes inclusions (utilisées séparément ou en combinaison) sur les performances des parois.

Un des objectifs initiaux visait également à compléter les investigations expérimentales à l'échelle de la paroi par une modélisation numérique des phénomènes de transfert de chaleur et de masse, de manière à pouvoir prédire les gains énergétiques associés aux différentes solutions de matériaux d'enveloppe proposées. Compte tenu de l'important volume de travail nécessaire à la réalisation du programme de thèse, cette approche numérique a été appliquée uniquement au mur de mortier incorporant des MCP, et au mur de référence pour comparaison. Le modèle utilisé prend en compte l'influence du changement de phase des MCP sur les phénomènes de transfert de chaleur.

Le présent manuscrit rapporte les principaux résultats acquis dans le cadre de ce travail de thèse, et s'articule autour de 3 chapitres.

Le premier chapitre, rédigé en français, propose une étude bibliographique sur les différents volets abordés dans cette étude. Une première partie fournit un état de l'art sur les systèmes passifs de stockage d'énergie utilisant des matériaux à changement de phase, sur les bétons biosourcés à base de fibres végétales destinés à l'isolation des bâtiments, ainsi que sur le développement de systèmes hybrides incluant à la fois des MCP et des fibres végétales. La seconde partie passe en revue les travaux de la littérature consacrés aux études expérimentales et numériques à l'échelle de la paroi. Elle décrit les principaux dispositifs bi-climatiques utilisés pour caractériser le comportement thermo-hydrique des parois, et présente les principaux résultats obtenus dans le cadre de campagnes expérimentales menées sur des murs de mortier incorporant des MCP ou des fibres végétales. Enfin, elle fournit un aperçu des différents modèles utilisés par les auteurs pour décrire les phénomènes de transfert de chaleur et d'humidité dans les matériaux de construction biosourcés ou contenant des MCP.

Les deux autres chapitres sont consacrés aux investigations menées pendant la thèse aux échelles du matériau et de la paroi, respectivement. Ces parties sont, pour l'essentiel, présentées sous la forme d'articles rédigés en anglais et précédés par une courte introduction en français. Sur les six articles inclus dans le manuscrit, deux ont déjà été publiés dans des revues de rang A, et un autre a fait l'objet d'une publication dans les actes d'une conférence internationale (ICBBM 2023). Les trois autres articles ont vocation à être soumis assez rapidement dans des revues internationales après quelques ajustements complémentaires de mise en forme.

Le Chapitre II comporte ainsi quatre articles, portant sur :

- La caractérisation microstructurale, mécanique et thermo-physique de mortiers cimentaires incluant des MCP,
- La caractérisation microstructurale, mécanique et thermique de mortiers cimentaires incorporant des fibres de miscanthus,
- L'étude du comportement thermo-hydrique des mêmes mortiers avec fibres de miscanthus,
- La caractérisation multiphysique des mortiers hybrides incluant une combinaison de MCP et de fibres de miscanthus.

Chacun de ces articles décrit d'abord le protocole de formulation et de malaxage spécifiquement développé pour chacun des systèmes considérés en vue de conserver une ouvrabilité satisfaisante du mélange. Les résultats des caractérisations multiphysiques réalisées sur chaque type de mortier à 28 jours sont ensuite présentés. Un bilan global est dressé à la fin du chapitre.

Le Chapitre III, qui concerne les investigations à l'échelle de la paroi, comporte les éléments suivants :

- Un premier article, présente l'étude expérimentale et numérique du comportement thermo-hydrique d'une paroi de mortier incluant des MCP et exposée à un environnement bi-climatique. Une comparaison avec le comportement de la paroi de référence (mortier sans inclusions) permet d'évaluer l'efficacité de cette solution.

Introduction générale

- Un second article porte sur la caractérisation expérimentale de la paroi de mortier incorporant des fibres de miscanthus.
- Enfin, une dernière partie rédigée en français fournit les principaux résultats relatifs au comportement thermo-hydrique d'une paroi de mortier hybride (les données expérimentales correspondantes ont été obtenues en fin de thèse et font ici l'objet d'une analyse sommaire).

En conclusion de ce Chapitre, les performances comparées des trois types de parois permettent de discuter de la pertinence des solutions proposées.

I. Chapitre I : Etude bibliographique

I.1 Introduction

Ce chapitre présente une étude bibliographique sur les deux pistes précédemment évoquées pour améliorer l'efficacité énergétique dans les bâtiments, à savoir les systèmes de stockage d'énergie et le béton biosourcé pour l'isolation des bâtiments. La première partie présentera un état de l'art sur les bétons incorporant les matériaux à changement de phase, les bétons biosourcés à base de fibres végétales destinés à l'isolation des bâtiments, et le développement de systèmes hybrides incluant à la fois des MCP et des fibres végétales. Ensuite, les principales études de la littérature concernant l'impact de l'incorporation des MCP et/ou des fibres végétales sur les propriétés des matrices cimentaires seront passées en revue. La seconde partie est dédiée aux études expérimentales et numériques à l'échelle de la paroi. Elle présentera d'abord les travaux de la littérature portant sur la caractérisation du comportement thermo-hydrique à l'échelle de la paroi, en décrivant les principaux dispositifs bi-climatiques utilisés ainsi que les principaux résultats expérimentaux. Un aperçu des différents modèles décrivant les phénomènes de transfert de chaleur et d'humidité dans les parois biosourcées ou contenant des MCP sera finalement proposé.

I.2 Les matériaux à changement de phase pour le stockage passif d'énergie thermique dans le bâtiment

I.2.1 Le stockage d'énergie thermique

Le stockage de l'énergie thermique ou stockage thermique, désigne le processus de captage et de conservation de l'énergie thermique sous forme de chaleur pour une utilisation ultérieure. Il permet de stocker l'excès de chaleur produite à un moment donné puis de la libérer au besoin, selon le principe décrit sur la Figure I.1.

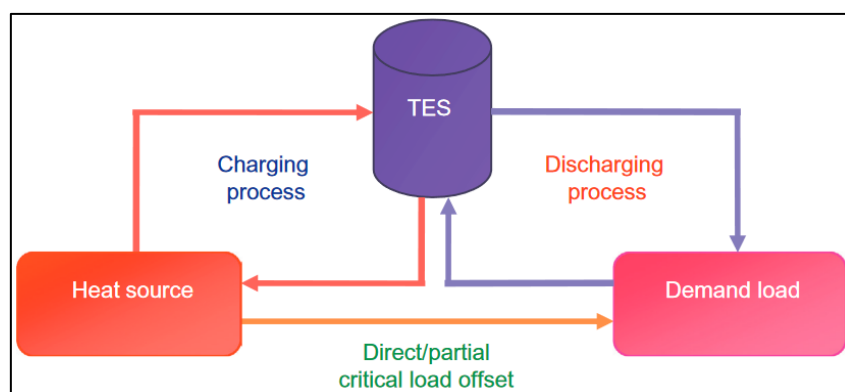


Figure I.1. Schéma simple du principe de stockage d'énergie thermique (Thermal Energy Storage – TES- en anglais) [30].

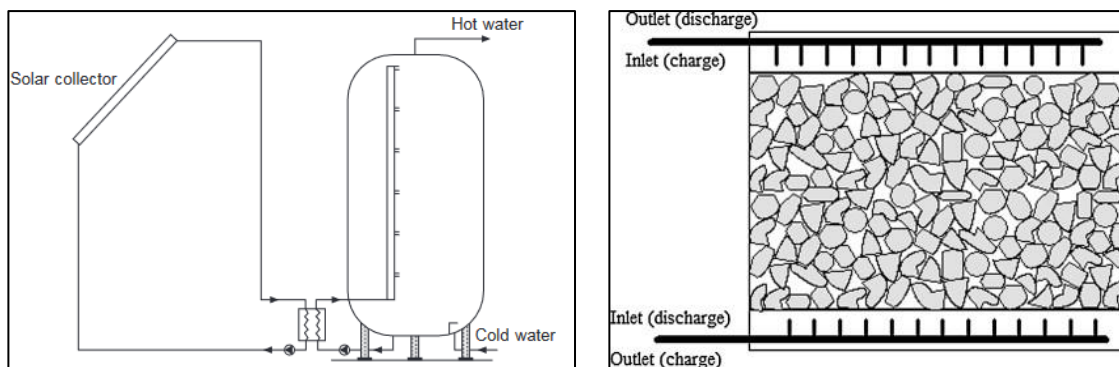
Le stockage thermique est une approche intéressante dans le processus de transition écologique et l'amélioration de l'efficacité énergétique des bâtiments. Il offre une solution directe

permettant de gérer la demande énergétique et peut être utilisé pour différentes applications, comme les systèmes de chauffage et de refroidissement des bâtiments, les systèmes solaires thermiques, etc...

On distingue plusieurs méthodes de stockage d'énergie thermique dont les principales sont le stockage par chaleur sensible, le stockage thermochimique et le stockage par chaleur latente.

I.2.1.1 Stockage d'énergie par chaleur sensible

Le stockage d'énergie par chaleur sensible utilise les propriétés d'un matériau à haute capacité thermique pour stocker la chaleur. Les matériaux utilisés peuvent être solides (roches, pierres, la brique, béton, terre / sol sec et humide, matériaux métalliques, etc...) ou liquides (eau, huiles, dérivés d'alcools, etc...) [31]. Lorsque ces matériaux sont exposés à des sources de chaleur (énergie solaire ou chaleur résiduelle d'un processus industriel, par exemple), ils emmagasinent de l'énergie sous forme de chaleur sensible. Cette énergie peut ensuite être exploitée à l'aide d'un échangeur de chaleur, qui va transférer la chaleur à un fluide caloporteur pour produire de la vapeur ou pour alimenter un système de chauffage [31–34].



Chauffe-eau solaire domestique à faible débit avec un ballon d'eau chaude [32]

Système de stockage dans un lit de roche [35]

Figure I.2. Schéma de quelques systèmes de stockage thermique par chaleur sensible

Le stockage par chaleur sensible permet de stocker de grandes quantités d'énergie sur de longues périodes, et offre une certaine flexibilité dans la gestion de l'énergie entre le stockage et la restitution. Cependant, la densité énergétique du stockage thermique par chaleur sensible est généralement assez faible, ce qui implique des volumes de stockage importants.

I.2.1.2 Stockage d'énergie par chaleur chimique

Le stockage d'énergie par chaleur chimique est basé sur l'utilisation de réactions chimiques réversibles pour stocker l'énergie. La phase de stockage fait intervenir une réaction endothermique entre des réactifs spécifiques. A l'inverse, la phase de restitution d'énergie repose sur une réaction exothermique pour libérer la chaleur emmagasinée [36].

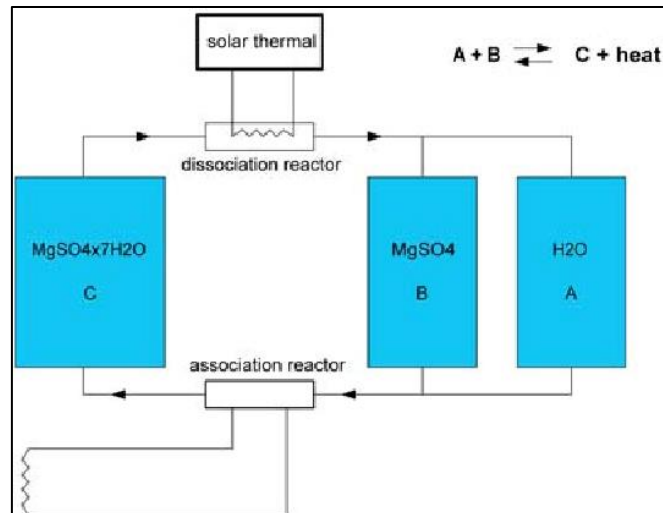


Figure I.3. Schéma d'un système de stockage de chaleur chimique à base de sulfate de magnésium hydraté [37].

La méthode de stockage chimique offre une densité thermique énergétique élevée (quantité d'énergie emmagasinée par unité de volume) comparée à d'autres solutions technologiques, comme illustré sur la Figure I.4 [38]. De plus, elle permet de stocker la chaleur sur une longue période sans perte significative, même pour un grand nombre de cycles de stockage/restitution.

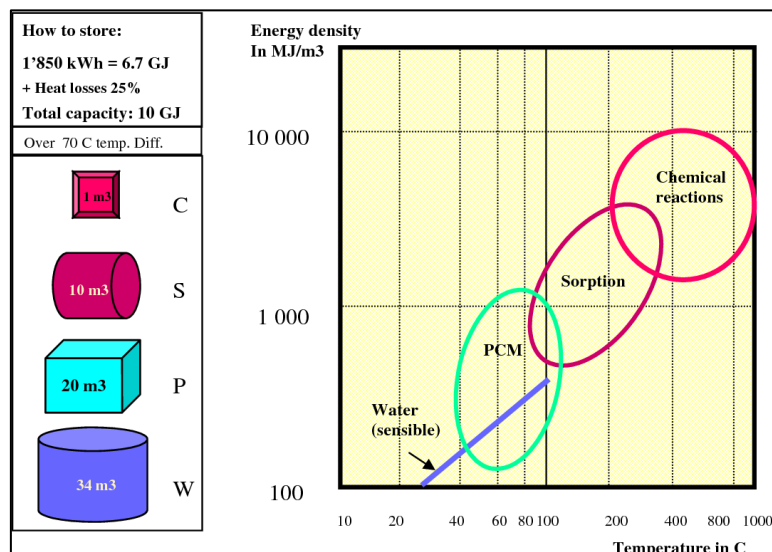


Figure I.4. Densité énergétique vs température (échelle logarithmique) et comparaison du volume théorique nécessaire pour stocker 10 GJ de chaleur selon quatre principes différents [38].

I.2.1.3 Stockage d'énergie par chaleur latente

Le stockage d'énergie par chaleur latente exploite les changements d'état physique de matériaux particuliers (dit matériaux à changement de phase ou MCP) pour stocker l'énergie. Il permet d'emmagasiner une grande quantité d'énergie sous forme de chaleur latente, c'est-à-dire en utilisant la chaleur nécessaire pour faire passer le MCP d'un état à l'autre (transition solide – liquide le plus souvent) et vice versa, sans changement de température.

I.2.2 Les matériaux à changements de phase

Les matériaux à changement de phase (MCP) sont des matériaux qui changent d'état physique sous l'effet de la température ; la transition de phase intervient généralement sur une plage de température bien définie et assez étroite, qui dépend de la composition du MCP considéré. Ces matériaux ont la capacité de stocker /restituer de l'énergie thermique lors des changements de phases avec des pertes faibles entre les phases de stockage et de restitution.

Le principe de fonctionnement des MCP est le suivant : lorsque la température augmente au-dessus de la température de fusion, les MCP passent de l'état solide à l'état liquide, absorbent l'énergie thermique de l'environnement et stockent cette énergie sous forme de chaleur latente. Lorsque la température redescend, le matériau subit une transition réversible de l'état liquide à l'état solide et libère l'énergie initialement stockée. Ces spécificités font des MCP d'excellent candidats pour une utilisation dans les systèmes de stockage d'énergie, ou encore pour une insertion dans les matériaux de construction traditionnels en vue d'augmenter leur capacité thermique, dans l'objectif d'améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments.

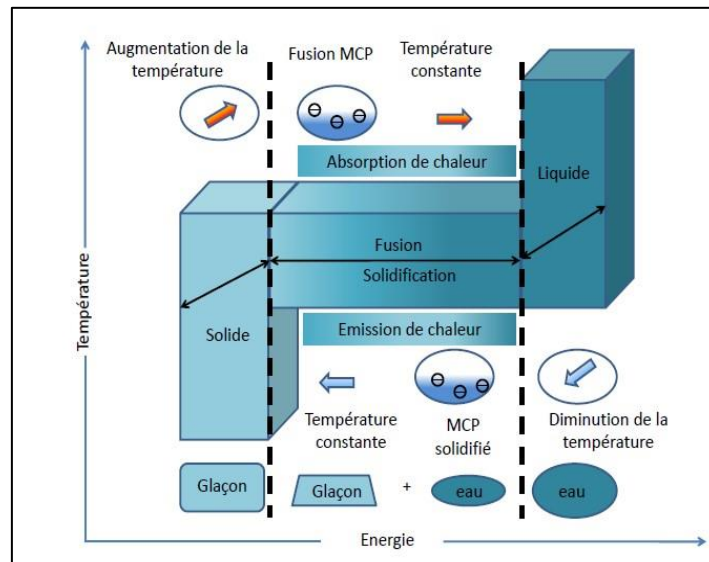


Figure I.5. Principe de fonctionnement des MCP [39].

I.2.2.1 Classification des MCP

Il existe une large gamme de MCP, avec des domaines de transition de phase différents qui peuvent répondre aux besoins variés des systèmes de stockage d'énergie. Ces MCP peuvent être classifiés selon plusieurs méthodes, par exemple en fonction de leur température d'utilisation ou de leur composition chimique.

Pour la classification des MCP selon la température d'utilisation, on distingue généralement 4 catégories :

- les MCP dits « basse température », qui présentent des domaines de changement de phase entre -20°C et 5°C , sont utilisés principalement dans la réfrigération commerciale et domestique ;
- les MCP « moyenne et basse température », dont les températures de fusion sont comprises entre 5°C et 40°C , sont surtout utilisés dans le bâtiment pour des applications de chauffage et de refroidissement ;
- les MCP « moyenne température », avec des températures de fusion allant de 40°C à 80°C , sont utilisés dans l'électronique et dans des applications de chauffage solaire ou de chauffage d'eau ;
- enfin, les MCP dits « haute température », avec des domaines de transition de phase situés entre 80°C et 200°C , sont utilisés pour la récupération de la chaleur perdue dans certains systèmes industriels, ou encore pour le refroidissement par absorption et la production d'électricité.

En termes de nature et composition chimiques, les MCP peuvent être classés en trois grandes catégories (Figure I.6) : les MCP organiques, inorganiques et eutectiques. Les spécificités de chacune de ces catégories sont décrites dans les paragraphes suivants.

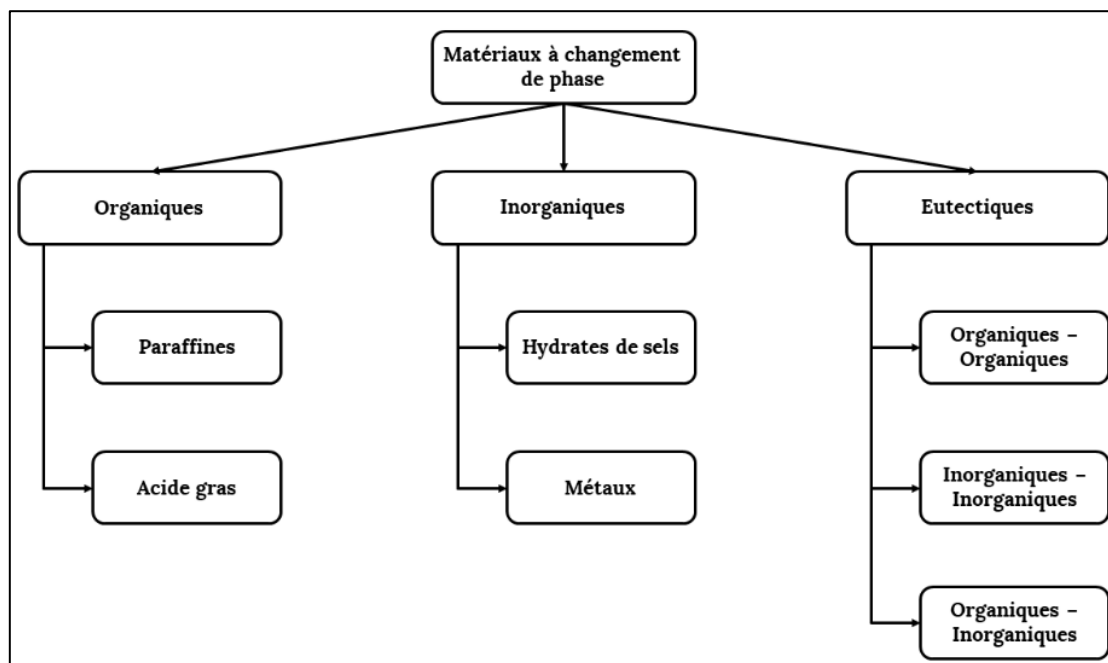


Figure I.6. Classification des MCP selon leur la nature et leur composition chimique [40,41].

I.2.2.1.1 Les MCP organiques

Les MCP organiques sont parmi les plus utilisés et comprennent principalement les paraffines et les acides gras. Ils sont facilement manipulables, non corrosifs, de nature chimique et thermique assez stables, et offrent une chaleur latente de fusion élevée (par unité de masse). Ils ne sont généralement pas sujet à de la surfusion lors des changements de phases surtout lorsqu'ils sont soumis à de faibles taux de chauffage ou de refroidissement et à une faible

pression de vapeur, et sont recyclables [17,42,43]. La surfusion est un phénomène lors duquel le MCP reste toujours sous forme liquide même en dessous de son point de cristallisation. Lorsqu'elle est importante (degré de surfusion de 5 – 10°C), la température de restitution est beaucoup plus faible que celle du stockage et elle peut même empêcher la décharge du système de stockage [12].

Toutefois, certains MCP organiques sont inflammables et volatils. Ils peuvent aussi présenter des variations de volume lors des changements de phases et une faible conductivité thermique, ce qui entraîne des taux de transfert de chaleur médiocres [17,42,44–46]. Pour éviter les changements de volume du MCP, un traitement d'encapsulation est généralement nécessaire avant utilisation. Cependant, cette opération augmente les coûts de production, et peut également réduire l'efficacité du système en raison de l'augmentation de la résistance thermique induite par la coque polymère utilisée pour l'encapsulation [17,45,47].

Les paraffines sont des hydrocarbures de formule chimique générale C_nH_{2n+2} . Ces matériaux sont adaptés à une utilisation dans le bâtiment et conservent leur propriété de stockage d'énergie après plus de 1000 cycles thermiques [46,48]. Néanmoins, ce sont des produits dérivés du pétrole et leur impact environnemental n'est pas négligeable. Il existe des alternatives plus écologiques, comme les esters d'acides gras et les acides gras d'origine biosourcée.

Les acides gras sont des acides carboxyliques composés de chaînes aliphatiques saturées ou insaturées, qui présentent des propriétés similaires à celles des paraffines, avec un domaine de changement de phase variant de 5 à 71°C et des chaleurs latentes allant de 45 à 210 kJ.kg⁻¹. Les acides gras saturés, dérivés d'huiles végétales et de graisses animales [49], sont généralement bien adaptés aux applications de stockage d'énergie thermique [50]. L'acide palmitique et l'acide stéarique, que l'on trouve en abondance dans les huiles de palme et de coco, ont notamment été étudiés pour une utilisation comme MCP dans les systèmes de chauffage d'eau domestique [51,52].

I.2.2.1.2 Les MCP inorganiques

Les MCP inorganiques sont généralement des hydrates de sel ou des métaux. Ils sont souvent moins coûteux que leurs homologues organiques, et offrent des conductivités thermiques et des chaleurs latentes de fusion plus élevées. Toutefois, ils sont corrosifs, présentent une stabilité thermique limitée et peuvent être sujets à la surfusion [12,53]. Par exemple, les hydrates de sel présentent un fort effet de surfusion et ne sont pas stables lors de cycles thermiques en raison de leur déshydratation.

I.2.2.1.3 Les MCP eutectiques

Les MCP eutectiques sont des mélanges de deux ou plusieurs MCP et peuvent résulter de la combinaison de constituants organiques et inorganiques.

I.2.2.1.4 Les MCP biosourcés

Compte tenu du contexte actuel de transition écologique et de lutte contre le réchauffement climatique, des efforts de recherche importants sont consacrés au développement de MCP biosourcés offrant une empreinte environnementale réduite par rapport à celle des MCP pétro-

Chapitre I : Etude bibliographique

sourcés comme la paraffine. Les MCP biosourcés sont des matériaux ou composés organiques à base d'esters d'acides gras, ou fabriqués à partir de matières premières renouvelables, telles que les huiles végétales et les graisses animales [54]. Le Tableau I.1, tiré des travaux de Naresh et al. [54], présente quelques exemples de MCP biosourcés obtenus à partir de matières premières naturelles.

Tableau I.1. Exemples de MCP biosourcés, d'après [54]

Matière première naturelle	MCP à base d'acides gras	Polyéther	Polyols	MCPs eutectiques d'origine biosourcée	MCP commerciaux d'origine biosourcée
▪ Huile de coco ▪ Huile de Palme ▪ Graisse de coco ▪ Cire de Palmier ▪ Cire d'abeille ▪ Cire de Soja (naturelle et écologique)	▪ Ester d'acide gras fabriqué à partir d'huile de palme et d'huile de soja ▪ Acide palmitique ▪ n-Dodecanol, 1-Octadecanol, 1-Eicosanol, 1-Docosanol ▪ Stéarate de butyle ▪ Palmitate de méthyle ▪ Acide laurique ▪ Acide myristique ▪ Acide stéarique ▪ 1-Octanol ▪ 1-Decanol ▪ 1-Tetradecanol ▪ Alcool cétylique, Alcool stéarique	▪ Polyéthylène glycol (PEG 1000, 2000, 4000, 6000, 10 000)	▪ Erythritol ▪ Xylitol ▪ Adonitol ▪ L-Arabitrol ▪ Dmannitol ▪ Sorbitol	▪ Acide palmitique – Acide stéarique ▪ Erythritol – xylitol ▪ L-Arabitrol – Erythritol ▪ Erythritol – sorbitol ▪ Xylitol – sorbitol ▪ Palmitate de méthyle – Acide caprique	▪ Puretem20 ▪ Puretem23 ▪ BiPCMQ23 ▪ M51 ▪ CrodaTherm ME

Plusieurs études se sont intéressées aux propriétés des MCP biosourcés dérivés d'acides gras ou de matières premières végétales.

Patel et al. [55] ont réalisé des cyclages thermiques sur des ester d'acide gras fabriqué à partir d'huile de palme et d'huile de soja, et ont observé une diminution limitée de la chaleur latente de fusion dans le temps (de 133 à 116,10 J.g⁻¹), démontrant une assez bonne stabilité thermique et chimique. Les auteurs concluent que ces MCP d'origine biosourcée constituent une voie prometteuse pour les applications TES. Németh et al. [56], ont développé un MCP microencapsulé biosourcé à partir d'huile de coco et d'alginate de calcium, avec une coque à base d'alginate de sodium de haute viscosité (Figure I.7). Le MCP biosourcé ainsi obtenu présente des chaleurs latentes de fusion et de solidification respectives de 84,7 et 84,5 J.g⁻¹, qui sont nettement plus faibles que celles des MCP paraffiniques.

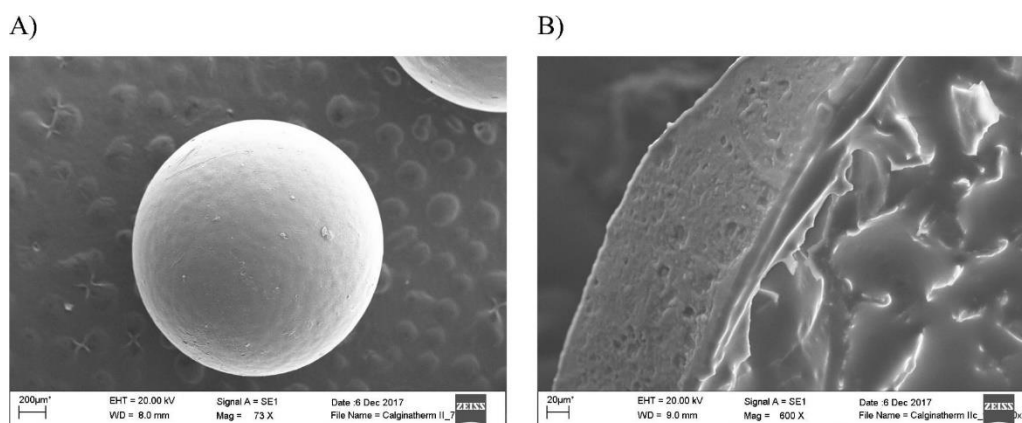


Figure I.7. Images MEB d'une microcapsule d'alginate de calcium contenant de l'huile de coco (A) et de sa section transversale (B) [56]

Gallart-Sirvent et al. [57] ont synthétisé à partir de graisses animales un MCP constitué d'acide stéarique – acide palmitique, qui présente un point de fusion de 52-55°C et des chaleurs latentes des fractions cristallisées comprises entre 172 et 181 kJ.kg⁻¹. Sur la base de leurs résultats obtenus, les auteurs suggèrent que ce MCP est adapté pour une utilisation dans les systèmes de stockage d'énergie.

Liu et al. [58] ont synthétisé des MCP (solide-solide) biodégradables sans solvant en utilisant l'huile de ricin et le polyéthylène glycol (PEG) (4000, 6000), pour une utilisation dans les systèmes de stockage d'énergie. Ces MCP solides ont présenté une bonne stabilité chimique et thermique (jusqu'à 250°C), une stabilité de forme, ainsi que des caractéristiques thermiques intéressantes (notamment une chaleur latente de fusion élevée).

I.2.2.2 Critères de choix et caractéristiques des MCP

En fonction de leur utilisation, les MCP doivent respecter certains critères pour être efficace. Ces critères comprennent des spécifications sur les propriétés thermiques, physiques et chimiques, ainsi que des impératifs économiques.

Le Tableau I.2 rassemble quelques critères principaux à prendre en compte dans le choix des MCP pour les applications de stockage d'énergie thermique [17,53,59,60].

Tableau I.2. Critères de sélection des MCP [2–4].

Critères	Caractéristiques
Thermiques	- Plage de température de changement de phase adéquate - Chaleur latente de fusion élevée (par unité de masse) - Conductivité thermique élevée - Chaleur spécifique élevée
Physiques	- Fusion congruente - Faible changement de volume pendant la transition de phase - Faible pression de vapeur
Cinétiques	- Peu ou pas de surfusion pendant le refroidissement - Taux élevé de nucléation

	· Taux de cristallisation suffisant.
Chimiques	· Stabilité chimique · Non-corrosifs, non toxique et non-inflammable · Compatible avec les matériaux de construction
Économiques et environnementaux	· Large disponibilité · Prix accessible · Recyclabilité · Faible impact environnemental

I.2.3 Utilisation des MCP dans les matériaux de construction

I.2.3.1 Intérêt des MCP dans le domaine du bâtiment

De manière générale, les MCP sont combinés aux matériaux de constructions classiques afin d'améliorer les performances énergétiques de ces derniers, et en particulier de leur conférer une capacité de stockage thermique par chaleur latente. L'association des MCP avec les matériaux de construction traditionnels dans le bâtiment, se fait de diverses manières. Ils sont intégrables dans différentes parties du bâtiment comme les planchers, les toitures ou les parois [61]. Ils sont utilisés sous forme de panneaux additionnels ajouté à des éléments de parois préexistants pour constituer une barrière de stockage thermique [62–67]. Plusieurs études [68–75] proposent des formulations de matériaux composites, qui consistent à incorporer directement les MCP dans les matériaux de construction (éléments de maçonnerie, mortier, béton) lors du procédé de fabrications pour obtenir des matériaux prêts à l'emploi avec une capacité de stockage d'énergie.

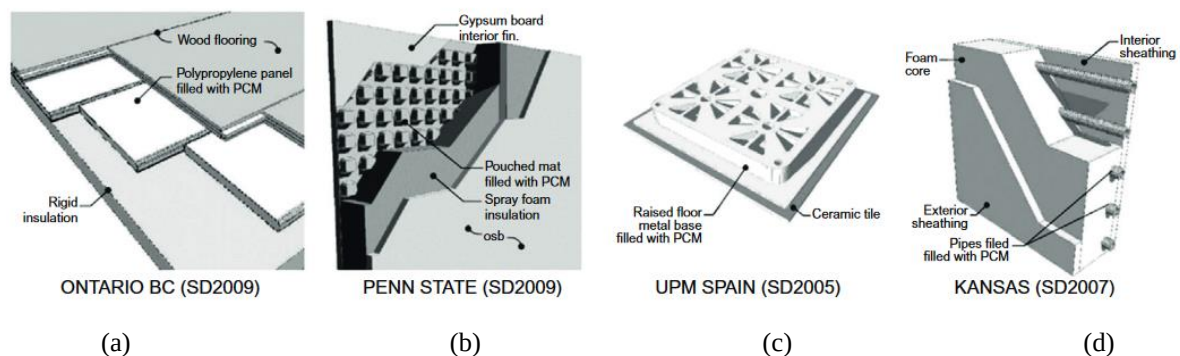


Figure I.8. Exemples de systèmes présentés lors du concours de maisons solaires « Solar Decathlon houses » : (a et b) utilisation des MCP comme composants de sol et de mur, ou (c et d) intégrés dans les dalles et dans les panneaux structuraux isolés [62]

L'intégration des MCP dans les matériaux de construction présente un intérêt majeur pour améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments. Par exemple, le béton est l'un des matériaux les plus utilisés dans le bâtiment, du fait de ses propriétés mécaniques élevées en compression ; cependant, ses propriétés thermiques sont très limitées. Augmenter l'inertie thermique d'une paroi en béton revient à augmenter son épaisseur, ce qui engendre une surconsommation de matières et évidemment des surcoûts à la production. En comparaison, une paroi de 9 cm de

béton absorberait autant de chaleur qu'un mur de brique de 12 cm d'épaisseur, contre seulement 1.5 cm pour un paroi de MCP (exemple du panneau Micronal® PCM SmartBoard™⁵) [16].

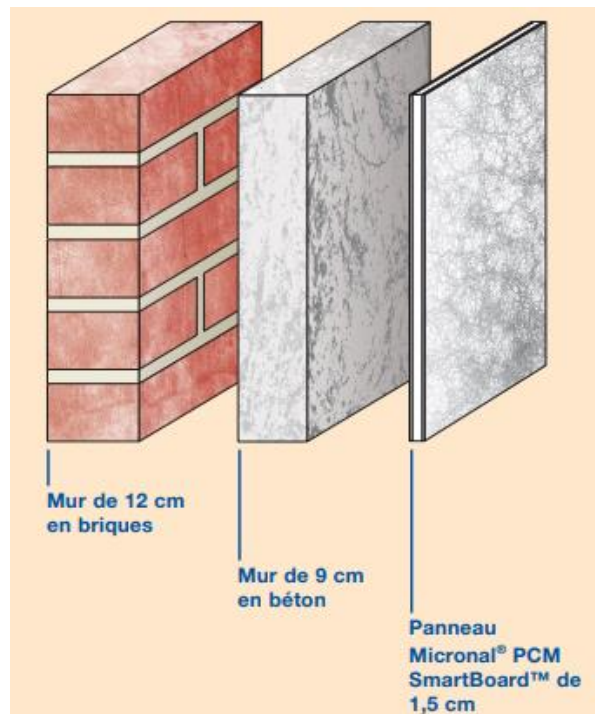


Figure I.9. Comparaison des épaisseurs de parois nécessaires pour obtenir une capacité d'accumulation de chaleur équivalente avec différents matériaux de construction.

L'utilisation des MCP dans l'enveloppe externe des bâtiments présente plusieurs avantages. Les panneaux de MCP peuvent être utilisés aussi bien dans les bâtiments neufs qu'en rénovation du bâti ancien. Ils permettent de réduire significativement les volumes de béton ou de brique dans les éléments non structuraux (cf. Figure I.9), en les remplaçant par des éléments plus légers. Ceci permet de réduire les coûts de construction directs et d'optimiser l'espace intérieur du bâtiment, tout en améliorant les performances thermiques. Les enveloppes de bâtiment contenant les MCP agiront comme des tampons thermiques en absorbant la chaleur excessive pendant les périodes chaudes et en libérant la chaleur absorbée pendant les périodes froides. Cet effet va contribuer à réduire l'impact des fluctuations thermiques extérieures et à maintenir un niveau de confort thermique optimal à l'intérieur du bâtiment, réduisant ainsi la dépendance aux systèmes de chauffage et de climatisation. On peut ainsi espérer une diminution significative de la consommation d'énergie directe nécessaire pour maintenir le confort intérieur. Ces avantages, cumulés sur le long terme, sont bénéfiques du point de vue économique et écologique.

⁵ http://www.lamaisonpassive.fr/forum/Basf/Micronal_Smartboard_fr.pdf

I.2.3.1.1 Méthodes d'incorporation des MCP dans les matériaux de construction

I.2.3.1.1.1 Incorporation directe

Les MCP peuvent être intégrés dans les matériaux de construction traditionnels (béton, mortiers, plâtres, terre crue, etc...) par différentes méthodes.

La méthode la plus simple est l'incorporation directe, qui consiste à intégrer le MCP directement dans la matrice hôte lors du process de fabrication (généralement lors du malaxage). Cette méthode présente un inconvénient majeur, car lorsque le MCP change de phase et passe à l'état liquide, il peut éventuellement diffuser au sein de la matrice hôte [10,71] et interagir chimiquement avec cette dernière. Dans le cas de matrices cimentaires ou de liants hydrauliques, ce phénomène d'interaction peut fortement affecter le processus d'hydratation et ralentir la cinétique de prise [69].

I.2.3.1.1.2 Méthodes d'encapsulation

Pour éviter les problématiques de fuite, les MCP utilisés en combinaison avec les matériaux de construction sont généralement encapsulés. L'encapsulation consiste à enrober le noyau de MCP par une enveloppe protectrice, qui isole le MCP de l'environnement extérieur tout en lui permettant d'assurer sa fonction primaire d'échanges thermiques. L'enveloppe doit être compatible avec le MCP, suffisamment résistante pour résister aux éventuelles variations de volume du MCP lors des changements de phase, et favoriser les échanges thermiques.

L'encapsulation permet de contrôler efficacement la phase liquide du MCP, en évitant les fuites et donc les interactions chimiques avec le matériau hôte. Elle permet également de garantir que le volume du MCP reste constant entre plusieurs cycles de changement de phase, et facilite la manipulation lors de la mise en œuvre.

On distingue deux méthodes d'encapsulation : la macroencapsulation et la microencapsulation.

I.2.3.1.1.2.1 Macroencapsulation

Le terme macroencapsulation est utilisé quand l'enveloppe utilisée pour enrober le MCP présente un diamètre supérieur à 1cm. Le plus souvent, le MCP est inséré dans des tubes, des sachets, des sphères, des panneaux ou autres contenants, qui peuvent ensuite être incorporés dans les matériaux de construction pour servir directement d'échangeurs thermiques.



Figure I.10. Exemples de MCP macroencapsulés [40,41]

I.2.3.1.1.2.2 Microencapsulation

La microencapsulation consiste à enfermer des MCP dans des microcapsules protectrices dont le diamètre est inférieur à 1mm.

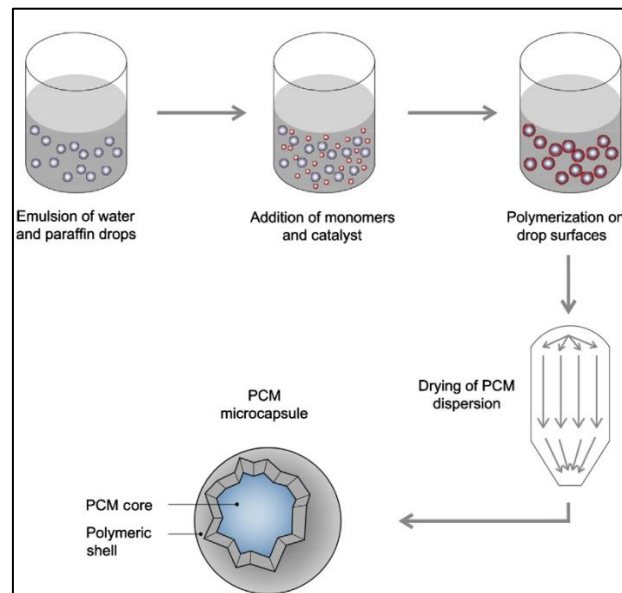


Figure I.11. Description du processus de microencapsulation pour un MCP paraffinique, d'après [41]

En plus des avantages de l'encapsulation déjà évoqués précédemment, la microencapsulation conduit à une amélioration de la stabilité des cycles thermiques et à l'amélioration du transfert de chaleur grâce à la surface spécifique élevée des microcapsules [10,45,48].

La microencapsulation est la méthode la plus fréquemment utilisée pour incorporer des MCP dans les matériaux de construction. Le produit fini se présente généralement sous la forme d'une poudre fine (avec des diamètres moyens de particules souvent compris entre 5 et 100 μm).

I.2.3.2 Influence de l'incorporation des MCPs sur les propriétés des matériaux cimentaires

L'incorporation de MCP microencapsulés dans des matériaux cimentaires a fait l'objet de nombreuses études. Plusieurs travaux ont démontré le gain effectif de performance énergétique obtenu suite à l'incorporation des MCP dans du mortier cimentaire [13,16,69,76,77]. Cependant, si des améliorations sont à noter sur le plan thermique, l'ajout des MCP modifie fortement la microstructure du mortier et peut conduire à une chute drastique de la résistance mécanique.

I.2.3.2.1 Influence sur la rhéologie et l'ouvrabilité du mortier

L'incorporation des microcapsules de MCP réduit fortement l'ouvrabilité des matériaux cimentaires, ce qui complique la mise en œuvre des mélanges. Snoeck et al. [77] ont par exemple observé une perte d'ouvrabilité du mortier avec l'ajout des MCP. En effet, jusqu'à des teneurs en MCP de 5% en masse, les auteurs remarquent une perte d'ouvrabilité acceptable du mortier avec une réduction de l'écoulement de 7.5%. En revanche, au-delà de 5% de MCP,

l'écoulement est fortement réduit. Das et al. [74] ont remarqué que l'ajout de 5 % et de 10 % de MCP microencapsulé aggloméré réduit respectivement la capacité d'écoulement du mortier de 70 % et de 100 %.

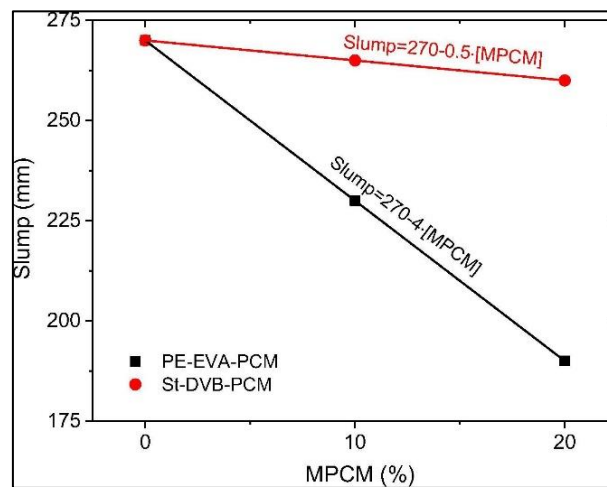


Figure I.12. Evolution de l'affaissement du béton avec le taux d'incorporation de MCP [78]

Pilehvar et al. [78] ont réalisé des essais d'affaissement pour déterminer l'impact de l'ajout de deux types de MCP microencapsulés sur la consistance d'un béton géopolymère (GPC). Ces deux MCP étaient constitués d'un noyau paraffinique, mais les coques étaient respectivement composées de polyéthylène basse densité (PE) et d'éthylvinylacétate (EVA) pour le premier MCP, et d'un copolymère de styrène (St) et de divinylbenzène (DVB) pour le second. Dans les 2 cas, l'augmentation du taux de MCP a conduit à une réduction considérable de l'ouvrabilité du béton. Selon les auteurs, ce phénomène est lié à l'absorption de l'eau de gâchage par la coque du MCP. L'adsorption d'eau de la coque (PE-EVA) étant plus importante que celle de la coque (St-DVB), un impact plus important a été observé sur l'ouvrabilité du béton dans le premier cas (Figure I.12)

Ce phénomène est généralement associé au comportement fortement hydrophile de l'enveloppe en polymère des microcapsules de MCP. Une partie de l'eau de gâchage est adsorbée par cette enveloppe, ce qui réduit la quantité d'eau disponible pour fluidifier le mélange et hydrater le ciment [74,78–82]. La perte d'ouvrabilité est également associée à l'augmentation de la concentration en particules fines dans la formulation en raison de la taille très petite des MCP. Il faut alors une quantité d'eau plus importante pour enrober tous les éléments et conserver une ouvrabilité adéquate.

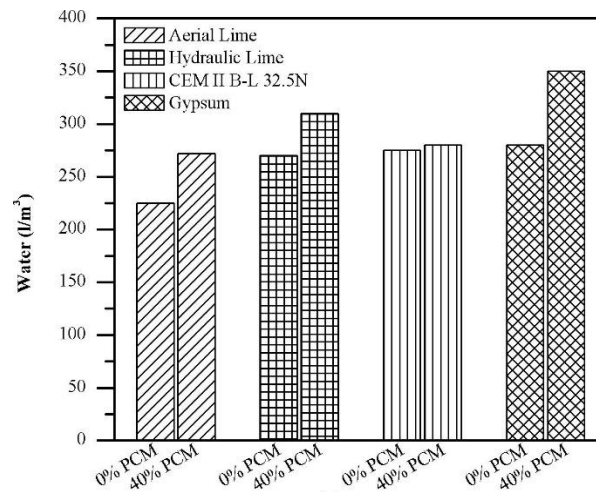


Figure I.13. Variation de la quantité d'eau ajoutée avec la teneur en MCP (Cunha et al.[80])

Djamai et al. [81] ont réalisé des tests d'adsorption d'eau sur des MCP afin de déterminer la quantité additionnelle d'eau à ajouter au mortier pour conserver la même ouvrabilité. Sur des échantillons de 100g de MCP, les auteurs ont obtenu une capacité d'absorption d'eau d'environ 54%. Cunha et al. [80] ont remarqué que l'incorporation de 40% de MCP microencapsulés (en substitution du volume de sable) dans des formulations de mortiers nécessite une augmentation de la quantité d'eau d'environ 15 % pour conserver une ouvrabilité adéquate (Figure I.13).

Pour compenser la perte d'ouvrabilité, deux solutions sont fréquemment proposées dans la littérature : l'utilisation de superplastifiants ou l'ajout d'une quantité supplémentaire d'eau équivalente à la quantité absorbée par les MCP [77,79,80,83].

La proportion de superplastifiant que l'on peut ajouter au mélange cimentaire est généralement limitée à 3-5% de la masse du ciment, car un excès de superplastifiant peut impacter fortement la prise du ciment. Cette méthode n'est donc applicable que pour compenser la perte d'ouvrabilité induite par une faible quantité de MCP, et ne permet pas de préparer des mélanges à forte concentration en MCP.

L'ajustement de la quantité d'eau permet en revanche de conserver une ouvrabilité adéquate, même avec des concentrations de MCP plus élevées [81,84], mais elle entraîne une augmentation du rapport eau/ciment. Lecompte et al. [70], par exemple, rapportent que l'ajout d'un excédent d'eau (à hauteur de 10% de la masse de MCP incorporée dans un béton), permet de maintenir une ouvrabilité équivalente à celle du mélange de référence.

I.2.3.2.2 Influence sur le processus d'hydratation

La principale caractéristique d'un MCP est sa capacité à absorber de l'énergie thermique, la stocker sous forme de chaleur latente, puis la relâcher si besoin. L'hydratation du ciment étant une réaction exothermique, la chaleur dégagée est donc susceptible d'être absorbée par les MCP. Plusieurs études ont montré que l'incorporation des MCP influence le processus d'hydratation en absorbant la chaleur dégagée par ce processus, ce qui entraîne une diminution de la température maximale du milieu réactionnel [77,81,85–88].

Snoeck et al. [77] ont ainsi observé un retard de prise du mortier corrélé avec le taux d'incorporation de MCP (Figure I.14). Dans cette étude, la température maximale du pic d'hydratation est aussi réduite, avec un écart de température par rapport à la référence allant jusqu'à 5,7°C pour le mortier ayant le taux de MCP le plus élevé (10% en masse).

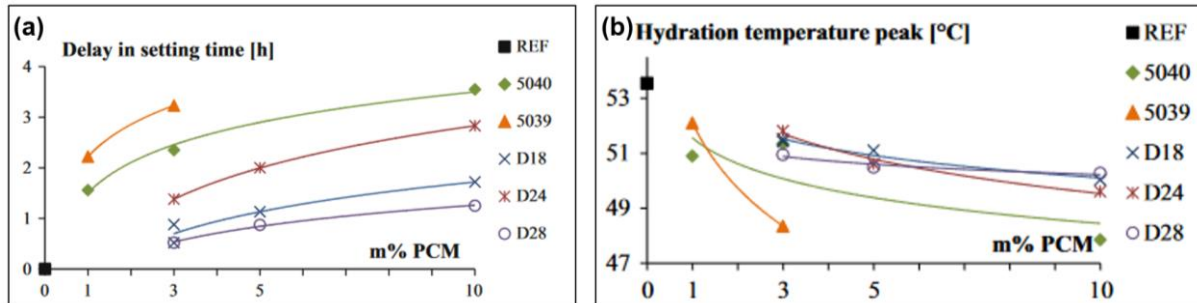


Figure I.14. Résultats de Snoeck et al. [77] concernant l'effet de l'incorporation des MCP sur les propriétés de prise du mortier : (a) retard de prise ; (b) pic de température d'hydratation,

Eddhahak et al. [85] ont mis en évidence au moyen de tests de calorimétrie semi-adiabatique que le taux de MCP incorporé (de 0 à 5% en masse) impacte fortement le pic de température enregistré pendant l'hydratation du mortier. En augmentant la teneur en MCP, un retard est induit dans l'initiation du processus d'hydratation, et la réaction d'hydratation du ciment reste même incomplète avec les teneurs de MCP élevées. Djamai et al. [81] ont également mis en évidence l'effet de la teneur en MCP sur la cinétique et le degré d'hydratation de composites mortier-MCP (Figure I.15). Les auteurs ont ajouté un excès d'eau lors du malaxage pour compenser l'eau absorbée par les MCP, et maintenir ainsi constante la quantité d'eau disponible pour l'hydratation. Malgré ce rapport Eau non absorbée/Ciment constant, le degré d'hydratation diminue avec l'augmentation de la teneur en MCP. Les pics de températures mesurés lors des tests de calorimétrie semi-adiabatique mettent en évidence un retard dans l'initiation de la réaction, qui augmente avec la teneur en MCP (Figure I.15(a)). Ce retard atteint 15h avec un taux de MCP de 15% en masse dans le mélange, accompagné d'une forte chute de l'amplitude du pic de température. La réaction d'hydratation reste alors incomplète à ce taux d'incorporation.

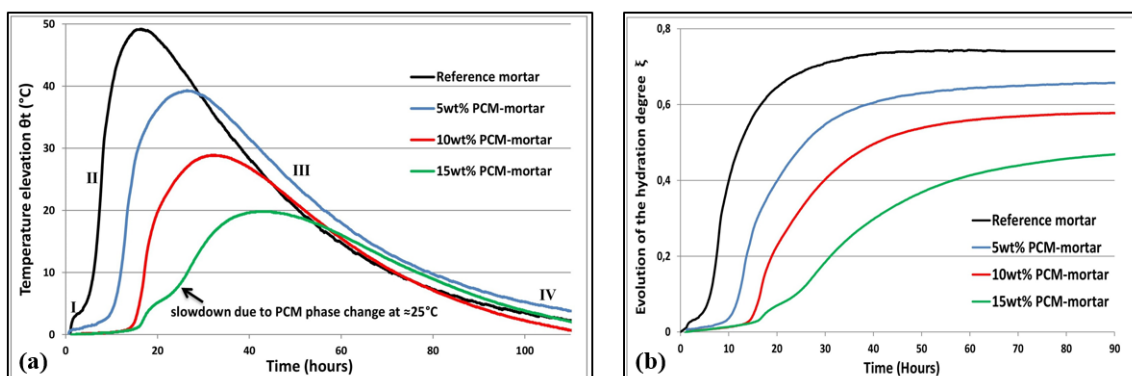


Figure I.15. (a) Variation de la température de différents mélanges mortier-MMCP en fonction du temps lors des tests semi-adiabatiques et (b) Évolution du degré d'hydratation (Djamai et al. [81])

Šavija et Schlangen [87] ont étudié à l'aide de modèles numériques l'influence des MCP sur l'évolution de la température d'hydratation et sur le développement des contraintes mécaniques dans le béton durcissant. Les auteurs montrent qu'en théorie, l'incorporation de MCP permettrait de réduire les pics de chaleurs associés au processus d'hydratation, et d'atténuer les risques de fissures au jeune âge dans les matériaux cimentaires. En effet, en augmentant le taux de MCP incorporé (ou en utilisant un MCP avec une chaleur latente de fusion plus élevée), on observe à la fois une réduction du pic de chaleur maximale, et un retard dans l'initiation des réactions d'hydratation.

Kim et al. [86] ont étudié la possibilité de réduire l'effet de la contrainte thermique dans les constructions en béton massif en y incorporant un MCP à base de baryum. Les résultats indiquent que ce MCP peut efficacement contrôler la chaleur d'hydratation (avec des effets négatifs acceptables sur les propriétés mécaniques et la durabilité du béton). La formulation ainsi réalisée a été mise en œuvre avec succès dans le cadre d'un projet de construction de pont en arc d'une portée de 140 m en Corée du Sud. Le matériau a été utilisé dans plusieurs éléments de structure en béton massif nécessitant un contrôle de la chaleur d'hydratation. Une température maximale d'environ 58°C a été enregistrée à cœur, ce qui indique que la température d'hydratation a été efficacement contrôlée. Après retrait des coffrages, aucune présence de fissure thermique ou de défaut de surface n'a été observé à l'inspection visuelle.

I.2.3.2.3 Influence sur la microstructure

L'incorporation des MCP engendre également des modifications dans les propriétés du mortier à l'état durci. Comme indiqué précédemment, il est nécessaire de compenser la perte d'ouvrabilité du mélange par un apport supplémentaire lors du malaxage. Cependant une bonne partie de l'eau en excès ne participe pas au processus d'hydratation du ciment, et finit à terme par s'évaporer en créant de la porosité supplémentaire dans la matrice cimentaire.

De manière générale, les études rapportent une augmentation de la porosité et une diminution de la masse volumique du mortier avec l'incorporation des MCP [68,71,76,79,82,89]. Cet effet est d'autant plus remarquable que le taux de MCP augmente (Figure I.16 et Figure I.17).

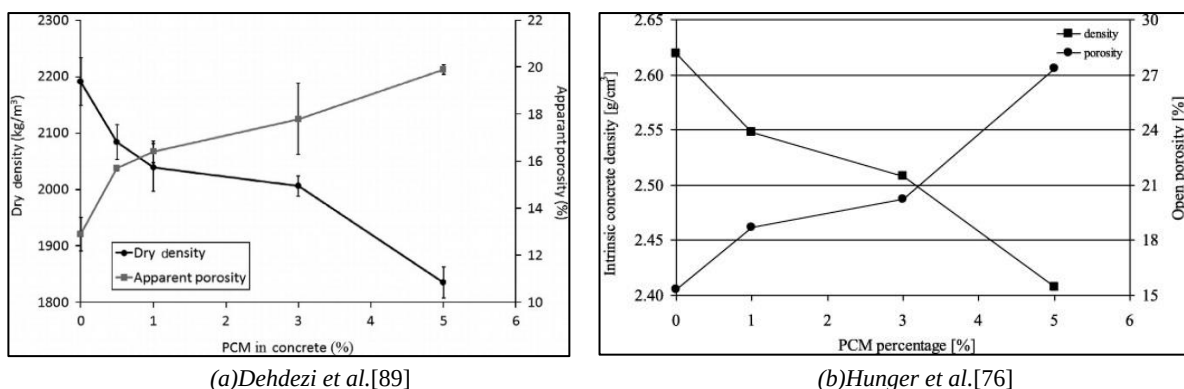


Figure I.16. Evolution de la masse volumique et de la porosité apparente du béton en fonction du pourcentage de MCP ajouté

Cunha et al. [71,79] ont rapporté une diminution d'environ 16% de la masse volumique du mortier avec l'incorporation de 20 % de MCP (par masse de ciment). Cao et al. [82] ont également observé une diminution de la masse volumique et une augmentation de la porosité apparente avec l'augmentation du taux de MCP microencapsulé dans des formulations de béton à base de liant géopolymère ou de ciment portland (Figure I.17).

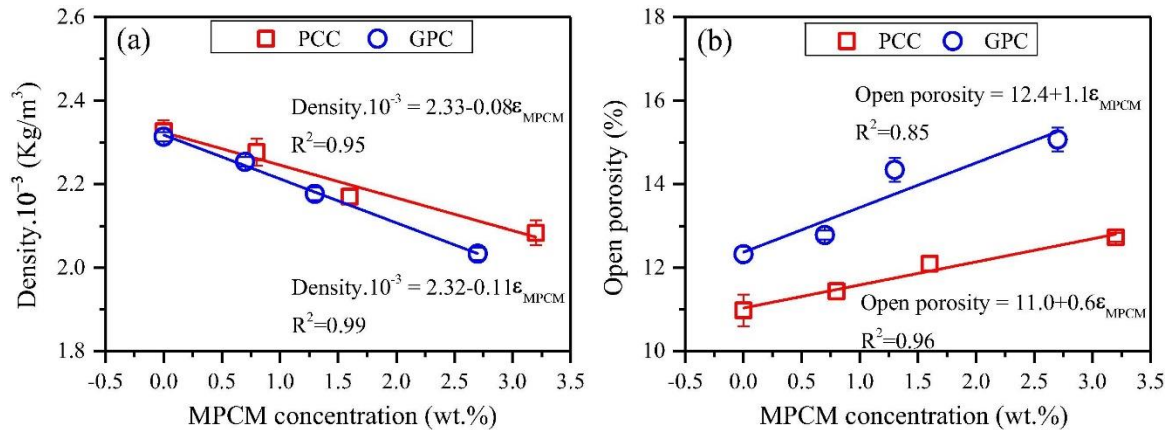


Figure I.17. (a) Densité et (b) porosité ouverte du béton géopolymère (GPC) et du béton ordinaire (PCC) en fonction de la concentration de mPCM [82]

L'augmentation de la porosité et la diminution de la masse volumique sont attribuées à plusieurs facteurs selon la plupart des auteurs [68,71,76,79,82,89] :

- L'augmentation de la porosité résulte à la fois de l'excès d'eau ajouté au malaxage pour maintenir une ouvrabilité adéquate du mélange de mortier frais, de l'air entraîné lors de l'incorporation des particules de MCP, et d'une mauvaise cohésion aux interfaces entre les capsules de MCP et la matrice cimentaire qui crée de la porosité aux interfaces.
- Les MCP ont une masse volumique très faible, et inférieure à celle des autres constituants minéraux du mortier. Dans un même volume de mortier, les MCP remplacent alors une partie du sable et du ciment, ce qui conduit à une diminution de la masse volumique globale.
- En ajoutant les MCP, la distribution granulaire dans le mortier frais est altérée, ce qui entraîne une modification de la densité du réseau.

I.2.3.2.4 Influence sur les propriétés mécaniques

La conséquence directe de l'augmentation de la porosité et de la diminution de la masse volumique d'un matériau cimentaire est une perte de résistance mécanique. L'incorporation de MCP induit une diminution à la fois de la résistance en compression et en flexion. La perte de résistance est d'autant plus significative que la teneur en MCP est élevée [84,85,88,90,92,105–108].

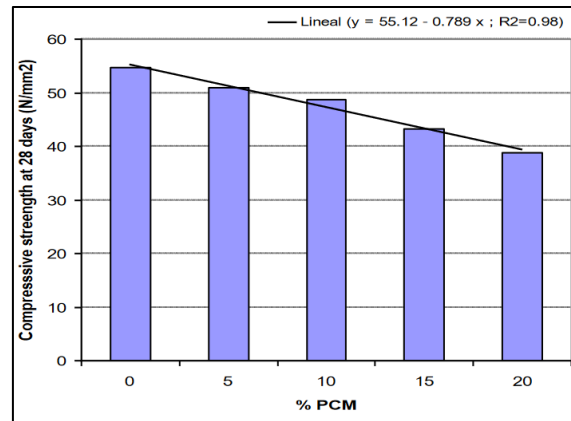


Figure I.18. Effet de la teneur massique en MCP sur la résistance en compression d'un mortier à 28 jours, d'après Fenollera et al. [68]

Fenollera et al. [68] ont observé, pour chaque tranche de 5 % de MCP ajoutés (par rapport à la masse du ciment), une réduction de la résistance à la compression d'environ 7 % (Figure I.18). De même, Djamai et al. [81,93] et Lecompte et al. [70] ont rapporté des diminutions respectives de la résistance à la compression de 34,1% et 50 % pour des mortiers contenant respectivement 5% et 6,3 % de MCP microencapsulés (par rapport à la masse totale du mélange).

Berardi et Gallardo [73], en analysant les résultats de nombreuses études, ont conclu à une diminution moyenne de la résistance en compression supérieure à 40% pour les bétons contenant plus de 3% en masse de MCP, par rapport au matériau de référence (Figure I.19).

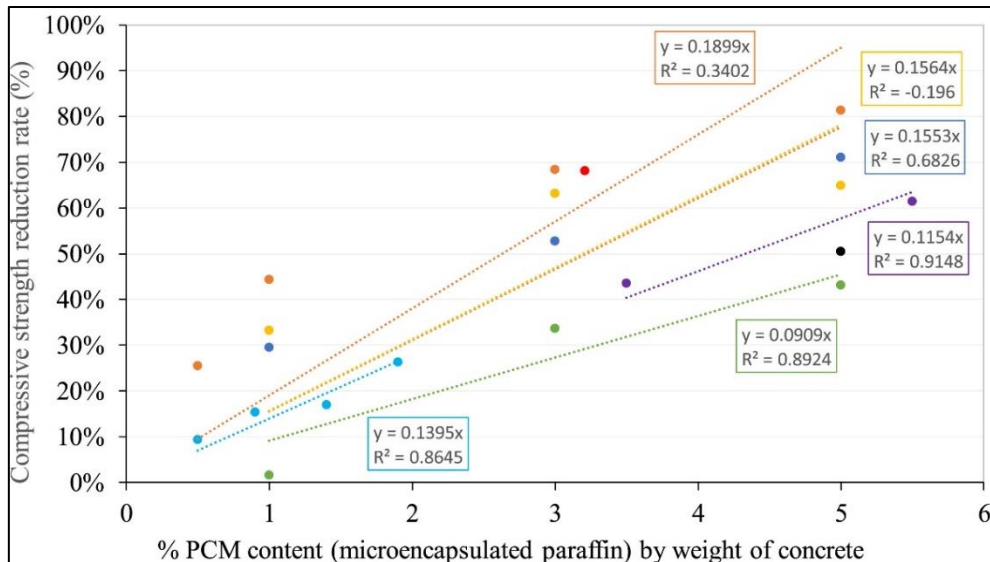


Figure I.19. Taux de réduction de la résistance à la compression des bétons en fonction de la teneur massique en MCP selon divers travaux répertoriés par Berardi et al. [69,70,73,75,76,89–92]

D'après les études, cette perte de résistance mécanique est attribuée aux différents facteurs suivants [69,70,73,75,76,89–92] :

- La résistance mécanique des microcapsules de MCP est très faible et ces derniers peuvent être assimilés à des vides ou des défauts dans le béton,

Chapitre I : Etude bibliographique

- L'augmentation de la porosité totale du mortier avec la teneur en MCP, comme mentionné précédemment, impacte à la fois la masse volumique et les propriétés mécaniques du matériau
- Les faibles interactions entre la matrice cimentaire et la coque des MCP réduisent la cohésion au sein du matériau,
- Les capsules de MCP peuvent éventuellement s'endommager pendant la phase de malaxage, provoquant des fuites de paraffine dans la matrice cimentaire qui sont susceptibles de perturber le processus d'hydratation du ciment [94].

L'état physique du noyau MCP dans les microcapsules (solide ou liquide) peut également avoir un impact sur les propriétés mécaniques du mortier. Pilehvar et al. [78], ont en effet montré que la résistance de mortiers incorporant des MCP diminue significativement pour des températures supérieures au point de fusion des MCP. Djamai et al. [93] a également montré que les performances mécaniques du mortier contenant les MCP diminuent lorsque le noyau du MCP passe à l'état liquide. En effet, l'expansion volumique du MCP associée au changement de phase induit des fissurations internes dans la matrice cimentaire (d'autant plus importantes que la teneur en MCP est élevée) ce qui favorise la propagation rapide des fissures lors des essais mécaniques.

I.2.3.2.5 Influence sur les propriétés thermiques

L'objectif principal de l'association MCP-mortier est d'améliorer les propriétés thermiques du matériau résultant, et en particulier de lui conférer une capacité de stockage d'énergie thermique par chaleur latente. Grâce à ses propriétés de stockage d'énergie, l'incorporation de MCP permet d'améliorer l'inertie thermique et les propriétés thermiques des mortiers.

Les travaux de Cao et al. [82] montrent que l'addition de MCP permet d'augmenter la capacité de stockage d'énergie du mortier, d'améliorer l'isolation thermique (réduction de la conductivité thermique) du matériau, et de réduire la consommation énergétique des bâtiments. Les auteurs rapportent en effet que la consommation d'énergie passe de $2,82 \pm 0,10 \text{ kWh.m}^{-2}$ pour un béton sans MCP à $2,51 \pm 0,03 \text{ kWh.m}^{-2}$ pour un béton contenant 3,2 % de MCP, soit une réduction d'environ 11% sur la consommation d'énergie nécessaire pour maintenir une température intérieure constante (liée au chauffage et/ou à la climatisation).

Hunger et al. [76] ont montré que l'incorporation de MCP entraîne une augmentation de la capacité calorifique du mortier, ce qui conduit à des gains d'énergie. En effet, avec l'ajout de 5% en masse de MCP, la capacité calorifique du mortier augmente d'un facteur 3,5 par rapport au mortier ordinaire. A partir des mesures de flux sur la face intérieure de parois contenant les MCP, les auteurs ont estimé l'énergie totale requise pour maintenir la température intérieure à 23,5°C. Les résultats montrent que l'utilisation d'un mortier contenant 5% en masse de MCP permet de diminuer l'énergie consommée sur une période de 48h d'environ 12%, comparé au mortier de référence.

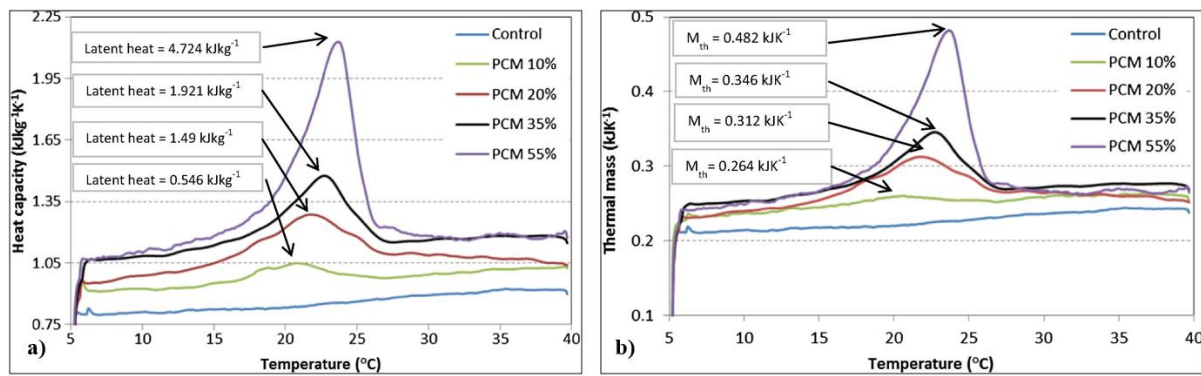


Figure I.20. (a) Courbes DSC (endothermique) du mortier en fonction du taux de MCP incorporé. (b) Masse thermique des échantillons de mortier avec différentes proportions de MCP [69].

Jayalath et al. [84] ont également montré que l'incorporation de MCP en substitution du volume d'agrégats fins entraîne une augmentation de la chaleur spécifique et de la masse thermique du mortier (Figure I.20). Eddhahak-Ouni et al. [15] ont observé une augmentation de la capacité thermique du béton et une amélioration considérable de la capacité de stockage thermique avec l'ajout de MCP. Avec l'incorporation de 5% en masse de MCP, la capacité calorifique du béton passe en effet de 0,82 à 1,5 $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

Une augmentation substantielle de la résistance thermique du mortier est également observée avec l'incorporation des MCP. Elle se traduit par une diminution de la conductivité et de la diffusivité thermique du mortier. Les travaux de Dehdezi et al. [89], Hunger et al. [76], et Jayalath et al. [69], rapportent respectivement des augmentations de résistance thermique de l'ordre de 36%, 38%, et 45% avec l'incorporation de 5% en masse de MCP dans un mortier. Zhang et al. [95] ont introduit dans un mortier cimentaire des MCP à base de n-octadécane et de graphite expansé. Leurs résultats montrent des diminutions de conductivité thermique comprises entre 4,7 et 15,5% pour des mortiers avec des teneurs en MCP allant de 0,5 à 2,5% en masse, comparé à la référence.

Berardi et Gallardo [73] ont analysé de nombreuses études de la littérature, ce qui leur a permis d'évaluer une diminution moyenne de 25 à 50% de la conductivité thermique pour des mortiers contenant des taux de MCP allant jusqu'à 5%, par rapport à la référence.

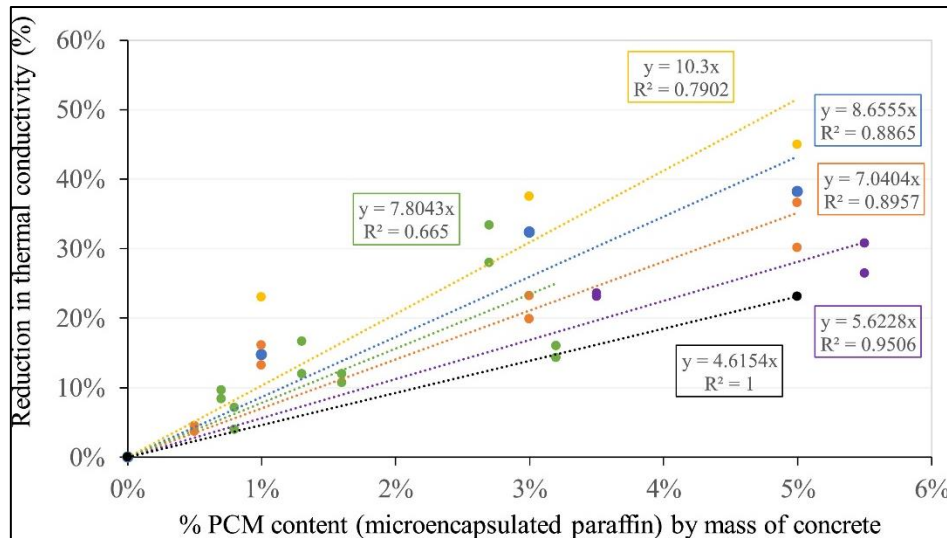


Figure I.21. Taux de réduction de la conductivité thermique de mortiers cimentaires en fonction du taux d'incorporation de MCP, selon divers travaux répertoriés par Berardi et al. [69,70,73,76,82,89,92].

Selon les études, l'amélioration des propriétés thermiques du mortier avec l'introduction des MCP résulte de différents facteurs :

- Les MCP présentent une conductivité thermique beaucoup plus faible que celle des autres composants minéraux du mortier (de l'ordre de $0,23 - 0,44 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à l'état solide, et $0,15 - 0,24 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à l'état liquide pour la paraffine [96]), ce qui contribue à diminuer la conductivité globale du composite ;
- L'augmentation de la porosité du mortier avec l'incorporation du MCP contribue également à ce phénomène. En effet, les échanges thermiques par conduction dans la matrice cimentaire sont partiellement substitués par des transferts par convection naturelle au sein des pores, ce qui réduirait la conductivité thermique du milieu [15,68,69,76,82,89].

I.3 Le béton biosourcé pour les applications d'isolation thermique dans le bâtiment

Le béton biosourcé est un béton contenant des granulats organiques d'origine biosourcée en substitution de tout ou partie des granulats minéraux ordinaires (sable, gravier). Ces granulats organiques peuvent être des sous-produits, co-produits ou des déchets issus de l'élevage (laine de mouton, ...) ou de l'exploitation agricole. Pour Amziane et Arnaud [28], le béton biosourcé est un « mélange de granulés de matières végétales lignocellulosiques provenant directement ou indirectement de l'agriculture ou de la sylviculture, qui constituent l'essentiel du volume, et d'un liant minéral ».

L'association de ce type de granulats organiques avec le béton est née du besoin d'améliorer les performances des matériaux de construction et d'atteindre des constructions à efficacité

énergétique élevée, et vise également à limiter l'exploitation excessive des ressources naturelles épuisables comme le sable et les granulats.

Le développement et l'utilisation de bétons biosourcés permettent notamment de :

- Remplacer les matériaux de construction conventionnels par **des alternatives vertes et biosourcées aux propriétés spécifiques** (porosité, propriétés thermiques et hygroscopiques intéressantes) afin d'améliorer les performances hygrothermiques, de réduire l'empreinte carbone des bâtiments et de limiter l'épuisement des ressources tout en assurant un confort optimal aux occupants,
- **Recycler** les sous-produits ou les déchets de l'exploitation agricole dans la conception de matériaux de construction traditionnels (solutions **organiques et renouvelables**).

Les matériaux biosourcés offrent une nouvelle alternative durable contre le réchauffement climatique et l'épuisement des ressources. La plupart sont dérivés de plantes qui captent et stockent du CO₂ de l'atmosphère pendant leur croissance, ce qui réduit la quantité de CO₂ dans l'atmosphère à travers le processus de séquestration. Ils sont issus de sources renouvelables, ce qui permet de réduire la pression sur les combustibles fossiles et les minéraux en préservant les écosystèmes. L'utilisation de déchets ou de sous-produits d'exploitation agricole permet de recycler et valoriser ces déchets tout en offrant une solution de gestion de ces déchets.

I.3.1 Les fibres naturelles

Les fibres végétales sont des éléments structurels ou de soutien, présents dans les plantes vasculaires. Elles sont formées par l'alignement des cellules mortes et allongées dans le sens longitudinal, ce qui leur confère une grande résistance mécanique et une grande rigidité. Les fibres végétales peuvent être obtenues à partir de différentes parties de la plante, telles que les feuilles, les tiges, les racines ou les fruits. Elles sont souvent utilisées pour leur résistance mécanique, leur légèreté, leur flexibilité et leur durabilité dans de nombreux produits tels que les textiles, les cordages, les paniers, les papiers, les composites ou les matériaux de construction. La majorité des fibres naturelles sont multicellulaires, formées d'un faisceau de fibres individuelles [97]. Elles sont constituées de matériaux fibreux tels que la cellulose, l'hémicellulose, la lignine ou la pectine. Il convient de distinguer la fibre unitaire ou élémentaire, qui correspond à une seule cellule fibreuse, d'un faisceau de fibres qui regroupe plusieurs cellules élémentaires (Figure I.22). Le terme "fibres végétales" désigne généralement des faisceaux de fibres.

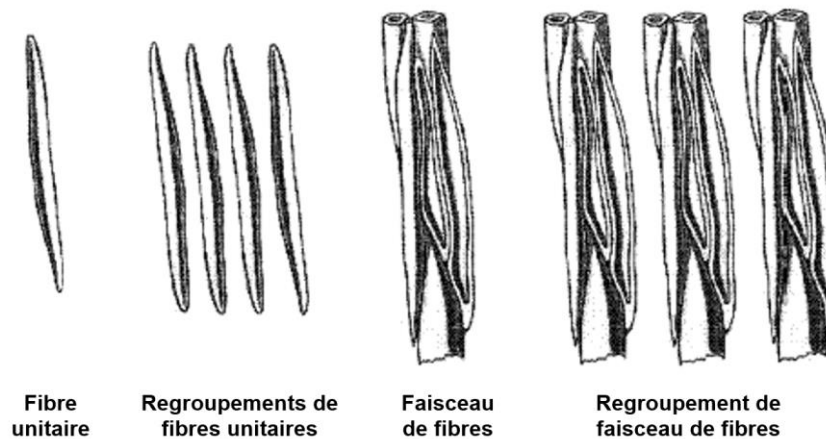


Figure I.22. Les différentes formes de fibres végétales[98].

Les fibres végétales sont issues de différentes parties de la plante et peuvent être regroupées en 6 principales catégories selon Onuaguluchi et Banthia [99] :

- Les fibres libériennes ou de phloème⁶ regroupent les fibres extraites dans le phloème ou l'écorce externe. Elles sont obtenues par rouissage⁷ de la tige ou du tronc et se présentent sous forme de longs faisceaux de fibres avec une résistance en traction élevée. Elles peuvent être obtenues notamment à partir des plantes suivantes : lin, chanvre, miscanthus, jute, abaca, kenaf, kudzu, okra, ramie,
- Les fibres de feuilles sont obtenues par grattage manuel de tissus de feuilles issues de plantes comme le sisal, le carao, l'ananas,
- Les fibres de graines sont généralement extraites de la capsule des graines des plantes. On peut notamment citer les fibres de coco, le kapok,
- Les fibres de tiges regroupent les fibres extraites de tiges végétales comme le maïs, le tournesol, la paille, etc.
- Les résidus de culture fibreux comme les coques d'arachides, les coques de noisettes, les coques de maïs, les tiges de millet,
- Les fibres de bois,

⁶ Le phloème est le tissu conducteur de la sève élaborée des plantes (une solution riche en glucides tels que le saccharose, le sorbitol et le mannitol).

⁷ Le rouissage est un processus agricole qui consiste à séparer les fibres utiles de la tige de la plante. Il consiste à exposer les fibres à l'humidité pour favoriser la décomposition de la partie liante (pectines) par des microorganismes tout en préservant les fibres longues et résistantes.

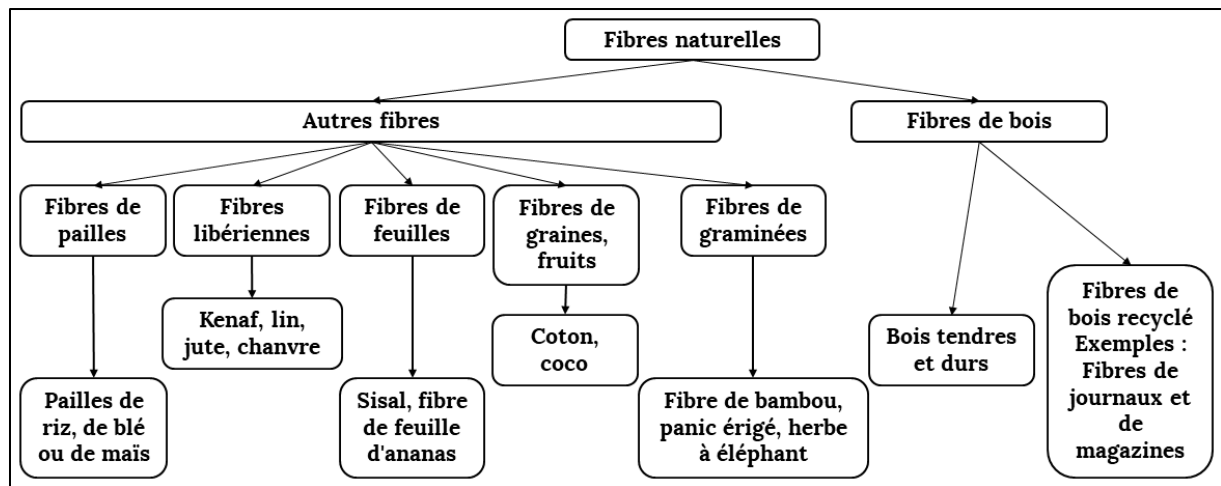


Figure I.23. Classification des fibres naturelles [100]

Parmi les fibres végétales existantes, la chènevotte (noyau ligneux de la tige de la plante de chanvre) est probablement l'une des plus étudiées pour une utilisation dans des matériaux de construction biosourcés. La chènevotte fait partie des plantes dites lignocellulosiques qui sont souvent privilégiées pour une utilisation comme granulats légers dans le béton biosourcé. Les plantes lignocellulosiques constituent une ressource abondante, peu onéreuse et renouvelable. Avec un rendement photosynthétique très élevé, leur production est caractérisée par une faible empreinte écologique. Le Tableau I.3 présente les propriétés mécaniques de quelques fibres végétales.

Tableau I.3. Propriétés mécaniques de quelques fibres végétales [99,101,102]

Catégorie	Plante source	Resistance à la traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Elongation maximale (%)	Masse volumique (g.cm ⁻³)
Fibres libériennes	Abaca	400	12	3 – 10	1,5
	Lin	345 – 1035	27,6	2,7 – 3,2	1,5
	Jute	393 – 773	26,5	1,5 – 1,8	1,3
	Chanvre	690	70	1,6	1,48
	Kenaf	930	53	1,6	
	Ramie	560	24,5	2,5	1,5
	Bambou	140 – 230	11 – 17		0,6 – 1,1
	Miscanthus		2 – 8		
Fibres de feuilles	Sisal	511 – 635	9,4 – 22	2 – 2,5	1,5
	Curaua	500 – 1150	11,8	3,7 – 4,3	1,4
	Ananas	400 – 627	1,44	14,5	0,8 – 1,6
Fibres de graines	Coco	175	4 – 6	30	1,2
	Palmier à huile	248	3,2	25	0,7 – 1,55

I.3.2 Caractéristiques des plantes lignocellulosiques

I.3.2.1 Composition chimique

Comme leur nom l'indique, les plantes lignocellulosiques sont principalement composées de lignine et de cellulose mais aussi d'hémicellulose et de pectines [100,103,104] .

La cellulose est un homopolysaccharide constitué de chaînes linéaires de glucose liées par des liaisons β -1,4-glycosidiques. Constituant principal de la paroi cellulaire des plantes, elle assure une fonction structurelle cruciale en conférant à la cellule une résistance mécanique importante. De nature cristalline, elle est insoluble dans la plupart des solvants, y compris l'eau, malgré son caractère hydrophile.

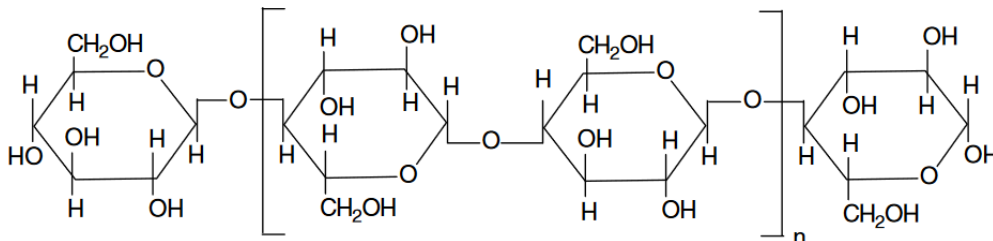


Figure I.24. Structure moléculaire de la cellulose [100].

Les lignines sont des polymères tridimensionnels avec une structure complexe variant en fonction de l'espèce végétale et des éléments morphologiques. Très hydrophobes, ils confèrent une rigidité et une imperméabilité à la plante, participent à la cohésion des fibres et confèrent une résistance à la compression.

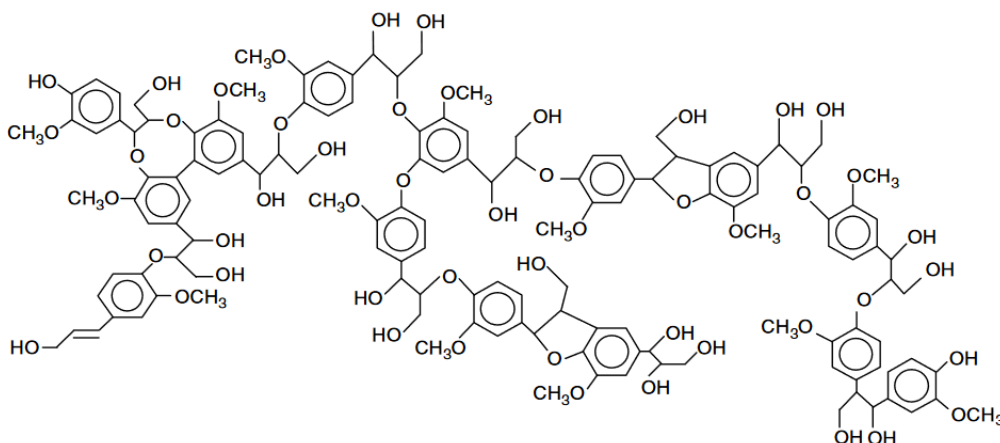


Figure I.25. Structure moléculaire de la lignine [100]

Les hémicelluloses sont des polysaccharides présentant des chaînes plus courtes que la cellulose et ayant une structure amorphe. L'hémicellulose est généralement constituée de chaînes de xylose entrecoupée de chaînes latérales contenant de l'arabinose, du galactose, du mannose, du glucose, de l'acétyle et d'autres molécules de sucre, selon le type de plante. Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose est soluble et peut être généralement éliminée par dissolution dans des solutions alcalines. Les hémicelluloses sont particulièrement hydrophiles, et leur gonflement au contact de l'eau limite la stabilité dimensionnelle de la fibre.

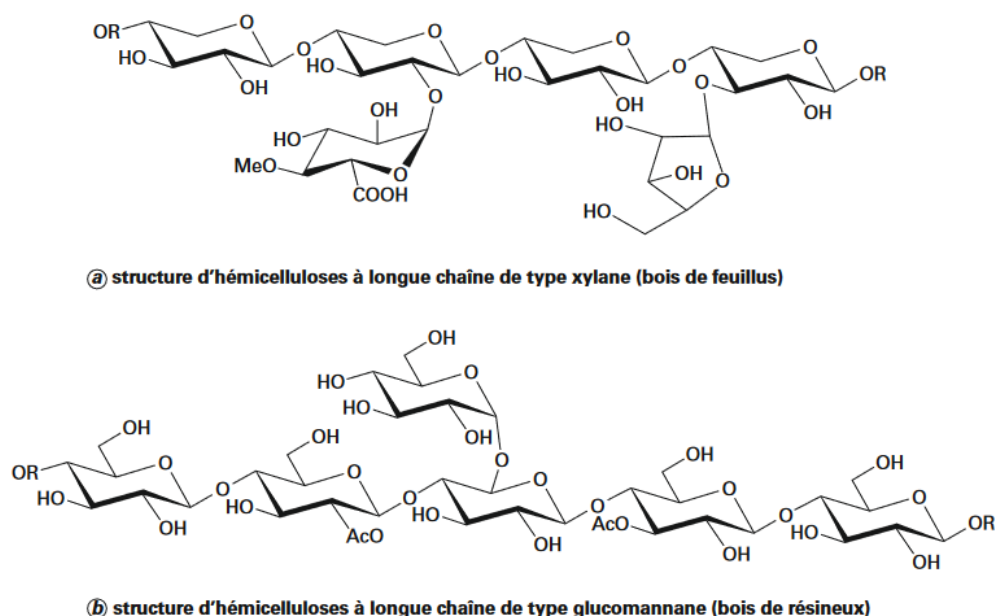


Figure I.26. Exemples de structures moléculaires d'hémicelluloses à longue chaîne principale, de type xylane présentes dans les bois de feuillus, et de type glucomannanes présentes dans les bois de résineux [105,106]

Les pectines sont des polysaccharides acides abondamment présents dans la lamelle moyenne des cellules végétales, où elles assurent la cohésion des cellules voisines. Tout comme les hémicelluloses, la pectine est soluble dans l'eau et sa composition et sa structure sont très complexes et varient considérablement d'une espèce végétale à l'autre.

Le Tableau I.4 donne la composition chimique de quelques fibres végétales répertoriées dans la littérature.

Tableau I.4. Composition chimique de quelques fibres végétales [99,107–110].

Catégorie	Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Extractifs	Cendres	Réf
Fibres libériennes	Jute	33,4	22,7	28	-	-	[109]
	Hibiscus	28,0	25	22,7	-	-	
	Tronc de banane	31,4	14,98	15,07	4,46	8,65	[107]
	Banane	25,65	17,04	24,84	9,84	7,02	
	Banane	60 – 65	6 – 8				[110]
	Jute	61 – 71	14 – 20	12 – 13	-	-	[101]
	Lin	71	18,6 – 20,6	2,2	-	-	
	Kenaf	72	20,3	9	-	-	
	Chanvre	68	15	10	-	-	
	Ramie	68,6 – 76,2	13 – 16	0,6 – 0,7	-	-	
	Abaca	56 – 63	20 – 25	7 – 9	-	-	
	Curaua	73,6	9,9	7,5	-	-	
	Miscanthus	40		16,2	-	-	[108]
Fibres de tige	Sorgho	27	25	11	-	-	[110]
	Bagasse	32 – 48	19 – 24	23 – 32	-	1,5 – 5	
	Bagasse	41,7	28	21,8	4	3,5	[107]
	Bagasse	55,2	16,8	25,3	-	-	[101]

Fibres de paille	Blé	33 – 38	26 – 32	17 – 19	-	6,8	[110]
	Riz	28 – 36	23 – 28	12 – 14	-	14 – 20	
	Orge	31 – 45	27 – 38	14 – 19		2 – 7	
	Paille de blé	38 – 45	15 – 31	12 – 20	-		[101]
	Coque de riz	35 – 45	19 – 25	20	-	-	
	Paille de riz	41 – 57	33	8 – 19	-	-	
Fibres de feuilles	Sisal	38,2	26	26	-	-	[109]
	Sisal	73,11	17,04	11	1,33	0,33	12
	Sisal	65	12	9,9	-	-	[101]
	Canne de maïs	38 – 40	28	7 – 21	-	3,6 – 7	[110]
	Ananas	70 – 82	18	5 – 12	-	0,7 – 0,9	
Fibre de graine	Coco	36 – 43	0,15 – 0,25	41 – 45	-	2,7 – 10,2	[109]
	Coco	33,2	31,1	20,5	-	-	
	Palmier à huile	65	-	29	-	-	
	Coco	21,46	12,36	46,48	8,77	1,05	[107]
	Tissu de coco	31,05	19,22	29,7	1,74	8,39	
Fibres de bois	Eucalyptus	41,57	32,56	25,4	8,2	0,22	

I.3.2.2 Organisation structurale et cellulaire des plantes lignocellulosiques

Les fibres végétales des plantes lignocellulosiques sont constituées de cellules individuelles ou cellules de base. Les parois cellulaires sont constituées de microfibrilles cristallines de cellulose reliées à une couche entière d'hémicellulose et de lignine amorphe (voir Figure I.27). L'empilement de ces couches forme les parois cellulaires multicouches. Les dimensions des cellules de base varient d'une fibre à l'autre et dépendent également du degré de maturité de la plante à partir de laquelle la fibre est extraite. La structure et les propriétés mécaniques des fibres dépendent des dimensions et de l'arrangement de ces cellules individuelles [111,112].

Les cellules individuelles des fibres végétales possèdent un vide central de section circulaire, polygonale ou elliptique, qui est appelé lumen. Ce vide joue un rôle important sur la structure et les propriétés physiques des fibres végétales, notamment en conférant aux fibres une faible densité et de bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique.

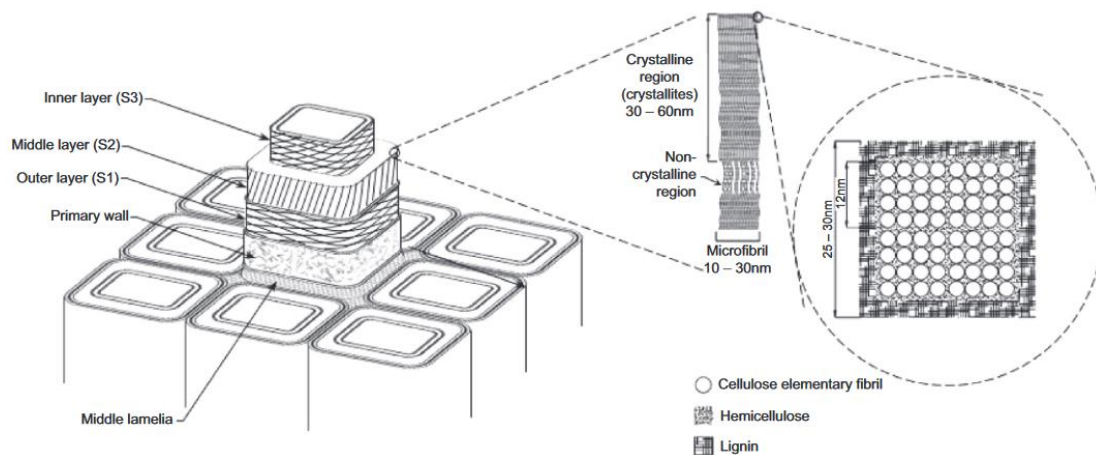


Figure I.27 Schéma descriptif d'une fibre lignocellulosique [103,104].

Deux parois cellulaires entourent le lumen : la paroi primaire et la paroi secondaire. La paroi primaire est la première couche de la paroi cellulaire, située à l'extérieur de la fibre, et est très mince (de 0,03 à 0,1 μm). La paroi secondaire est située à l'intérieur de la paroi primaire et est plus épaisse. Elle est composée de trois couches distinctes, nommées S1, S2 et S3 [104] (Figure I.27). Les parois cellulaires contiennent principalement de la cellulose, de la lignine, des hémicelluloses, des pectines et des protéines

I.3.3 Le Miscanthus

Parmi les nombreuses variétés de fibres végétales disponibles sur le marché européen, les fibres de miscanthus ont suscité beaucoup d'intérêt ces dernières années. Originaire d'Asie orientale, le miscanthus est une graminée rhizomateuse vivace, qui a été introduite en Europe dans les années 1930 par les Danois. Plante à fort potentiel, elle est initialement utilisée pour la production d'énergie et de biomasse, ou comme litière. Le miscanthus possède un pouvoir calorifique (PCI)⁸ d'environ 4,9 MW par tonnes de matière sèche, qui est inférieur à celui du bois. C'est une plante à fort rendement dont la production ne concurrence pas le secteur de l'alimentation humaine ou animale [113–115]. En effet, le miscanthus peut être cultivé sur une période d'environ 15 ans, avec un rendement de 10 à 20 tonnes par hectare par an. Sa culture s'adapte facilement à différentes conditions climatiques et de sol et nécessite peu d'eau, de fertilisation ou de pesticides. Le miscanthus est constitué d'un taux élevé d'holocellulose (cellulose + hémicellulose), ce qui en fait une matière première polyvalente pouvant être transformée en une large gamme de matériaux, ou être utilisée dans les systèmes de production d'énergie [113].



Figure I.28. Plante de Miscanthus (Source: Kellogg Biological Station Long-Term Ecological Research, biofuel research site; Photo Credit: J.E.Doll, Michigan State University)

Il existe plusieurs génotypes de miscanthus. Les génotypes Sinensis et Sacchariflorus peuvent pousser dans diverses conditions climatiques, tandis que le développement du génotype Floridulus reste plus limité. Des variétés hybrides adaptées à des conditions de sols plus

⁸ Pouvoir Calorifique Inférieur ou PCI : quantité totale de chaleur dégagée par la combustion complète d'une unité de combustible

difficiles ont également été introduites. L'hybride naturel *Miscanthus* × *Giganteus*, provenant d'un croisement entre les variétés *Sinensis* et *Sacchariflorus*, est actuellement l'un des génotypes les plus répandus hors de son territoire géographique d'origine.

En France, le *Miscanthus* × *Giganteus* est principalement cultivé dans les régions du nord du pays, et une chaîne de valorisation de l'exploitation à l'industrie est en cours d'organisation. Les régions les plus importantes sont les Pays de la Loire (1800 ha cultivées en 2022) la Normandie (1200 ha), le Centre Val de Loire (1200 ha) et les Hauts de France (1200 ha). La surface totale d'exploitation de miscanthus est estimée à environ 11000 ha en 2023 selon l'association France-Miscanthus [116].

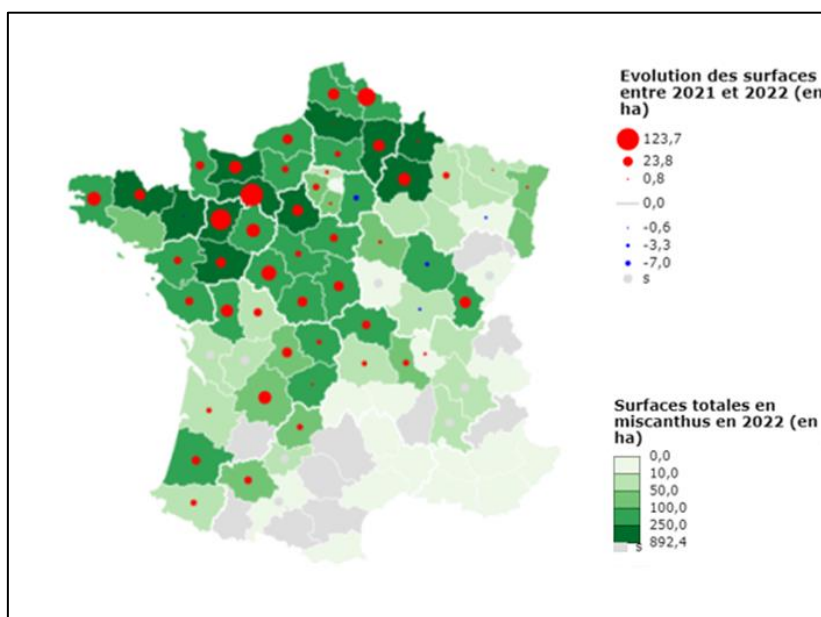


Figure I.29. Répartition de la culture du *Miscanthus* en France⁹

On estime globalement que les fibres de *miscanthus* offrent des performances plus intéressantes que d'autres fibres végétales telles que la paille, le chanvre, etc., car elles présentent une bonne fermeté et d'excellentes propriétés d'isolation thermique. Pude et al. [108] ont montré que la composition moyenne des fibres de *miscanthus* est de 40 % de cellulose, 16,2 % de lignine et 1,8 % de silicium. Le *Miscanthus* x *Giganteus* est tout à fait approprié pour une utilisation comme agrégat pour le béton léger, du fait de son module d'Young variant entre 2 et 8 GPa dans la tige [102] et de sa teneur élevée en parenchymes (composant cellulosique hautement microporeux de la plante fournissant une bonne isolation thermique).

L'entreprise britannique Terravesta, qui est l'un des leaders mondiaux du *miscanthus*, indique dans son rapport¹⁰ sur l'analyse de cycle de vie du *miscanthus*, que cette plante permettrait de séquestrer 2,35 tonnes de CO₂/ha/an durant sa croissance (Figure I.30).

⁹ <https://france-miscanthus.org/le-miscanthus-en-chiffres/>

¹⁰ <https://www.terravesta.com/miscanthus-carbon/>

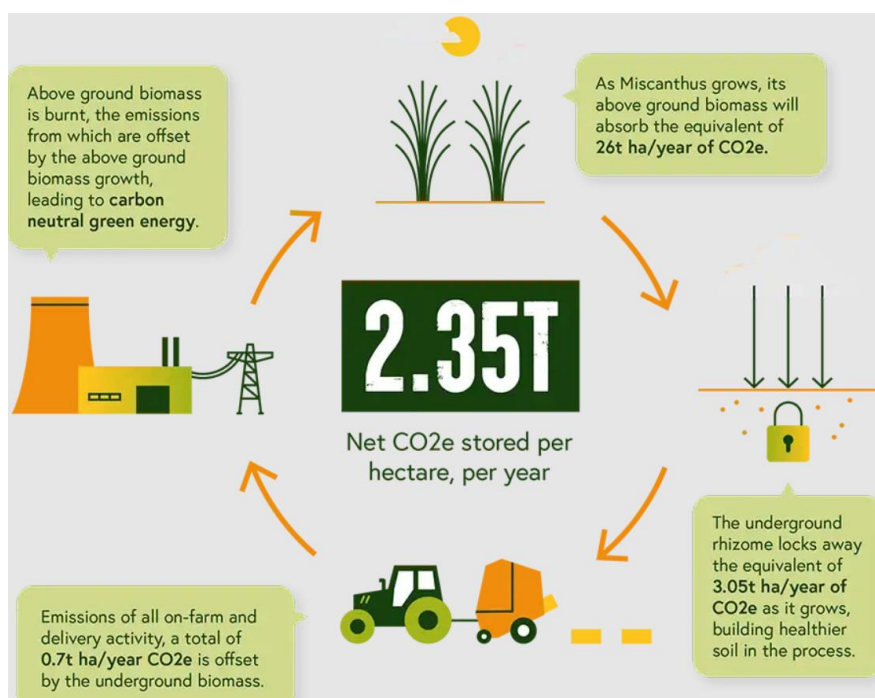


Figure I.30. Analyse du cycle de vie du miscanthus utilisé en biocombustible

Le miscanthus est généralement récolté chaque année au début du printemps (pour que le taux de matière sèche soit le plus élevé possible) d'après le cycle végétatif présenté à la Figure I.31.

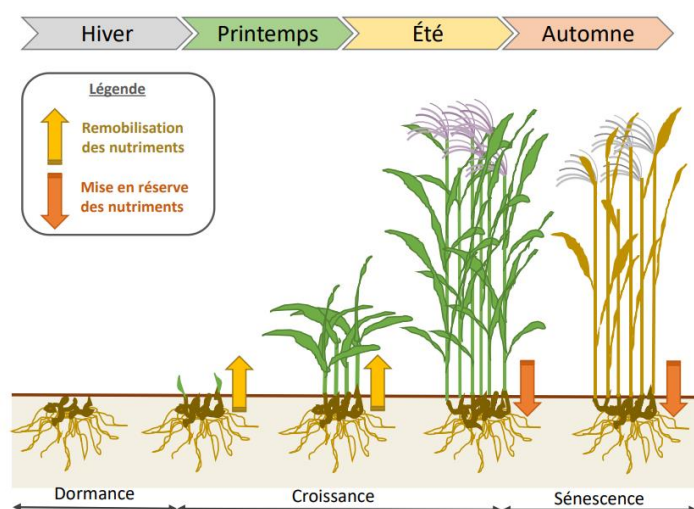


Figure I.31. Schéma du cycle végétatif du miscanthus [117,118]

Après la récolte, le conditionnement du miscanthus se fait suivant différents processus de transformation. Le processus mécanique (broyeur à tambour, à couteaux, à marteaux) permet de faucher ou de broyer les fibres directement, et donne des brins longs de 10 cm, des copeaux d'environ 2 cm et de la farine. Ces derniers sont ensuite stockés dans un environnement sec à l'abri de l'humidité. Les fibres obtenues sont soit conditionnées en vrac, dans des big bags ou en balles compressées, ou pressées en ballots de paille (pour les brins plus long) [119]. Les processus thermomécanique (technique de l'explosion vapeur) et chimique (processus papetier) permettent respectivement d'obtenir des fractions fibreuses et des pulpes. En France, environ

75% du miscanthus est vendu en vrac. Il est le plus souvent utilisé dans sa forme brute et ne fait pas encore l'objet de transformation industrielle à grande échelle.

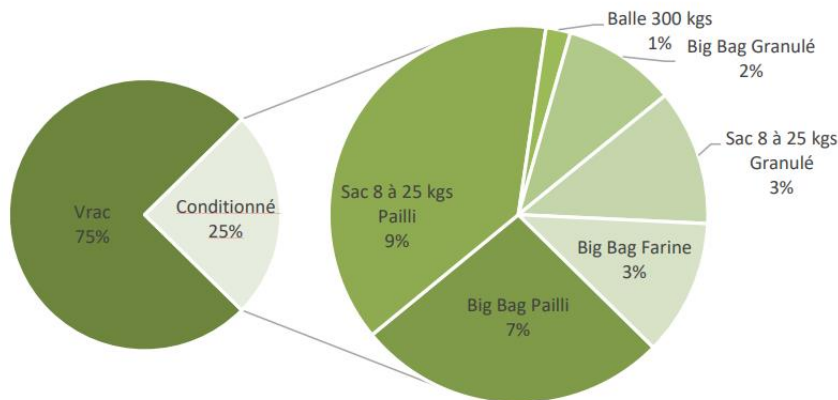


Figure I.32. Volume de miscanthus par type de conditionnement¹¹

I.3.4 Influence de l'incorporation des fibres sur les propriétés des mortiers cimentaires

De nombreuses études ont montré que les propriétés thermo-hydriques des bétons biosourcés peuvent être nettement supérieures à celles des matériaux de construction traditionnels [32,117–123]. Néanmoins, l'incorporation de fibres végétales dans une matrice cimentaire peut aussi impacter négativement d'autres propriétés du matériau à l'état frais et après durcissement, ou encore la durabilité à long terme du fait de la dégradabilité des fibres en milieu alcalin [128].

I.3.4.1 Influence sur la rhéologie et l'ouvrabilité du mortier

L'incorporation des inclusions végétales dans un mélange de mortier frais conduit à une modification quasi-instantanée de la rhéologie et de l'ouvrabilité du mélange. En effet, les fibres végétales présentent généralement une forte absorptivité en eau, liée à leur hydrophilie et à leur forte microporosité. Cette capacité d'absorption d'eau est fortement dépendante de la surface spécifique des particules, et tend à augmenter lorsque la taille moyenne des fibres diminue ; elle peut ainsi atteindre une valeur de l'ordre 550% en masse pour une poudre de miscanthus [129], comme illustré sur la Figure I.33. Ce phénomène entraîne l'absorption rapide d'une partie de l'eau de gâchage par les inclusions végétales [130,131] et une forte réduction de l'ouvrabilité du mortier frais. Ceci a bien évidemment des répercussions sur la facilité de mise en œuvre du mortier, mais également sur le processus d'hydratation du ciment.

¹¹ Agrex consulting : Rapport d'étude sur la formation des prix dans la filière française de production du miscanthus

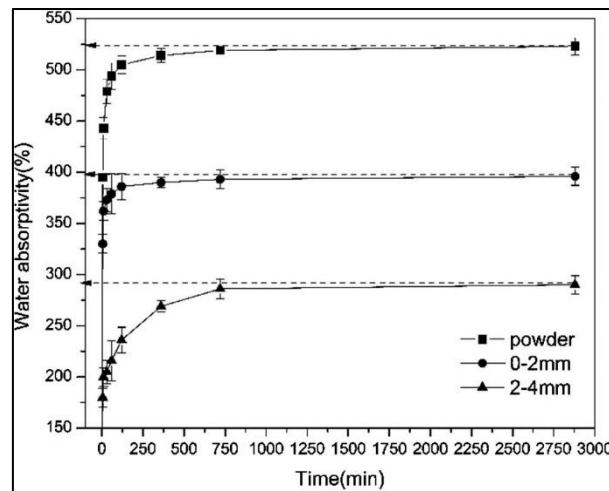


Figure I.33. Capacité d'absorption d'eau des fibres de miscanthus, pour différentes tailles de particules (Chen et al. [129])

De manière générale, les études portant sur l'incorporation des fibres végétales dans les mortiers rapportent toutes une diminution importante de l'ouvrabilité due à l'absorption de l'eau de gâchage par les fibres. Par exemple, Chen et al. ont observé une perte d'ouvrabilité dans le cas de bétons ultralégers incluant des fibres de miscanthus. Mansur et Aziz [132] ont également noté une diminution de l'ouvrabilité des mortiers avec l'ajout de fibres de jute. Savastano et al. [133] et Panesar et Shindman [134] ont observé la même tendance pour les mortiers contenant respectivement des fibres de sisal et des déchets de liège.

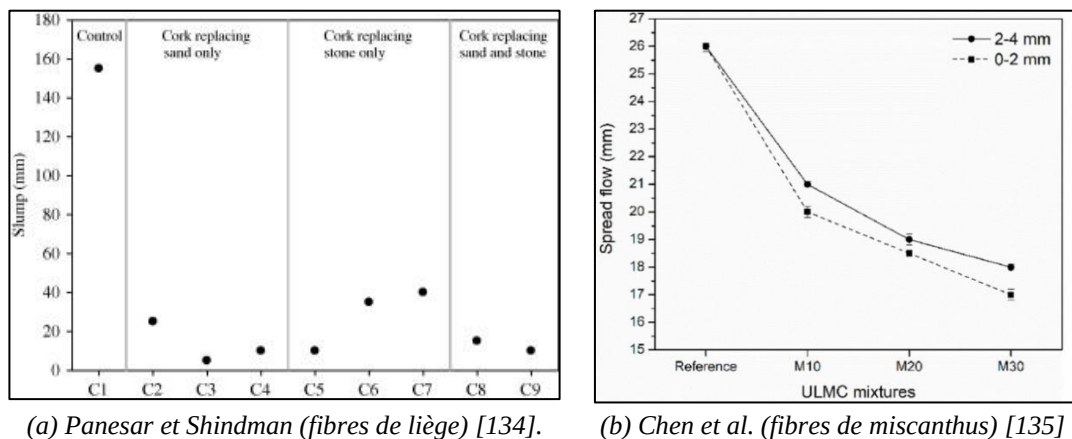


Figure I.34. Influence de l'incorporation de différentes fibres végétales sur l'ouvrabilité de mortiers cimentaires

Pour limiter cette perte d'ouvrabilité, plusieurs voies sont proposées dans la littérature, comme la pré-saturation en eau des fibres avant leur introduction dans la matrice cimentaire [129], l'ajustement de la quantité de superplastifiant dans le mélange frais, ou encore un prétraitement chimique [136] des fibres en vue de les rendre plus hydrophobes. La solution de pré-saturation en eau est très souvent retenue dans les études, car facile à mettre en œuvre ; cependant l'excès d'eau engendre ensuite des répercussions importantes sur les propriétés du composite

cimentaire après durcissement (notamment l'augmentation de la porosité et la chute de résistance mécanique).

I.3.4.2 Influence sur le processus d'hydratation

L'ajout des fibres végétales dans le mélange cimentaire frais impacte le processus d'hydratation, et entraîne généralement une réduction de la chaleur d'hydratation et un retard de prise [128,137]. Ce phénomène a notamment été observé par Bilba et al. [138] lors de l'incorporation de fibres de bagasse de canne à sucre dans un mortier, et par Sudin et Swamy [139] suite à l'ajout de flocons de bambou ou de cendres d'enveloppe de riz (Rice Husk Ash RHA) dans une matrice cimentaire (Figure I.35).

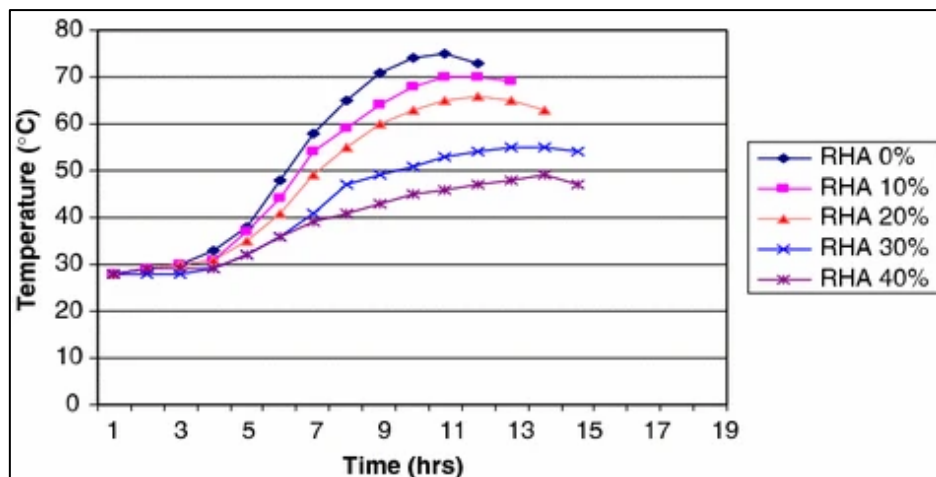


Figure I.35. Effet de l'introduction dans une matrice cimentaire de différentes teneurs en cendre d'enveloppe de riz (RHA) sur le pic exothermique de la réaction d'hydratation [139]

La perturbation du processus d'hydratation induite par l'introduction des fibres est liée aux interactions chimiques entre certains composés organiques contenus dans les fibres et le milieu cimentaire [99,128,138–143]. En effet, les plantes lignocellulosiques contiennent certains composés extractibles (comme les tanins, les sucres et l'amidon) qui influencent négativement les propriétés du béton biosourcé [137,144]. Les sucres contenus dans les plantes se dissolvent facilement dans les milieux aqueux et peuvent alors entraver la formation des produits d'hydratation, affectant ainsi la structuration de la matrice cimentaire [145].

Pour Sedan et al. [140], la pectine présente dans les fibres de chanvre agit comme un inhibiteur de croissance qui empêche la formation des hydrates de silicates de calcium, à travers une fixation du calcium à la surface des fibres. Ceci entraîne un retard de la prise du ciment et de la formation des hydrates. Diquélou et al. [137] ont étudié l'effet des composés extractibles de trois chènevottes de chanvre sur la prise du ciment et la réaction d'hydratation. Les composés sont extraits en imbibant les chènevottes dans l'eau pendant environ 24h. L'eau extraite est ensuite utilisée dans une formulation de pâte de ciment pour évaluer l'impact des composants sur la réaction d'hydratation. La mesure du temps de prise à l'aide de l'aiguille VICAT permet d'observer un retard important du temps de début de prise comparé à la pâte de ciment formulée à partir d'eau ordinaire (Figure I.36.a). En analysant les produits d'hydratation obtenus à l'issue du processus d'hydratation, les auteurs ont remarqué que la formation de portlandite a été

fortement réduite. A 28 jours, le taux de portlandite dans la pâte de ciment a en effet été réduit d'environ 40% par rapport au mélange de référence (Figure I.36.b).

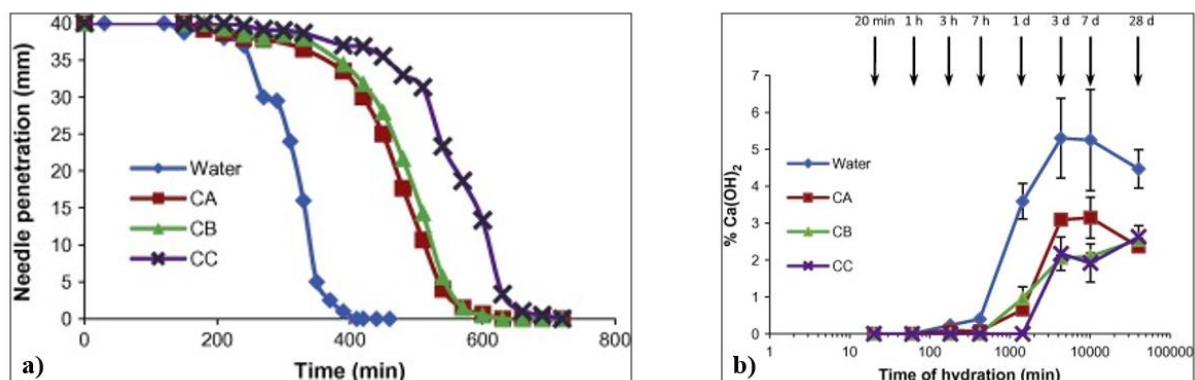


Figure I.36. (a) Profondeur de pénétration de l'aiguille Vicat en fonction du temps, pour des pâtes de ciment formulées avec une eau de gâchage contenant les composés extractibles de trois types de chanvre (notés CA, CB et CC) ; (b) Evolution de la teneur en portlandite pendant l'hydratation des mêmes pâtes de ciment [137].

Bishop & Barron [145], ont étudié l'effet des retardateurs contenus dans les fibres végétales sur l'hydratation du ciment. Pour comprendre l'effet individuel de chaque composé, ils ont étudié les réactions de l'acide tartrique, du saccharose et du lignosulfonate avec le silicate tricalcique (C3S), l'aluminate tricalcique (C3A) et le C3A/gypse en utilisant différentes techniques d'analyse (spectroscopie à résonance nucléo-magnétique (RMN), Diffraction des Rayons X, observation MEB et Spectroscopie de photoélectrons X (XPS)). Les résultats montrent que tous les composés étudiés affectent la réaction d'hydratation du ciment, à travers différents mécanismes. L'acide tartrique retarde l'hydratation du C3A et la formation d'ettringite alors que le saccharose et le lignosulfonate accélèrent la formation d'ettringite mais retardent l'hydratation du C3S.

Afin de limiter les interactions chimiques entre les composés extractibles des fibres et le ciment, il est nécessaire de procéder à un prétraitement des fibres avant leur incorporation dans le mortier [99]. Différents procédés peuvent être utilisés comme le traitement alcalin, la silanisation, ou l'hornification, etc. [146,147]. Le traitement alcalin est l'alternative la plus utilisée et consiste à immerger les fibres végétales dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH). Ce traitement permet de dégrader simultanément certaines quantités de lignine, de pectine, d'hémicellulose et de matériaux cireux, augmentant la région interfibrillaire et générant une texture rugueuse à la surface de la fibre [148]. La silanisation est un processus qui permet de recouvrir la surface poreuse des fibres par des molécules de silane fonctionnelles, afin de rendre cette surface plus hydrophobe. L'hornification est le processus le plus économique et facile à appliquer et consiste à exposer les fibres à des cycles d'humidification et de séchage [149]. Elle permet de réduire le comportement hydrophile des fibres, d'améliorer leur stabilité dimensionnelles et permet d'éviter les éventuels problèmes de gonflement des fibres [150].

Sedan et al. [140], ont procédé à un traitement chimique alcalin sur des fibres de chanvre. Ce traitement a permis d'éliminer certaines hémicelluloses, cires et impuretés de la surface de la fibre, rendant celle-ci chimiquement plus homogène. Il a également conduit à une amélioration des contacts entre les fibres et la matrice cimentaire, et induit une augmentation de résistance mécanique des bétons de chanvre.

Boix et al. [143] ont également étudié l'impact d'un prétraitement chimique des fibres pour réduire l'effet des composés extractibles sur la réaction d'hydratation du mortier de miscanthus. Les auteurs ont ainsi traité les fibres dans un milieu alcalin avec des silices. Après traitement, il est ressorti que la résistance mécanique des mortiers a considérablement augmenté, la résistance à la compression atteignant alors une valeur de 11 MPa, contre 2,2 MPa pour les mortiers contenant des fibres non traitées. Les résultats indiquent une hydratation plus rapide du ciment lorsque les fibres sont traitées. Par ailleurs, une pré-saturation des fibres dans un mélange ciment/sable/eau a permis de réduire la teneur en cellulose et en xylose, ces composés étant adsorbés par les particules de ciment.

Le prétraitement par blanchiment des fibres permet d'éliminer la lignine résiduelle et les composés extractibles de la paroi cellulaire des fibres [151]. Le blanchiment des fibres peut être défini comme un ensemble d'opérations permettant d'éliminer les impuretés naturelles à la surface des fibres et de détruire les colorants naturels de la fibre pour la rendre propre et neutre, généralement avant la teinture.

On notera également qu'une simple pré-saturation des fibres végétales dans un bac d'eau peut permettre d'évacuer les molécules de sucres dans le milieu aqueux. Après essorage des fibres, ces dernières ne contiennent alors quasiment plus de sucres solubles et peuvent alors être introduite dans la matrice cimentaire.

I.3.4.3 Influence sur la microstructure des mortiers

L'incorporation des fibres végétales dans le mortier conduit à l'obtention de bétons ultralégers, caractérisés par une porosité élevée et une faible masse volumique.

Chen et al. rapportent que l'introduction dans un béton de 30% de fibres de miscanthus avec une distribution de taille de 2-4 mm, conduit à une diminution de 24% de la masse volumique du béton durci par rapport à la référence (de 1540 kg.m^{-3} à 1160 kg.m^{-3}), comme illustré sur la Figure I.37.a. Chikhi et al. [152] ont également observé une réduction de 43% de la masse volumique du mortier en ajoutant 10% en masse de fibres de bois de palmier dattier dans une matrice liante à base de gypse. Dias et Waldmann [115] ont également observé une diminution de la masse volumique du mortier en incorporant des fibres de miscanthus. Avec des teneurs en fibres de miscanthus de 238 et 338 kg.m^{-3} dans le mortier, la masse volumique est respectivement réduite de 38,6% et 51,4% par rapport à la référence. Salem et al. [153] en incorporant des déchets d'éponges synthétiques végétales (VSS) dans un mortier cimentaire ont aussi observé une diminution significative de la masse volumique (Figure I.37.b).

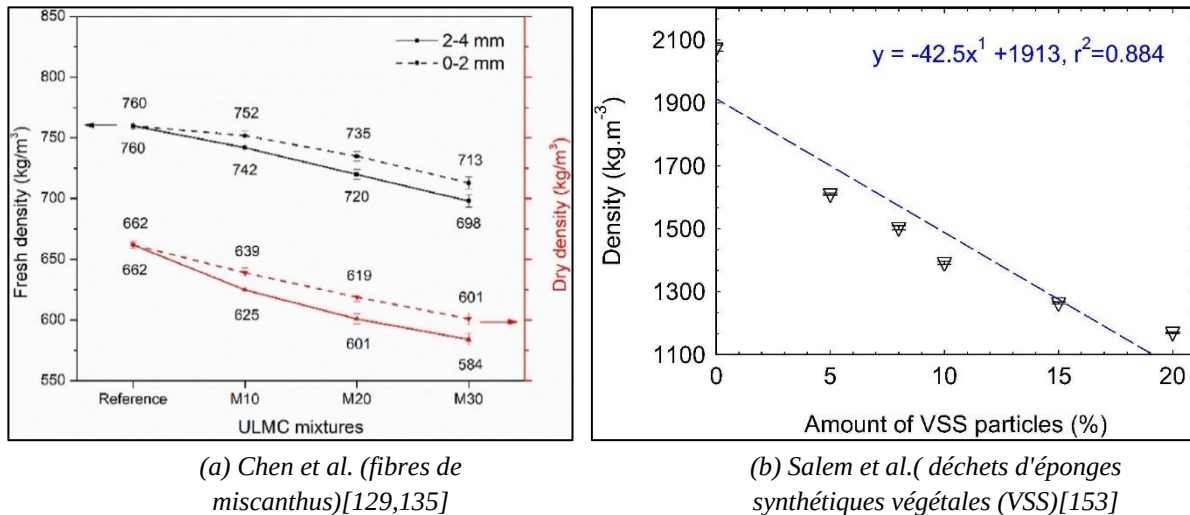


Figure I.37. Influence de la teneur en fibres végétales sur la masse volumique de quelques bétons biosourcés

La diminution de la masse volumique des mortiers biosourcés est généralement associée à l'influence de plusieurs facteurs [21,115,127,129,135,154] :

- La masse volumique faible des fibres végétales comparés aux composants minéraux du bétons,
- la modification de la distribution granulaire dans la matrice cimentaire,
- l'augmentation de la porosité du mortier qui est liée à la porosité interne élevée des fibres, à l'air entraîné lors de l'introduction des fibres au cours du malaxage ou liée à l'excès d'eau utilisé lors de la mise en œuvre pour maintenir une bonne ouvrabilité.

I.3.4.4 Influence sur les propriétés mécaniques

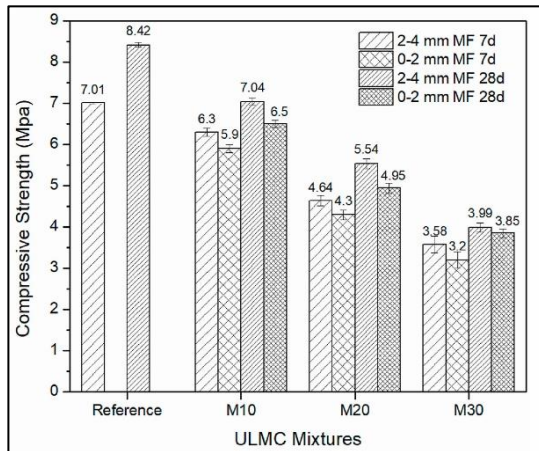
La plupart des études de la littérature rapportent que l'introduction de fibres végétales dans un composite cimentaire conduit à une diminution de la résistance en compression.

Chen et al. [135] ont observé une diminution de la résistance à la compression de mortiers cimentaires en fonction de la teneur en fibres de miscanthus incorporées (fibres pré-saturées dans l'eau), comme illustré sur la Figure I.38.a. Les auteurs mentionnent également une influence de la gamme de taille des fibres, la chute de résistance étant plus marquée avec les fibres les plus petites.

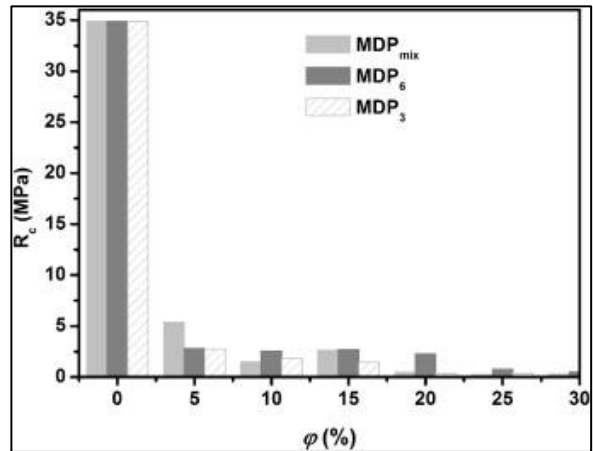
Benmansour et al. [120] ont rapporté une diminution de la résistance à la compression d'environ 85-92 % lors de l'ajout de 5 % de fibres de palmier dattier dans un béton. L'étude a porté sur deux tailles de fibres différentes avec des diamètres de 3 mm (DP3) et 6 mm (DP6). A de faibles taux de fibres (< 15%) les résistances mécaniques restent compatibles avec une utilisation du matériau comme isolant. Le mortier contenant un mélange des deux types de fibres (MDPmix) présente une résistance supérieure à celle des mortiers contenant un seul type de fibres.

Hernandez-Olivares et al. [155] ont également observé une diminution de la résistance à la compression suite à l'incorporation de 20 % de granulés de liège dans un composite de gypse,

tandis que Li et al. [156] ont observé une chute de résistance après avoir introduit des fibres de chanvre dans un béton.



(a) Chen et al. (fibres de miscanthus) [129,135]



(b) Benmansour et al. (fibres de palmier dattier) [120]

Figure I.38. Influence de la teneur en fibres végétales sur la résistance à la compression de différents composites cimentaires

Dans la littérature, les auteurs attribuent généralement cette chute de résistance en compression induite par l'introduction de fibres végétales dans un composite cimentaire aux facteurs principaux suivants [99,120,152,155–158] :

- la diminution considérable de la masse volumique du mortier, liée à l'augmentation de la porosité du matériau (porosité des fibres végétales, air entraîné lors de l'introduction des fibres pendant le malaxage, porosité générée par l'excédent d'eau utilisé maintenir l'ouvrabilité) et accessoirement à la faible densité des fibres,
- les propriétés mécaniques négligeable des fibres par rapport à celles des autres composants du mortier. En effet, d'un point de vue mécanique, les fibres se comportent quasiment comme des pores ou des défauts au sein du matériau,
- la faible compatibilité entre les fibres végétales et la matrice cimentaire. Cette faible cohésion interfaciale facilite l'initiation et la propagation des fissures, contribuant ainsi à la perte de résistance globale des mortiers biosourcés.

L'ampleur de la chute de résistance en compression va également dépendre de la variété de fibres végétales utilisée, de la teneur en fibres dans le mortier, ou encore du prétraitement éventuel des fibres.

Les études montrent également que l'incorporation des fibres impacte beaucoup moins la résistance en traction et en flexion du béton que la résistance en compression. En fonction de la taille et du type de fibres, on observe même parfois un gain en ductilité qui confère au composite biosourcés une résistance plus grande en flexion ou en traction que celle du mortier de référence. Ainsi, Chen et al. [129] ont observé que, pour de faibles dosages en fibres de miscanthus, la résistance à la flexion du béton biosourcé est sensiblement égale à celle du béton de référence. En augmentant la teneur en fibres (pré-traitées dans du coulis de ciment pour

améliorer l'adhérence fibre/matrice cimentaire), ces mêmes auteurs ont montré que la résistance en flexion du composite biosourcé devient alors supérieure à celle du béton de référence.

I.3.4.5 Influence sur les propriétés thermiques

Si les fibres végétales ont un impact négatif sur les propriétés mécaniques du mortier, elles permettent en revanche d'améliorer considérablement les propriétés thermiques du mortier. On note une augmentation de la capacité d'absorption de chaleur et de la résistance thermique rendant le matériau idéal pour une utilisation comme isolant.

Horma et al. [159] ont étudié l'effet de l'incorporation de fibres de thé sur les propriétés thermo-physiques du mortier. Les mesures réalisées par la technique Hot-Disk, montre une diminution de la conductivité thermique, de la diffusivité thermique et de la chaleur spécifique volumique avec l'augmentation du taux de fibres (Figure I.39). Avec 10% de fibres ajoutées, un gain de 67% est obtenu en termes de résistance thermique du matériau, avec une diminution de la conductivité thermique de 0,62 à 0,2 W.m⁻¹K⁻¹.

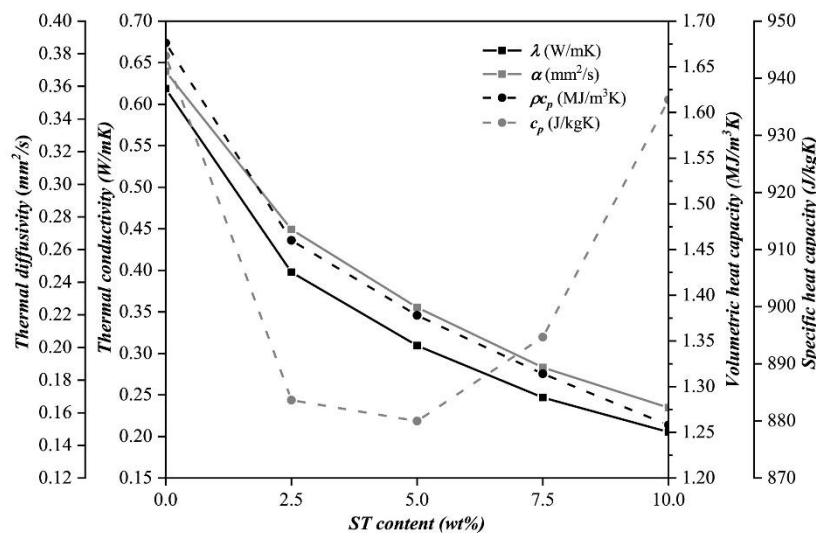


Figure I.39. Evolutions des propriétés thermo-physiques des mortiers en fonction de la teneur massique en fibres de thé (notée ST content) [159].

La capacité thermique d'un matériau indique l'habilité du matériau à stocker de la chaleur. Elle est définie comme la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter d'un degré Kelvin la température d'une unité de masse du matériau. Une capacité spécifique élevée signifie une aptitude élevée du matériau à retarder et amortir les ondes de chaleur. Les matériaux biosourcés présentent une capacité thermique relativement élevée, si l'on tient compte de leur masse volumique. Par exemple, des valeurs de capacité thermique spécifique de 1,01 et 1,63 kJ.kg⁻¹.K⁻¹ ont été respectivement obtenues par Collet [160] dans le cas du béton de chanvre, et par Mahzoud [161] pour un composite chaux-chanvre.

De manière générale, la résistance thermique d'un mortier augmente avec l'incorporation des fibres, rendant le matériau isolant. Benmansour et al. [120] ont obtenu une amélioration de la résistance thermique de 87-92,5% en introduisant 30% de fibres de palmier dattier (DPF) dans un mortier cimentaire. L'étude a également permis de montrer l'effet de la taille des fibres sur

la conductivité thermique. A faibles teneurs en fibres (<15%), les fibres de diamètres 3 mm engendrent une diminution de la conductivité thermique du mortier plus importante que les fibres de diamètre 6 mm (Figure I.40). Selon les auteurs, ceci est lié au tassement plus difficile des fibres les plus courtes au sein du composite cimentaire, comparé aux fibres de plus grande taille, entraînant une augmentation du nombre de vides et de la porosité.

Salem et al. [153] ont rapporté une amélioration de la performance thermique jusqu'à 63%, en remplaçant 20% du sable par des déchets d'éponges végétales dans un mortier cimentaire. Charai et al. [162] ont étudié l'effet de l'introduction des fibres d'Alfa sur les propriétés du mortier. Avec une teneur massique de 10% en fibres d'Alfa (3cm de long), la conductivité thermique du mortier est alors réduite de 67%, passant de 0,591 W.m.K⁻¹ pour la référence à 0,193 W.m.K⁻¹.

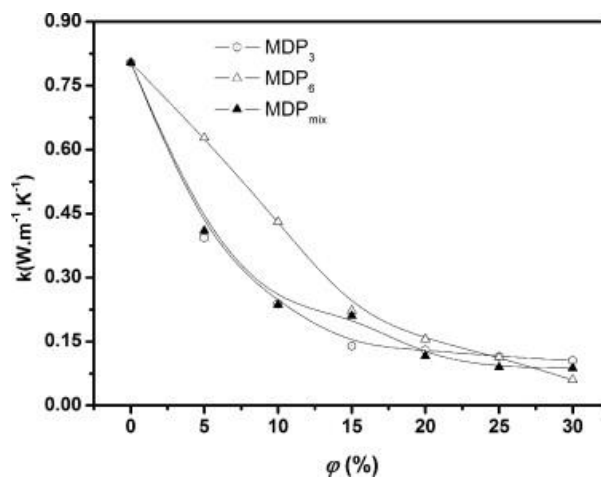


Figure I.40. Variation de la conductivité thermique en fonction du taux de fibres de palmier dattier, pour trois composites cimentaires : MDP6 (fibres de diamètre 6 mm), MDP3 (fibres de diamètre 3 mm) et MDPmix (mélange des deux types de fibres).

Selon les auteurs, cette amélioration des propriétés d'isolation thermique peut être attribuées aux facteurs suivants :

- L'augmentation de porosité globale dans le composite biosourcé est certainement la cause principale de la modification des phénomènes de transfert de chaleur au sein du matériau. Plusieurs auteurs suggèrent que le processus de transfert de chaleur par conduction est partiellement remplacé par un mécanisme de convection naturelle dans la phase poreuse, du fait de la porosité élevée [19,99,134,152,156,163],
- par ailleurs, les fibres végétales présentent elles-mêmes une conductivité thermique très faible par rapport à celle des constituants minéraux des mortiers (par exemple 0.04 W.m⁻¹.K⁻¹ pour les fibres de miscanthus selon Schnabel et al. [164]). Leur introduction dans le mélange contribue donc à faire diminuer la conductivité thermique globale du composite, et à réduire les transferts de chaleur au sein du composite biosourcé.

L'une des particularités des fibres végétales réside dans leur sensibilité à l'humidité. Ces fibres peuvent absorber ou relâcher l'humidité en fonction de l'hygrométrie ambiante. De ce fait, les propriétés thermiques des bétons biosourcés peuvent varier significativement en fonction de la

teneur en eau [23]. Par exemple Cérézo [165] a réalisé des mesures de conductivité thermique sur un béton de chanvre à des taux d'humidités relatives de 0%, 50% et 75%. L'étude a rapporté un impact important de l'humidité relative sur la conductivité thermique (Figure I.41). Ainsi, pour des bétons biosourcés présentant des masses volumiques comprises entre 200 et 300 kg.m⁻³, les auteurs ont noté des augmentations de conductivité thermique de l'ordre de 42% (de 0,06 à 0,085 W.m⁻¹.K⁻¹) lors du passage de l'état sec à un état stabilisé à 50% HR, et même de 83% entre l'état sec et l'état stabilisé à 75% HR (de 0,06 à 0,11 W.m⁻¹.K⁻¹). Pour des bétons de masses volumiques comprises entre 300 et 450 kg.m⁻³, la conductivité thermique augmente respectivement de 10 % et 40% après stabilisation dans des environnements à 50 % HR et 75 % HR, par rapport à l'état sec. La même observation a été réalisée par Gourlay et al. [166], qui ont noté une augmentation de 60 à 75% de la conductivité thermique du béton de chanvre entre l'état sec et l'état saturé en humidité.

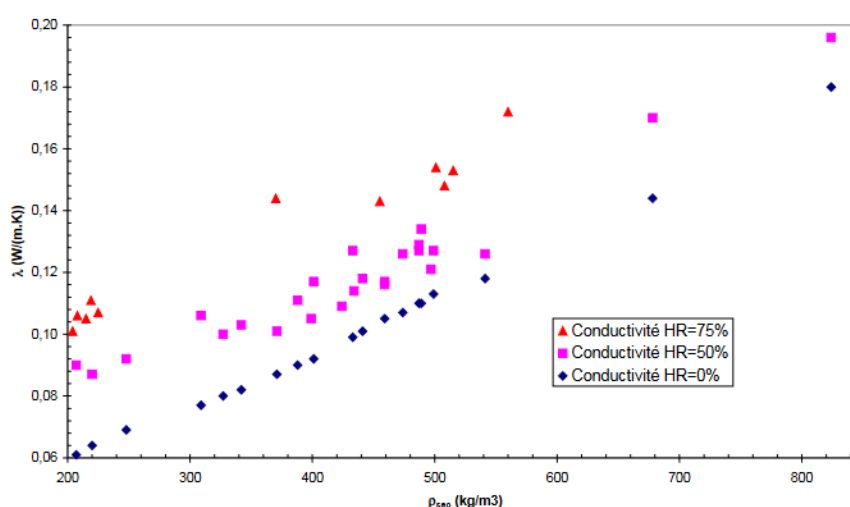


Figure I.41. Influence de l'humidité sur la conductivité thermique pour des béton de chanvre de différentes masses volumiques (Cérézo [165])

Les auteurs expliquent cette dépendance de la conductivité thermique à la teneur en humidité des échantillons par la présence d'eau capillaire dans les pores du mortier au-dessus d'un certain niveau d'humidité relative [166–169], la conductivité thermique de l'eau étant plus élevée que celle de l'air (0,59 W.m⁻¹.K⁻¹ contre 0,025 W.m⁻¹.K⁻¹ pour l'air à 20°C). Gourlay et al. [166] ont indiqué par exemple une augmentation de la teneur en eau dans le béton de chanvre de l'ordre de 10% à un niveau d'humidité de 50% HR, et de l'ordre de 25% à 95% d'humidité relative, comparé à l'état sec.

I.3.4.6 Influence sur les propriétés hydriques

La majorité des études rapportent une amélioration de la capacité de stockage d'humidité (hygroscopicité) et des propriétés hydriques des mortiers cimentaires avec l'incorporation de fibres végétales.

Le comportement hydrique est décrit à travers différents paramètres comme l'isotherme de sorption, la capacité de tampon hydrique (Moisture Buffer Value MBV), la perméabilité à la vapeur d'eau, la capillarité, etc.

Chapitre I : Etude bibliographique

L'isotherme de sorption relie la teneur en eau d'équilibre d'un matériau à l'humidité relative ambiante pour une température donnée [170]. Il permet d'évaluer la quantité d'eau absorbée par un échantillon à l'équilibre et donc sa capacité de stockage d'humidité.

Les bétons biosourcés présentent généralement une capacité d'absorption et de stockage d'humidité élevée, conférée par la structure microporeuse et le caractère hydrophile des fibres végétales cellulosiques [158,171].

Bouguerra et al. [172], ont étudié l'impact de l'incorporation de fibres de bois sur les propriétés hydriques d'une matrice composite ciment – argile. Les isothermes de sorption réalisés montrent que la capacité de stockage d'humidité du composite augmente significativement avec le taux de fibres, et mettent également en évidence un phénomène d'hystérésis entre les phases d'absorption et de désorption (Figure I.42).

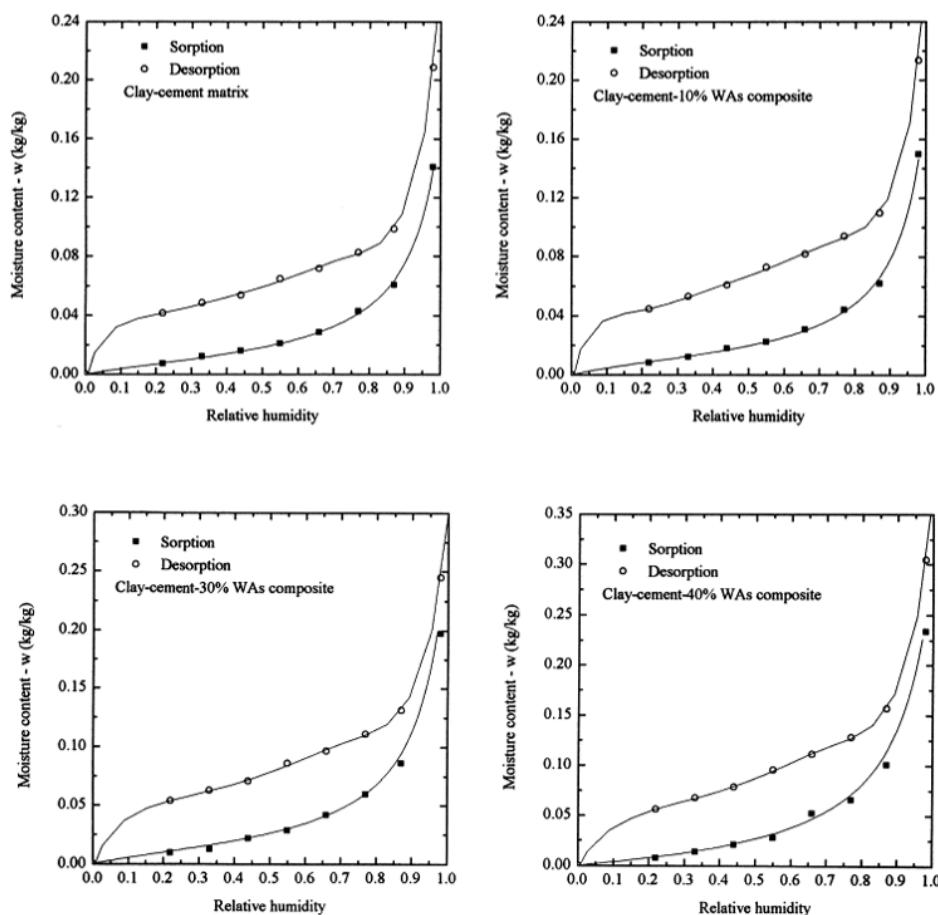


Figure I.42. Influence du taux de fibres de bois sur les isothermes de sorption de mortiers biosourcés [172]

Collet [160,173] a décrit le mécanisme de fixation de l'humidité dans un pore lors de l'adsorption physique, suivant trois étapes distinctes (Figure I.43) :

- Adsorption monomoléculaire ou monocouche : les molécules d'eau forment une couche à la surface des pores, où elles sont maintenues sous l'effet des forces de Van der Waals,

- Adsorption multicouche ou polymoléculaire : avec l'augmentation de l'humidité relative, des couches de molécules d'eau supplémentaires se fixent à la première
- La condensation capillaire : aux niveaux élevés d'humidité relative, les couches polymoléculaires se mettent en mouvement et se rejoignent pour former un pont liquide séparé par la phase gazeuse d'un ménisque. La force capillaire retient l'eau à la surface des pores ; les pores se remplissent alors progressivement, en commençant par les plus petits pour finir par ceux qui ont les diamètres les plus importants ;

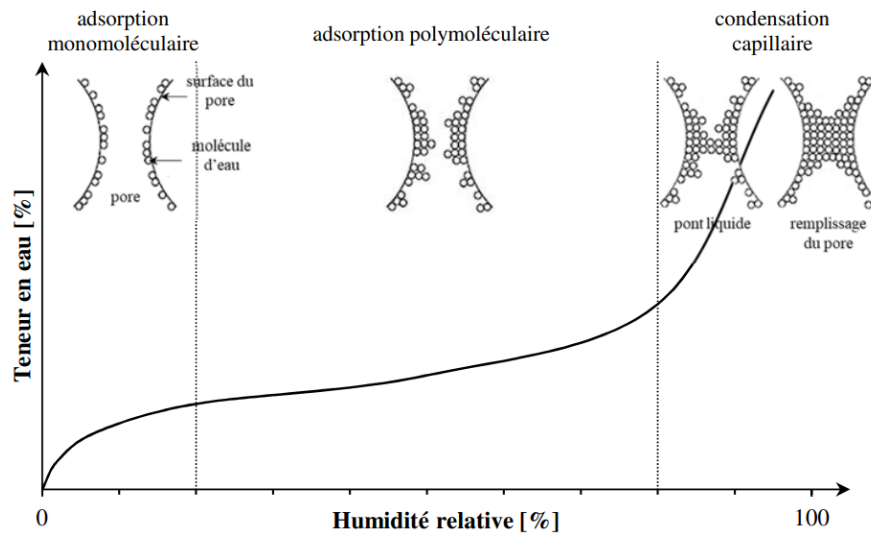


Figure I.43. Mécanismes de fixation de l'humidité dans un pore lors de l'adsorption [160,174]

L'autre indicateur du comportement hydrique des matériaux de construction est la capacité de tampon hydrique (MBV). Cette grandeur reflète la capacité d'un matériau de construction à réguler (absorber/libérer) l'humidité lorsqu'il est exposé à des cycles hydriques successifs entre deux niveaux d'humidité relative donnés. Elle est généralement considérée comme un bon indicateur de la capacité du matériau considéré à modérer les variations d'humidité dans l'environnement intérieur des bâtiments, et donc à contribuer au confort de vie des occupants.

Les études portant sur le comportement hydrique des bétons biosourcés montrent pour la plupart une amélioration de la capacité de tampon hydrique du matériau avec l'addition de diverses fibres végétales (chanvre, lin, palmier dattier, etc.) [123–125,175–177,27]. En fonction du taux de fibres incorporées, le mortier passe d'une capacité de tampon hydrique limitée à une valeur considérée bonne ou même excellente selon la classification NordTest [178], comme illustré sur la Figure I.44. Par exemple, Charai et al. [162] et Chennouf et al. [124] ont respectivement pu atteindre des valeurs de MBV de $3.13 \text{ g.m}^2.\%RH^{-1}$ et $2.97 \text{ g.m}^2.\%RH^{-1}$ en ajoutant respectivement des fibres d'Alfa et de palmier dattier dans des mortiers, ce qui correspond à une excellente capacité de tampon hydrique.

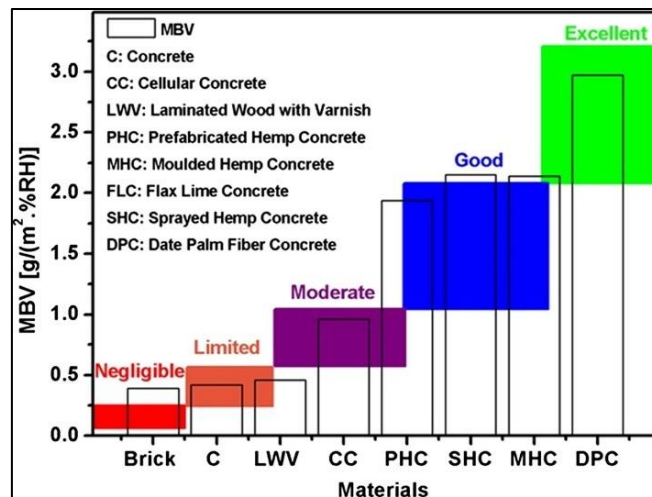


Figure I.44. Comparaison des valeurs MBV de différents mortiers biosourcés [124,178].

La perméabilité à la vapeur d'eau est un autre indicateur, qui traduit la capacité de transport de vapeur du matériau. Dans la littérature, on observe généralement une augmentation de cette grandeur en fonction de la teneur en fibres végétales introduite dans un mortier cimentaire. A nouveau, cet effet résulte principalement de la forte absorptivité des fibres et de l'augmentation globale de la porosité dans le composite biosourcé [123,124,126,177]. Brás et al. [179] ont ainsi rapporté une augmentation de 20 % de la perméabilité à la vapeur d'eau d'un mortier après ajout de 70 % (en masse) de liège en remplacement du sable. Benmahiddine et al. [177] et Chennouf et al. [124] ont déterminé expérimentalement des valeurs de perméabilité à la vapeur d'eau de 3.59×10^{-11} et 3.94×10^{-11} $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ pour un mortier du chanvre et pour un mortier incorporant des fibres de bois de palmier dattier, respectivement.

I.4 Les solutions hybrides pour le stockage passif d'énergie et l'isolation thermique

Quelques rares travaux de la littérature ont tenté de développer des systèmes hybrides comportant à la fois des fibres végétales et des MCP, afin de combiner les avantages conférés par les deux types d'inclusions. En général, l'objectif recherché est surtout l'amélioration des performances énergétiques du système, en combinant de bonnes propriétés d'isolation thermique et une capacité de stockage d'énergie sous forme de chaleur latente. Certains auteurs ont également caractérisé l'aptitude de la solution hybride à réguler l'humidité (hygroscopicité).

Alaassaad et al. [180,181] ont ainsi étudié les effets de l'incorporation d'un MCP à base de paraffine microencapsulée (Nextek 24D) dans un mélange sol argileux-fibres de roseau. Ces travaux ont montré que l'ajout de MCP conduit à une diminution globale de la conductivité du mélange sur l'ensemble du domaine de température considéré, que les auteurs attribuent à la faible conductivité des MCP et à la perturbation de la microstructure induite par les MCP. De plus, cette diminution de la conductivité du mélange apparaît beaucoup plus marquée dans la zone changement de phase des MCP (par exemple à 24°C dans le cas présent) que les domaines de température où les MCP sont à l'état solide ou à l'état liquide (par exemple à 14°C et à 34°C, comme illustré sur la Figure I.45.a). Selon les auteurs, ceci serait dû à « l'augmentation du

désordre » à l'intérieur des microcapsules dans la zone de changement de phase (coexistence des phases solide et liquide). Tous ces éléments démontrent globalement une amélioration des propriétés d'isolation du composite suite à l'introduction des MCP.

Les résultats d'Alasaad et al. [180] mettent également en évidence une augmentation significative de la chaleur spécifique du mélange avec la quantité de MCP ajoutée, particulièrement dans le domaine de changement de phase des MCP (augmentation allant jusqu'à +380% au niveau du pic de C_p avec l'introduction de 20% en masse de MCP dans le mélange, comme montré sur la Figure I.45.b). Ceci démontre une amélioration très significative de la capacité de stockage d'énergie par chaleur latente du mélange sol argileux-fibres végétales après introduction des MCP.

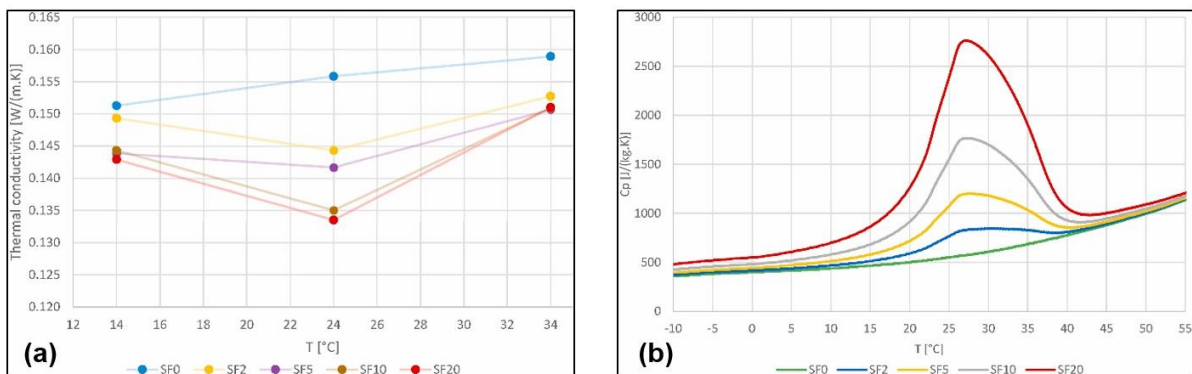


Figure I.45. Évolutions de (a) la conductivité thermique et (b) de la chaleur spécifique C_p en fonction de la température, pour des mélanges sol argileux/fibres de roseau contenant différentes teneurs en MCP (entre 0 et 20% en masse [180])

Néanmoins, Alasaad et al. [180,181] signalent une légère diminution des performances hygroscopiques des composites sol argileux-fibres de roseau avec la quantité de MCP introduite. En effet, les isothermes de sorption montrent que la quantité de vapeur d'eau absorbée par le matériau diminue sensiblement avec l'augmentation de la teneur en MCP (Figure I.46). Les auteurs montrent également que la perméabilité à la vapeur d'eau diminue légèrement avec la quantité de MCP. Selon les auteurs, ces effets sont liés au caractère hydrophobe des MCP, qui contribue à réduire les transferts d'humidité au sein du matériau. On notera cependant que tous les systèmes argile-fibres de roseau-MCP conservent une capacité d'absorption bien supérieure à celle d'un mortier classique (courbe verte sur la Figure I.46), car leur comportement de sorption/désorption reste largement gouverné par les fibres végétales.

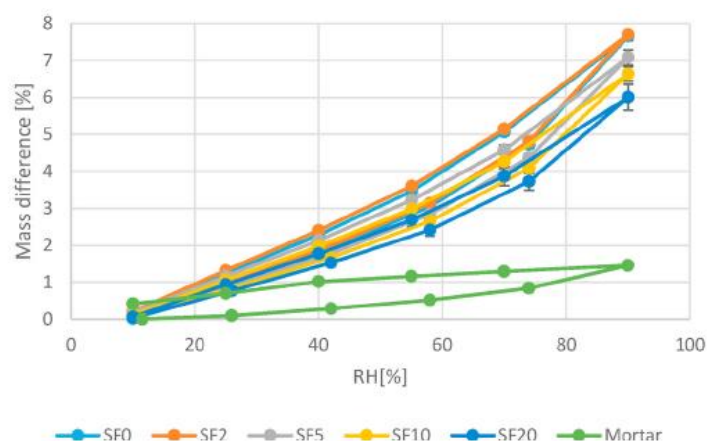


Figure I.46. Isothermes de sorption obtenus pour des mélanges sol argileux-fibres de roseau contenant différentes teneur en MCP (entre 0 et 20% en masse), et pour un mortier cimentaire classique (courbe verte) [180].

Sawadogo et al. [182] ont exploré la possibilité d'imprégner directement des chènevottes de chanvre avec un MCP non encapsulé. Plusieurs MCP ont été testés (différents acides gras et des mélanges eutectiques), mais il ressort que l'acide caprique (noté CA) est le plus compatible avec les chènevottes de chanvre. Le procédé d'imprégnation sous vide utilisé permet de faire pénétrer le MCP dans les microporosités des fibres végétales, et d'obtenir ainsi un support stable car le MCP reste piégé dans les pores et ne fuit pas.

Les mêmes auteurs ont ensuite introduit ces chènevottes de chanvre modifiées par MCP dans un mortier cimentaire, puis ont caractérisé les propriétés thermiques et hydriques du béton résultant, en les comparant à celles d'un béton de référence contenant les chènevottes de chanvre brutes sans MCP [183]. Les résultats montrent ici que la présence des MCP conduit à une augmentation de la conductivité thermique d'environ 25% par rapport au béton de chanvre de référence sur tout le domaine de température considéré (à 10°C où le MCP est à l'état solide, à 23°C dans le domaine de changement de phase, et à 40°C où le MCP est à l'état liquide), comme illustré sur la Figure I.47. Les auteurs attribuent ce phénomène au fait que l'imprégnation des fibres par le MCP réduit fortement la microporosité du chanvre, et que l'air initialement présent dans les pores est remplacé par le MCP dont la conductivité thermique est dix fois plus élevée (environ 0,21 W.m⁻¹.K⁻¹ pour l'acide caprique, contre 0,02 W.m⁻¹.K⁻¹ pour l'air) [183]. Afin d'évaluer les performances thermiques du béton contenant les fibres de chanvre imprégnées de PCM, les auteurs ont également soumis des échantillons à des cycles de température entre 5°C et 50°C, et ont mesuré l'évolution de la température à cœur. Les résultats montrent que la température est inférieure de 1°C dans le béton de chanvre avec PCM comparé au béton de chanvre de référence lors de la phase de chauffe, et qu'elle est supérieure de 4,5°C pendant la phase de refroidissement. Sawadogo et al. [183] concluent alors que les PCM sont surtout efficaces lors de la phase de refroidissement, car la chaleur latente emmagasinée pendant la phase de chauffe est alors relâchée et permet de retarder la chute de température. Selon les auteurs ces résultats démontrent des capacités de thermorégulation prometteuses des bétons incorporant des chènevottes de chanvre imprégnées de MCP.

En ce qui concerne les propriétés hydriques, les auteurs observent une diminution de la capacité de tampon hydrique (MBV) du béton contenant les fibres imprégnées de MCP comparé au béton de chanvre de référence (la MBV passe de 3,05 à 2,23 g.m⁻².%RH⁻¹). Ceci est attribué au fait que les MCP ont partiellement colmaté les microporosités du chanvre lors de l'imprégnation, réduisant ainsi la capacité d'absorption/désorption des fibres [39]. Néanmoins, la valeur de MBV reste à un niveau élevé, et les bétons de chanvre avec et sans MCP sont tous deux classifiés comme excellents régulateurs d'humidité selon la classification NordTest.

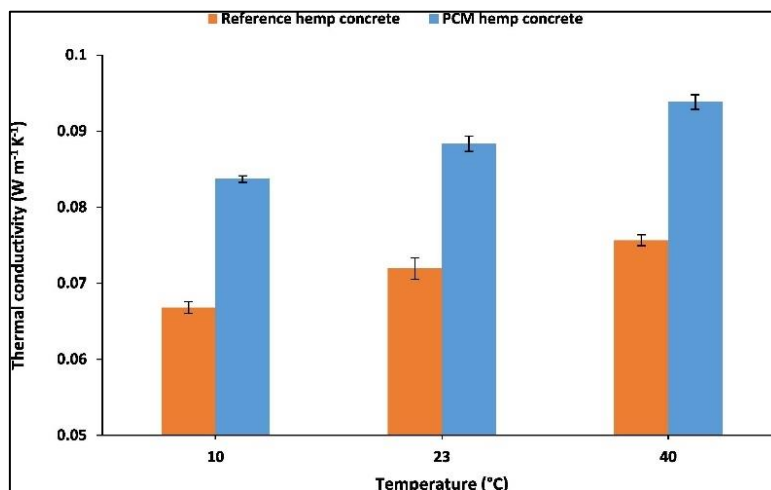


Figure I.47. Comparaison entre les conductivités thermiques mesurées à différentes températures pour un béton de chanvre de référence et pour un béton contenant des fibres de chanvre imprégnées par un MCP [183].

Dans une autre étude, Guardia et al. [184] ont introduit dans une matrice chaux-ciment des agrégats légers (perlite) et des fibres de cellulose afin de diminuer la conductivité thermique du mortier, et différents taux (10 et 20% en masse) de MCP paraffiniques microencapsulés (Micronal DS5040X) afin d'augmenter l'inertie thermique et de conférer une capacité de stockage d'énergie par chaleur latente. Les auteurs ont ensuite évalué l'influence de ces inclusions sur la microstructure, les propriétés mécaniques et thermiques des composites résultants.

Les résultats montrent que l'addition des MCP conduit à une réduction de la porosité ouverte, de la résistance et du module en compression du mortier. Ces effets sont attribués à l'impact des MCP sur la structure granulaire du matériau, ainsi qu'à l'influence de l'excès d'eau utilisé pour conserver une consistance plastique du mélange frais. Les auteurs rapportent également une augmentation de la chaleur latente du système (mesurée par DSC) avec l'ajout des PCM, démontrant ainsi la capacité de stockage d'énergie thermique du composite. En revanche, il ressort que l'introduction des fibres de cellulose ne modifie pas de manière significative les propriétés des mortiers avec ou sans MCP.

On retiendra que les quelques études disponibles dans la littérature sur les systèmes hybrides incluant à la fois des fibres végétales et des MCP mentionnent des résultats plutôt prometteurs sur l'amélioration des propriétés d'isolation et l'obtention d'une capacité de stockage d'énergie, mais rapportent des effets assez mitigés voire négatifs sur les propriétés hydriques et

l'hygroscopicité des systèmes. Cependant, ces données restent insuffisantes et méritent d'être consolidées par des travaux complémentaires.

I.5 Comportement thermo-hydrique des matériaux de construction à l'échelle de la paroi

I.5.1 Etudes expérimentales

Les paragraphes précédents ont permis de dégager les effets induits par l'introduction de MCP et de fibres végétales dans les matériaux de construction hydrauliques (bétons, mortiers, etc...) sur les différentes propriétés à l'état frais et à l'état durci, et notamment sur le comportement thermo-hydrique. Ces études expérimentales réalisées à l'échelle matériau doivent néanmoins être complétées par des études menées à des échelles plus grandes, comme celle d'un élément de bâtiment (paroi) ou celle du bâtiment tout entier. En effet, les études aux échelles supérieures permettent de se rapprocher des conditions de fonctionnement réelles des matériaux et structures, et d'évaluer les gains de performances dans un environnement plus représentatif.

Plusieurs études expérimentales [24,26,185] ou numériques [39,185–187] ont cherché à mieux appréhender le comportement thermo-hydrique de matériaux de construction biosourcés à l'échelle de la paroi.

Il faut souligner qu'il n'existe pas de normes spécifiques relatives aux méthodes de caractérisation expérimentales du comportement thermo-hydrique à cette échelle. Les études peuvent être menées sur des parois de dimensions et de formes différentes (monocouches ou multicouches), mais la méthodologie utilisée reste généralement la même. Elle consiste à soumettre les deux faces parallèles d'un mur à deux environnements climatiques différents et à enregistrer l'évolution de la température et l'hygrométrie (humidité relative, pression de vapeur, ...) et éventuellement de flux de chaleur à travers le mur à différentes profondeurs. L'analyse de la réponse du mur permet alors d'évaluer les capacités d'amortissement thermique ou de régulation hydrique du mur dans des conditions données.

Le dispositif expérimental couramment utilisé s'appuie sur l'utilisation d'une ou deux enceintes climatiques, et permet de simuler l'environnement extérieur du bâtiment sur l'une des faces du mur en appliquant des conditions statiques ou dynamiques de température et d'humidité, tandis que l'autre face est exposée à des conditions représentatives du milieu intérieur du bâtiment (le plus souvent, la température est maintenue constante et l'humidité n'est pas contrôlée). Le principe est décrit sur la Figure I.48.

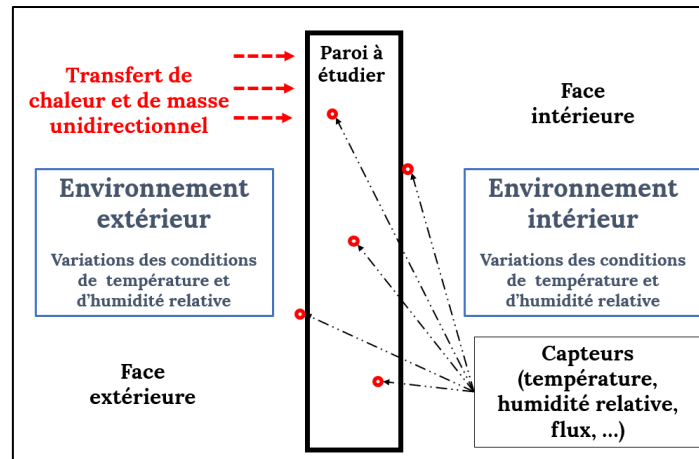


Figure I.48. Schéma d'un dispositif expérimental bi-climatique à l'échelle de la paroi

Dans le travail de thèse mené par Chennouf [26], les performances thermo-hydrriques d'une paroi de béton de fibres de palmier dattier (DPC) de dimension $50 \times 40 \times 15 \text{ cm}^3$ ont été évaluées au moyen d'un dispositif bi-climatique « maison ». Ce dernier est constitué d'une enceinte climatique simulant l'environnement extérieur, et d'une cellule plus petite simulant l'environnement intérieur et qui est placée dans l'enceinte (Figure I.49) ; cette cellule est constituée de 5 faces isolantes en polystyrène, la 6^{ème} face étant le mur à étudier. L'enceinte climatique permet d'appliquer des conditions dynamiques sur la face externe du mur, et le transfert de chaleur et de masse s'effectue alors de manière unidirectionnelle à travers le mur vers l'intérieur de la cellule. La réponse du mur (en termes de gradient de température et d'humidité) est enregistrée au moyen de capteurs placés à différentes épaisseurs de la paroi.

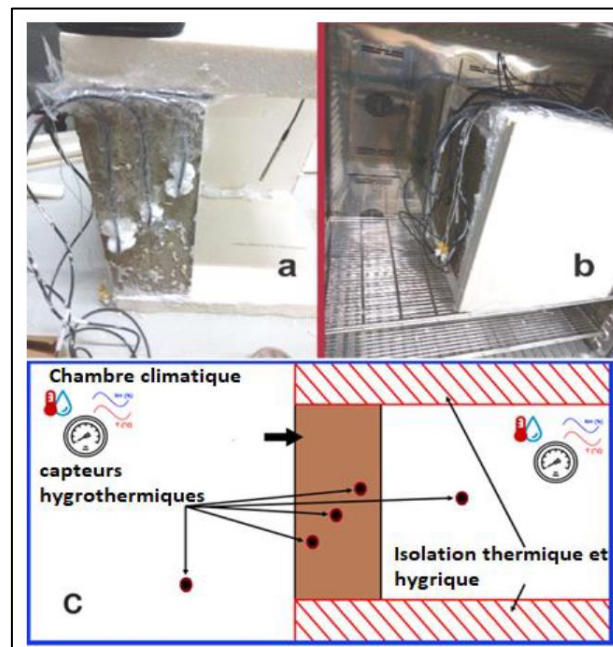


Figure I.49. Dispositif expérimental utilisé par Chennouf et al. [149,165]

Cette étude a montré qu'un mur de béton contenant 15% en masse de fibres de bois de palmier dattier présente de très bonnes performances thermo-hydrriques. En particulier, la paroi est

capable d'atténuer très significativement les variations d'humidité relative entre les environnements extérieur et intérieur, et son inertie thermique permet également d'amortir les variations de température (Figure I.50). Ce travail a également mis en évidence un couplage important entre les transferts de chaleur et de masse, faisant intervenir des phénomènes d'évaporation / condensation au sein de la structure microporeuse du matériau biosourcé.

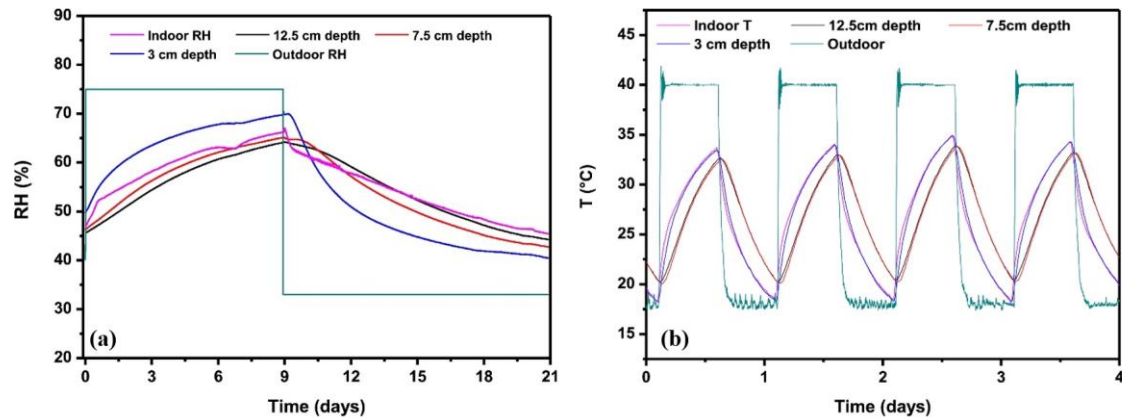


Figure I.50. (a) Variations de l'humidité relative en fonction du temps à différentes profondeurs du mur béton-DPC soumis à des cycles d'humidité ; (b) Réponse thermique du mur béton-DPC exposé à des cycles de température [26,176].

Rahim et al. [188] ont étudié le comportement thermo-hydrique de murs de béton de chanvre (notés HLC) et d'un mur de paille de colza (noté SLC). Leur dispositif expérimental est constitué d'une enceinte climatique, dont la porte a été démontée pour pouvoir fixer la paroi à tester, comme décrit sur la Figure I.51.a. L'enceinte permet alors de simuler l'environnement extérieur en appliquant différents scénarios climatiques sur une face du mur, tandis que l'autre face est exposée à l'environnement contrôlé du laboratoire. Le mur est bien sûr équipé de capteurs disposés à différentes profondeurs, afin d'évaluer les gradients de température et d'humidité.

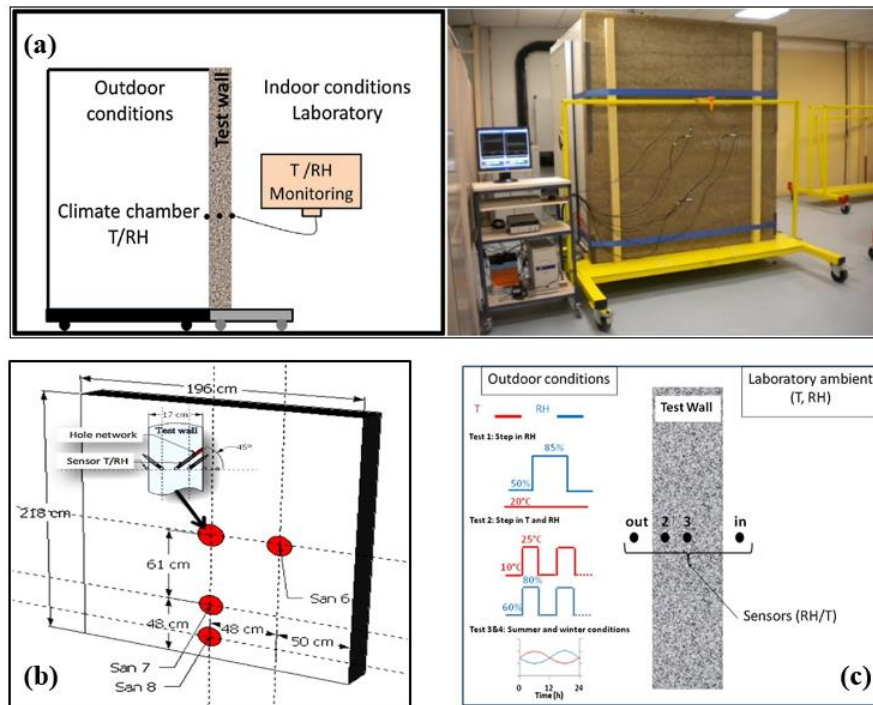


Figure I.51. Dispositif expérimental bi-climatique utilisé par Rahim et al. [188] : (a) schéma du dispositif expérimental et montage de l'essai, (b) zones de mesures et positions des capteurs, (c) protocole expérimental.

Plusieurs scénarios ont été étudiés en conditions statiques et dynamiques (Figure I.51.c). Les résultats ont montré un couplage très fort entre la température et l'humidité relative à l'intérieur du mur, lié à des phénomènes de condensation et d'évaporation dans les microporosités. En appliquant des conditions dynamiques sur la face extérieure des murs, les auteurs ont observé un amortissement important des variations de température à l'intérieur des parois biosourcées (Figure I.52.). Cet amortissement est d'autant plus important que l'on s'éloigne de la face extérieure vers l'intérieur du mur. Par ailleurs, il ressort que le mur de paille de colza conduit à un amortissement plus marqué que le mur de chanvre.

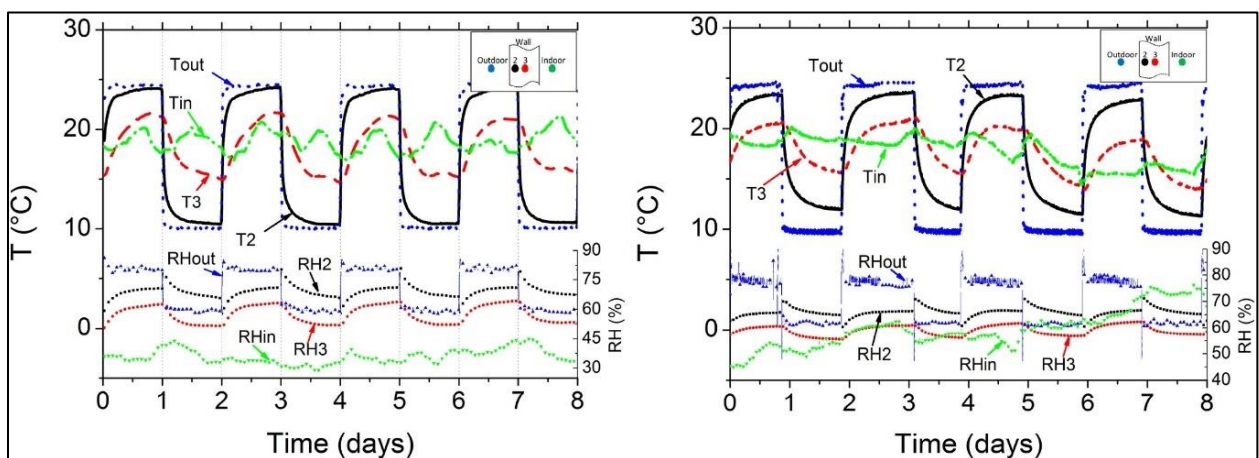


Figure I.52. Variations en fonction du temps de la température et de l'humidité relative dans des murs de béton HLC (à gauche) et de béton SLC (à droite) exposés à des cycles combinés de température (entre 10°C et 25°C) et d'humidité (entre 60% et 80% HR) [188]

Il existe également plusieurs études portant sur des murs de dimensions plus importantes, ou même à échelle réelle. Dans ces travaux, le mur de grande dimension est généralement positionné entre deux enceintes climatiques adjacentes ; l'une des enceintes simule l'environnement extérieur et l'autre l'environnement intérieur. Boumediene [24,189] et Colinart et al. [190] ont utilisé ce type de dispositif bi-climatique pour étudier les performances hygrothermiques de parois multicouche ISOBIO©¹² (Figure I.54) et de parois de béton de chanvre projeté.

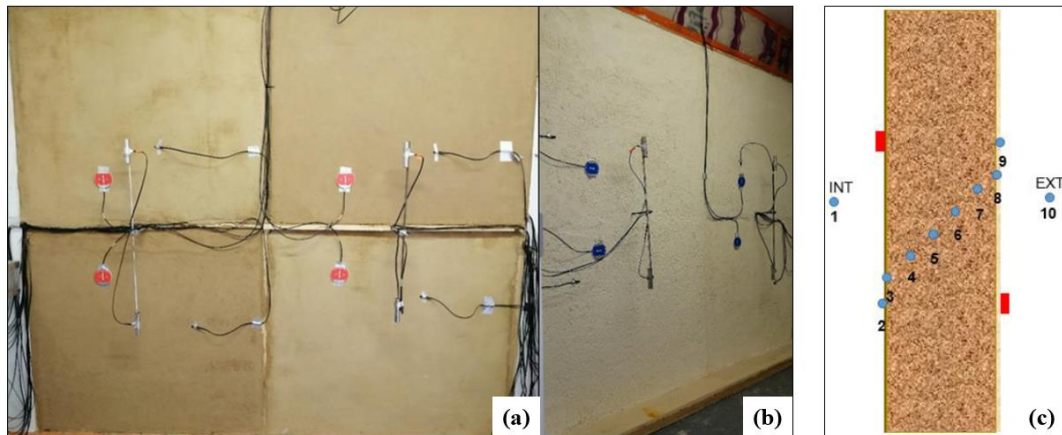


Figure I.53. (a)-(b), Instrumentation d'un mur de terre chanvre, et (c) schéma du dispositif bi-climatique utilisé par Boumediene [24]

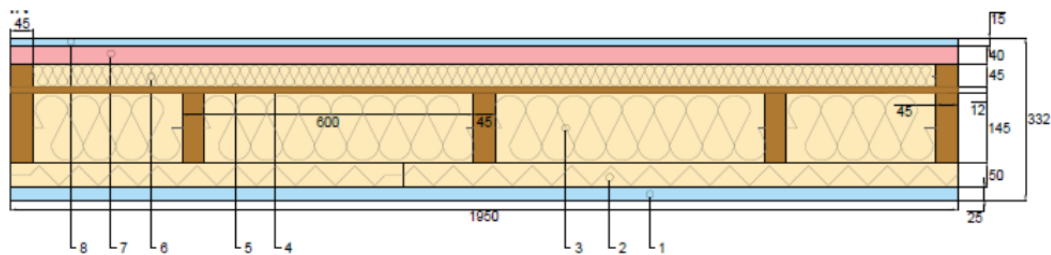


Figure I.54. Composition de la paroi ISOBIO étudiée par Boumediene et al. [24] (1. Enduit extérieur chaux-chanvre 2. Panneau d'isolation rigide en chanvre 3. Isolant souple Biofib Trio 4. Panneau d'OSB 5. Membrane Intello 6. Isolant souple Biofib Trio 7. Panneau de paille compressée 8. Enduit intérieur en terre)

Boumediene et al. [24,189] ont étudié les performances thermo-hydriques d'un mur composite (à base de chanvre et de fines de lavage) exposé à des conditions représentatives des climats estivaux de plusieurs villes (Kairouan et Djerba en Tunisie, Toulouse et Rennes en France). Pour le climat de la ville de Kairouan, par exemple (Figure I.55), la réponse de la paroi étudiée fait apparaître un amortissement important des variations extérieures de température sur l'environnement intérieur. Lors de l'augmentation de la température extérieure, l'augmentation de la température dans l'épaisseur du mur est déphasée dans le temps, avec un retard pouvant atteindre 3h au centre (mi-épaisseur). Un facteur d'amortissement d'environ 0,2 a été observé

¹² Paroi ISOBIO© : paroi développée dans le cadre du projet européen ISOBIO ('Isobio Project' 2015) a pour objectif de développer des matériaux bio-sourcés pour l'isolation thermique des bâtiments.

entre la surface extérieure et la mi-épaisseur. Sur la face intérieure, la température reste presque constante (au niveau de la consigne intérieure), indiquant que les variations appliquées à l'extérieur n'affectent pas l'environnement intérieur.

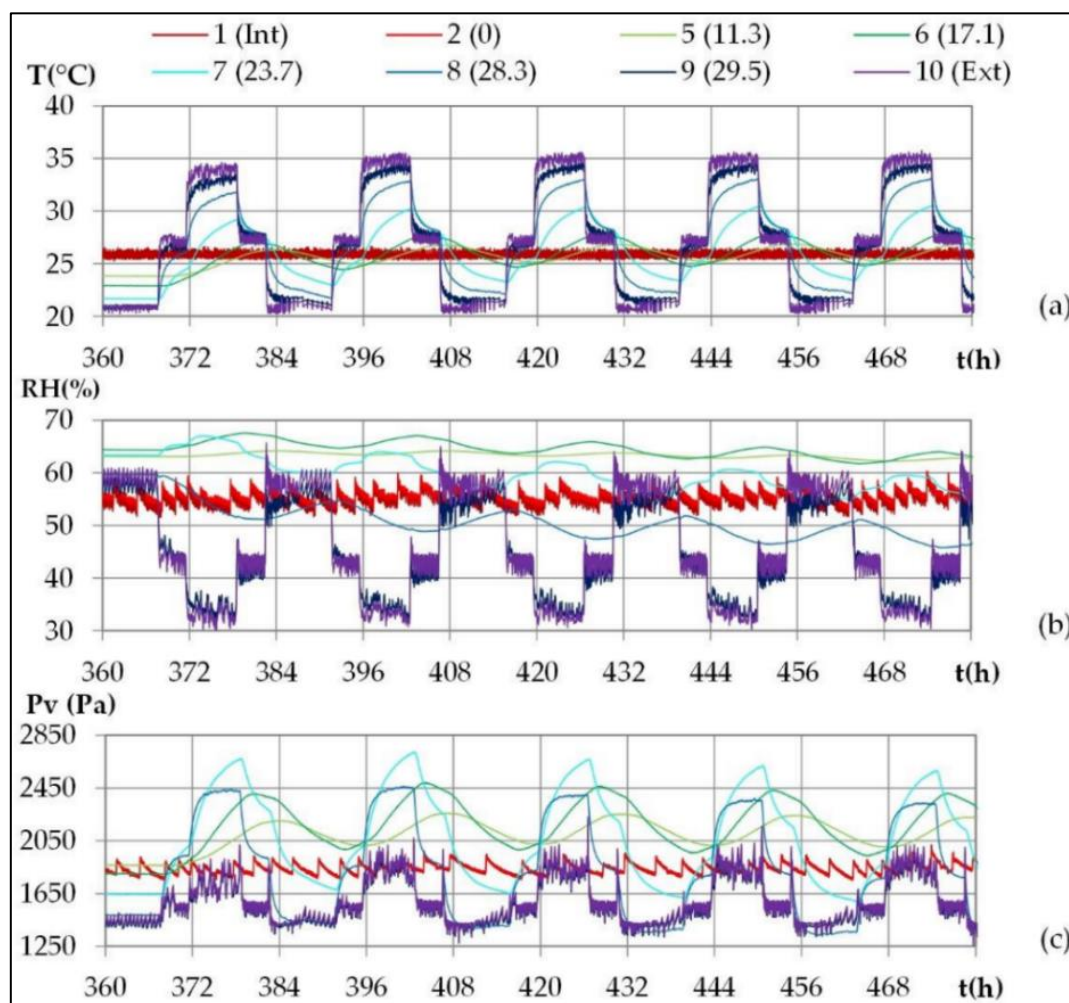


Figure I.55. Evolutions en fonction du temps (a) de la température, (b) de l'humidité relative et (c) de la pression de vapeur, à différentes profondeurs d'un mur de béton de chanvre exposé à des cycles dynamiques correspondant aux variations journalières de température à Kairouan [24,189] (les profondeurs en cm de chaque capteurs sont marqués entre les parenthèse).

Quelques études ont également été réalisées sur des parois associant matériaux de construction traditionnels et MCP [65–67,191,192]. Ces travaux portent généralement sur des systèmes multicouches, dans lesquels un panneau de MCP est rajouté sur la face extérieure ou intérieure d'une paroi en matériau de construction classique, afin de créer une barrière thermique et d'amortir les variations de température.

Al-Absi et al. [67] ont par exemple accolé un panneau de béton cellulaire incorporant des MCP à la surface externe d'un mur de brique classique. Cette paroi multicouche a été intégrée dans une cellule dont les 5 autres parois sont constituées de matériau isolant (polystyrène expansé) comme illustré sur la Figure I.56. Les auteurs ont alors étudié le comportement thermique de cette cellule exposée à des conditions climatiques extérieures réelles. Il ressort que l'ajout du panneau MCP améliore la résistance thermique de la paroi et réduit les variations de

température dans l'environnement intérieur, avec une réduction du pic de température journalière pouvant aller jusqu'à 6,75°C comparé au mur classique en briques (Figure I.57).

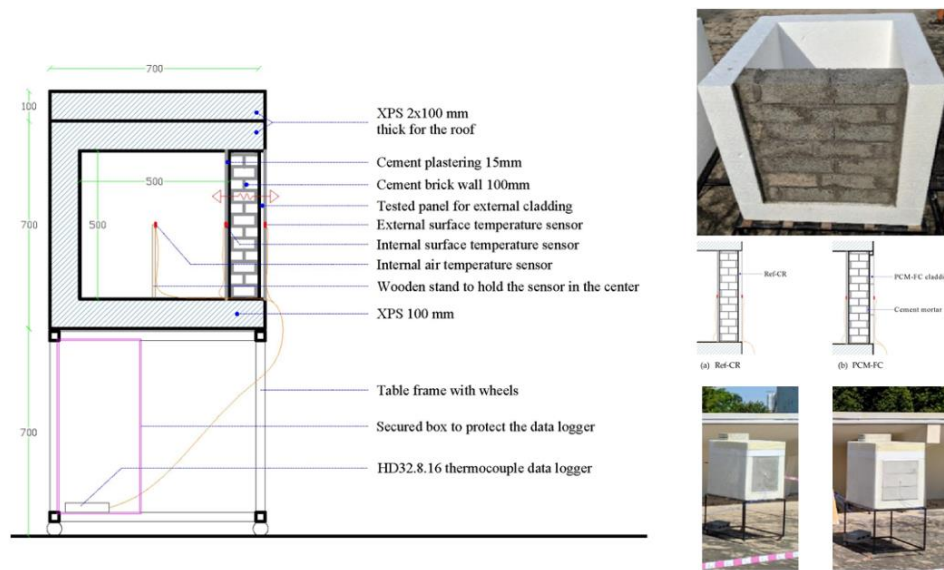


Figure I.56. Cellule utilisée par Al-Absi et al. pour étudier le comportement de parois multicouches intégrant des MCP [67].

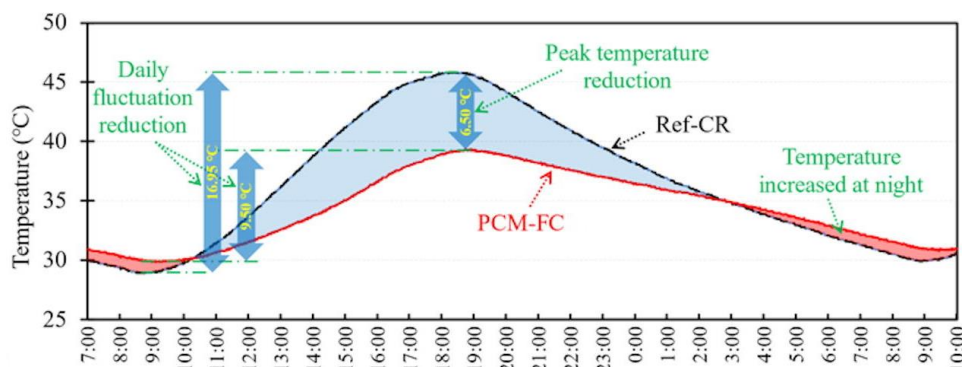


Figure I.57. Comparaison des évolutions journalières de la température dans des cellules comportant une paroi classique en briques (courbe en noir) et une paroi multicouche incluant un panneau avec des MCP (courbe en rouge) [67]

Bahrar et al. [64] ont également développé des éléments de façades composés de panneaux de béton armé aux fibres de verres incorporant des matériaux à changement de phase (MCP) microencapsulés, dans l'objectif d'améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments. Les auteurs ont ensuite étudié le comportement thermique de ces panneaux exposés à des sollicitations représentatives des conditions de fonctionnement réelles, à la fois en laboratoire et dans une cellule *in-situ*. Les expérimentations menées en laboratoire au moyen d'une boîte chaude gardée ont montré que la capacité du matériau à amortir les variations externes de température augmente avec la teneur en MCP. Les expérimentations réalisées *in-situ* avec des cellules exposées à des conditions météorologiques réelles, ont mis en évidence une réduction du pic de température journalier de l'ordre de 1,7°C avec le panneau comportant des MCP, comparé à un panneau sans MCP. Les auteurs ont également observé un décalage dans le temps d'environ 2h

du pic de température, lié à l'augmentation de l'inertie thermique de la paroi avec MCP (Figure I.58).

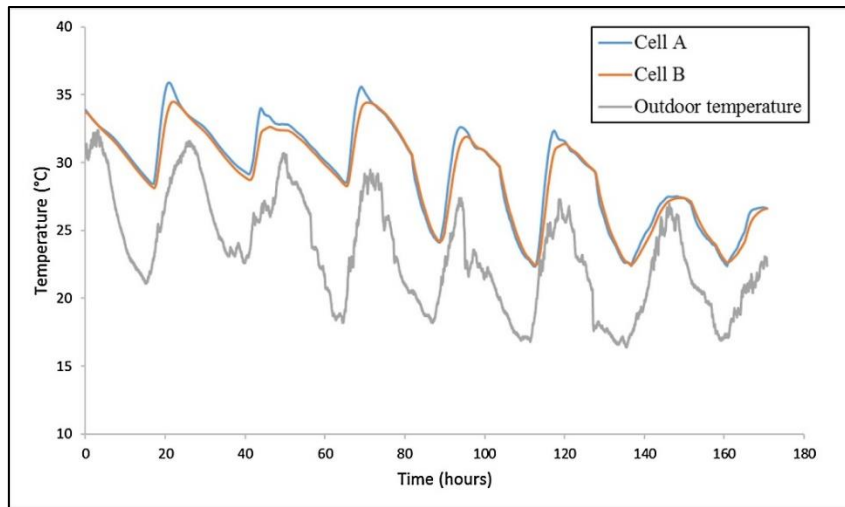


Figure I.58. Evolutions de la température dans des cellules comportant des façades sans MCP (cellule A) ou incorporant 15% de MCP (cellule B) exposées en conditions climatiques réelles, d'après Bahrar et al. [64].

Des études expérimentales ont également porté sur des parois hybrides associant à la fois des MCP et des bétons biosourcés. Là encore, il s'agit en général de systèmes multicouches, dans lesquels un panneau incluant des MCP est accolé à une paroi en béton biosourcé.

Wu et al.[193] ont ainsi étudié un système constitué de panneaux de MCP fixés sur un mur de béton de chanvre (les panneaux sont soit fixés sur les faces externes du mur, soit intégrés dans l'épaisseur même du mur, comme décrit sur la Figure I.59.c), avec l'objectif de développer une enveloppe présentant à la fois de bonnes propriétés thermo-hydrriques et une capacité de stockage d'énergie thermique. Les auteurs ont exposé ces parois à un environnement bi-climatique, au moyen d'une enceinte climatique servant à appliquer les conditions environnementales extérieures tandis que la face intérieure du mur était soumise aux conditions ambiantes du laboratoire d'essai (Figure I.59.a et b).

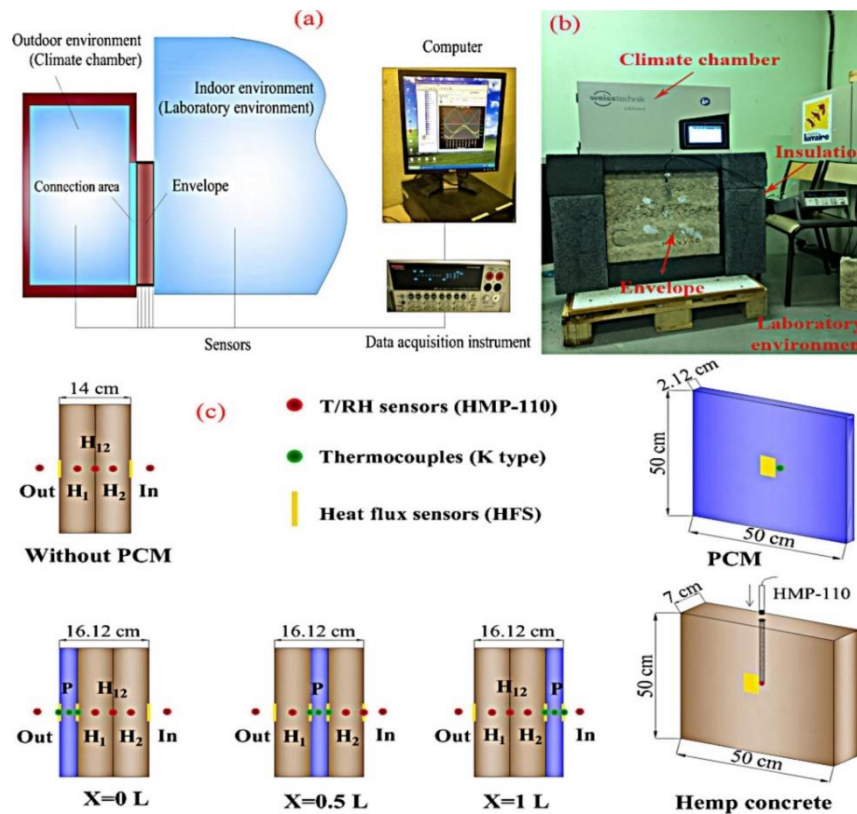


Figure I.59. Schéma (a) et photographie (b) du dispositif expérimental utilisé par Wu et al. [193]; (c) description des différentes configurations de parois multicouches testées.

Les parois ont été soumises à des sollicitations sinusoïdales de température (entre 15°C et 40°C) et d'humidité relative (entre 25% et 95%), appliquées sur la face extérieure. Pour toutes les parois incorporant des MCP, un amortissement très significatif de la température a été enregistré à différentes profondeurs, comparé à la paroi classique (Figure I.60.a). Il ressort également que la configuration la plus efficace est celle où un panneau de MCP est placé au centre du mur, car elle permet de minimiser l'amplitude des variations de température et d'humidité à proximité de la face intérieure du mur et offre les plus grandes économies d'énergie. Par rapport à la configuration sans MCP, les amplitudes de variation de T/RH sont alors respectivement réduites de 50% et 60% et le pic de température est retardé de 70,3% à proximité de la face intérieure. La consommation d'énergie est également réduite de 15,3%.

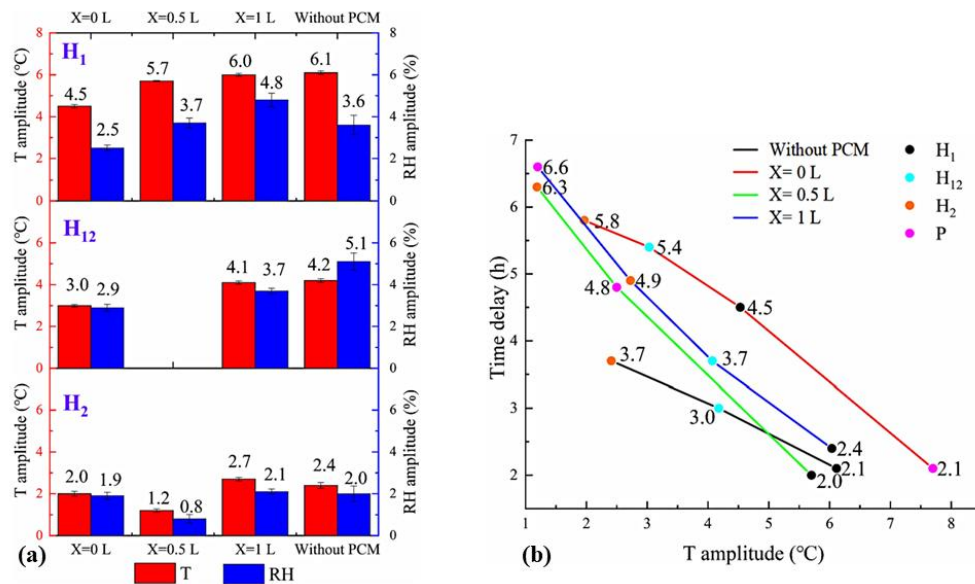


Figure I.60. (a) Amplitudes des variations de température et d'humidité relative dans les différents systèmes multicouches étudiés par Wu et al. [193]; (b) Amplitude de la variation de température et retard de la réponse à différents points de mesure, pour les différentes configurations de parois.

I.5.2 Etudes numériques

Les essais de caractérisation thermo-hydrigue à l'échelle de la paroi présentent plusieurs contraintes liées à la mise en place de l'essai, au coût et au délai d'exécution. Les outils de simulation numérique offrent la possibilité de réaliser des études complémentaires aux approches expérimentales, dans des intervalles de temps réduits et avec des coûts bien inférieurs. Ils permettent également de considérer des parois constituées de matériaux très divers, et d'appliquer des conditions aux limites variées. Les approches numériques peuvent également permettre de mieux appréhender certains phénomènes complexes, en identifiant les paramètres les plus influents et les éventuels effets de couplage.

Le comportement thermo-hydrigue des matériaux de construction est justement gouverné par des couplages entre phénomènes de transfert de chaleur et de masse. Plusieurs modèles permettent de décrire ce type de comportement complexe, en s'appuyant sur les équations de conservation de masse et d'énergie et en faisant intervenir différentes propriétés des matériaux considérés, comme la conductivité et la diffusivité thermiques, la capacité thermique, la perméabilité à la vapeur d'eau, l'isotherme de sorption/désorption, la teneur en eau à saturation, le coefficient d'absorption d'eau, etc. Parmi les modèles les plus utilisées, on peut notamment citer le modèle de Philip et De Vries [194], le modèle de Künzle [195], le modèle de Luikov [196] et celui de Mendes [197]. Une brève description de ces modèles est proposée dans la partie suivante.

I.5.2.1 Les modèles de couplage thermo-hydrique

I.5.2.1.1 Le Modèle de Philip et De Vries

Développé en 1957, le modèle de Philip et De Vries [194] propose une théorie du transfert d'humidité et de l'infiltration dans les matériaux poreux soumis à des gradients de température. Ce modèle prend en compte les transferts de chaleur par conduction et par changement de phase de l'eau, et le transfert d'humidité par diffusion de vapeur et de liquide sous gradient de teneur en eau et sous gradient de température. La température (T) et la teneur en eau volumique (Ψ) sont les variables du modèle. Le système d'équations de transfert est le suivant :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial t} = \nabla(D_{\Psi} \nabla \Psi + D_T \nabla T) + \nabla K \quad \text{I.1}$$

$$(\rho_0 C_0 + \rho_l C_l \Psi) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(\lambda \nabla T) + L_v \nabla(D_{\Psi,v} \nabla \Psi + D_{T,v} \nabla T) \quad \text{I.2}$$

Avec :

D_{Ψ} ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) : le coefficient de diffusion d'humidité isotherme

D_T ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) : le coefficient de diffusion d'humidité non-isotherme

K ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) : la conductivité hydraulique insaturée

λ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) : la conductivité thermique du matériau

$D_{\Psi,v}$ ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) : le coefficient de transfert de vapeur sous gradient de teneur en eau

ρ_0 ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) : la masse volumique du matériau,

C_0 ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) : la capacité thermique du matériau à l'état sec

ρ_l ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) : la masse volumique de l'eau,

C_l ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) : la capacité thermique de l'eau

L_v ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$) : la chaleur latente de vaporisation

I.5.2.1.2 Le modèle de Luikov

Développé en 1966 par Luikov [196], ce modèle considère la conduction comme seul mode de transfert de chaleur, et prend en compte la diffusion de l'eau sous forme liquide et vapeur via des phénomènes de thermo diffusion. Les variables sont la teneur en eau massique (Ψ) et la température (T). Le système d'équations de transfert est alors le suivant :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial t} = \nabla \cdot (D_m \nabla \Psi + \delta s \nabla T) \quad \text{I.3}$$

$$\rho_0 C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (D_T \nabla T + L_v \varepsilon \rho_0 \frac{\partial u}{\partial t}) \quad \text{I.4}$$

Avec :

Chapitre I : Etude bibliographique

D_Ψ ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) : le coefficient de diffusion total

D_T ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}.\text{K}^{-1}$) : le coefficient de diffusion d'humidité non-isotherme

δ_s : le coefficient de thermodiffusion

ε : le rapport entre le flux de vapeur et le flux massique total

ρ_0 ($\text{kg}.\text{m}^{-3}$) : la masse volumique du matériau

I.5.2.1.3 Le modèle de Künzle

Le modèle de Künzle [195] permet de s'affranchir de problèmes de discontinuités aux interfaces rencontrés avec les modèles de Philip et De Vries et de Luikov. Il s'appuie sur un grand nombre de travaux expérimentaux et permet de simplifier la détermination des paramètres de transfert. Les moteurs de transfert considérés sont la température (T) et l'humidité relative (ϕ). Les principales équations du modèle sont les suivantes :

$$\xi_\phi \frac{\partial \phi}{\partial t} = \nabla(\delta_p \nabla P_{sat} \phi + D_{l,\phi} \nabla \phi) \quad \text{I.5}$$

$$(\rho_0 C_0 + C_l w) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(\lambda \nabla T) - l_v \nabla(\delta_p \nabla P_{sat} \phi) \quad \text{I.6}$$

Avec :

ξ_ϕ ($\text{kg}.\text{m}^{-3}$) : la capacité de sorption

δ_p ($\text{kg}.\text{m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$): la perméabilité à la vapeur d'eau

D_l ($\text{kg}.\text{m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) : le coefficient de transfert d'eau liquide sous gradient d'humidité relative

P_{sat} (Pa) : la pression de saturation

w ($\text{kg}.\text{m}^{-3}$) : la teneur en eau

I.5.2.1.4 Le modèle de Mendes

Le modèle de Mendes [197] développé en 1999, permet de modéliser le transfert couplé de chaleur et de masse dans les milieux poreux. Il est basé sur le modèle de Philip et De Vries. Ce modèle prend en compte les régimes de diffusion et de capillarité. Ce modèle permet notamment de simuler des systèmes complexes multicouches en proposant des sous-modèles à utiliser en cas d'absence de données matériaux sur les coefficients de transfert. Les variables du modèle sont la température (T en °C) et la teneur en eau volumique (Θ en m^3 d'eau / m^3 de matériau poreux) et les équations du modèle sont les suivantes :

$$\rho_0 C_m(T, \phi) \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda(T, \phi) \frac{\partial T}{\partial x} \right) - L(T) \frac{\partial}{\partial x} (j_v) \quad \text{I.7}$$

$$\frac{\partial \phi}{\partial t} = - \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{j}{\rho_l} \right) \quad \text{I.8}$$

Avec :

ρ : la masse volumique (kg.m^{-3})

C_m : la chaleur spécifique moyenne ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

λ : la conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

x : la distance dans le mur

L : la chaleur de vaporisation (J.kg^{-1})

j_v : le flux de vapeur ($\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$)

j_l : le flux de liquide ($\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$)

Les modèles cités sont pour la plupart génériques et il convient d'adapter les paramètres aux conditions et phénomènes propres à chaque matériau étudié. Il faut par exemple, prendre en compte le comportement spécifique de certains types de matériaux, les phénomènes particuliers comme l'hystérésis, ou encore les cinétiques d'évolution des paramètres.

I.5.2.2 Les méthodes de résolution numériques

Les différents modèles décrivant le comportement thermo-hydrigue comportent des équations différentielles, dont la résolution peut être effectuée au moyen de logiciels ou codes de calcul développés par l'utilisateur ou disponibles dans le commerce. Les principaux codes commerciaux disponibles pour la résolution des problèmes de transferts de chaleur et de masse sont Matlab, COMSOL Multiphysics, WUFI, TRNSYS et EnergyPlus.

Le code Matlab est un outil très généraliste qui peut servir à la résolution de nombreux problèmes scientifiques. Dans le cadre de problèmes faisant intervenir des phénomènes de transferts thermo-hydrigues, la prise en main de ce logiciel peut être laborieuse car il est nécessaire d'utiliser des méthodes de discrétisation des différentes équations.

Le code TRNSYS est un logiciel de simulation spécialement développé pour les systèmes énergétiques. Il intègre déjà plusieurs modules comme la ventilation, le bilan thermique, etc. Il permet de résoudre les équations algébriques et différentielles qui décrivent l'ensemble du système physique. La structure modulaire de TRNSYS permet d'ajouter facilement de nouveaux modèles mathématiques au programme, et il est possible d'intégrer des composants développés avec d'autres logiciels comme Matlab.

EnergyPlus est un logiciel open-source de simulation thermique dynamique et énergétique, développé par le Département de l'Énergie des États-Unis (DOE). Il est utilisé pour analyser et évaluer la performance énergétique des bâtiments et des systèmes de construction. Il permet de simuler les interactions complexes entre le bâtiment, les systèmes de chauffage, de ventilation,

de climatisation, d'éclairage et autres équipements, en vue d'évaluer la consommation d'énergie, les coûts d'exploitation et le confort thermique des occupants. En plus de ses fonctionnalités de base, EnergyPlus prend en charge l'ajout de modules complémentaires et de bibliothèques pour étendre ses capacités de simulation dans des domaines spécifiques tels que les énergies renouvelables, les systèmes de stockage d'énergie, etc.

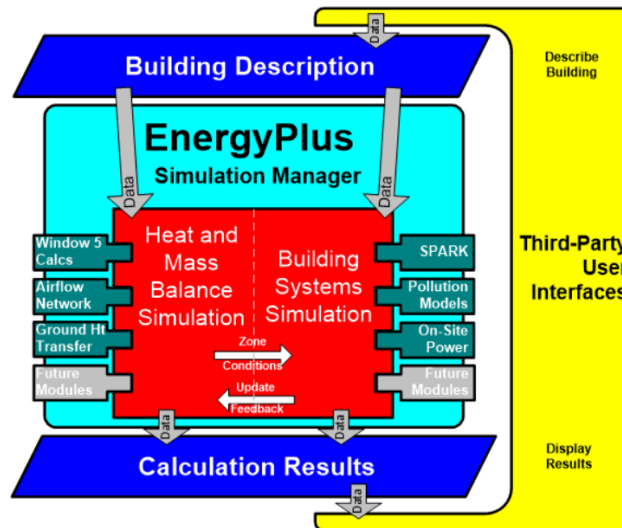


Figure I.61. Environnement du logiciel EnergyPlus et modules associés [198]

Plusieurs modèles thermo-hydriques ont été développées avec EnergyPlus pour prendre en compte les variations d'humidité relative et de température dans les transferts de chaleur et de masse à travers les enveloppes de bâtiment [25,198–200]. Ces modèles comprennent :

- Le modèle du transfert conductif (Conduction Transfer Function, CTF) : Ce modèle calcule le transfert thermique à travers les murs sans considérer le transport et le stockage de l'humidité à travers l'enveloppe. Il résout l'équation de conduction thermique transitoire dans les parois multicouches.
- Le modèle de la pénétration effective de l'humidité (Effective Moisture Penetration Depth, EMPD) : C'est une approche simplifiée pour modéliser l'adsorption et la désorption d'humidité de surface de manière indépendante de la chaleur. Pour le transfert hydrique l'existence d'une couche mince près de la surface du mur qui interagit dynamiquement avec l'air pour échanger l'humidité est supposée. Et pour le transfert thermique, la résolution est faite suivant le modèle CTF.
- Le modèle du transfert couplé de chaleur et d'humidité (Combined Heat and Moisture Transfer, HAMT) : Capable de simuler les profils de température et d'humidité à l'intérieur des enveloppes, ce modèle prend en compte un couplage fort entre les transferts thermiques et massiques. C'est un modèle 1D unidimensionnel basé sur la méthode des différences finies pour la résolution, nécessitant de connaître les propriétés standards du matériau hygroscopique en fonction de l'humidité relative.

Le code de calcul WUFI, développé par l'institut Fraunhofer et basé sur le modèle de Künzle, permet l'étude des phénomènes de transfert thermo-hydriques unidimensionnel (WUFI Pro), bidimensionnel (WUFI 2D) et à l'échelle du bâtiment (WUFI Plus).

Le logiciel **COMSOL Multiphysics** comporte une base étendue de modules de résolution d'équations aux dérivées partielles, qui permet de résoudre des problèmes très divers. Il permet d'introduire à souhait les équations et les variables. L'utilisateur a donc la main sur tous les paramètres et phénomènes à prendre en compte dans son modèle. Ce logiciel permet la résolution de problèmes 1D, 2D et 3D et la résolution simultanées de plusieurs phénomènes physiques.

I.5.2.3 Exemples d'études numériques du comportement thermo-hydrrique de parois de bétons biosourcés

Colinart et al. [190] ont réalisé une étude expérimentale et numérique sur une paroi de béton de chanvre (de 36 cm d'épaisseur) soumise à différentes conditions hygrothermiques dans un environnement bi-climatique. Dans leur modèle de transfert de chaleur, les auteurs n'ont pas pris en compte le phénomène de convection, le transfert d'humidité et le transfert de chaleur latente associé. Le modèle numérique a été développé via le logiciel COMSOL Multiphysics®. La Figure I.62 présente une comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques pour un cas d'étude qui consiste à soumettre la face extérieure du mur à une montée en température de 23 à 32°C, avec une chute d'humidité relative de 50 à 30%, tandis que l'environnement intérieur est maintenu constant à 23°C et 50% HR. La réponse spatiale (Figure I.62.a) montre l'évolution de la température à différentes positions dans l'épaisseur du mur après 15 jours de sollicitation, et la réponse transitoire (Figure I.62.b) présente l'évolution de la température en fonction du temps pour les positions de mesures situées à 5 cm, 18 cm et 29 cm dans l'épaisseur. On remarque que la paroi permet effectivement de limiter l'impact de l'élévation de la température extérieure sur l'environnement intérieur, avec une température maximale autour de 24° sur la face intérieure (position 0 cm) contre environ 30°C sur la face extérieure (position 36 cm).

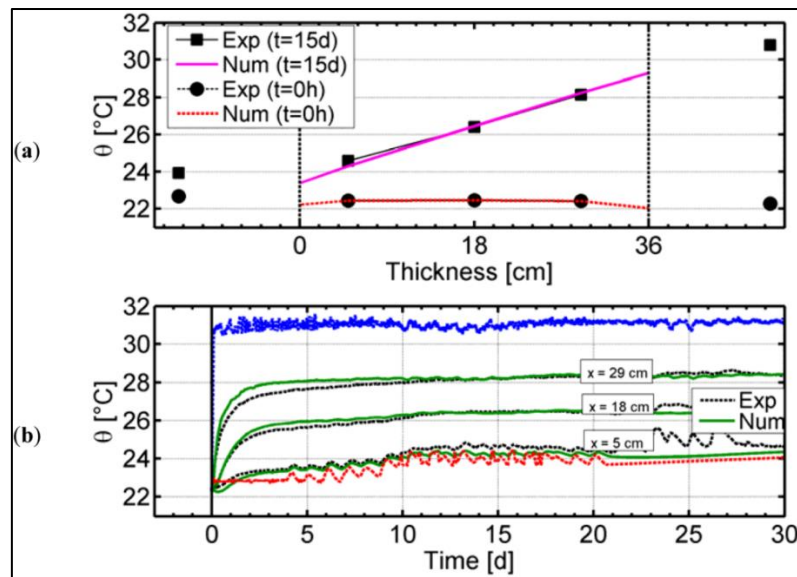


Figure I.62. Comparaison entre les valeurs de température mesurées dans le mur en béton de chanvre, et les valeurs numériques issues du modèle développé par Colinart et al. [190]. (a) réponses spatiales à $t = 0\text{s}$ et 15 jours; (b) réponses transitoires à $x = 5, 18$ et 29cm .

Bien que le transfert de chaleur latente associé au transfert d'humidité ne soit pas pris en compte dans la simulation, une assez bonne concordance est observée entre les valeurs expérimentales et numériques de température. Les valeurs transitoires prédites sont plus élevées que les températures expérimentales enregistrées lors des premiers jours, en particulier à proximité de la source de chaleur (position 29 cm). Les auteurs expliquent cet écart par le phénomène de transfert thermique dans la paroi : Le modèle étudié ne décrit que le transfert de chaleur sous forme de chaleur sensible, négligeant le transfert sous forme de chaleur latente, qui provoque l'évaporation de l'eau jusqu'à ce qu'un nouvel équilibre hygrique soit atteint. L'équilibre semble être atteint au bout de 12 jours de sollicitation.

Alioua et al. [185,201] ont également comparé les résultats obtenus dans le cadre d'une campagne expérimentale menée sur une paroi de béton de palmier dattier (noté DPC) sollicitée en condition dynamique dans un environnement bi-climatique, et les simulations numériques issues des modèles de Mendes et Künzle. Les auteurs ont rapporté une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et théoriques en ce qui concerne les gradients de température dans la paroi (Figure I.63.).

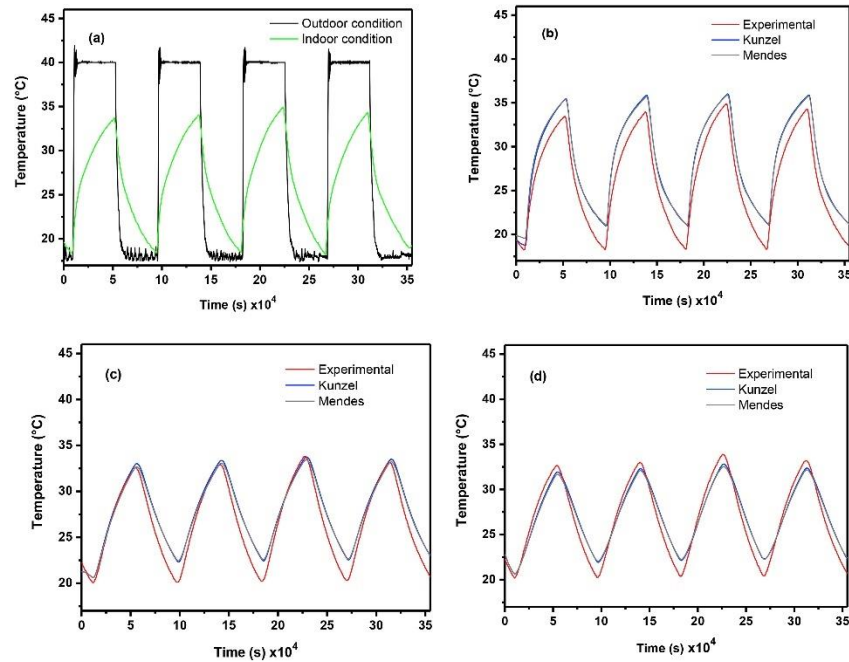


Figure I.63. Comparaison entre les températures mesurées et les valeurs théoriques à des profondeurs de (b) 3 cm, (c) 7,5 cm et (d) 12,5 cm dans le mur DPC. L'épaisseur de la paroi est de 15 cm.

Concernant la réponse du mur à des variations extérieures d'humidité relative, les auteurs ont observé des écarts significatifs entre les résultats expérimentaux et les valeurs théoriques fournies par les modèles de Kunzel et Mendes, qui ont été attribués à la non prise en compte de l'effet d'hystérésis dans ces modèles. La Figure I.64 montre qu'après prise en compte de l'hystérésis, la simulation (ici avec le modèle de Kunzel uniquement) est grandement améliorée.

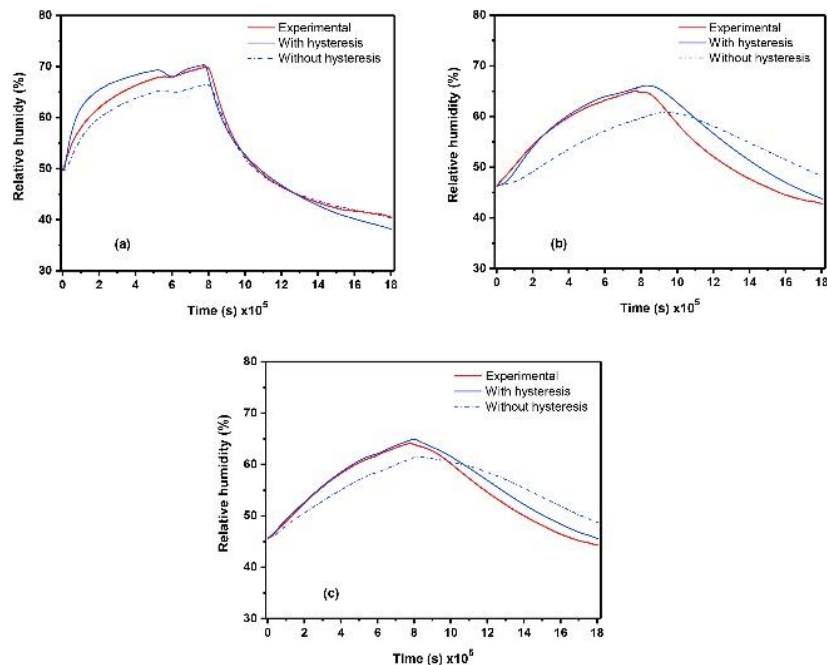


Figure I.64. Comparaison des réponses numériques (modèle de Kunzel avec prise en compte de l'hystérésis ou non) et expérimentales du mur DPC exposé à des variations d'humidité relative, à des profondeurs de (a) 3 cm ; (b) 7,5 cm et (c) 12,5 cm.

Chapitre I : Etude bibliographique

Boumediene et al. [189] ont réalisé une étude à la fois expérimentale et numérique sur le comportement thermo-hydrique d'un mur en composite de chanvre et de fines de lavage soumis à des conditions représentatives des climats estivaux rencontrés dans différentes villes de France et de Tunisie. La simulation numérique a été réalisée sur le logiciel WUFI Pro 6.5 basé sur le modèle de Kunzel. Une bonne adéquation a été observée entre les prédictions numériques et les mesures expérimentales pour ce qui concerne les profils de températures dans l'épaisseur du mur (Figure I.65). En revanche, un écart est noté entre les valeurs de pression de vapeur calculées à partir des résultats expérimentaux et les valeurs numériques. Les variations théoriques de la pression de vapeur sont en effet surestimées et la diffusion de l'humidité est sous-estimée. Cet écart, selon les auteurs est expliqué par le fait que WUFI Pro ne prenne pas en compte le phénomène d'hystérésis.

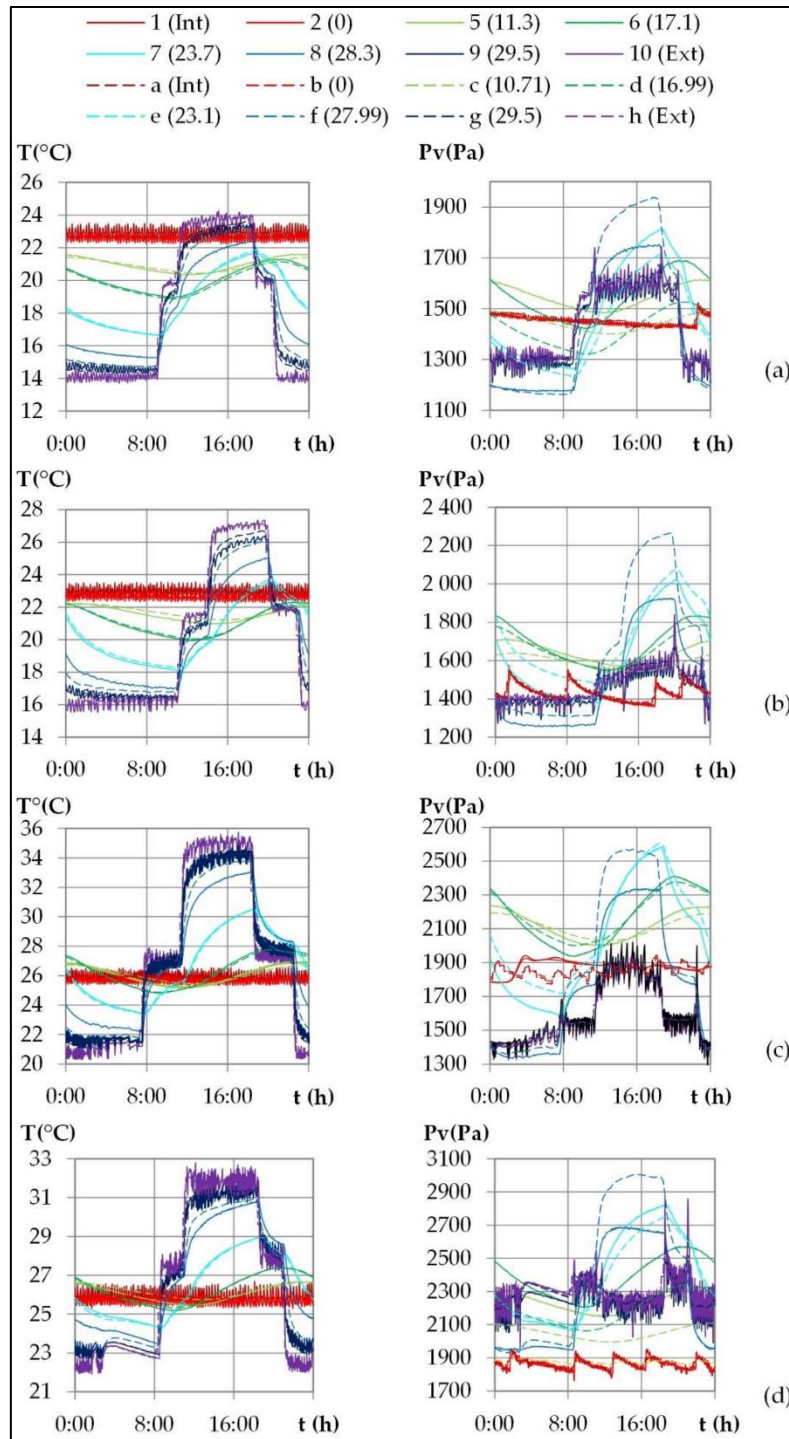


Figure I.65. Variation de la température et de la pression de vapeur dans l'épaisseur de la paroi au cours du dernier cycle stabilisé pour le climat de : (a) Rennes, (b) Toulouse, (c) Kairouan, (d) Djerba. Résultats expérimentaux : lignes continues ; résultats numériques : lignes pointillées [189].

I.5.2.4 Prise en compte du changement de phase des MCP dans les modèles de transfert de chaleur

Les matériaux à changement de phase présentent un comportement thermique particulier, car leurs propriétés thermo-physiques varient au cours de la transition de phase. Il est alors nécessaire de prendre en compte cette évolution des propriétés thermiques pendant le changement de phase dans les modèles.

La principale caractéristique des problèmes dans la plage changement de phase (c'est-à-dire les problèmes de Stefan) est la frontière mobile où la condition de Stefan doit être remplie. Pour les matériaux purs, il existe une distinction claire entre la phase solide et la phase liquide, séparées par une interface mobile nette, et la fusion se produit donc en conditions isothermes. Pour le transfert de chaleur par conduction, les équations directrices peuvent être écrites pour la phase solide et la phase liquide, et doivent toutes deux satisfaire la condition de Stefan comme suit [202] :

Transfert de chaleur dans la phase solide :

$$\rho \times C_s \times \frac{\partial T_s}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} (\lambda_s \times \frac{\partial T_s}{\partial x}) \quad \text{I.9}$$

Transfert de chaleur dans la phase liquide :

$$\rho \times C_l \times \frac{\partial T_l}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} (\lambda_l \times \frac{\partial T_l}{\partial x}) \quad \text{I.10}$$

L'équilibre thermique à l'interface solide-liquide est assurée par la condition de Stefan qui est la suivante :

$$\frac{\partial}{\partial x} (\lambda_s \times \frac{\partial T_s}{\partial x}) \times n - \frac{\partial}{\partial x} (\lambda_l \times \frac{\partial T_l}{\partial x}) \times n = \rho \times L \times v \times n \quad \text{I.11}$$

Avec :

C : la capacité thermique spécifique

T : la température, en K

λ : la conductivité thermique, en $\text{W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$

L : la chaleur latente de fusion

ρ : la masse volumique, $\text{kg}.\text{m}^{-3}$

n : la normale unitaire à l'interface des phases

x : la distance

t : le temps

v : la vitesse de l'interface

les indices s et l sont associés aux phases solide et liquide, respectivement.

Chapitre I : Etude bibliographique

Il existe différentes méthodes pour résoudre le système d'équations, que l'on peut regrouper dans deux catégories principales [202–204] : les méthodes de suivi de l'interface ou méthodes à domaines variables dites à maillage mobile (ou Moving Grid Methods en anglais) et les méthodes à domaine fixe ou à maillage fixe (ou Fixed Grid Methods)[203–209].

Les méthodes de suivi de l'interface ou méthodes à maillage mobile considèrent le temps et l'espace comme variables, et la position de l'interface entre phase solide et liquide est suivie dans le temps [203]. La mise en œuvre est lourde et complexe car elle nécessite une discrétisation des équations de chacune des phases. Ces méthodes sont applicables à des corps purs et ne sont pas adaptées pour des mélanges considérés homogènes[39].

Les méthodes à maillage fixe regroupent la méthode enthalpique, la méthode de terme de source de chaleur latente et la méthode de la capacité thermique apparente C_{app} [202,205,208–210]. Elles sont faciles à mettre en œuvre car les systèmes sont réduits à une équation classique de transfert de chaleur par conduction. Elles sont adaptées à des mélanges dits homogènes.

I.5.2.4.1 La méthode enthalpique

La méthode enthalpique permet la détermination du champ de température sans avoir recours à la progression du front de solidification dans le temps. Elle est basée sur la résolution d'une équation d'énergie classique en considérant pour les deux phases (solide et liquide), l'enthalpie H comme unique variable inconnue [205–207]. Pour les transferts par conduction, le problème précédemment posé avec le système d'équations (I.9) – (I.11) peut être reformulé à travers l'équation d'énergie suivante :

$$\rho \left(\frac{\partial h}{\partial t} \right) = \frac{\partial}{\partial x} \cdot \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad \text{I.12}$$

Avec

h : l'enthalpie massique, J.kg^{-1}

ρ , λ , T ont les mêmes significations que celles définies précédemment.

I.5.2.4.2 La méthode de terme de source de chaleur latente

La méthode de terme de source de chaleur latente ou de flux de chaleur fictif permet de subdiviser l'enthalpie en une partie sensible et une partie latente, ce qui permet de simplifier la résolution du problème. Le front de solidification est alors suivi par l'évolution d'une fraction liquide qui prend une valeur de 0 pour la phase solide, de 1 pour la phase liquide et une valeur dans la plage 0-1 dans la région intermédiaire.

L'équation d'énergie s'écrit alors comme suit :

$$\rho C \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \rho \times L \times \frac{\partial f_l}{\partial t} \quad \text{I.13}$$

Chapitre I : Etude bibliographique

Avec :

f_l : la fraction massique liquide

ρ , λ , T , h et L ont les mêmes significations que celles définies précédemment.

La fraction de liquide est déterminée itérativement en utilisant l'équation suivante :

$$f_l = \begin{cases} 0, & \text{si } T \leq T_f - \varepsilon (\text{phase solide}) \\ \frac{T - T_s}{T_l - T_s}, & \text{si } T_f - \varepsilon < T < T_f + \varepsilon (\text{phase intermédiaire}) \\ 1, & \text{si } T \geq T_f + \varepsilon (\text{phase liquide}) \end{cases} \quad \text{I.14}$$

Avec

ε : la demi-plage de la température de fusion

T_f : la température de fusion

I.5.2.4.3 La méthode de la capacité thermique apparente

La méthode de la capacité calorifique apparente consiste à réduire le problème précédemment posé avec les équations (9) – (11) en un problème de transfert de chaleur unidimensionnel tenant compte du changement de phase dans la plage intermédiaire de changement de phase. La seule variable à discréditer est alors la capacité thermique apparente qui dépend de la plage de température dans laquelle on se situe [202]. On considère alors une fonction de variation de la capacité calorifique du MCP en fonction de la température en intégrant la chaleur latente [204,208,209]. L'équation d'énergie s'écrit alors sous la forme :

$$\rho \times C_{app}(T) \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad \text{I.15}$$

Avec

C_{app} : la capacité thermique apparente, $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

En déterminant expérimentalement les capacités thermiques (de fusion et de solidification) du MCP, la capacité thermique apparente se calcule alors comme suit :

$$C_{app} = \begin{cases} C_s, & \text{si } T \leq T_f - \varepsilon (\text{phase solide}) \\ \frac{C_s + C_l}{2} + \frac{L}{2\varepsilon}, & \text{si } T_f - \varepsilon < T < T_f + \varepsilon (\text{phase intermédiaire}) \\ C_l, & \text{si } T \geq T_f + \varepsilon (\text{phase liquide}) \end{cases} \quad \text{I.16}$$

ρ , λ , ε , T_f , T ont déjà été définis précédemment.

I.5.2.4.4 Exemples d'applications

De manière générale, la méthode enthalpique et celle de la capacité thermique apparente sont les plus utilisées dans la littérature, parce qu'elles ne comportent qu'une seule équation du transfert de chaleur, ce qui simplifie la résolution du problème. Néanmoins la méthode de la capacité thermique apparente semble moins précise, car il est parfois difficile de l'appliquer dans la plage de transition de phase lorsque la chaleur latente est élevée et lorsque la différence entre les températures des phases solides et liquides est faible [39].

Les méthodes décrites ci-dessus sont des modèles mathématiques décrivant le comportement du MCP, parfois à l'échelle microscopique. Dans la pratique, la résolution des problèmes de changement de phase nécessite une adaptation des conditions aux limites et des hypothèses [211–214]. Par exemple, Al-Saadi et Zhai [202] donnent une liste détaillée des méthodes utilisées dans quelques études numériques portant sur des enveloppes de bâtiment intégrant des MCP.

Dans les travaux disponibles dans la littérature, des codes commerciaux (COMSOL, ANSYS-FLUENT, HEATING, ...) sont généralement utilisés. Ils intègrent des modules comprenant déjà les équations de transfert (un modèle de conduction thermique prenant en compte ou non la convection) décrivant le comportement des MCP dans l'intervalle de changement de phase. Deux cas d'études numériques se présentent : les systèmes multicouches comprenant une couche de MCP pure et des systèmes de matériaux homogènes. Pour les parois multicouches, le transfert de chaleur est décrit dans chaque couche en utilisant un modèle de conduction de chaleur dans lequel on entre les propriétés thermiques du matériau correspondant ; dans la couche de MCP, un modèle additionnel est choisi pour décrire le comportement spécifique du matériau dans la plage de changement de phase. Dans les systèmes composites, des propriétés thermiques homogénéisées du composite béton/MCP sont déterminées expérimentalement ; ces résultats expérimentaux permettent généralement de réaliser une validation du modèle choisi à l'échelle du matériau avant de réaliser l'étude à l'échelle de la paroi. Dans les simulations, le transfert de chaleur dans le mur composite est alors considéré comme un transfert thermique dans une couche solide, en considérant une capacité thermique variable dans la plage de changement de phase du MCP.

Anter et al. [191] ont étudié l'effet de plusieurs types de MCP sur les performances thermiques d'une paroi multicouche soumise à des conditions climatiques rencontrées en Egypte. Dans ce contexte, ils ont réalisé un travail de modélisation numérique visant à prédire l'influence de l'épaisseur et de la position de la couche de MCP au sein de cette paroi. La méthode de la capacité thermique apparente a été utilisée pour décrire le comportement de la couche de MCP.

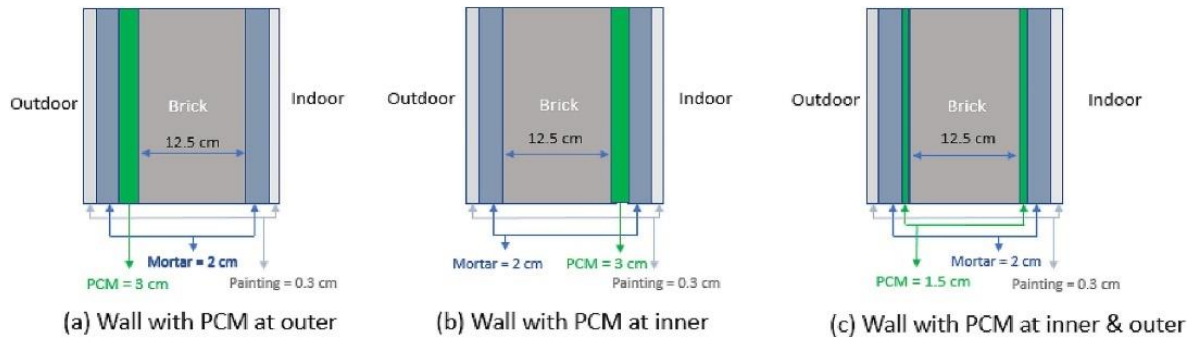


Figure I.66. Différentes configurations de parois multicouches considérées dans le travail de Anter et al. [191].

Les auteurs ont remarqué une réduction considérable de la température (et du flux thermique) sur la face intérieure du mur lorsque l'épaisseur de la couche de MCP augmente, ainsi qu'un décalage de la réponse dans le temps allant jusqu'à 3,15h (Figure I.67.)

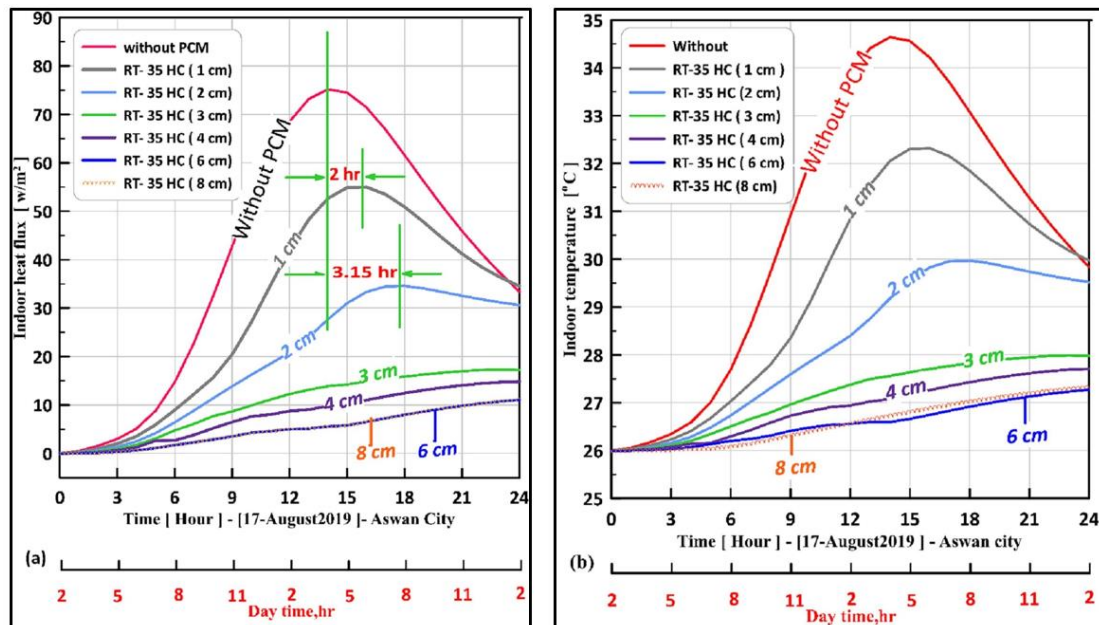


Figure I.67. Simulations des évolutions journalières (a) du flux thermique et (b) de la température au niveau de l'environnement intérieur, dans le cas de parois sans MCP ou comportant une couche de MCP (d'épaisseur variable) soumises aux conditions climatiques estivales d'Assouan en Egypte [191].

Des simulations complémentaires ont été effectuées sur une paroi comportant des couches de MCP de 1,5 cm d'épaisseur disposées sur chacune des faces, afin d'évaluer les performances sur toute la période estivale (période de 3 mois de juin à août). Les résultats montrent une réduction d'environ 4°C de la température ressentie dans l'environnement intérieur, ainsi qu'une réduction de l'énergie totale transférée par la paroi (675 W.m⁻² par jour pour le mur avec MCP contre environ 1997 W.m⁻² pour le mur sans MCP). Les auteurs ont ainsi estimé que l'utilisation des PCM permet un gain énergétique d'environ 66 % sur la période estivale dans cette configuration.

Govindasamy & Panwar [215] ont également étudié l'impact de l'incorporation d'un MCP sur les performances thermiques d'une paroi composite multicouche. La paroi composite est composée de l'extérieur vers l'intérieur d'un mur de brique (100 mm) avec un enduit de mortier cimentaire (15 mm), d'une couche d'aluminium (5 mm) et d'une plaque de plâtre (12 mm). Une étude numérique a été réalisée sur la paroi multicouche, en ajoutant une couche de MCP à proximité de l'environnement intérieur (entre la couche d'aluminium et la plaque de plâtre). Les auteurs ont notamment étudié l'influence de l'épaisseur de cette couche de MCP (10 mm, 20 mm, ou 30 mm) sur la réponse globale de la paroi.

Les parois ont été soumises un transfert de chaleur par convection naturelle sur la face extérieure (mur de brique), entraînant un transfert par conduction dans les autres couches jusqu'à l'intérieur. La variation de la température extérieure appliquée (notée température ambiante) ainsi que la réponse des différentes parois (température simulée au niveau de l'environnement intérieur) sont présentées sur la Figure I.68.

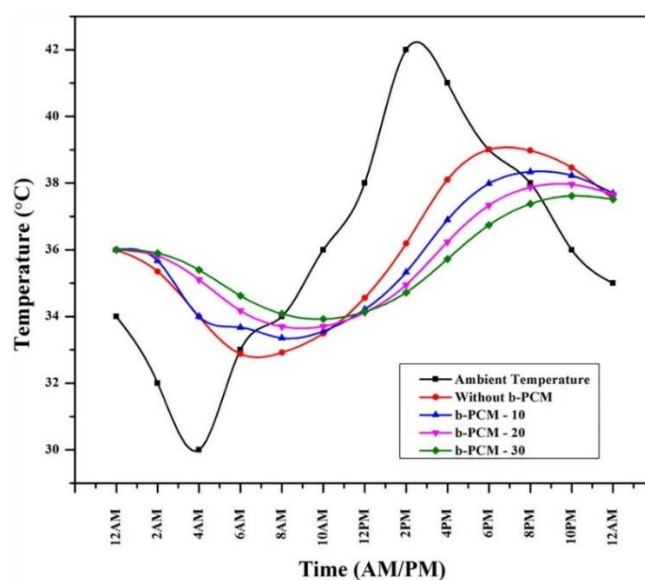


Figure I.68. Simulations des évolutions journalières de la température au niveau de l'environnement intérieur, dans le cas de parois sans MCP ou comportant une couche de MCP (d'épaisseur variable de 10 à 30 mm) soumises [215]

Il ressort que la présence de la couche de MCP permet d'augmenter l'inertie thermique de la paroi, et conduit à un amortissement des variations de température dans la paroi et au niveau de l'environnement intérieur (Figure I.68). Cet effet d'amortissement est d'autant plus marqué que l'épaisseur de la couche de MCP est grande.

Kharbouch et al.[63] ont réalisé une étude numérique portant sur les performances thermiques d'une paroi biosourcée (Figure I.69.a) associée à un panneau de MCP de 1cm d'épaisseur (Figure I.69.b). La paroi biosourcée est un mur bicouche (IBS-IZOLOX13) composée d'un panneau biosourcé constitué de 89% de copeaux de bois, de ciment et de verre, et d'une

¹³ <http://www.isolhabitat.be/bloc-coffrant-isolant-velox-ossature-bois>

seconde couche d'isolation en polystyrène graphité. L'étude a été réalisée à l'aide du logiciel EnergyPlus.

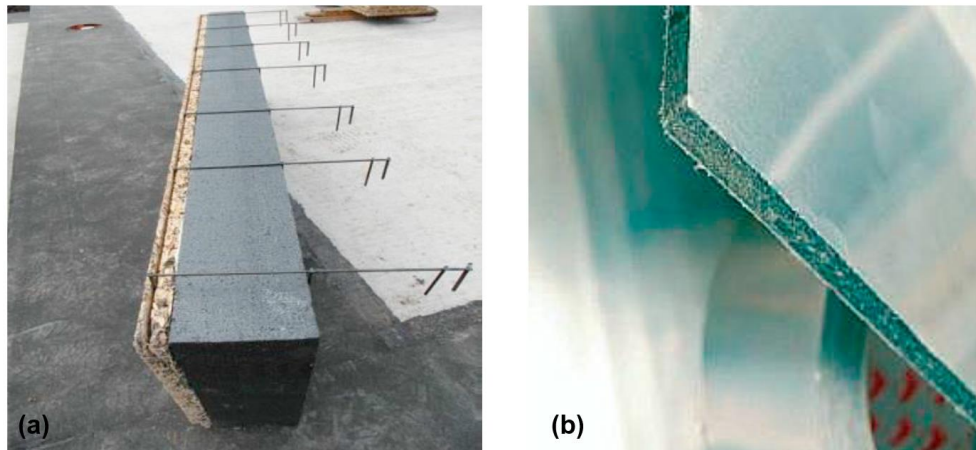


Figure I.69. (a) Paroi biosourcée IBS-IZOLOX (b) et panneau de MCP considérés dans l'étude de Kharbouch et al. [63]

Les simulations numériques montrent que la paroi biosourcée seule permet déjà d'amortir de façon importante les variations de température appliquées au niveau de la face extérieure. L'addition du panneau de MCP permet d'augmenter encore davantage l'inertie thermique et induit un déphasage (retard) dans la réponse de la paroi hybride (Figure I.70).

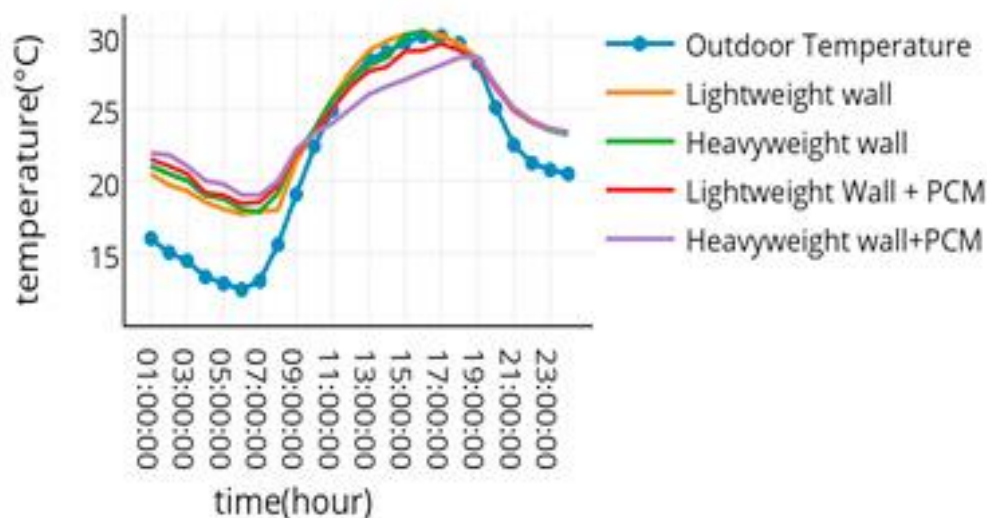


Figure I.70. Simulations des variations de température dans l'environnement intérieur, pour des parois biosourcées avec ou sans MCP exposées à des conditions extérieures représentatives d'une journée estivale [63]

Essid et al. [216] ont étudié l'efficacité énergétique de panneaux composite béton/MCP. Trois configurations de parois (de 12 cm d'épaisseur) ont été étudiées (Figure I.71) : un panneau en matériau homogène béton contenant des MCP microencapsulés dont les propriétés à l'échelle du matériau ont été préalablement déterminées expérimentalement, un panneau de béton comportant une couche de MCP de 0,5 cm d'épaisseur placé sur la face extérieure, et un panneau matrice/inclusion considérant les MCP comme des inclusions dans une matrice de

béton. Le modèle enthalpique a été utilisé pour décrire le transfert de chaleur lors du changement de phase du MCP. Le modèle a été validé avec les mesures expérimentales à l'échelle du matériau pour décrire l'évolution de la température.

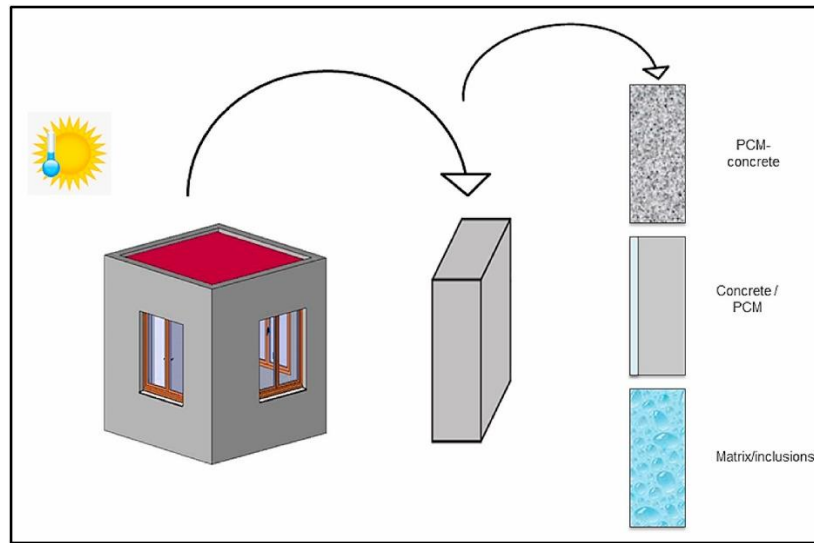


Figure I.71. Types de panneaux étudiés [216]

Trois scénarios ont été simulés en faisant varier les conditions de températures appliquées sur les faces intérieures et extérieures des parois (Tableau I.5).

Tableau I.5. Scénarios étudiés par Essid et al. [216]

	T_{int} (°C)	h_{int} (W.m ⁻² .K ⁻¹)	T_{ext}	h_{ext} (W.m ⁻² .K ⁻¹)
Scénario 1	19°C	4	$T_{ext}(t) = 300 + 22 \sin(\pi t)$	-
Scénario 2	19°C	4	$T_{ext}(t) = 300 + 22 \sin(\pi t)$	16
Scénario 3	$T_{int}(t) = 292 + 12 \sin(\pi t)$	4	27°C	16

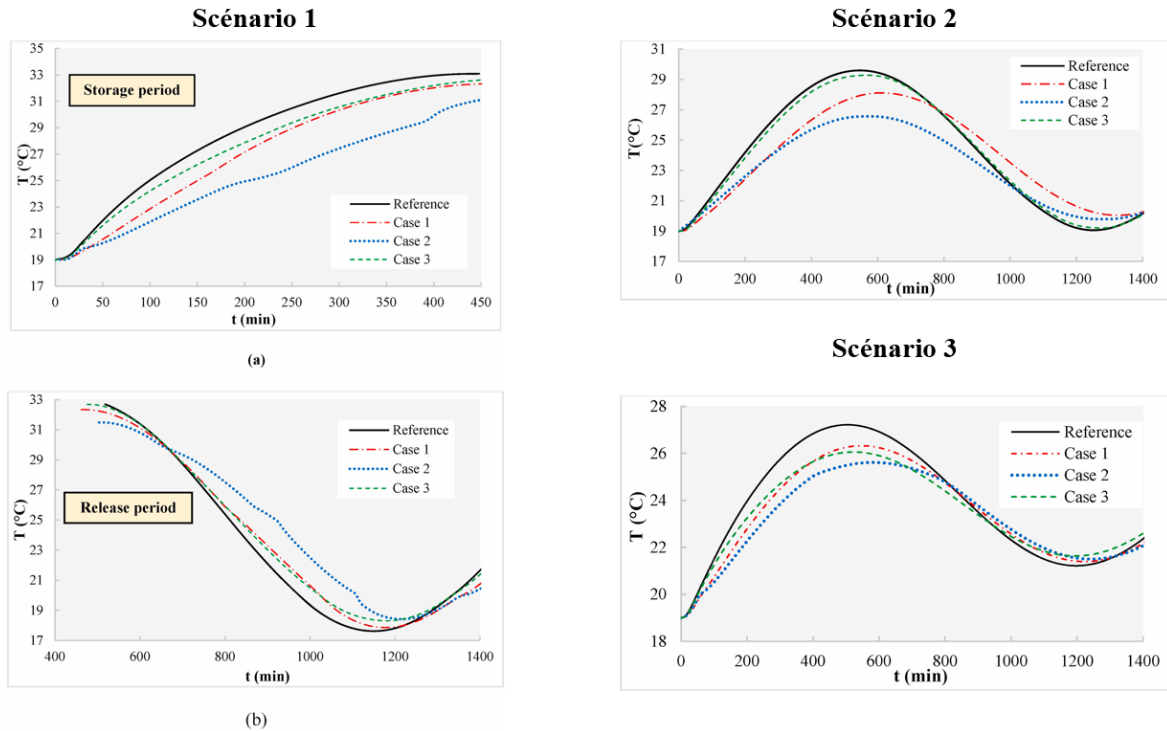


Figure I.72. Evolution de la température sur 24 h pour les différentes parois étudiées

Les résultats indiquent que la présence de MCP permet de réduire le pic de température ressentie sur la face intérieure quel que soit le scénario étudié. La paroi avec la couche externe de MCP produit l'effet d'amortissement le plus important. La couche de MCP joue en effet un rôle de barrière thermique et absorbe la chaleur, induisant un retard sur les pics de température. En théorie, si cette configuration était adoptée dans un bâtiment, elle permettrait de réduire l'utilisation des systèmes de climatisation et conduirait à des économies d'énergie significatives.

I.6 Conclusion

La première partie de cette étude bibliographique a permis de dresser un état de l'art sur les systèmes passifs de stockage d'énergie faisant intervenir des matériaux à changement de phase (MCP) microencapsulés, ainsi que sur les matériaux d'isolation biosourcés à base de fibres végétales.

Les différents travaux de la littérature menés à l'échelle matériau montrent que l'incorporation des MCP et des fibres végétales peut avoir des répercussions importantes sur les propriétés des matériaux cimentaires.

La plupart des études rapportent les aspects bénéfiques suivants :

- L'introduction des MCP conduit à une diminution de la conductivité thermique de la matrice cimentaire, tout en augmentant la capacité thermique dans le domaine de changement phase des MCP et en conférant au matériau une aptitude à stocker de l'énergie sous forme de chaleur latente,

Chapitre I : Etude bibliographique

- L'ajout de fibres végétales permet quant à lui d'améliorer les propriétés d'isolation thermique du composite cimentaire, ainsi que l'hygroscopicité du matériau. Il ressort par ailleurs que les fibres de miscanthus présentent un fort potentiel de développement, car cette plante s'adapte à tout type sol et offre un rendement élevé. En outre, l'utilisation du miscanthus dans les matériaux de construction est encore peu documentée et mérite d'être approfondie.

Cependant, ces inclusions peuvent également avoir un impact négatif sur l'ouvrabilité du mélange frais, ainsi que sur la microstructure (altération des réactions d'hydratation et augmentation de la porosité) et les propriétés mécaniques du composite après durcissement. Le développement de nouvelles solutions nécessite donc d'étudier l'ensemble de ces aspects, et d'optimiser les formulations pour trouver les meilleurs compromis en termes de propriétés.

De rares auteurs ont également tenté de développer des solutions hybrides, en incorporant à la fois des MCP et des fibres végétales dans des matériaux cimentaires, dans l'objectif de combiner les avantages de ces deux types d'inclusions (amélioration des propriétés d'isolation et de l'hygroscopicité du composite, associée à une augmentation de l'inertie thermique et à une capacité de stockage d'énergie sous forme de chaleur latente). Les quelques études disponibles semblent indiquer des résultats plutôt mitigés pour ces systèmes en termes d'amélioration des performances thermiques et de régulation hydrique, mais des travaux complémentaires sont souhaitables pour conforter ces données et mieux appréhender les mécanismes mis en jeu.

La littérature souligne également la nécessité d'évaluer le comportement thermo-hydrique des nouveaux matériaux de construction à des échelles plus représentatives, et notamment à l'échelle de la paroi. La deuxième partie de ce chapitre bibliographique s'est donc attachée à décrire les principaux dispositifs expérimentaux bi-climatiques utilisés par les auteurs pour caractériser des murs de béton biosourcés et des systèmes de parois multicouches. Il ressort que l'utilisation d'une enceinte climatique sur laquelle est fixée la paroi est une solution relativement simple et efficace pour appliquer des sollicitations dynamiques de température et d'humidité sur l'une des faces et simuler ainsi des scénarios climatiques variés.

Ce type d'étude expérimentale peut aussi être avantageusement complété par des approches numériques. Les modélisations peuvent en effet permettre de mieux appréhender l'influence de certains paramètres sur le comportement thermo-hydrique des parois biosourcées ou comportant des couches de MCP, ainsi que les effets de couplage entre phénomènes de transfert de chaleur et de masse. Les différents modèles de la littérature décrivant ces phénomènes ont donc été présentés à la fin du chapitre.

Pour les parois contenant des MCP, les approches théoriques permettant de prendre en compte l'influence du changement de phase sur le transfert de chaleur ont également été identifiées. Il ressort que la méthode enthalpique et la méthode de la capacité thermique sont les plus performantes.

II. Chapitre II : Caractérisation multiphysique des différents mortiers à l'échelle matériau

Introduction

Ce chapitre est consacré aux caractérisations multiphysiques (microstructurales, mécaniques, thermiques et hydriques) réalisées à l'échelle du matériau sur les différents types de mortiers incorporant les MCP et/ou les fibres de miscanthus. Il sera présenté sous forme d'articles rédigés en anglais et précédés d'une courte introduction en français. Ce chapitre contient 4 articles.

Le premier article explore les propriétés mécaniques et thermo-physiques des mortiers incorporant les matériaux à changement de phase (MCP). Un programme de caractérisation expérimentale complet a été mis en œuvre sur des mortiers contenant différents pourcentages de MCP, afin d'évaluer l'impact du MCP sur les différentes propriétés du matériau. Les résultats ont notamment permis de sélectionner une formulation offrant un bon compromis entre amélioration des performances thermo-physiques et perte de résistance mécanique, qui sera retenu pour l'étude à l'échelle supérieure de la paroi.

Les deux articles suivants portent respectivement sur la caractérisation microstructurale, mécanique et thermique de mortiers cimentaires incorporant différents teneurs en fibres de miscanthus micronisées, et sur l'étude du comportement thermo-hydrique des mêmes mortiers biosourcés.

Le dernier article est dédié à la caractérisation multiphysique d'une formulation de mortier hybride incorporant à la fois les matériaux à changement de phase et les fibres végétales. L'objectif étant d'essayer de combiner les avantages des deux types d'inclusions, les propriétés de ce mortier hybride sont comparées à celles des mortiers contenant des teneurs équivalentes en MCP ou en fibres de miscanthus. Ces éléments de comparaison servent alors de base pour discuter de la pertinence de la solution hybride envisagée.

II.1 Mechanical and thermophysical properties of cement mortars including bio-based microencapsulated phase change materials

Cet article présentera les résultats de la caractérisation à l'échelle du matériau de mortiers incorporant des matériaux à changement de phase microencapsulés. Le MCP sélectionné dans le cadre de cette thèse se présente sous forme d'une dispersion aqueuse de microcapsules, avec une teneur en particules solides de l'ordre de 50% en masse. Ce conditionnement sous forme liquide permet d'incorporer le MCP directement dans l'eau de gâchage au moment du malaxage des mortiers et favorise une dispersion homogène des microcapsules au sein de la matrice cimentaire. D'autre part, ces MCP sont d'origine biosourcée à plus de 90% (il s'agit d'une cire d'origine végétale encapsulée par une coque de polymère acrylique), en vue de réduire l'empreinte environnementale par rapport aux MCP paraffiniques classiques. L'incorporation de ce type de MCP biosourcés conditionné sous forme de dispersion liquide dans les matériaux cimentaires n'a pas encore été évaluée dans la littérature à notre connaissance, et mérite d'être explorée.

L'étude a porté sur des formulations de mortiers contenant des teneurs massiques de MCP comprises entre 0 et 13,6%. Le comportement à l'état frais a d'abord été examiné pour évaluer l'impact de l'incorporation du MCP sur l'ouvrabilité du mortier, de manière à adapter le protocole de fabrication (notamment la quantité d'eau totale introduite lors du malaxage) pour conserver un étalement constant. Après durcissement (à 28 jours), des caractérisations microstructurales ont ensuite été réalisées pour évaluer qualitativement l'homogénéité de la distribution des MCP au sein de la matrice cimentaire, ainsi que l'impact de ces inclusions sur la porosité et la densité, ou encore sur la composition des produits d'hydratation du ciment. Les performances mécaniques et thermo-physiques (conductivité, diffusivité et capacité thermiques) ont ensuite été évaluées à l'échelle macroscopique sur les différents échantillons de mortier avec MCP. L'analyse des résultats permet alors de mettre en balance les gains de performance thermique et les pertes de propriétés mécaniques, et de discuter des applications envisageables pour ces mortiers en fonction de leur teneur en MCP.

On notera que cet article a fait l'objet d'une publication dans la revue *Construction and Building Materials* (Elsevier) :

Gbekou, F.K.; Benzarti, K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Duc, M. Mechanical and Thermophysical Properties of Cement Mortars Including Bio-Based Microencapsulated Phase Change Materials. *Construction and Building Materials* 2022, 352, 129056, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.129056

Abstract.

This study has investigated the mechanical and thermophysical performance of cement mortars incorporating microencapsulated phase change materials (mPCMs), which consist of an aqueous dispersion of 100% bio-based fine core-shell particles. A specific protocol was used to manufacture the PCM mortar samples, which ensures a homogeneous particle distribution and prevents microcapsule leakage. The addition of mPCMs to the mortar causes both a decrease in density and an increase in porosity, as well as a substantial loss of mechanical strength. Conversely, hot-disk characterization revealed a large improvement in the thermal performance. The system containing 8 wt.% mPCMs exhibits a good balance between its mechanical and thermal properties.

Keywords: Bio-based; microencapsulated phase change materials (mPCMs); liquid dispersion; cement mortar; thermophysical properties; mechanical strength; microstructure

II.1.1 Introduction

In 2020, the building and construction sector was responsible for ~36% of the global energy consumption and ~37% of CO₂ emissions, according the International Energy Agency (IEA) [3,217]. The energy demand from buildings has continued to increase over the last few years, mainly driven by the easy access to energy services in developing countries and the growing use of energy-consuming devices for temperature regulation in cold/hot regions. Therefore, improving the energy efficiency of buildings is crucial in the current context of global climate change.

Energy consumption in the building industry includes both the "embodied energy" consumed during the manufacturing process/transport of building materials and the construction or demolition phase, as well as the "operational energy" related to the building's operations and use (air conditioning, heating and lighting, domestic equipment, etc.) [4]. Although the impact of embodied-energy consumption has recently received increasing attention from architects and engineers, most technical developments still focus on reducing end-user consumption. To date, various solutions have been deployed in the field based on passive or active energy management methods, such as the use of insulation panels, lighting management systems, and automatic control systems used for air conditioning/heating installations [6–8,218].

Recently, researchers have also developed thermal energy storage (TES) systems, which are considered to be a very promising approach [10,13,219–221]. These systems store a certain quantity of energy that can then be released at a later stage to meet a specific need. Several TES technologies are readily available based on chemical heat storage (by forming/breaking chemical bonds), sensible heat storage (by heating/cooling a material), and latent heat storage (by melting/solidifying a material).

According to the literature, latent heat thermal energy storage (LHTES) based on the use of phase change materials (PCMs) has been considered the most attractive approach in the context of building applications because it allows the storage of large amounts of energy [11,12,68,221]. The operating principle of PCMs relies on their ability to change their physical

state over a narrow temperature range; when the temperature increases above the melting temperature, the PCMs pass from their solid to liquid state, absorb thermal energy from the environment, and store this energy in the form of latent heat. When the temperature decreases, the material can undergo a reversible transition from the liquid to solid state and release the stored energy. This capability of PCMs to absorb or release energy can be advantageously used to mitigate temperature variations in the indoor environment of buildings with the aim of improving the thermal comfort of the occupants and reducing energy consumption [10,68].

Regardless of whether they are organic (most often derived from hydrocarbons), inorganic (salt hydrates or metallic compounds), or based on eutectic mixtures, PCMs can be easily incorporated into conventional construction materials (such as plaster, concrete, and mortar) to produce construction components with enhanced thermal storage properties, such as wallboards, floors, and roofs [11,12,68]. In practice, different methods can be used to introduce PCMs into building materials, including their direct incorporation and the use of macro- or microencapsulated PCMs. Microencapsulation has gained a lot of research interest over the last decade and consists of packing the PCM material into spherical core-shell capsules with diameters ranging from $<1\ \mu\text{m}$ to $\sim 500\ \mu\text{m}$ [11]. The outer shell is usually composed of a high-molecular-weight polymer, which acts as a barrier to prevent leakage of the PCM core and its interactions with the components present in the host building material.

Microencapsulated PCMs (mPCMs) can be produced in the form of either a dry powder or liquid dispersion. However, powders are conventionally used for building applications; they are generally introduced into cement-based materials at the end of the mixing process using a low rotational speed to prevent any possible damage to the PCM capsules [15]. Conversely, the use of liquid mPCM dispersions is poorly documented in the literature and to the best of our knowledge, very few studies have explored this approach [68,77]. Snoek et al. reported the difficulties in incorporating these liquid products into cement mortars using the same mixing protocol utilized for powders due to their viscous/sticky texture [77]. Consequently, the distribution of PCM capsules in the hardened mortar is very heterogeneous. Therefore, alternative fabrication methods should be developed to improve the microstructure of these materials.

Another interesting feature is the recent availability of bio-based mPCMs [29,222]. These eco-friendly systems are composed of fatty esters or natural waxes derived from renewable vegetal resources. They present several advantages over their petroleum-based counterparts, such as a reduced carbon footprint, good biodegradability, and low flammability. However, their incorporation into building materials has not been explored to date.

Several studies have investigated the possibility of enhancing the thermal performance of cement composites (i.e., mortar or concrete) upon introducing mPCM powders based on petroleum-based paraffin waxes. For example, Lecompte et al. evaluated the thermal conductivity of cement mortars and concretes with various mPCM contents using the guarded hot-plate method [70]. Measurements were conducted at temperatures below and above the melting range (20.5 and 30.5°C , respectively), at which paraffin is in the solid and liquid state, respectively. Under both conditions, the authors observed a decrease in the thermal conductivity

as a function of the mPCM, which was well fitted with the Maxwell model, assuming the random distribution of the spherical mPCM particles in a homogeneous medium. Furthermore, at a given mPCM content, the thermal conductivities of the mortar/concrete samples were significantly higher at 30.5°C (liquid state) when compared to those observed at 20.5°C (solid state). Similarly, Jayalath et al. determined the thermal conductivity and thermal resistivity of concrete samples containing various amounts of mPCMs using two experimental techniques (needle probe and C-therm methods). Measurements were conducted at 35°C, at which the paraffin component of the mPCMs was in its liquid state. Both the thermal conductivity and diffusivity of concrete were found to decrease with the mPCM content (for example, a 45% reduction in the thermal conductivity was observed upon the introduction of 5 wt.% mPCMs). This trend was attributed to (i) the low conductivity of the organic mPCMs and (ii) the amount of air entrapped in the concrete during the incorporation of the mPCM powder, which increases the overall porosity and hence affects the thermal properties (heat transfer by conduction is partially replaced by natural convection). Cao et al. observed the same decrease in the thermal conductivity and an increase in the latent heat (both determined using the guarded hot plate method) when introducing mPCMs to Portland cement concrete [82]. According to the authors, these effects observed on the material scale are also beneficial in terms of energy saving in buildings because the power consumption for stabilizing the indoor temperature at 23°C may be reduced by up to 11% after adding only 3.2 wt.% mPCMs to the concrete envelope. Similarly, Hunger et al. highlighted a reduction in the thermal conductivity and an increase in the thermal mass of self-compacting concrete upon the incorporation of mPCM powder [76]. They also reported that the energy needed to maintain the indoor temperature at 23.5°C was reduced by 12% in the case of a concrete wall containing 5 wt.% mPCMs when compared to a plain concrete wall. In summary, most studies suggest a significant improvement in the thermal performance of cement composites will be achieved upon the addition of mPCMs.

Nevertheless, the introduction of foreign particles alters the microstructure of concrete, and its mechanical properties will be affected. Numerous studies have highlighted a significant decrease in the mechanical strength is observed following the addition of mPCMs to concrete. For instance, Fenollera et al. observed a reduction in the compressive strength of ~7% for every 5 wt.% of mPCMs added (with respect to the quantity of cement in the mixture) [68]. Similarly, Djamai et al. and Lecompte et al. reported decreases in the compressive strength of 34.1 and 50% for mortar containing 5 and 6.3 wt.% mPCMs, respectively (with respect to the total mass of the mix in this case) [20,23]. According to most authors, the observed loss in the mechanical strength can be attributed to several reasons: (i) PCM microcapsules exhibit very low mechanical strength and act as voids or defects in concrete; (ii) the overall porosity of the cement composite increases with the mPCM content, as previously mentioned, which impacts both the density and mechanical properties of the material; (iii) some of the PCM capsules may be damaged during the mixing process and the leaked paraffin wax may hinder or interact with the hydration process of the cement matrix [94].

In this context, an optimal mPCM content should be determined to achieve a compromise between the enhancement in the thermophysical properties and loss of mechanical strength, depending on the target application of the concrete or mortar material.

The main objective of the present study was to investigate the thermophysical and mechanical properties of cement mortars formulated using different amounts of a bio-based liquid mPCM dispersion (denoted PCM mortars), as previous knowledge on this specific type of material is very limited. The effects of the mPCM content on the microstructure of PCM mortars were also investigated to better understand the evolution trends observed in the macroscopic properties.

In the first part of this study, the experimental methods and mortar design are presented in detail and a specific protocol is developed to add the liquid mPCM dispersion into the fresh mortar mix, which allows control over the overall content of PCM microcapsules and a constant workability of the PCM mortars to be maintained. The second part of the study is dedicated to our experimental results. After a preliminary characterization of the liquid mPCM dispersion in terms of its particle size distribution and thermal properties of the microcapsules, a comprehensive test program was conducted on mortar samples containing different dosages of the PCM microcapsules, up to 13.6 wt.% (equivalent to ~24.3 vol.%) with respect to the total composition. Microstructural investigations were conducted on these mortars using scanning electron microscopy and thermogravimetric analysis to evaluate the effect of adding mPCM on the porous structure and hydrate composition. The mechanical and thermophysical properties of the PCM mortars were then assessed, and their evolution as a function of the mPCM dosage were analyzed in light of the microstructural aspects mentioned beforehand.

II.1.2 Materials and Methods

II.1.2.1 Raw Materials

A commercial product known as CrodaTherm™ ME29D, which is manufactured by Croda International (Snaith, UK), was selected as the PCM in this study and was denoted as ME29D. This product was prepared in the form of a liquid dispersion of the microencapsulated particles in water with a solid content of 50 wt.%. The dispersed particles consist of an organic PCM core derived from plant-based feedstocks surrounded by an acrylic polymer shell. The mass ratio between the PCM core and polymer shell was ~92/8 [223]. The ME29D technical datasheet reports melting and crystallization peak temperatures of 28.8 and 23.5°C, respectively, as well as heats of melting and crystallization of 183 and -179 kJ kg⁻¹, respectively (determined using differential scanning calorimetry (DSC) at a scanning rate of 1°C min⁻¹)[29]. This liquid mPCM dispersion presents several interesting features in the framework of this study. It can be easily incorporated into hydraulic binder formulations (i.e., cement mortars) at an early stage of the mixing process. In addition, ME29D is certified 100% bio-based and formaldehyde free, which ensures both a reduced environmental footprint and low safety/health hazards.

An existing formulation from the literature [224,225] was selected as the reference cement mortar sample used in this study, which was initially developed for additive manufacturing applications. This choice was mainly guided by another aspect of our research, which explores the 3D printability of mortars containing PCM additives (this has not been addressed in the present paper). The original composition of this reference mortar, denoted M0, is detailed in Table II.1 and based on a water-to-cement (W/C) ratio of 0.35.

In this formulation, two types of cement were combined at a ratio of 93/7 wt.%: Ordinary Portland Cement containing 99% clinker (EXTREMAT® CEM I 52,5 N-SR3 SEG), denoted OPC, and a rapid setting Sulfo-aluminous cement (Alpenat R²) denoted CSA, which are both manufactured by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France). The small amount of CSA included in the mix affects the rheology of the fresh mortar at an early age and acts as a setting accelerator, which promotes the buildability of the mortar in 3D printing applications [26,27].

To ensure the good workability of the mortar, a polyvalent acrylic copolymer superplasticizer/high water reducer (VISCOCRETE TEMPO 11) obtained from SIKA Company (Baar, Switzerland), denoted as SP, was also used. The SP product has a solid content of 30% according to its technical datasheet. Siliceous sand complying with the EN 196-1 standard [226] (graded sand with a maximum grain size of 2 mm and moisture content <0.2%) was supplied by Société Nouvelle du Littoral (Leucate, France).

Table II.1. Composition of the reference cement mortar (M0) based on reference [225].

Component	Sand	OPC	CSA	SP	Water
Dosage (g)	800	627.75	47.25	1.76	236.25

II.1.2.2 Mix design and preparation of the PCM mortar samples

Different specimens were fabricated for our experimental study, including samples of the reference cement mortar (M0) and mortars containing various contents of the mPCM particles. The compositions of all of the mortars studied are summarized in Table II.2. The amounts of mineral components (sand, OPC, and CSA) and SP were kept unchanged in the various mixes, and the only components varied were the quantities of mPCM particles and water added. Because only full bags of standard sand were used for the preparation of the mortar mixes, the quantities of all of the other components were given per bag of sand (mass = 1350 g). In addition, the composition of the reference mortar (M0) was strictly identical to that of the original mortar reported in Table II.1, but the quantities were expressed for one bag of sand.

Each mortar composition was identified using the designation M_x, where x corresponds to the target dosage of solid mPCM particles originating from the liquid dispersion and incorporated into the mortar mix, expressed as the weight percentage of the M0 reference sample (i.e., the mass of solid mPCM particles divided by the total mass of all M0 components × 100). The target solid mPCM dosage was 20 wt.%. The actual weight fraction of the mPCM particles in the fresh mortar mix (i.e., the ratio between the mass of the solid mPCM particles and the total mass of all components expressed in wt.%) is also displayed in Table 2, as well as the volume fraction of the mPCM particles calculated considering the densities of the various component materials in the fresh mix (a density of 870 kg m⁻³ was assumed for the solid mPCM particles, in accordance with the manufacturer's data). Notably, the highest volume fraction of mPCMs considered in this work was ~25% (for the M20D mortar mix), which is rather high when compared with most PCM mortars studied in the literature.

The total amount of water in the mix corresponds to the quantity of water originating from the liquid ME29D dispersion and the additional amount of water added during the mixing process. The latter was adjusted so that the workability of the mortar mix (spread diameter provided by the slump test) remains the same as that of the M0 reference mortar. The procedure for adjusting the amount of water mixed is described in detail below. The resulting W/C ratios are also reported in Table II.2, as well as the percentage evolution compared with the M0 reference sample (the value in brackets in the W/C column). This percentage evolution of the W/C ratio can also be defined as the water demand of the mPCMs used in the mortar formulations, as proposed by Sanfelix et al. [227].

$$\text{Water demand compared to the M0 reference mortar (in \%)} = \left(\frac{(W/C)_{Mx}}{(W/C)_{M0}} - 1 \right) \times 100 \quad \text{II.1}$$

where $(W/C)_{M0}$ is the water-to-cement ratio of the M0 reference mortar and $(W/C)_{Mx}$ is the water-to-cement ratio of the PCM mortar of composition Mx.

Notably, the quantity of water originating from SP was not taken into account in the total amount of water reported in Table II.2 because this quantity is limited and the SP content was not varied in this study (the mass ratio between SP and cement was kept constant at 0.26% for all of the mortar formulations studied, *i.e.* the same ratio as that used in the M0 reference mortar [224,225]).

To provide the reader with a comprehensive set of data, the densities of the various component materials and theoretical compositions of the mortars expressed in kg m^{-3} for the fresh mix are also provided in the Appendix.

Table II.2. Compositions of the various PCM mortar admixtures.

Designation	Sand (g)	OPC (g)	CSA (g)	SP (g)	Mass of solid mPCM particles (g)	Total amount of water (g)	W/C ratio	Mass fraction of mPCM particles (wt.%)	Volume fraction of mPCM particles (vol.%)
M0	1350	1059.33	79.73	2.96	-	398.67	0.35	0	0
M5D	1350	1059.33	79.73	2.96	144.53	537.88	0.47 (+34%)	4.55	10.53
M10D	1350	1059.33	79.73	2.96	289.07	851.36	0.75 (+114%)	7.96	16.16
M15D	1350	1059.33	79.73	2.96	433.06	1006.23	0.88 (+151%)	11.03	20.94
M20D	1350	1059.33	79.73	2.96	578.14	1190.72	1.05 (+200%)	13.57	24.35

In practice, a programmable mortar mixer (model E092N from Matest Spa Company, Treviolo, Italy), is used to prepare the different mortar samples. The mixing protocol strictly followed the

specifications of the EN 196-1 standard for conventional mortars in terms of the rotational speed and duration of the mixing sequence.

In the case of the M0 reference mortar, the different steps used in the mixing procedure were as follows: **(1)** A mixture of the two cements (OPC and CSA in the proportion of 97/3 wt. %) was placed in the mixer tank. Water containing the SP was then added to the cement, and the zero time was counted from the moment the water came into contact with the cement. **(2)** Mixing was started at a low speed and sand was added slowly during the first minute while mixing at low speed (140 rotations per minute). The mortar was then mixed at a high speed (285 rpm) for 30 s. **(3)** The rotation was stopped for 30 s to scrape the mortar from the bottom of the tank. **(4)** Another high-speed mixing was performed for 2.5 min.

The same protocol was used for the PCM mortars with the only difference being that the ME29D liquid dispersion was added together with the mixing water in the first step. In this case, the amount of liquid dispersion to be added was directly determined by the target content of solid mPCM particles in the mortar, whereas the complementary amount of mixing water was adjusted so that the workability of the fresh PCM mortar mix remained the same as that of the M0 reference mortar.

In practice, different water dosages are considered for each PCM mortar composition studied, and slump tests were performed using an Abrams mini cone to determine the resulting spread diameter (Figure II.1a). The evolution curves of the spread diameter as a function of the apparent W/C ratio (where W corresponds to the total amount of water, including both water originating from the ME29D dispersion and mixing water) were then plotted for the various PCM mortar compositions, as shown in Figure II.1b. These curves allow the optimum W/C ratios (and hence deduce the adequate amount of mixing water) required to achieve the same spread as that of the M0 reference mortar (i.e., 268 mm, represented by the horizontal red line in Figure II.1b) to be graphically determined. The optimal W/C ratios are listed in Table II.2.

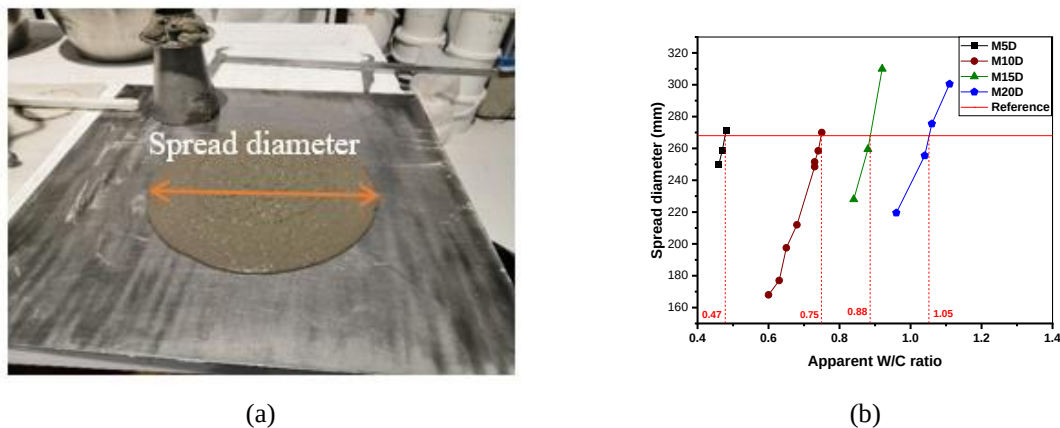


Figure II.1. Optimization of the water dosage using mini-slump tests: (a) Experimental setup and (b) evolution curves of the spread diameter as function of the W/C ratio obtained for the various PCM mortar admixtures studied.

In general, the water demand in the mix increased significantly with the mPCM content. This result is consistent with the literature and may be attributed to the absorption of water by the

hydrophilic acrylic shell of the mPCM particles[7,13] and possibly the alteration of the granular distribution in the PCM mortar admixtures.

Immediately after mixing, the various mortar admixtures were cast into metallic molds to prepare parallelepiped samples with dimensions of $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ for mechanical characterization, as well as $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ samples for thermal and microstructural characterization. The molds were filled into two layers, and each layer was subjected to 52 blows (for $\sim 1 \text{ min}$) using a shock table. After casting, the samples were covered and stored for 24 h at $20 \pm 1^\circ\text{C}$. After 24 h, the samples were demolded, hermetically wrapped with plastic film, and finally conditioned at $20 \pm 1^\circ\text{C}$ until characterization at 28 days.

II.1.2.3 Characterization techniques

II.1.2.3.1 Laser diffraction analysis

The size distribution of the mPCM particles in the ME29D dispersion was determined using wet-laser diffraction. Tests were performed using a MASTERSIZER 3000E analyzer (Malvern Panalytical, Malvern, UK) equipped with a liquid dispersion unit operated at a rotation rate of 800 rpm. The liquid mPCM dispersion was first diluted in water to reduce the particle concentration and facilitate light diffusion induced by the penetration of the laser beam into the medium. Generally, this method enables the particle size distribution to be determined in the range of $0.1\text{--}1000 \text{ }\mu\text{m}$.

II.1.2.3.2 Differential scanning calorimetry (DSC)

The thermal properties of the mPCM particles were determined using DSC on a DSC 250 apparatus (TA Instruments, New Castle, DE, USA). Solid samples of the aggregated mPCM particles were initially prepared by drying a volume of liquid ME29D dispersion in an oven at 60°C for at least 48 h until a compact solid material was obtained (denoted as solid mPCM material). Small amounts (15 mg) of this material were used for characterization.

DSC analyses were conducted in temperature modulation mode (MDSC) according to the protocol detailed in the ASTM E2716-09 standard [228]. This method enables one to measure the specific heat capacity (C_p) of the sample with good accuracy (up to $\pm 2 \%$), which is generally better when compared to conventional DSC [229]. During the same experiment, the characteristics of the melting and crystallization peaks of the solid mPCM material during the heating and cooling phases were also evaluated.

In practice, a preliminary C_p calibration of the calorimeter is achieved over a temperature ranging from -20 to 60°C using a sapphire standard. A low scanning rate of $0.5^\circ\text{C}/\text{min}$ was used for this calibration and the subsequent analyses to ensure thermal equilibrium conditions were obtained within each sample [230], and the temperature modulation was set at $\pm 1^\circ\text{C}$ with a period of 120 s, as advised by the manufacturer's instructions provided with the DSC apparatus [231].

Each sample of solid mPCM material was then subjected to 2 successive heating/cooling cycles in the temperature range from -20 to 60°C under the same scanning conditions as those used for the calibration. The characteristics of the melting peak (onset, melting point, and latent heat)

were assessed from the heat flow thermogram recorded during the second heating step, whereas the characteristics of the crystallization peak were determined during the second cooling step. Further, the C_p values of the mPCM particles in the solid and liquid states were determined during the second heating step and were taken as the reversing heat capacity values measured at 10 and 50°C , respectively (these two temperatures are located below and above the melting transition of the phase change material). Four samples were analyzed to calculate the mean value and standard deviation of these properties.

II.1.2.3.3 Water accessible porosity and apparent density of hardened PCM mortars

Both the water-accessible porosity and apparent density of the PCM mortars were determined in accordance with the NF P18-459 standard [232]. The experimental protocol was comprised different steps, as summarized in Figure II.2. Specimens with dimensions of $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ were first cut into smaller samples ($2 \times 2 \times 4 \text{ cm}^3$), placed in a desiccator under vacuum for 4 h, and then imbibed in water for 72 h until saturated. At this stage, the water-saturated samples were weighed in air and water using a hydrostatic balance system. The same specimens were then conditioned in an oven at 105°C and their mass loss was monitored every day until it was stabilized, which made it possible to determine their dry mass. Finally, the water-accessible porosity (ε in %) and apparent density (ρ_d in kg m^{-3}) were calculated using the following expressions:

$$\varepsilon (\%) = \frac{M_{s_{air}} - M_{dry}}{M_{s_{air}} - M_{s_{water}}} \times 100 \quad \text{II.2}$$

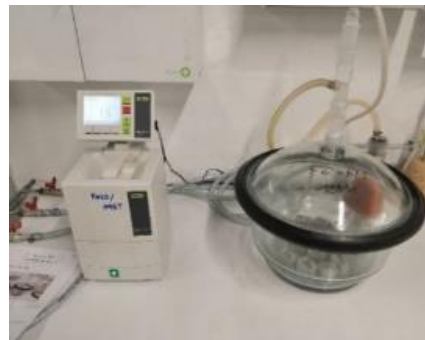
$$\rho_d = \frac{M_{dry}}{M_{s_{air}} - M_{s_{water}}} \times \rho_{water} \quad \text{II.3}$$

where $M_{s_{air}}$ and $M_{s_{water}}$ are the mass of the water-saturated sample measured in air and water (g), respectively; M_{dry} is the mass of the dry sample (g); and ρ_{water} is the density of water (kg m^{-3}).

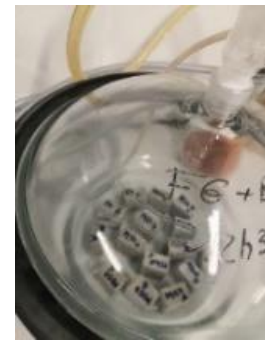
For each mortar composition, the mean values and standard deviations were determined from three samples.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

Figure II.2. Experimental protocol used to determine the water accessible porosity and apparent density based on the NF P 18-459 standard: (a) $2 \times 2 \times 4$ cm³ mortar samples, (b) conditioning under vacuum, (c) imbibition with water, (d) hydrostatic weighing, and (e) drying in an oven at 105°C .

II.1.2.3.4 Microstructural observations using scanning electron microscopy (SEM)

SEM characterization was performed using a QUANTA 400 microscope (FEI Company, Hillsboro, OR, USA) operated at an electron voltage of 20 kV under low vacuum. Qualitative observations were conducted on the ME29D dispersion after the evaporation of water to visualize the size of the mPCM particles. The fractured surfaces of the samples of the different PCM mortars aged for 28 d were also observed. To obtain the fractured surfaces, mortar samples with dimensions of $4 \times 4 \times 8$ cm³ were broken into small pieces using a hammer. The surfaces did not undergo any metallization or specific treatment prior to the SEM observations.

SEM images were collected in both secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) mode, the former providing information on the topography of the analyzed surface and the latter providing a contrast based on the chemical composition.

II.1.2.3.5 Thermogravimetric analysis (TGA)

TGA was also performed on samples of the solid mPCM material (obtained by the evaporation of water from the liquid ME29D dispersion) and on the fine powders of the various PCM mortars (obtained by grinding a small amount of the mortar samples and sieving the resulting powder below 315 μ m). The mass loss was monitored while applying a temperature ramp to the samples to identify the degradation point of the organic/mineral components and hence, collect information on the structure and composition of the analyzed materials. Simultaneous thermal differential analysis (STDA) was also performed on the same sample to facilitate the detection of decomposition phenomena specific to the organic components, which can be identified as exothermic peaks in the STDA curves.

The experiments were performed using an STA 409 apparatus (NETZSCH Company, Selb, Germany). The protocol involved increasing the temperature from 25 to 1250°C at a heating rate of 10°C min⁻¹ under an air environment (80 mL min⁻¹). Three tests were conducted for each sample.

II.1.2.3.6 Mechanical characterization of the hardened PCM mortars

The mechanical properties of the hardened PCM mortars were assessed after 28 d, according to the EN 196-1 standard [226] using a Pilot Pro press from Controls S.p.a. (Milano, Italy) with a load capacity of 300 kN.

In the first step, 3-point bending tests were performed on the samples with dimensions of $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ (six specimens per mortar sample) to determine the flexural strength, as shown in Figure 3a. After breakage, the 12 half specimens were retrieved and subjected to compression tests to evaluate their compressive strength (Figure II.3b and II.3c).

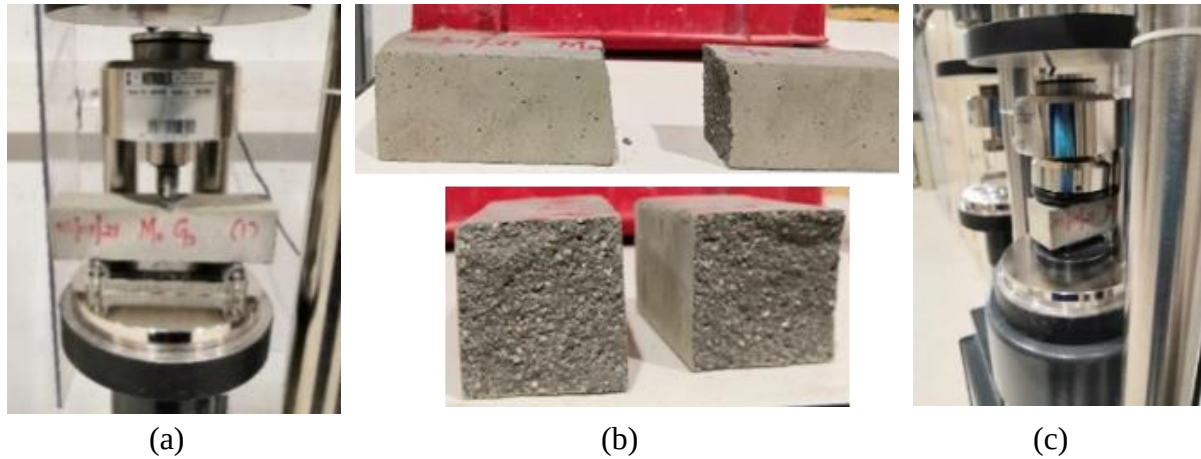


Figure II.3. Mechanical characterization of the PCM mortars: (a) 3-point bending test, (b) fractured mortar samples after the bending test, and (c) compression test on the half specimens.

II.1.2.3.7 Characterization of the thermophysical properties

The thermophysical properties of the solid mPCM material (solid disks with diameters of 68 mm and thickness of $\sim 5 \text{ mm}$ obtained by drying fixed volumes of the ME29D dispersion in aluminum cups), and the various PCM mortars (with dimensions of $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$) were determined using the hot disk (HD) method. A TPS 2500 S device from the Hot Disk Company (Gothenburg, Sweden) comprising a sensor connected to a thermal constant analyzer was used. The sensor was a “Kapton insulated” model (ref 5501) from Hot Disk® and had a radius of 6.4 mm.

The HD technique relies on the theory of a transient plane source, as specified by the ISO 22007-2 standard [233]. It uses a sensor element in the shape of a double spiral, which is placed between two samples of the same material (solid mPCM or mortar specimens) and can be considered infinite in all directions with respect to the sensor. The latter acts as both as a heat source to increase the temperature of the sample and as a “resistance thermometer” to record the time-dependent increase in temperature. Such a device (Figure 4) enables the simultaneous rapid, accurate, and nondestructive evaluation of the thermal conductivity (λ in $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$), thermal diffusivity (α in $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$), and volumetric heat capacity of the sample ($\rho \cdot C_p$ in $\text{J m}^{-3} \text{K}^{-1}$).

The thermophysical properties of porous building materials can be dependent on several factors, such as the temperature and moisture content of the sample. Therefore, it is important to perform the measurements in a controlled environment. In our case, the samples were preliminary conditioned for at least one week at 20°C and 50% RH in a climate chamber to reach an equilibrium state prior to characterization. Subsequently, the entire experimental setup (sensor placed between the two samples) was placed in the climate chamber to control both the temperature and RH conditions during the measurements (Figure II.4).

Furthermore, the mPCMs have a melting point of ~29°C and consequently, the thermophysical properties of PCM mortars may be affected by phase change phenomenon over a large range of temperature around this transition point. Therefore, HD measurements were performed over a large temperature range from 10 to 50°C. Further, a constant 50% RH was used in the climate chamber to prevent any variation in the moisture content of the samples during the measurements.

Finally, for a given experimental configuration (i.e., a given type of material and fixed temperature and RH conditions), the manufacturer of the HD instrument recommends determining the thermal properties (λ , α , and $\rho \cdot C_p$) of the analyzed sample from a single measurement and specified that the accuracy and reproducibility of this measurement are better than 5 and 1%, respectively (as evaluated from a series of repeated tests on standard materials) [234]. In the present study, single measurements were performed in the case of the solid mPCM sample and a maximum level of uncertainty of 5% was considered in accordance with the manufacturer's specifications. The experimental values of the PCM mortars were averaged over three repeated measurements, and the uncertainties were based on the calculated standard deviations. Overall, it was found that they were below the uncertainty level of 5% claimed by the manufacturer.

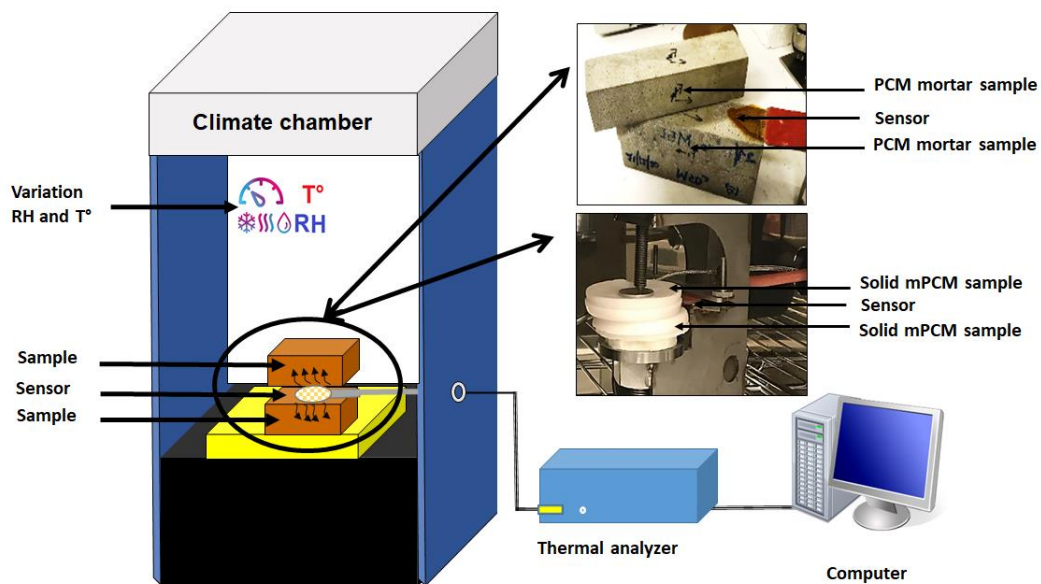


Figure II.4. Schematic representation of the hot disk setup used to measure the thermophysical properties of the solid mPCM samples and PCM mortars under controlled temperature and RH conditions.

II.1.3 Results and discussion

II.1.3.1 Preliminary characterization of the mPCM dispersion

A preliminary characterization of the ME29D dispersion was performed to assess the particle size distribution and thermal properties of the microencapsulated PCM particles. This first set of experiments was considered necessary because most studies in the literature focus on the incorporation of dry mPCM powder systems in cement mortars, whereas the characteristics of liquid mPCM dispersions are much less documented.

II.1.3.1.1 Particle size distribution

Figure II.5 shows the particle size distribution of mPCM in the ME29D dispersion, as determined by wet laser diffraction analysis. The distribution curve according to volume (Figure 5a) shows that the dispersion was mainly composed of fine particles with sizes $<10\text{ }\mu\text{m}$ (the maximum volume percentage was observed for a particle size of $\sim 7\text{ }\mu\text{m}$). However, one can also observe a small amount of larger-sized particles with diameters of up to $100\text{ }\mu\text{m}$.

The cumulative distribution curve (Figure II.5.b) shows that the median particle size (D50) is $6.7\text{ }\mu\text{m}$, and 90% of the particles have diameters of $<16.4\text{ }\mu\text{m}$ (D90). These features demonstrate that the ME29D dispersion was mainly composed of fine mPCM particles. This may influence the incorporation of mPCMs into cement mortar because it may affect the microstructure of the system.

Figure II.6 shows the SEM images of the ME29D dispersion after evaporation of the water content. These observations confirm the previous results regarding the particle size distribution and show that the mPCM particles exhibit a spherical shape. In addition, some agglomerated particles were detected, which were probably formed via coalescence during the evaporation of water from the analyzed sample.

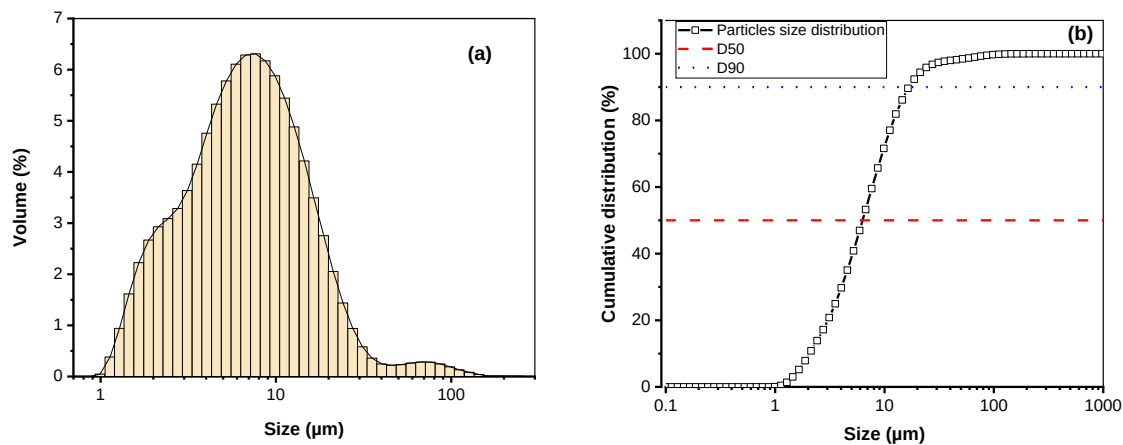


Figure II.5. Particle size distribution of the ME29D dispersion as determined by wet laser diffraction analysis: Particle size distribution curves by (a) volume and (b) cumulated volume.

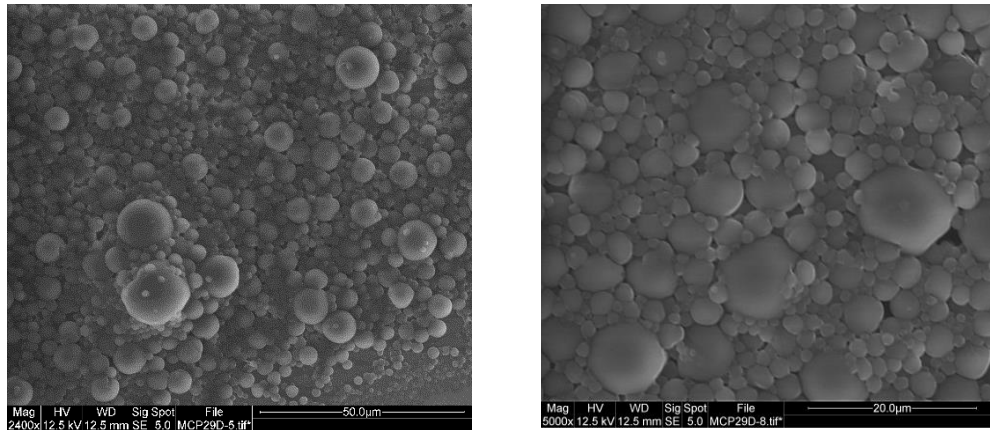


Figure II.6. SEM images obtained at different magnifications of the microencapsulated PCM particles contained in the ME29D dispersion (after the evaporation of water).

II.1.3.1.2 DSC characterization of the mPCM particles

The solid mPCM material was analyzed using DSC (see protocol in Section 2.3.2). Figure II.7 presents the typical heat flow thermograms collected during the heating/cooling steps, which display the melting and crystallization peaks of the mPCM particles. The characteristics of these peaks (averaged over four repeated tests) are listed in Table 3.

The melting and crystallization points were observed at ~ 28 and $\sim 22^\circ\text{C}$, respectively, and the latent heats of melting/crystallization were ~ 172 and 169 J g^{-1} . These values were consistent with the manufacturer's data [29]. Further, one can notice that the overall temperature range covered by both the melting and crystallization transformations of the PCM compound was rather large (between 12 and 31°C). This confirms that the thermal properties of the mPCM particles vary significantly in this domain and justified the fact that HD measurements on PCM mortars should be conducted over a large temperature range.

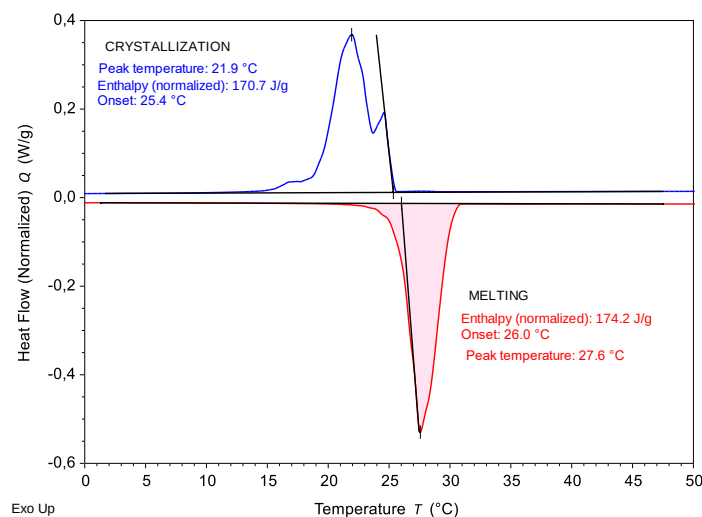


Figure II.7 Typical DSC thermograms (heat flow versus temperature) obtained over the heating/cooling steps at a rate of $0.5^\circ\text{C min}^{-1}$ for the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion).

Table II.3. Characteristics of the melting and crystallization peaks of the mPCM particles, as determined by DSC at a rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$.

Properties		Mean value	Standard deviation
Characteristics of the melting peak	Latent heat of melting (J g^{-1})	172.5	2.7
	Onset ($^{\circ}\text{C}$)	26.0	0.2
	Peak maximum ($^{\circ}\text{C}$)	27.8	0.2
Characteristics of the crystallization peak	Latent heat of crystallization (J g^{-1})	169.1	2.4
	Onset ($^{\circ}\text{C}$)	25.3	0.1
	Peak maximum ($^{\circ}\text{C}$)	21.8	0.2

Figure II.8 shows the typical reversing heat capacity as a function of temperature for the mPCM particles obtained at a heating rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$. From this thermogram, the specific heat capacities (C_p) of the mPCMs in the solid and liquid phases could be determined. The latter were identified at temperatures of 10 and 50°C , respectively (these temperatures were arbitrarily chosen below and above the temperature range covered by both the crystallization/melting peaks). The average values obtained upon four repeated tests were $C_{p-sol} = 1.63 \pm 0.13 \text{ J g}^{-1}\text{C}^{-1}$ in the solid phase at 10°C and $C_{p-liq} = 2.05 \pm 0.15 \text{ J g}^{-1}\text{C}^{-1}$ in the liquid phase at 50°C . These values are very similar to those reported in the literature for pure paraffin waxes, such as nonadecane [96].

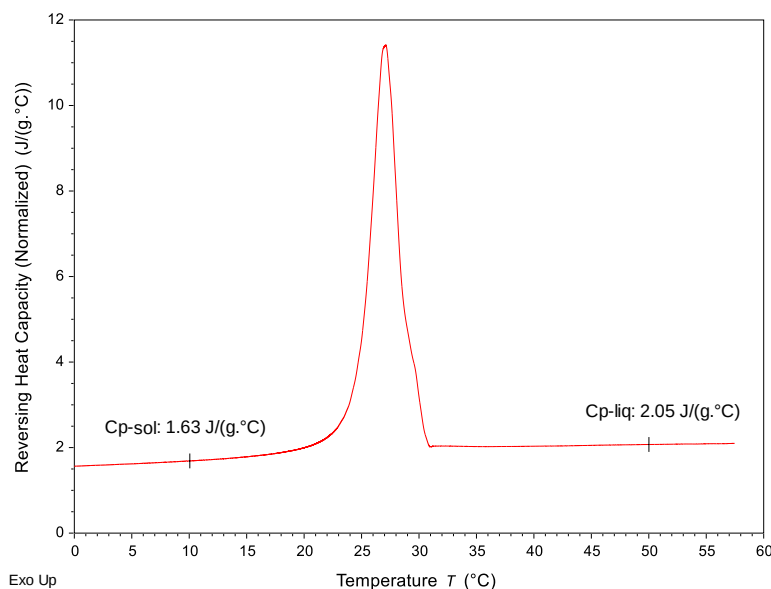


Figure II.8. Typical thermogram (reversing heat capacity versus temperature) of the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion) obtained at a scanning rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$.

Complementary TGA was conducted to evaluate the degradation behavior of the mPCM particles at high temperature (see protocol in II.1.2.3.5). Figure II.9 shows the evolution of the

sample mass versus temperature, as well as the DTG and SDTA curves. Different events were detected in these curves.

- The first weight loss (and hence the first degradation) began at $\sim 210^{\circ}\text{C}$, which was consistent the flash point reported in the datasheet of the CrodaTherm ME29 product.
- The weight loss in the range of $210\text{--}260^{\circ}\text{C}$ (also characterized by shoulder 1 in both the DTG and SDTA curves) may be attributed to the decomposition of the acrylic shell of the mPCM particles.
- The most important weight loss was observed in the range of $260\text{--}400^{\circ}\text{C}$, which was related to the decomposition of the bio-based PCM core of the particles. This degradation was also reflected by the large exothermic peak observed in the SDTA curve. Furthermore, two separate peaks were visible in the DTG curve in this temperature range (peak 2 at 312°C and peak 3 at 360°C), suggesting that the core PCM material is a two-component mixture.
- Finally, a slight weight loss was observed between 410 and 520°C (associated with peak 4 in both the DTG and SDTA curves), which may be attributed to the degradation of the additives used in the microencapsulation process, such as the surfactant used to stabilize the oil/water emulsion [15] and highly cross-linked phase in the polymer shell [235].

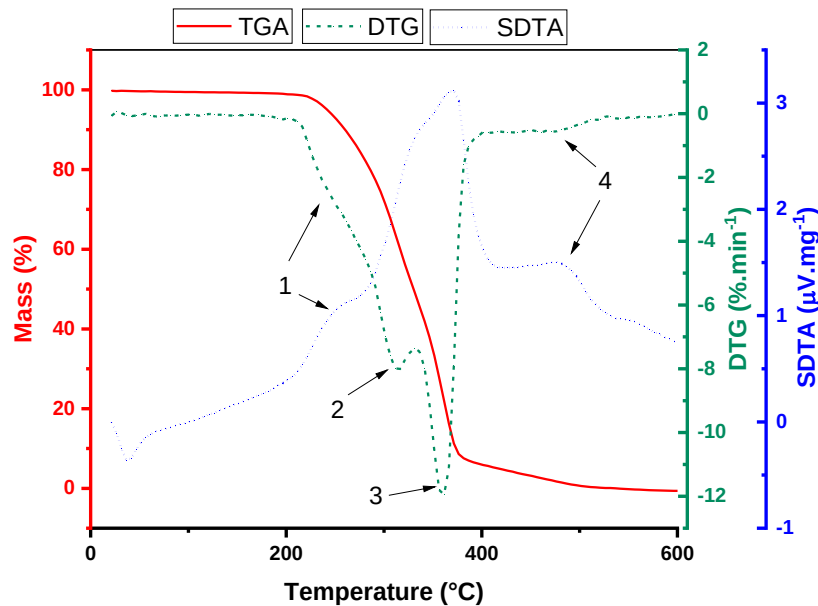


Figure II.9. Typical TGA, DTG, and STDA curves recorded at $10^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ under an air atmosphere for the mPCM particles (after evaporation of water from the ME29D dispersion).

II.1.3.1.3 Thermophysical properties of the microencapsulated PCMs

The thermophysical properties of the solid mPCM material were determined using the HD technique (see II.1.2.3.7.) at 50% RH and over a temperature range from 5 to 50°C to cover the entire phase change domain.

Figure II.10 shows the evolution of the thermal conductivity (λ) and thermal diffusivity (α) as a function of temperature. The error bars correspond to an uncertainty of 5% in the experimental data, as stated by the manufacturer of the HD instrument.

For both properties, the experimental values initially appear to linearly decrease when the temperature was increased from 5 to 15°C, at which the PCM core was in its solid state. A sharp decrease was then observed in the temperature range between 15 and 30°C, at which the solid–liquid transition of the PCM core occurred. Notably, the system was not at equilibrium in this temperature range; hence, the experimental values provide a general trend but should be considered with caution. Finally, both the thermal conductivity and diffusivity were almost constant in the liquid phase at temperatures between 30 and 50°C.

These overall trends are similar to those observed in the literature for pure paraffin wax [96,236]. The thermal conductivities measured in the solid state (0.25–0.35 W m⁻¹ K⁻¹) and liquid state (~0.19 W m⁻¹ K⁻¹) were also consistent with the typical data reported for paraffin wax. The sharp decrease in the thermal conductivity and diffusivity observed near the melting temperature can be attributed to the change in the density of the PCM core, which is a typical first-order phase transition [237].

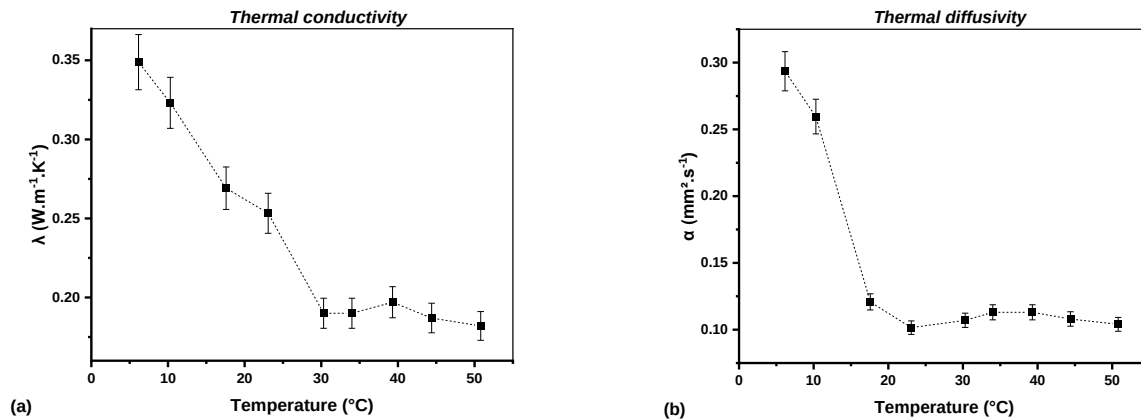


Figure II.10. Evolution curves of the (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity obtained for the mPCM particles as a function of temperature.

Figure II.11 shows the evolution of the volumetric heat capacity ($\rho.C_p$) as a function of temperature for the mPCM particles. A peak was observed in the temperature range of 15–30°C, relating to the melting transition of the PCM core. Furthermore, $\rho.C_p$ appears to stabilize in the liquid state (above 35°C), which was ~40% higher than those obtained in the solid state (at 10°C).

Finally, the specific heat capacity (C_p) of the material in the solid/liquid state can be estimated by considering that the density of the mPCM particles was 870 kg m^{-3} , as reported by the manufacturer. The values were determined to be 1.43 and $2.02 \text{ J g}^{-1}\text{°C}^{-1}$ at 10 and 50°C , respectively, which were of the same order of magnitude as the C_{p-sol} and C_{p-liq} values previously measured using DSC.

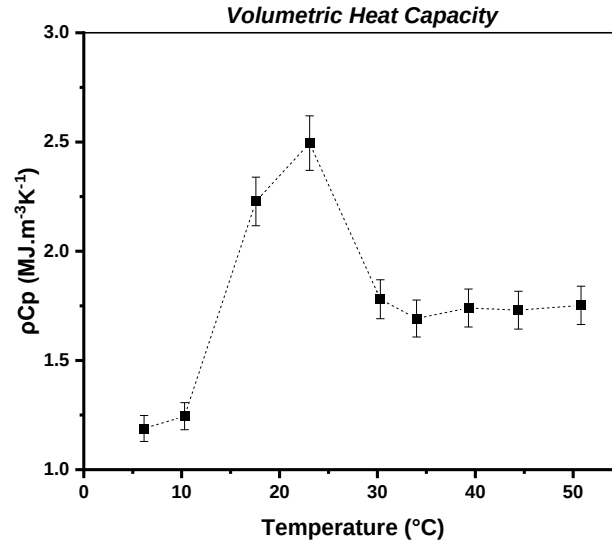


Figure II.11. Evolution of the volumetric heat capacity of the mPCM particles with temperature.

II.1.3.2 Experimental investigations on PCM mortars

This section is dedicated to our experimental investigations on PCM mortars. A characterization study was first conducted to assess the effect of the mPCM content on the microstructure of the hardened mortars (i.e., the distribution of the mPCM particles in the volume of the specimens, the integrity of the mPCM particles, and induced porosity). The mechanical properties of the PCM mortars were then determined and analyzed in light of the previous microstructural aspects. In the last stage, the thermal properties of the various mortars were collected using the HD technique with the aim of identifying a PCM mortar composition suitable for building applications that combines both enhanced energetic performance and a limited drop in its mechanical properties.

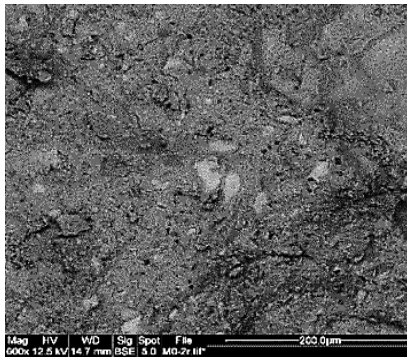
II.1.3.2.1 Microstructural characterization

II.1.3.2.1.1 SEM observations

Figure II.12 presents the SEM images collected in backscattered electron mode (BSE), which display the microstructure of the different PCM mortar samples. The images obtained at three different magnifications ($\times 600$, $\times 1200$, and $\times 5000$) are provided for each type of material.

For the M0 reference mortar (Figure II.12a to II.12a''), one can observe a compact microstructure with a limited apparent porosity. Due to the chemical contrast offered by the

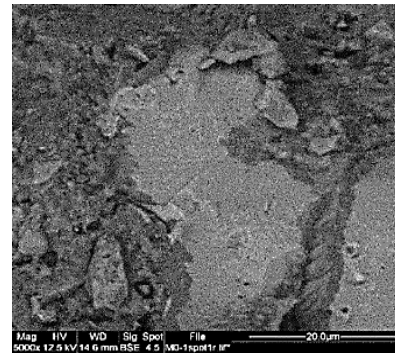
BSE images, a few light gray inclusions were detected, which correspond to anhydrous cement grains. This suggests that the hydration reaction was still incomplete after curing for 28 d.



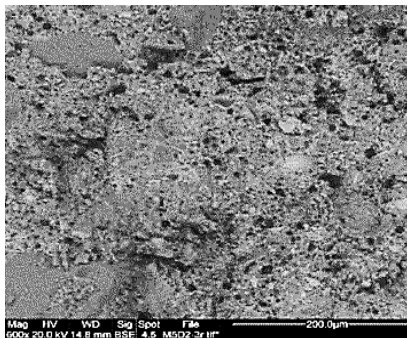
(a)



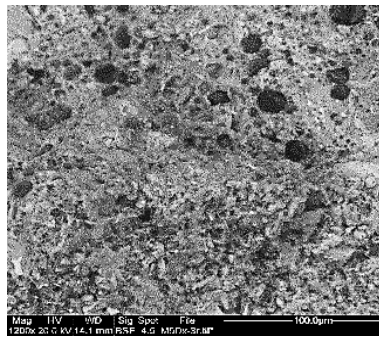
(a')



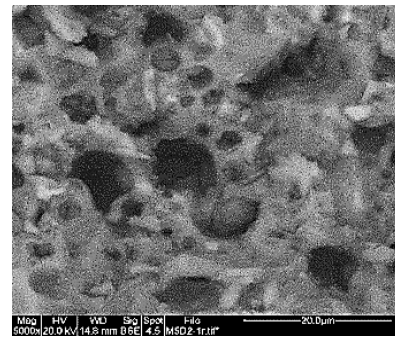
(a'')



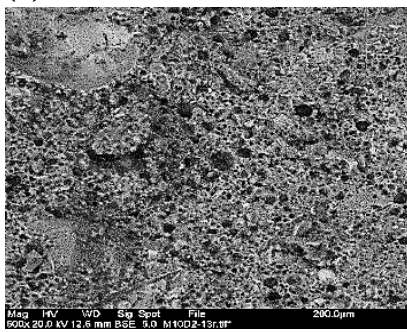
(b)



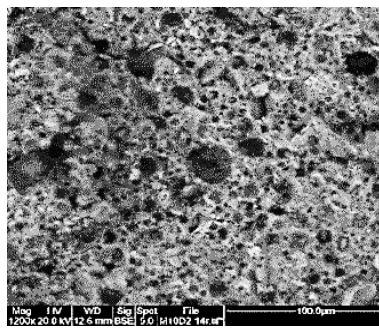
(b')



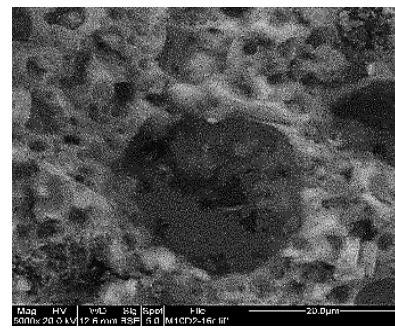
(b'')



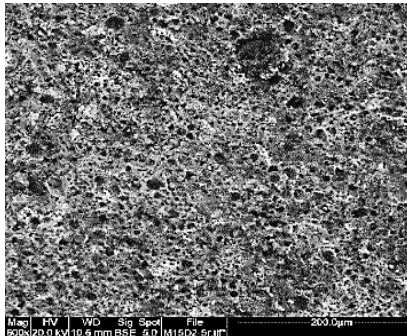
(c)



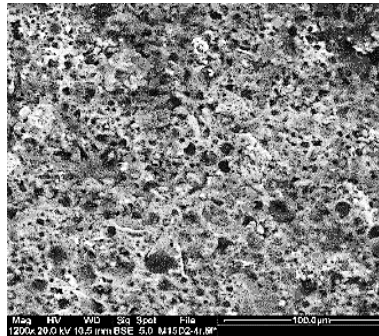
(c')



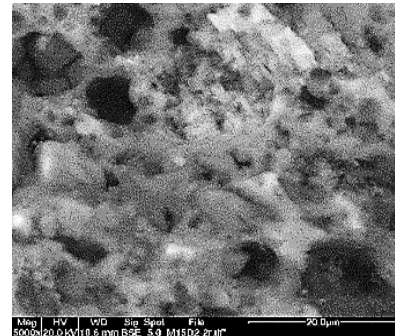
(c'')



(d)



(d')



(d'')

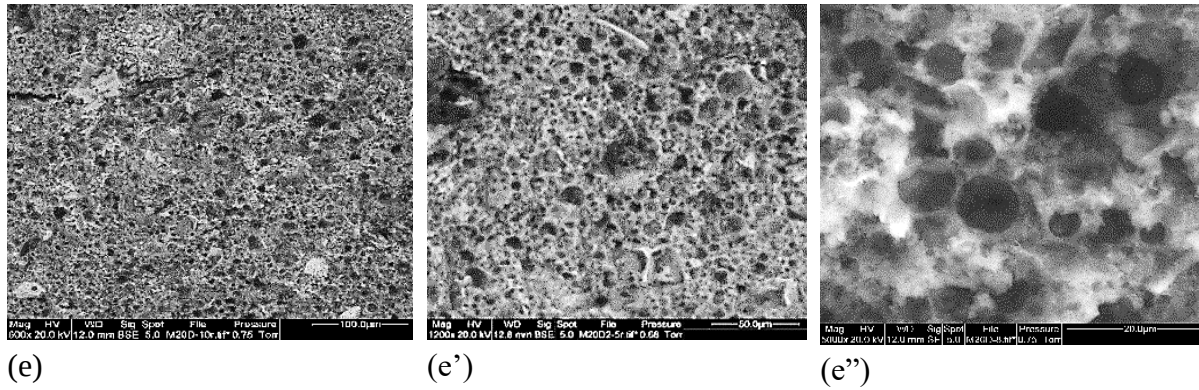


Figure II.12. SEM images obtained in BSE mode showing the microstructure of the various PCM mortars at different magnifications: (a) to (a'') M0, (b) to (b'') M5D, (c) to (c'') M10D, (d) to (d'') M15D, and (e) to (e'') M20D.

The microstructures of the mortars becomes much more porous upon the addition of the mPCM particles, which was consistent with many studies reported in the literature [70,238]. With increasing PCM content, the SEM images reveal a growing density of small cavities uniformly distributed in the material. Most of these cavities are filled with individual mPCM particles (appearing in black due to the chemical contrast in the BSE images), whereas some other cavities only contain occluded air. This increased porosity results from both the excess water added to control the workability of the fresh mortar mixes and the air entrapped during the incorporation of the mPCM particles.

At higher magnification (i.e., Figure II.12c'' and II.12e''), it was also observed that the mPCM particles in the mortar samples still exhibit a regular spherical shape, suggesting that they were not significantly damaged during the mixing/sample casting process and that the integrity of the acrylic shell was preserved.

These observations confirm that the protocol adopted for the fabrication of the mortar specimens, in which the liquid mPCM dispersion was added at an early stage in the mixing process, enables the formation of mortar microstructures with uniformly distributed and globally intact mPCM particles. This is a significant improvement over the mixing protocol used by Snoek et al. [77], in which the liquid PCM dispersion was introduced at a later stage and resulted in a very heterogeneous microstructure. It is also worth noting that liquid dispersions of mPCM particles with thicker acrylic shells are currently under development (for instance, by Croda Company), which should further increase the resistance of the microcapsules against mechanical deterioration during the mixing phase.

II.1.3.2.1.2 Thermogravimetric analysis (TGA)

TGA was also conducted on the hardened PCM mortar samples after 28 d, according to the protocol detailed in Section II.1.2.3.5.

Figure II.13 shows the typical evolution of the sample mass after heating at $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$, while Figure II.14 displays the DTG curves. These curves reveal several degradation phases that are dependent on the mortar composition.

Regarding the M0 reference mortar, three distinct phases were detected, which are characteristic of the products formed by the hydration reactions between the OPC/CSA cements and water [15,17,20]:

- The first weight loss step was observed in the temperature range of 30 to 130°C (associated with peak A in the DTG curve). This was attributed to the evaporation of capillary free water and the loss of water bound to the ettringite hydrates.
- The weight loss between 130–400°C was attributed to the loss of water bound to the hydrated calcium silicates (CSH). In particular, shoulder B observed in the DTG curve between 160 and 240°C was related to the dehydration of calcium monocarboaluminate (AFm).
- The mass loss in the range of 400–540°C and peak C observed in the DTG curve correspond to the dehydroxylation of the calcium hydroxide phase (portlandite Ca(OH)_2).
- Finally, the weight loss between 600 and 800°C (and peak D in the DTG curve) results from the decarbonation of calcium carbonate.

In regard the PCM mortars, the following remarks can be made:

- The TGA curves show that the total weight loss at 900°C was significantly higher than that of the M0 reference mortar and that this gap increases with the mPCM content. The higher mass loss can be attributed to the degradation of mPCM particles, and the excess water added during sample fabrication used to maintain the level of the workability (see section II.1.2.2), which remains bound to the cement hydrates.
- The DTG curves of the PCM mortars show the same degradation peaks previously observed for the M0 reference mortar, and hence, the same cement hydrates were present (ettringite, AFm, portlandite, calcium carbonate). Notably, that the amplitude of peak D was much higher than that observed for the M0 sample, suggesting the presence of a higher amount of calcium carbonate. This effect may result from the higher porosity (as evidenced by SEM), which makes the PCM mortars more vulnerable to carbonation [94].

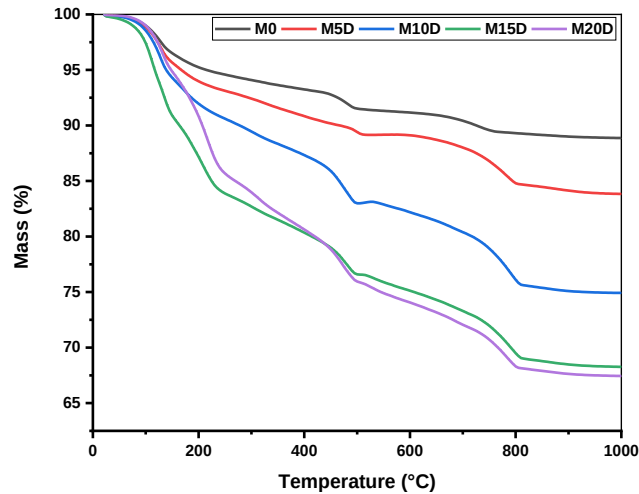


Figure II.13. Typical TGA curves collected at a heating rate of $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ for the various PCM mortars studied.

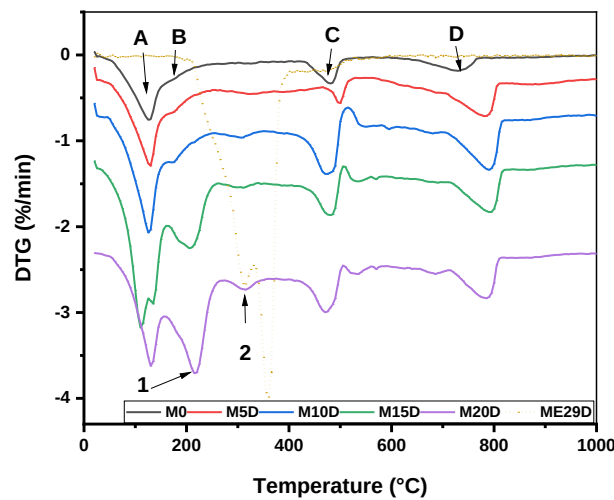


Figure II.14. Typical DTG curves (first derivative signals) obtained for the various PCM mortars. The DTG curve obtained for the mPCM particles is superimposed for comparison (dotted line, labelled ME29D).

- The DTG curves indicate the presence of two new peaks that were not detected in the M0 reference mortar (peak 1 at 210°C and peak 2 at 360°C , Figure 14). A comparison with the DTG curve obtained for the mPCM particles (dotted line) shows that these peaks correspond to the decomposition of the acrylic shell and PCM core of the microcapsules, respectively, as previously discussed in Section 3.1.2.
- The situation is more complex in the temperature range of $400\text{--}550^{\circ}\text{C}$, where the PCM mortars exhibit higher weight losses when compared to the M0 reference sample (Figure II.13). The shape and amplitude of the DTG peak C were also significantly altered in the PCM mortars (Figure II.14), indicating that this peak incorporates both the dehydroxylation of portlandite and the decomposition of an organic component in the

mPCM particles (most likely the surfactant or a cross-linked component of the shell, as discussed in Section 3.1.2). In addition, several authors have suggested that mPCM particles interfere with the hydration process of PCM mortars, which may explain the TGA/DTG results observed in this temperature range. Aguayo et al. reported that small mPCM particles (micron size) act as nucleation sites for the formation of portlandite and become surrounded by a hydrate layer [235]. Sharma et al. reported that the higher mass loss of PCM mortars in the range 400–550°C may also result from a physical cross-linking process between the paraffin wax that leaked from some damaged microcapsules and portlandite [239], but the breakage/leakage of the mPCM particles was not confirmed by SEM in the present work. Further analysis of the percentage of the hydration products was not possible because of the overlap of the portlandite hydroxylation and mPCM decomposition processes on the TGA curves. Complementary investigations may be conducted using X-ray diffraction (XRD) to obtain more information regarding the quantification of cement hydrates, but this is beyond the scope of the present paper.

II.1.3.2.1.3 Apparent density and water accessible porosity

Figure II.15a and II.15b provide the mean values of the apparent density and water accessible porosity obtained for the various PCM mortars according to the NF P18-459 standard (see the protocol in section II.1.2.3.3). These experimental data were also plotted as a function of the effective volume content of the mPCMs, as shown in Figure II.16.

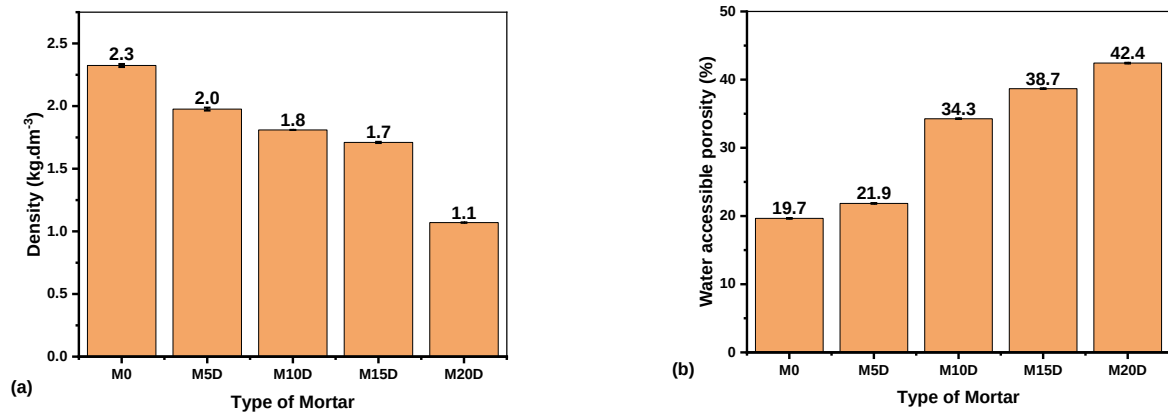


Figure II.15. Mean values of the (a) apparent density and (b) water accessible porosity of the various PCM mortar compositions according to the NF P18-459 standard.

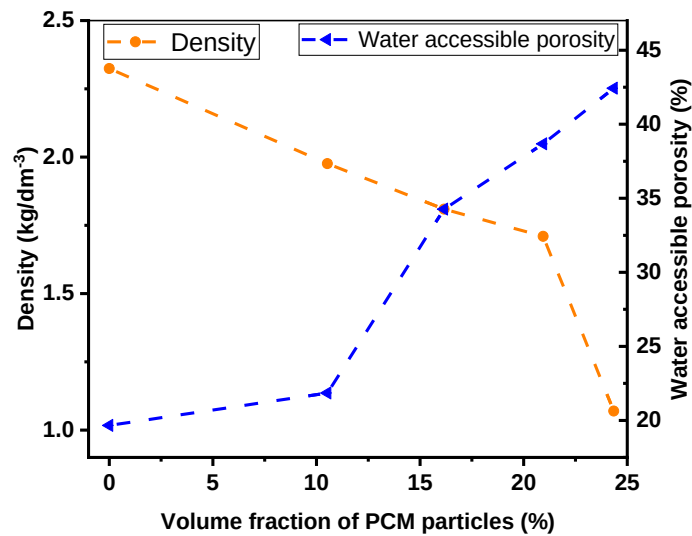


Figure II.16. Evolution of the apparent density and water accessible porosity of the PCM mortars as a function of the volume fraction of the mPCM particles.

The apparent density of the mortars decreases as the volume content of the mPCMs increases. This evolution shows a linear trend for mPCM contents in the range of 0–20 vol.%, whereas a sharper drop in the density was observed at higher dosages.

In addition, a substantial increase in the water-accessible porosity of the mortars was observed with the mPCM content, especially at dosages >10 vol.%. This result was consistent with the increase in porosity previously confirmed using SEM (Section II.1.3.2.1.1) and was in agreement with the density evolution. This was also consistent with the hydrate composition of the mortars determined using TGA; higher quantities of calcium carbonate were detected at high mPCM dosages, which may be related to the increased porosity of the PCM mortars that favors the carbonation process.

Similar results have been reported in the literature. For instance, Fenollera et al. reported a decrease in the density of mortar of ~1.1% for every 5 wt.% of PCM added [68]. Cunha et al. found that the incorporation of 20% PCM (by mass of cement) results in a ~16% decrease in the mortar density [79]. Such an evolution of density can be assigned to multiple factors [76,82]:

- mPCM particles have a lower density than other mineral components in the mortar. As some of these constituents are replaced, the overall density of the mortar decreases.
- The introduction of mPCMs also alters the granular distribution of the mortar and hence, modifies the packing density.
- The porosity of the PCM mortars increases with the mPCM content, which also contributes to the decrease in density. This increased porosity results from the air entrapped during the incorporation of the mPCM particles and the excess water added to control the workability of the fresh mortar mix.

II.1.3.2.1.4 Mechanical properties

Figure II.17 provides the mean values of the flexural and compressive strengths obtained for the various PCM mortars after 28 d based on a series of 6 and 12 repeated tests, respectively (see experimental protocol in section II.1.2.3.6). The error bars derived from the standard deviations are also displayed. Figure II.18 shows the experimental data plotted as a function of the volume content of the mPCM particles in the mortar samples.

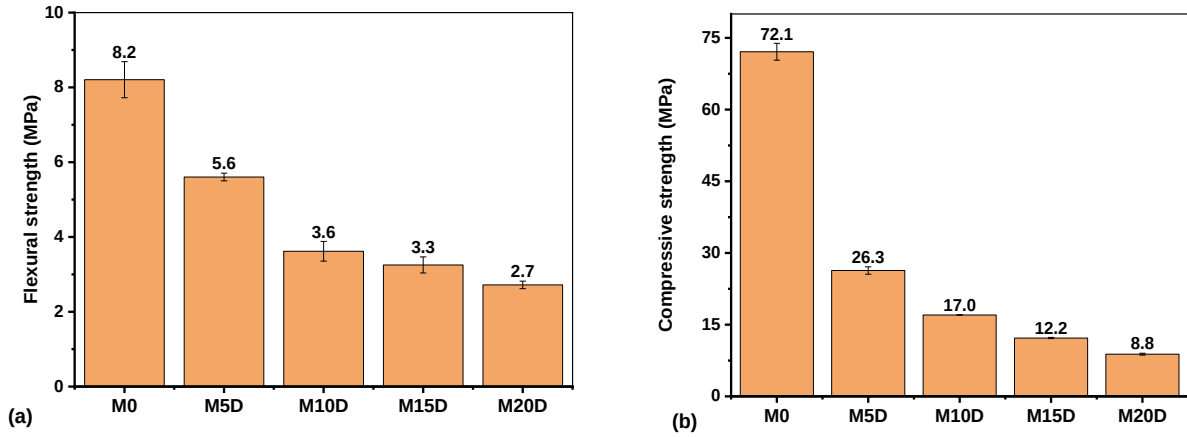


Figure II.17. Mechanical properties of the various PCM mortars: The mean values of the (a) flexural and (b) compressive strength.

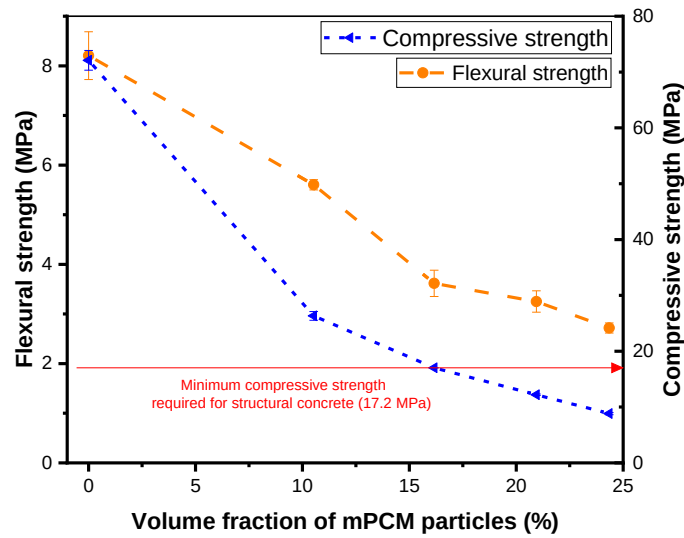


Figure II.18. Evolution of the flexural and compressive strength of the PCM mortars as a function of the volume fraction of mPCM particles.

The M0 reference mortar exhibits high-strength characteristics when compared to conventional cement mortars used in construction. This may be attributed to both the low W/C ratio in this reference mix (0.35) and the characteristics of the sand used in the mix (standard sand with

controlled granular distribution and very low moisture content). Notably, the same order of compressive strength was obtained by Khalil et al. for M0 mortar [224,225].

Overall, the experimental data highlight significant decreases in both the flexural and compressive strengths of the mortar samples upon the addition of the mPCMs (Figure II.18). Furthermore, the compressive strength was the most affected among the two properties; the addition of 10.5 vol.% mPCMs in the mortar (corresponding to ~4.5 wt.%) induces a strength reduction of 64% from 72 to 26.3 MPa.

Although the use of a liquid mPCM dispersion has made it possible to obtain PCM mortars with a homogeneous microstructure (fine mPCM particles uniformly distributed within the cement matrix), a deterioration in the mechanical properties was still observed when compared to the neat mortar. This trend was similar to that reported in the literature for PCM composites prepared using mPCM powders [69,70,76,81,82,89]. Indeed, Berardi et al. analyzed the results of numerous studies in their review and concluded that the average decrease in the compressive strength of PCM-concrete specimens containing >3 wt.% mPCMs was generally >40% higher than the original value [73]. However, several authors [70,76] have reported mortars with mPCMs contents up to 5 wt.% that retain a compressive strength suitable for structural applications.

In the present work, the observed degradation in the mechanical performance of PCM mortars can be explained by several factors, which is in agreement with the conclusions of other authors [70,81,82]: i) mPCM particles exhibit very poor mechanical properties and behave like voids, hence decreasing the mechanical strength of the PCM mortar when compared to neat mortar; ii) the porosity of the mortars increases with the mPCM content due to the excess water added to control the workability and the air entrapped during the mixing process, as shown in the previous sections; iii) the weakness of the bonds between the mPCM particles and the cementitious matrix may also contribute to the loss of strength. Conversely, SEM observations did not reveal any evidence of the breakage of mPCM particles in the PCM mortars and the effect of the leaked PCM on the cement hydration process must be excluded in the present case.

In addition, it is interesting to note that the minimum compressive strength required for structural concrete is 17.2 MPa [73]. Figure II.18 shows that mPCM contents up to ~16 vol.% (equivalent to ~8 wt.%) may be acceptable for structural applications and hence, M0, M5D, and M10D are eligible (see details of the mortar compositions in Table 2). In contrast, for higher mPCM contents, the compressive strength of the PCM mortars does not reach the minimum value, and the material should be considered for filling or coating purposes only (M15D and M20D).

A possible way to improve the mechanical strength of PCM mortars prepared with liquid mPCM dispersions is to reduce the excess water added during the mixing process. Therefore, the total amount of water may be adjusted to maintain the workability of the mortar mixture (slump) above a minimum level (to be defined), instead of maintaining the workability constant at the level of the reference mortar. This alternative method may provide lower porosity and enhance the mechanical performance of the PCM mortars after 28 d.

II.1.3.2.1.5 Thermophysical properties of PCM mortars

The thermophysical properties of the PCM mortars were determined using the hot-disk method according to the protocol detailed in section II.1.2.3.7. Measurements were performed under a controlled environment at 50% RH and various temperatures in the range of 10–45°C to cover the entire domain of the phase transition. In the present study, the experimental values were averaged over three repeated measurements.

Figure II.19.a and II.19.b present the evolution of the thermal conductivity (λ) and thermal diffusivity (α) for the different PCM mortars as a function of temperature, respectively. The errors bars are also displayed on the graphs based on the standard deviations.

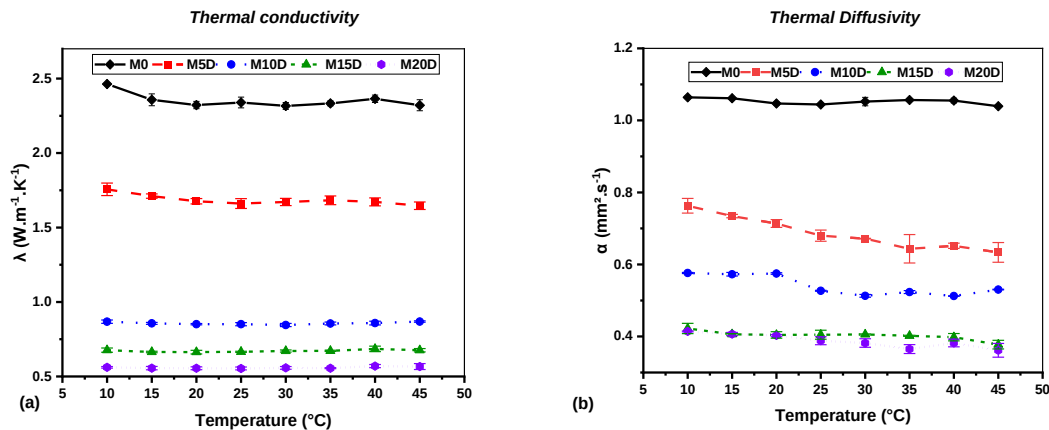


Figure II.19. Evolution of the (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity with temperature for the various PCM mortars.

Several studies have shown that the thermophysical properties of regular cement mortars are highly dependent on the density of the material, and to a lower extent, on the moisture content in the samples [167,240,241]. These studies report typical variation ranges of 1.5–2.7 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ for the thermal conductivity, 0.89–1.26 $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ for the thermal diffusivity, and 0.87–1.04 $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ for the specific heat of the OPC mortars [240]. In addition, Shafigh et al. reported λ and α values of 2.4 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ and 1.03 $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$, respectively for mortar with a density of 2200 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ [240]. These findings are in accordance with those obtained in the present work for the reference mortar sample (M0), which has a density in the same order of 2300 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$; the λ and α values measured at 20°C were 2.32 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ and 1.05 $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$, respectively.

Furthermore, the thermal properties of the M0 reference mortar shows little variation in the temperature range of 10 to 45°C when considering the experimental uncertainties (see Figure II.19), which was also consistent with the literature data [242].

Figure II.19 also shows the substantial decrease in both the thermal conductivity and thermal diffusivity observed upon the introduction of the mPCM particles in the mortar: the curves were roughly shifted downward. When examining the graphs in more detail, it was found that at a given mPCM dosage, both properties slightly decrease in the melting temperature range of the mPCMs (between 20 and 30°C), and the values in the liquid state (>30°C) were lower than

those in the solid state, especially the thermal diffusivity. This trend was consistent with the variations previously observed for the pure mPCM particles (Figure II.10. All these results confirm that the mPCMs significantly modify the thermal properties of the PCM mortars when compared to the M0 reference material.

Specifically, Figure II.20 shows the evolution of the thermal conductivity of the PCM mortars as a function of the volume content of the mPCM particles. The data obtained at 10 and at 45°C are plotted in the graphs (at these temperatures, the PCM core was in its solid and liquid states, respectively).

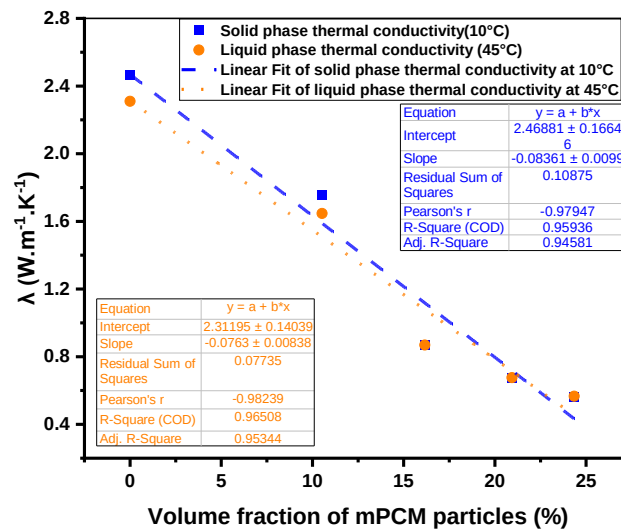


Figure II.20. Evolutions of the thermal conductivity of the PCM mortars as a function of the volume content of mPCM particles in the solid and liquid phase, respectively.

Interestingly, the λ values decrease almost linearly with the mPCM content (the regression lines enclosed in the graph show that the R^2 coefficients were >0.95). Such a linear relationship has also been noted by some other authors for PCM mortars prepared with mPCM powders [69,70,82]. In addition, the experimental data measured in the liquid state at 45°C were slightly lower than those in the solid state, although the difference was very limited. This point remains controversial in the literature because some authors have reported slightly higher thermal conductivities for PCM mortars in the solid state [82], whereas others observed higher values in the liquid state [70,180].

From a quantitative point of view, Figure 20 shows that the addition of 10.5 vol.% mPCMs in the mortar (equivalent to 4.5 wt. %) leads to a ~29% decrease in the thermal conductivity (from 2.46 to 1.75 W m⁻¹ K⁻¹). This was consistent with the previous studies conducted by Dehdezi et al. [89], Hunger et al. [22], and Jayalath et al. [69], which report reductions in thermal conductivity of ~36, ~38, and ~45% upon the addition of 5 wt.% mPCMs into the cement composites when compared to the reference specimens. Furthermore, in the present work the PCM mortar with the highest particle content, i.e., M20D, including 24.3 vol.% of mPCMs (equivalent to 13.6 wt. %), shows a very significant decrease in the thermal conductivity (~77%)

with respect to the neat mortar. Hence, mortars with high mPCM contents may be very suitable for insulation applications.

The decreasing trend in the thermal conductivity/diffusivity of mortars with the mPCM content can be mainly attributed to i) the low conductivity of mPCMs when compared to that of the replaced mineral components and ii) the increased porosity caused by the volume of air entrapped during the incorporation of the mPCM particles [68,69,76,82,89].

Finally, the evolution of the volumetric heat capacity ($\rho.C_p$) of the various PCM mortars as a function of temperature was plotted, as shown in Figure II.21a, and the evolution of the specific heat capacity (C_p) is shown in Figure II.21b (the C_p values were calculated by dividing the volumetric heat capacities by the apparent densities of the PCM mortars previously determined in Section 3.2.1.3).

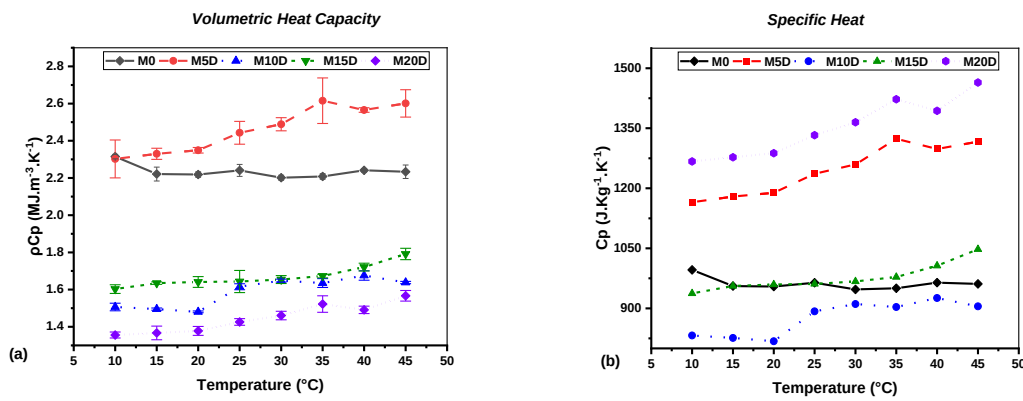


Figure II.21. Evolution of the (a) volumetric heat capacity and (b) specific heat capacity as a function of temperature for the various PCM mortars.

Overall, the volumetric heat capacity of the mortar samples tends to decrease upon the addition of the mPCMs as the curves shift downward (except for mortar M5D). This can be mainly attributed to the decreasing density of the mortars upon increasing the mPCM dosage [76]. In addition, the $\rho.C_p$ value seems to be slightly higher in the liquid state than in the solid state for a given mortar formulation, which was in agreement with the behavior observed for the pure mPCM particles presented in section II.1.3.1.2.

The decrease in the $\rho.C_p$ values of the PCM mortars compared to the reference material does not support the conclusions of other authors who reported significant improvements in the thermal mass of mortars upon the addition of mPCMs based on DSC measurements [69,70,76]. According to these authors, such an improvement was mainly effective in the temperature range of the phase change transition, where the peak of the thermal mass was observed for the PCM mortars. This effect was not observed in this study, as shown in Figure II.21. However, the $\rho.C_p$ values provided by the HD technique in the melting temperature range should be considered with caution because the system is not in a steady-state and the HD apparatus was pushed to its limits. Therefore, no clear conclusions can be drawn from the present measurements.

II.1.4 Conclusions

In this study, the mechanical and thermophysical properties of cement mortars with different dosages of mPCMs are investigated. The major innovations of this work rely on the use of a liquid dispersion of fine mPCM particles instead of the usual dry powders of agglomerated mPCM particles, and the fact that this product is 100% bio-based, makes it suitable for the development of TES systems with a reduced environmental footprint.

In the first part of this study, a specific protocol was proposed for the fabrication of mortar samples with a high mPCM content. The liquid mPCM dispersion was incorporated at an early stage of the mixing process, and the total amount of water was adjusted to maintain the constant workability of the fresh mortar mix (as evaluated by slump tests). In general, the water demand increased significantly with the addition of the mPCMs.

Microstructural characterization studies were performed on the various hardened PCM mortars. SEM showed that the mPCM particles were finely and homogeneously distributed in the material, and no signs of breakage/leakage of the mPCM particles were detected. The addition of mPCMs resulted in the lower density and increased water accessible porosity of the mortars, which can be attributed to both the excess water used to control the workability and the air entrapped during the mixing process. Finally, TGA also indicated the variation in the cement hydrate composition of the PCM mortars.

The mechanical properties of the cement mortars were also strongly affected by the introduction of the mPCMs. A loss of compressive strength of ~64% was observed upon the addition of only 10.5 vol.% mPCMs (equivalent to ~4.6 wt.%). The PCM mortars retain the minimum strength required for structural applications as long as their mPCM content is <16.2 vol.% (equivalent to ~8 wt.%).

Conversely, the thermal resistance of the cement mortars was significantly improved upon the addition of the mPCMs. For instance, a decrease in the thermal conductivity of ~77% was obtained for M20D mortar, including 24.3 vol.% mPCM particles (equivalent to ~13.6 wt.%). This effect may result from both the intrinsic thermal properties of the mPCMs and the higher porosity of the PCM mortars compared with the M0 reference mortar. However, the HD measurements did not show any improvement in the thermal mass of the PCM mortars with respect to the reference, but these results should be considered with caution because of the limitation in the technique in the temperature range of the phase transition.

Finally, the M10D mortar composition, including ~16.2 vol.% mPCMs (equivalent to ~8 wt.%), offered an interesting balance between mechanical and thermal properties. In contrast, mortars with higher amounts of mPCMs should be considered as filling or coating materials without structural function.

As a final remark, the thermal performance of PCM mortars should also be investigated on a wall scale to collect data that are more representative of actual building applications.

II.1.5 Appendix – Complementary tables

Table A1. Densities of the raw materials used in the PCM mortar formulations provided by the suppliers.

Component	Sand	OPC	CSA	SP	Liquide mPCM dispersion (ME29D)	Solid MPCM particles
Density (Kg m ⁻³)	2640	3190	2970	1060	940 (at 25°C)	870 (at 25°C)

Table A2. Theoretical compositions of various PCM mortars reported in kg per m3 for the fresh mix. The W/C ratios and mass and volume fractions of mPCM particles are also reported (they are similar to those previously reported in Table 2).

Designation	Sand	OPC	CSA	SP	Solid mPCM particles	Total amount of water	W/C ratio	Mass fraction of mPCM particles (wt.%)	Volume fraction of mPCM particles (vol.%)
M0	1061.53	832.97	62.69	2.33	0	313.48	0.35	0	0
M5D	856.01	671.70	50.56	1.88	91.64370157	341.06	0.47 (+34%)	4.55	10.53
M10D	656.39	515.06	38.77	1.44	140.5501267	413.94	0.75 (+114%)	7.96	16.16
M15D	567.92	445.64	33.54	1.25	182.1815236	423.31	0.88 (+151%)	11.03	20.94
M20D	494.81	388.27	29.22	1.08	211.9026502	436.43	1.05 (+200%)	13.57	24.35

II.2 Mechanical and thermal properties of cement mortar composites incorporating micronized miscanthus fibers

Cet article porte sur la caractérisation mécanique et thermo-physique de mortiers intégrant des fibres de miscanthus micronisées.

Comme indiqué dans l'étude bibliographique, l'addition des fibres végétales dans les mortiers cimentaires a généralement un impact considérable sur l'ensemble des propriétés mécaniques et thermo-hydriques du composite biosourcé. Les fibres végétales de miscanthus (x Giganteus) représentent un potentiel d'exploitation important en Europe et en France. Cependant, il existe encore peu d'études dans la littérature portant sur l'effet de l'incorporation de ces fibres dans les mortiers, et il est donc intéressant de mener des investigations plus approfondies sur ces composites particuliers, à l'échelle matériau dans un premier temps, puis à des échelles plus grandes par la suite.

Dans cette étude, des fibres de miscanthus micronisées de taille 200 – 500 μm ont été choisies afin de favoriser l'obtention d'une distribution homogène dans la matrice cimentaire, et d'ouvrir la possibilité de développer ultérieurement des mortiers biosourcés imprimables adaptés à la fabrication additive.

L'étude a été réalisée sur des mortiers contenant des teneurs massiques en fibres de miscanthus comprises entre 0 et 7,6% environ. Le programme de travail a d'abord consisté à optimiser le protocole de fabrication de manière à pouvoir incorporer les fibres micronisées dans le mortier tout en limitant l'impact sur l'ouvrabilité du mélange. Dans un second temps, les investigations se sont attachées à évaluer l'impact des fibres sur la microstructure, les propriétés mécaniques et thermo-physiques des mortiers biosourcés à l'état durci (à 28 jours). A nouveau, l'analyse des résultats a permis de mettre en perspective les effets bénéfiques sur les propriétés thermo-physiques et les pertes de performances mécaniques, puis d'ouvrir une discussion sur les applications possibles de ces composites biosourcés dans le bâtiment.

Cet article a fait l'objet d'une publication dans la revue *Journal of Materials Research and Technology* (Elsevier) :

Gbekou, F.K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Benzarti, K. Mechanical and thermal properties of cement mortar composites incorporating micronized miscanthus fibers, *Journal of Materials Research and Technology* 2023, 26, pp. 7649-7664. doi : 10.1016/j.jmrt.2023.09.093

Certains résultats ont également été valorisés dans les actes d'une conférence internationale francophone (NoMaD 2022 – Nouveau Matériaux et Durabilité) publiés dans la revue *Academic Journal of Civil Engineering (AJCE)* :

Gbekou, F.K.; Benzarti, K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Mechanical and hygrothermal properties of cement mortars including miscanthus fibers, *Academic Journal of Civil Engineering*, 40(2), 1-10. <https://doi.org/10.26168/ajce.40.2.39>

Abstract:

This study examines the impact of incorporating micronized miscanthus fibers into a cement mortar, focusing on the mechanical and thermal effects. Initially, an experimental procedure was devised to create mortar mixtures with varying amounts of miscanthus fibers, with a maximum dosage of 7 wt.%. This involved saturating the fibers with water beforehand to maintain the workability of the fresh mixes. The resulting hardened bio-based mortars were then evaluated after 28 days in terms of their microstructure, mechanical strength (assessed through flexural and compression tests), and thermophysical properties (measured using the Hot-Disk technique to determine thermal conductivity/diffusivity and volumetric heat capacity). The experimental findings revealed significant enhancements (up to 87%) in the thermal resistance of the mortars due to the addition of fibers. However, this improvement was accompanied by a considerable reduction in mechanical strength. As a result, while these bio-based mortars are unsuitable for structural applications, they still possess adequate mechanical properties for handling and are appropriate for insulation purposes in construction.

Keywords:

bio-based mortar; miscanthus fibers; micronized powder; thermal and mechanical characteristics; microstructural characterization.

II.2.1 Introduction

In recent decades, the buildings and construction sector has witnessed a significant surge in the consumption of fossil energy, leading to a substantial rise in CO₂ emissions. Economic expansion and the increase in population are the primary factors behind this trend, which leads to depletion of natural resources and harm to the environment [3]. To address this issue, public initiatives foster the development of cutting-edge technologies aimed at enhancing energy efficiency, with a particular emphasis on eco-friendly solutions.

From this perspective, the substitution of traditional building materials with bio-based alternatives showing low thermal conductivity (or high thermal resistance) has become an attractive way for improving the thermal efficiency and decreasing the carbon impact of buildings [19,20]. Moreover, these bio-based materials tend to have hygroscopic properties, allowing them to absorb or release moisture, thus reducing indoor air humidity fluctuations. This not only makes them effective as thermal insulation, but also contributes to a healthier and more comfortable living environment. Among these new materials, the development of bio-based concrete has taken an important place [19,21]. It consists in mixing agricultural by-products or wastes with mineral binders (for instance cement mortars, gypsum, earth, etc...) to design novel building materials. Such plant-based products offer an environmentally friendly and renewable option as they are selected based on sustainability factors like local availability and cost of processing.

Extensive research has been conducted on the utilization of various plant fibers such as hemp, flax, wood, cork, rice husk, straw, and date palm fibers [123,124,129,134,159,152,243–245]. Thanks to their lightweight and highly microporous structure, these fibers have been successfully used to develop ultra-lightweight concrete suitable for building insulation. The

majority of these studies have indicated that incorporating plant fibers into cement materials yields improved thermal performance, notably through a significant reduction in thermal conductivity. Additionally, the inclusion of plant fibers enhances the moisture absorption capacity of the materials. For instance, Benmansour et al. [120] observed decreases in thermal conductivity of 87% to 98% while adding 30% of date palm fibers of different sizes in a natural mortar. According to Panesar and Shindman [9], the thermal resistance of regular mortars was improved by 16% and 36% with the addition of 10% and 20% of cork, respectively. Horma et al. [159] also reported a 67% gain in the thermal resistance of a cement-based mortar while adding 10 wt.% of spent tea. Charai et al. [245] reported respective decreases of 70.8% and 45.7% in the thermal conductivity and thermal diffusivity while introducing 30 wt.% of spent coffee ground in a mortar. These effects are commonly linked to the low thermal conductivity of the plant fillers added, and to the rise in porosity (or the drop of density) of the resulting bio-based mortar, which alters the heat transfer characteristics.

Although the addition of plant fibers leads to improved thermophysical and even acoustic properties [19], it can negatively impact the workability of the mortar mixture and reduce the mechanical strength of the resulting bio-based composite. Due to their microporous structure and hydrophilic nature, vegetal fibers may indeed significantly impact the workability and rheology of the fresh mix by absorbing a large amount of water during mixing. Panesar & Shindman [134], Savastano et al. [133] and Chen et al. [129,135], reported that the workability of fresh mortars is significantly reduced while adding waste cork, sisal fibers or miscanthus. Besides, Hernández-Olivares et al. [155] and Li et al. [156] also noticed loss of compressive strength of mortars with the incorporation of 20 wt.% of cork granules and various dosages of hemp, respectively. Similarly, Benmansour et al. [120] reported losses of compressive strength between 85%-92% while adding 5 wt. % of date palm fibers of various size in a regular concrete. This drop of mechanical properties is generally correlated with an alteration of the microstructure, as the incorporation of vegetal fibers increases the rate of macro/microporosities within the bio-based composite. The poor affinity between vegetal fillers and mineral binders may also result in weak interfacial bond properties, hence contributing to this loss of mechanical strength. Besides, plant-based fibers contain extractive compounds which can be released in the fresh mortar admixture during the mixing process. In particular, sugar molecules released from the plant in the presence of water and cement may strongly impact the setting/hardening process of the cementitious matrix [143]. Indeed, several authors have shown that a small concentration of sugars is sufficient to hinder the development of cement hydration products like hydrated calcium silicate (C-S-H) and portlandite. Consequently, the setting time is generally delayed and the mechanical properties of the hardened bio-composite are negatively affected compared to those of the control mortar [127,154,246–248].

Among the wide range of plant fibers accessible in the European market, miscanthus fibers have received significant attention in recent years. *Miscanthus (x giganteus)* is a perennial rhizomatous grass that originated from East Asia and was introduced to Europe in the 1930s. This particular plant exhibits significant potential for energy and biomass generation and can be utilized as litter bedding. Importantly, its cultivation does not conflict with human or animal feeding practices [113–115]. *Miscanthus* can be grown for approximately 15 years, yielding an

annual efficiency of 10-20 tons. It readily adapts to various climates and soil conditions, and necessitates minimal water, fertilizer, and pesticide inputs. In France, this crop is predominantly cultivated in the northern regions of the country, with efforts underway to establish an efficient value chain from the farms to the industry.

Overall, miscanthus fibers are considered to perform better than other plant fibers like straw, hemp, etc., as they exhibit good firmness and excellent thermal insulation properties. Pude et al.[108] have shown that the average composition of miscanthus fibers “consists of 40 % of cellulose, 16.2 % of lignin and 1.8 % of silicon”. According to the same authors, “Miscanthus x giganteus is highly suitable to be used as aggregate for lightweight concrete, for its Young’s modulus which varies between 2-8 GPa in the stem” [102] and for its high parenchyma content (i.e., the highly microporous cellulosic component of the plant which provides good thermal insulation). Nevertheless, only few studies have explored the feasibility and the interest of adding miscanthus fibers to cement based building materials so far [129,135,127,115,249,157,250,251]. Chen et al. [129,135] introduced presoaked miscanthus fibers into cement mortars and showed that the resulting bio-based composites exhibited large gains in thermal resistance and acoustic absorption compared to the control mortars. However, such improvements were here again obtained at the expense of mechanical properties, as the same authors reported losses of 60% to 80% in the compressive strength of mortars containing 30 wt.% of fibers of different lengths, in comparison with the reference. Dias and Waldmann [115] developed a protocol for manufacturing lightweight concrete masonry blocks including miscanthus aggregates, and showed that these materials provide very interesting insulation properties while retaining mechanical strength comparable to that of other lightweight concrete mixtures.

Further investigation is crucial to evaluate the potential of building materials including miscanthus fibers and consolidate literature data regarding the thermophysical and hygric properties of this type of materials, in relation with their mechanical performance.

The objective of this study is to investigate the feasibility of incorporating micronized miscanthus fibers into a cement mortar and evaluate their influence on the thermophysical and mechanical properties of the resulting bio-composite. The utilization of micronized fibers, instead of longer fibers, aims to achieve a finer and more uniform distribution within the mortar matrix. This is undertaken with the intention of developing 3D printable materials that incorporate plant fibers, which will be addressed in subsequent parts of our project (although not covered in this particular paper).

Within the framework of this experimental program, mortar specimens including various amounts of miscanthus fibers (ranging from 0 to 7 wt.% of the total composition) are first manufactured. Microstructural characterizations are then carried out on these specimens, using techniques such as scanning electron microscopy and thermo-gravimetric analysis, to assess the impact of fiber incorporation on the porous structure and the development of cement hydrates. Finally, mechanical/thermophysical properties of the mortar specimens are evaluated, and the way they change with increasing fiber content is analyzed in correlation with earlier microstructural observations.

II.2.2 Materials and methods

II.2.2.1 Materials

The plant fibers utilized in this study were provided by Addiplast Group (Saint-Pal-de-Mons, France). This product was a finely powdered form of micronized miscanthus fibers, with diameters ranging from 200 to 500 μm . It is commercially available under the reference MDDCH0114 MISCANTHUS 200-500 μm /BFF. Currently, it is mainly used in the plastic industry to manufacture bio-based composite elements for the automotive sector.

According to the manufacturer, the conditioned powder has a moisture content of 6-8 wt.% and a percentage of organic matter over 94%. An interesting feature is that the micronization process of miscanthus fibers almost eliminates the lignin component and reduces the hemicellulose content (that are respectively 0.4 and 6% in the final product), mainly retaining the cellulose content that represents about 94% of the organic composition. This latter microporous component is suited for thermal insulation applications.

In the present study, the feasibility of introducing this miscanthus powder into a cement mortar will be explored, with the objective to improve the overall thermal and hygric characteristics of the resulting material. As mentioned earlier, the utilization of micronized powder is anticipated to facilitate the even and uniform distribution of fibers within the cementitious matrix. This, in turn, presents opportunities for the development of 3D printable mortar mixes that incorporate plant fibers (although this particular aspect is not explored in the current paper). The micronized miscanthus powder was used as-received, and the fiber surface was not subjected to any chemical treatment. Figure II.22 displays two representative images of the miscanthus fibers at varying magnifications, captured through scanning electron microscopy (SEM). These images provide visual evidence of the highly microporous structure exhibited by the fibers.

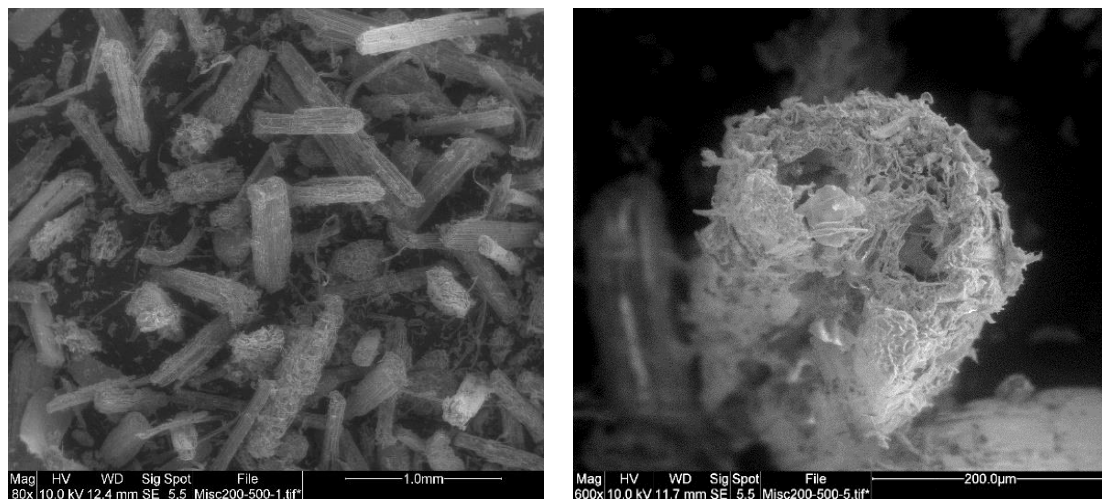


Figure II.22. SEM pictures of the miscanthus fibers

A cement mortar composition available in the literature [224,225] and designed for additive manufacturing, was chosen as the reference mortar. Here again this choice was mainly guided by the 3D printability issue, which is not addressed in this paper.

This reference mix, designated M0, is based on a water-to-cement (W/C) ratio of 0.35. A combination of two different cements was used in a proportion of 93/7 parts by weight: an Ordinary Portland Cement EXTREMAT® CEM I 52.5 N-SR3 SEG containing 99% of Clinker (designated OPC) and a rapid setting Sulfo-Aluminous Cement Alpenat R² (denoted CSA), both supplied by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France). We adhered to the proportions of OPC and CSA cements suggested by the authors, as these ratios were determined to guarantee a good balance between extrudability and buildability, which is essential in additive manufacturing [224,225]. A superplasticizer (denoted SP) was also introduced in the mix: VISCOCRETE TEMPO 11 from SIKA Company (Baar, Switzerland). The sand was a standard siliceous sand (granular distribution specified by EN 196-1 [226], with a maximum size of 2mm), purchased from S.N.L. company (Leucate, France). Table II.4 provides the densities of all raw materials used in the cement mortar compositions.

This cement mortar composition is taken as model material for this study, but it is certainly not the best option in terms of sustainability due to its high clinker content. Ideally, a mineral binder with low carbon footprint should be used together with the miscanthus fibers to provide a more sustainable bio-based building material. This point should be considered in further research.

Table II.4. Densities of the raw materials used in the miscanthus mortar formulations (values provided by the suppliers, except for the miscanthus fibers)

Component	Standard sand	OPC	CSA	SP	Miscanthus fibers
Density (kg m⁻³)	2640	3190	2970	1060	1570*

* value of the skeleton density of miscanthus fibers reported by Wu et al. [37]

II.2.2.2 Mix design and preparation of the mortar samples

In the framework of this experimental program, different types of mortar specimens were prepared, including control specimens (M0) and mortars with various dosages of miscanthus fibers. Tables 2 and 3 displays the compositions of these mortar admixtures. For all specimens, the quantities of mineral components (OPC and CSA cements, sand) and SP remained constant, while the amounts of miscanthus fibers and water were varied. Furthermore, as we only used full bags of sand in the mixing protocol, the quantities of all component materials are given per bag of sand (of mass 1350 g) in Table II.5.

Each mortar composition was labelled M_x, where x is the target dosage of as-received miscanthus fibers added to the mortar mix, expressed in wt.% of the M0 composition (i.e., the mass of miscanthus fibers divided by the total mass of all M0 components x 100). This target miscanthus content was varied in the range 0-10%. The effective mass fraction of miscanthus fibers in the fresh mortar mix (obtained by considering the total water content in the mix, including water absorbed by fibers during a presoaking stage) is also displayed in Table II.5.

Furthermore, the effective volume content of miscanthus fibers in the fresh mixes (refer to Table II.5) was calculated considering an absolute density of 1570 kg/m³ for these fibers. This density value was chosen based on the findings of Chen et al.[129] and Wu et al. [252]. Indeed,

Wu et al. [252] conducted experiments using helium pycnometry and determined a skeleton density of 1570 kg/m³ for a miscanthus powder extracted from the plant parenchyma, which had an average particle size of 500 µm, similar to the micronized powder utilized in this study. Additionally, Chen et al.[129] discovered that the skeleton densities of various types of miscanthus fibers (in powder form or with different particle sizes) measured by helium pycnometry were nearly identical, as all miscanthus fibers consist of cellulose, hemicellulose, and lignin, which have skeleton densities of 1559 kg/m³, 1520 kg/m³, and 1260 kg/m³, respectively. Given that the micronized miscanthus powder used in this study consists of 94% cellulose, a skeleton density close to that of cellulose is expected, and the selected value of 1570 kg/m³ can be considered as a reasonable assumption.

In order to offer the reader an inclusive collection of information, a theoretical composition of the fresh mix in kg.m⁻³ is additionally presented in Table II.6.

The reason for the reported increase in water content of mortars with the amount of fibers added is due to the necessity of pre-soaking the fibers in water before mixing, as explained in the next paragraph.

Table II.5. Composition of the various mortar admixtures including micronized miscanthus fibers.

Type of mortar	Sand (g)	CEM I (g)	CSA (g)	SP (g)	Miscanthus fibers* (g)	Total water** (g)	W/C ratio	Mass. fraction of miscanthus fibers (wt. %)	Vol. fraction of miscanthus fibers (vol. %)
M0	1350	1059.33	79.73	2.96	-	398.67	0.35	0	0
M2.5F	1350	1059.33	79.73	2.96	72.27	604.95	0.53	2.28	3.02
M5F	1350	1059.33	79.73	2.96	144.53	843.61	0.74	4.15	5.09
M7.5F	1350	1059.33	79.73	2.96	216.80	1092.99	0.96	5.70	6.56
M10F	1350	1059.33	79.73	2.96	289.07	1383.85	1.21	6.94	7.54

* amount of miscanthus fibers measured in the as-received state

** the quantity of “total water” includes both the mixing water and water absorbed by miscanthus fibers at pre-soaking stage

Table II.6. Theoretical compositions of the various miscanthus mortars in kg per m³ for the fresh mix.

Type of mortar	Sand	CEM I	CSA	SP	Miscanthus fibers	Total water
M0	1061.53	832.97	62.69	2.33	0	313.48
M2.5F	885.79	695.07	52.32	1.94	47.42	396.93
M5F	746.37	585.67	44.08	1.64	79.91	466.40
M7.5F	641.58	503.44	37.89	1.41	103.03	519.44
M10F	553.04	433.96	32.66	1.21	118.42	566.91

In practice, the mortar samples were manufactured using an automated mortar mixer (model E092N from Matest Spa, Treviolo, Italy). The mixing procedure adhered to the standards outlined in EN 196-1.

The mixing procedure employed for the reference mortar M0 consisted of a series of sequential steps: **(1)** The mixer tank was initially filled with the cement, which was a combination of OPC and CSA cements in a weight proportion of 97:3. Subsequently, the mixing water, along with the superplasticizer, was added to the tank. **(2)** The mixing process began at a low speed of 140 rotations per minute, and the sand was gradually introduced during the first minute. Afterward, the mortar was mixed at a high speed of 285 rotations per minute for an additional 30 seconds. **(3)** Following this, the rotation was paused for 30 seconds to scrape the mortar from the tank's bottom. **(4)** A final mixing phase was then initiated at high speed, lasting for 2 minutes and 30 seconds.

Regarding the mortar formulations that include miscanthus fibers, a similar mixing protocol was employed. However, it was necessary to prepare the fibers before integrating them into the mortar mixture. Initial tests revealed that directly adding dry (as-received) fibers to the fresh mortar mix resulted in a swift absorption of the mixing water by the miscanthus fibers. These fibers possess a highly microporous structure (refer to Figure II.22) and are composed of cellulose, leading to a high absorptivity in the range of 390-500% [6]. Based on these preliminary tests and insights from a literature review [99], it was determined that the fibers should be soaked in water for a minimum of 2 hours prior to their incorporation into the mortars (as illustrated in Figure II.23). After soaking, the fibers were placed in a fabric to eliminate excess water, and then added to the fresh mortar mix at the final stage of step **(4)**. To ensure uniform distribution of the fibers, an additional low-speed mixing was carried out for 30 seconds, followed by high-speed mixing for 1 minute.

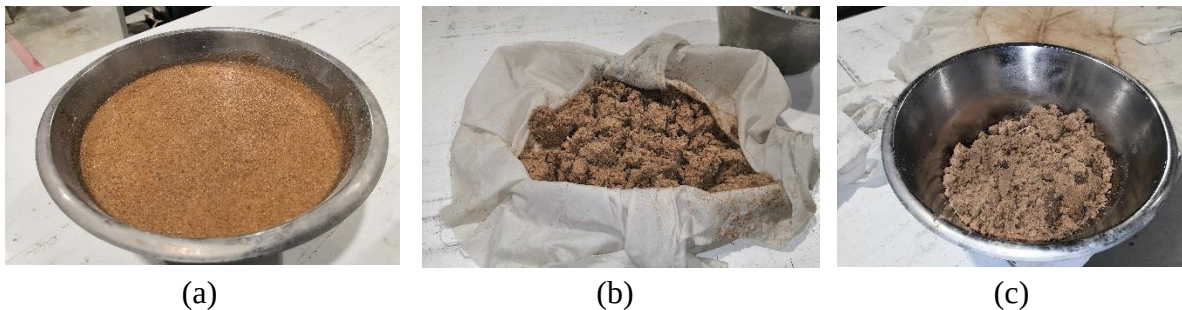


Figure II.23. Preconditioning of miscanthus fibers: (a) soaking of fibers in water, (b) filtration with a tissue, (c) soaked fibers ready for incorporation.

Immediately after mixing, the consistency of the mortar was assessed using the Abrams mini-cone Slump test. This crucial method allows to examine the impact of adding fibers on the fresh state behavior of the mortar (consistency and flow characteristics). The slump tests were conducted according to NF EN 12350-2 standard [253], utilizing a mini-cone with diameters of $\varnothing$ 5 cm at the top and $\varnothing$ 10 cm at the base, and a height of 15 cm. The test procedure involved filling the cone with the mortar in two layers, with each layer compacted using 12 strokes from a compacting rod. Once the top layer was compacted, we leveled the surface of the mortar by striking it off, and then the cone was carefully removed in a vertical motion. At this point, the mortar slumped (Figure II.24), and we precisely measured the distance from the top of the slumped mortar to the top of the cone.

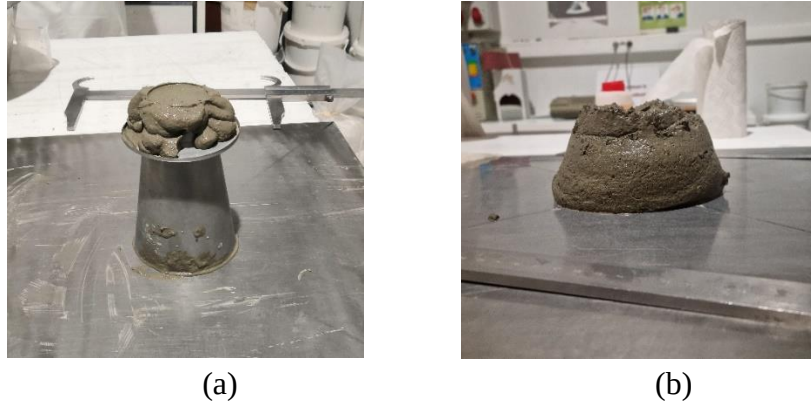


Figure II.24. Slump test on mortars: (a) mini-cone filled with mortar, (b) slumped mortar.

Upon completion of the mixing procedure, the fresh mortar mixes were subsequently poured into metallic molds of varying sizes. $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ prismatic specimens were cast for subsequent mechanical characterizations, while $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ samples were prepared for microstructural/thermal characterizations. After a period of 24 hours, the samples were removed from the molds and carefully enveloped with a plastic film. Subsequently, they were stored at a temperature of $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ for a duration of 28 days prior to commencing the characterizations.

II.2.2.3 Characterization methods

II.2.2.3.1 Water accessible porosity and apparent density

The evaluation of the water accessible porosity and apparent density of the hardened mortar samples followed the NF P18-459 standard [232]. Initially, $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ specimens were sectioned into smaller samples of approximately $2 \times 2 \times 4 \text{ cm}^3$. These smaller samples were then placed in a vacuum desiccator for 4 hours, followed by a 72-hour immersion in water. Upon saturation, the mass of the samples was determined in both air and water using a hydrostatic weighing setup. Subsequently, the specimens were dried in an oven at 105°C until their mass stabilized, resulting in the dry mass. Finally, Equations 1 and 2 allowed to evaluate the water accessible porosity (also called open porosity) ε (in %) and the apparent density ρ_d (in kg/m^3), respectively:

$$\varepsilon (\%) = \frac{M_{s_{air}} - M_{dry}}{M_{s_{air}} - M_{s_{water}}} \times 100 \quad \text{II.4}$$

$$\rho_d = \frac{M_{dry}}{M_{s_{air}} - M_{s_{water}}} \times \rho_{water} \quad \text{II.5}$$

Where $M_{s_{air}}$ and $M_{s_{water}}$ represent the mass (in g) of the water saturated sample measured in air and in water, respectively, M_{dry} stands for the mass of the dry sample (in g) and ρ_{water} is the density of water (in kg/m^3).

Mean values and standard deviations were calculated based on a series of three repeated tests.

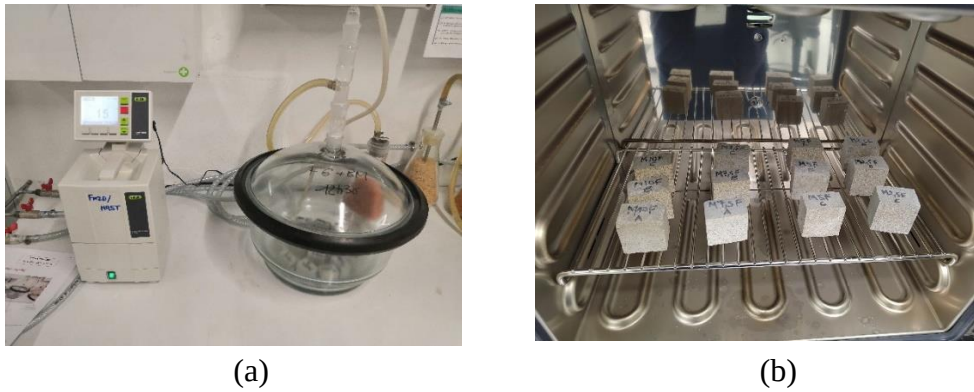


Figure II.25. Determination of the water accessible porosity and apparent density of mortars.

II.2.2.3.2 Microstructural observations by Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM characterization was carried out with a QUANTA 400 apparatus from FEI Company (Hillsboro, OR, USA), using a 20 kV electron voltage under low vacuum. Qualitative observations were performed on the micronized miscanthus powder, and on the surface of fractured mortar samples (at 28 days). To obtain the fractured surfaces, mortar specimens of dimension $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ were broken with a hammer. The samples did not receive any metallization or chemical treatment. SEM pictures were taken both in secondary electron mode (SE) and in backscattered electron mode (BSE).

II.2.2.3.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)

Thermogravimetric analyses (TGA) were conducted on small samples of the miscanthus powder, and on fine powders of the different mortars (obtained by grinding and sieving below $315 \mu\text{m}$). The TGA technique consists in monitoring the weight loss of the sample during a ramp of temperature, in order to detect any degradation of organic or mineral compounds, which allows to obtain quantitative information on the composition of the sample.

These experiments were made using a STA449 apparatus from NETZSCH Company (Selb, Germany). The samples were subjected to ramps of temperature from 25°C to 1250°C at a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ and under nitrogen flow ($50 \text{ ml}/\text{min}$). Three tests were carried out for each type of material.

II.2.2.3.4 Mechanical characterizations of hardened mortars

The hardened bio-based mortars were tested at 28 days, in accordance with EN 196-1 standard [226]. A press of capacity 300 kN was used for these characterizations (model Pilot Pro from Controls S.p.a., Italia).

$4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ specimens (series of 6 for each type of mortar) were first tested under 3-point bending configuration to evaluate the flexural strength (Figure II.26.a.). After breakage, the twelve half samples were retrieved and tested in compression (Figure II.26.b and II.26.c).

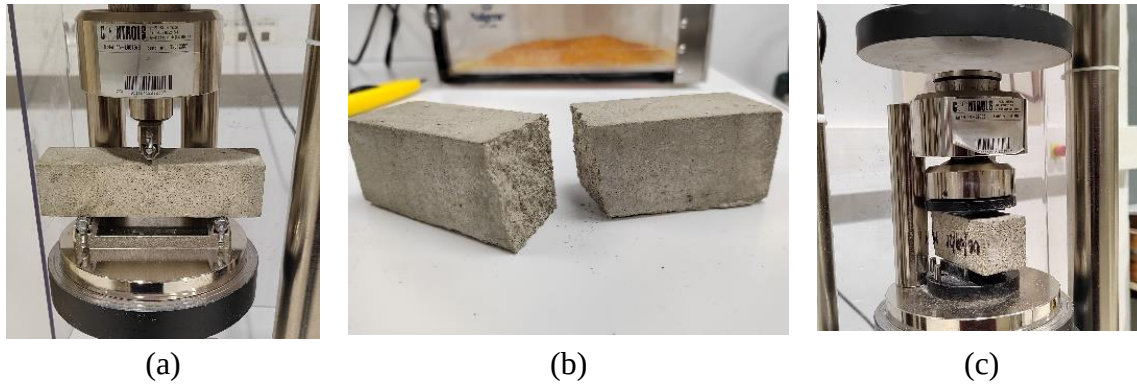


Figure II.26. Mechanical characterization of the mortar samples: (a) 3-point bending configuration, (b) broken specimen (c) half sample tested in compression.

II.2.2.3.5 Characterization of thermophysical properties

The Hot Disk method, denoted HD, made it possible to quantify several thermophysical properties of the bio-based mortars. A TPS 2500 S apparatus from Hot Disk Company (Gothenburg, Sweden) was used for these experiments. The device comprises a Kapton insulated probe (with a radius of 6.4 mm) connected to a thermal constant analyzer.

The HD technique is based on the theory of transient plane source as per ISO 22007-2 [233] standard. A double spiral shaped sensor element is inserted between two samples of the material to be tested (mortar prisms in the present case) that are considered infinite in all directions with respect to the size of the sensor. This sensor not only functions as a heat source to raise the temperature of the sample, but also as a resistance thermometer to record the temperature increase over time. The HD device illustrated in Figure II.27 allows for quick, precise, and non-destructive assessment of three key thermal properties of a sample: thermal conductivity (represented by λ , measured in $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), thermal diffusivity (α in $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$), and volumetric heat capacity ($\rho.C_p$ in $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$).

To ensure accurate measurement of thermophysical properties of porous building materials, it is crucial to control the impact of variables such as temperature and moisture content. Therefore, the samples underwent a week-long conditioning period at 20°C and 50% relative humidity (RH) to reach a stable state before testing. During the characterization, the entire experimental setup (sensor placed between the 2 prismatic specimens) was kept in a climate-controlled chamber to maintain consistent temperature and humidity levels (see Figure II.27). In practice, HD measurement was carried at several fixed temperatures over the range 10-45°C, while a constant humidity level of 50% RH was set in the chamber.

Finally, one should keep in mind that for a specific configuration (material type, temperature and relative humidity), the manufacturer of the HD instrument advises obtaining the thermal properties (λ , α , and $\rho.C_p$) of the sample in one single measurement. They guarantee an accuracy of better than 5% and reproducibility of better than 1%, based on multiple tests on standard materials [234]. In the present work, values were averaged on three repeated measurements, and uncertainties were derived from standard deviations. In general, these uncertainties were below the 5% level stated by the manufacturer.

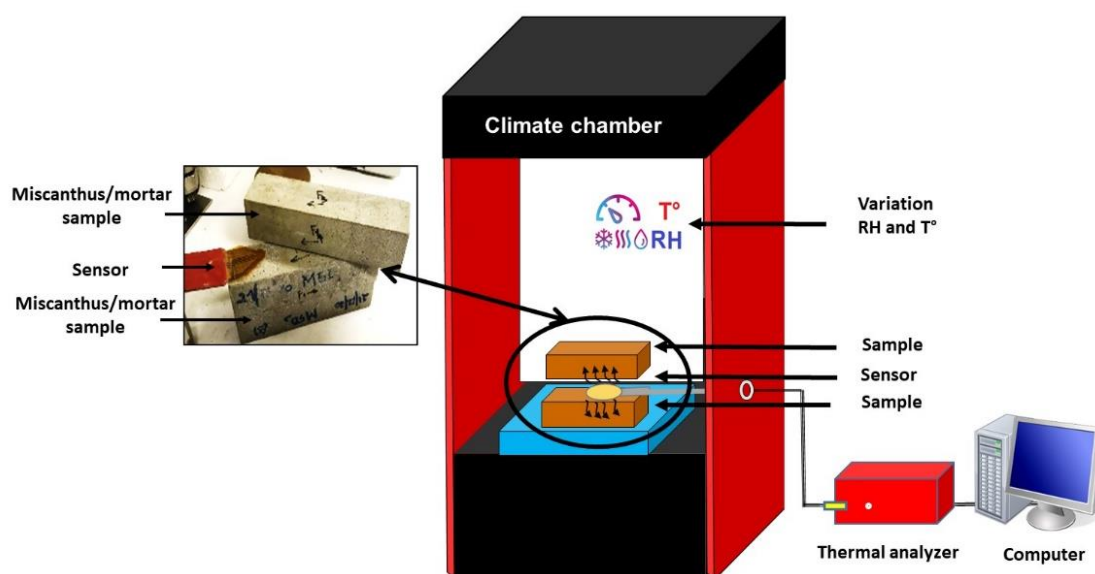


Figure II.27. Experimental setup used to measure thermophysical properties of mortars.

II.2.3 Results and discussion

II.2.3.1 Influence of miscanthus fibers on the workability of the fresh mortar mixes

In order to assess the impact of miscanthus fibers on the workability of fresh mortars, slump tests were conducted using the Abrams mini-cone method. Figure II.28 illustrates the relationship between slump values and the concentration of miscanthus fibers in the mortar mixes. A linear fit yield a R^2 coefficient exceeding 0.99, clearly illustrating the direct correlation between the slump and the fiber content.

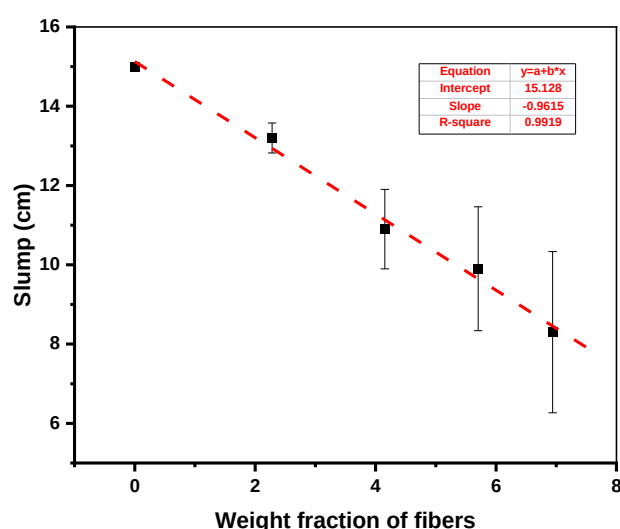


Figure II.28. Slump of the bio-based mortar mixes as function of their miscanthus fiber content

Despite the pre-saturation of miscanthus fibers with water prior to their inclusion in the mortar mix (as described in the pre-soaking sequence in section II.2.2.2), a noticeable reduction in mortar workability can be observed with increasing fiber content. This decrease in workability cannot be solely attributed to the absorptive nature of the fibers since they were pre-soaked to prevent water absorption during mixing. Instead, it is likely a consequence of alterations in the granular distribution within the mortar mix [99,129,132–135].

Similar patterns have been observed by various researchers in the context of different bio-based mortars. Chen et al. [129,135] observed a decrease in workability when miscanthus fibers were incorporated into ultra-lightweight concrete. Mansur and Aziz [132] noted that the addition of jute fibers influenced the workability of mortars. Additionally, Savastano et al. and Panesar & Shindman reported similar trends in mortars containing sisal fibers and waste cork, respectively [133,134].

II.2.3.2 Microstructural characterizations

II.2.3.2.1 SEM observations

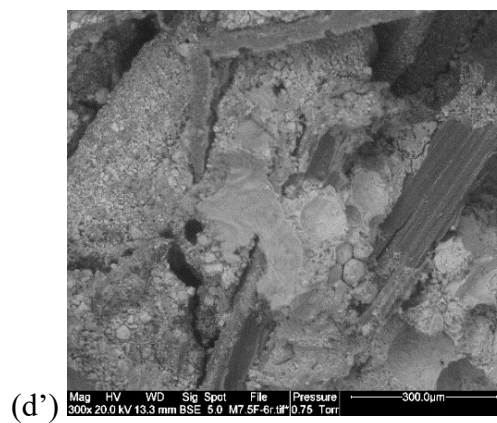
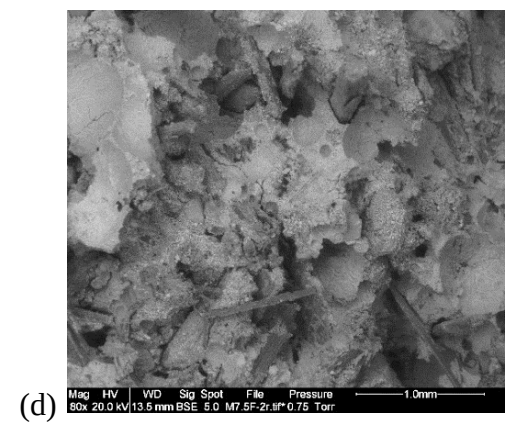
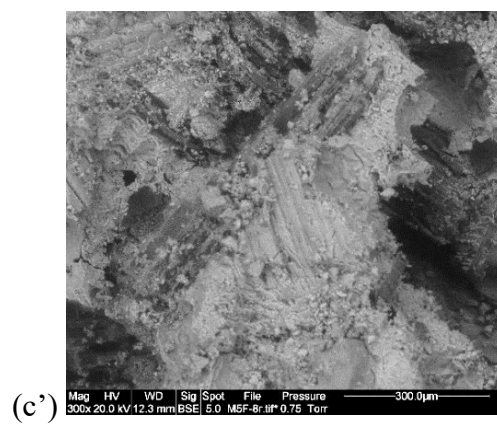
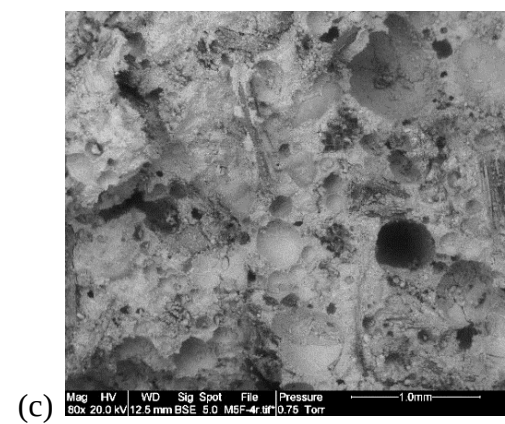
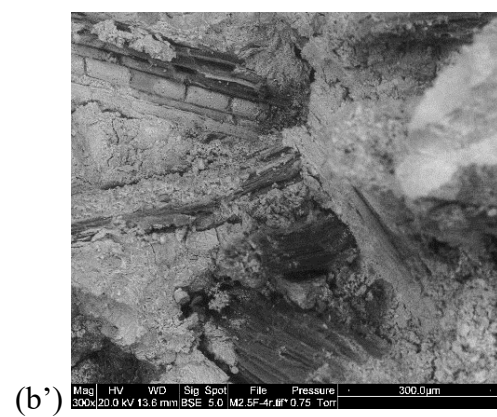
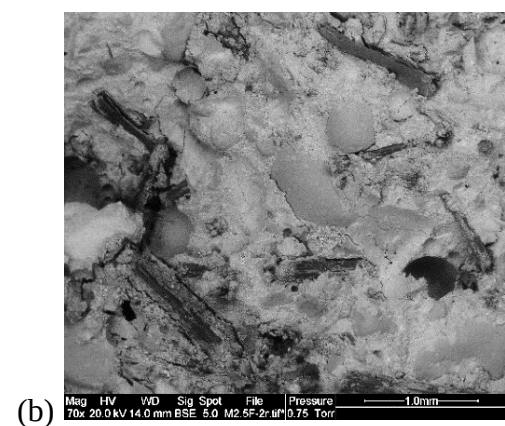
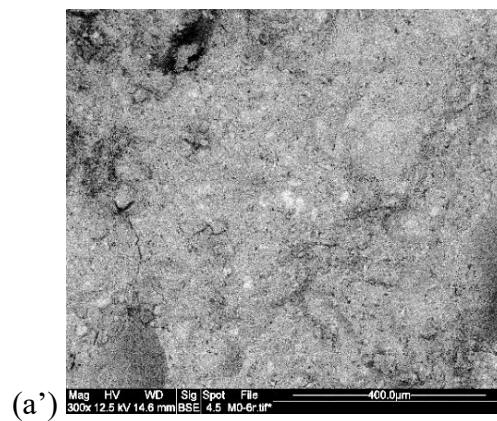
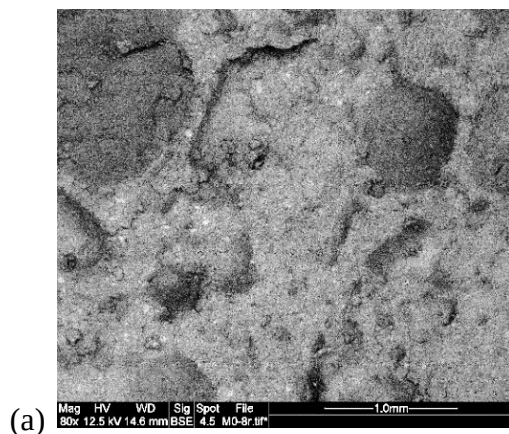
Figure II.29 displays the microstructure of the various hardened mortars, as observed by Scanning Electron Microscopy in backscattered electron mode (BSE). Images at two different magnifications ($\times 80$ and $\times 300$) are provided.

Concerning the reference mortar M0, the pictures (Figure II.29.a and II.29.a') show smooth surfaces that are characteristic of a dense microstructure with moderate porosity. The use of BSE imaging provides chemical contrast which enables the detection of few small and white inclusions, indicating anhydrous cement grains. This is an indication that hydration reactions are still ongoing even after 28 days of curing.

The introduction of miscanthus fibers into the mortar results in an increased porosity of the hardened materials, consistent with findings reported in other studies in the literature [135,154]. Many cavities can be observed, possibly resulting from the evaporation of water absorbed by the fibers at the presoaking stage or related to the air trapped during mixing.

Furthermore, the pictures reveal that fractured surfaces display progressively a more flaky/powdery aspect, with the presence of many debris and dust. This feature suggests that the material becomes less cohesive and more friable as the fiber content is increased.

Regarding the fiber distribution within the mortars, images at low magnification show that there is a rather uniform fiber arrangement. Besides, on some pictures (for instance Figure II.29.b' and Figure II.29.d'), the surface of the miscanthus fibers appears very clean and smooth which suggests limited interactions between the vegetal fibers and the mineral matrix. The reason for this could be the lack of prior treatment applied to the surface of the fibers before utilization. Some authors have shown that complementary chemical treatments (alkali or silane)[143] or thermal treatments [127] of the plant fibers can improve the bond properties with the mineral matrix.



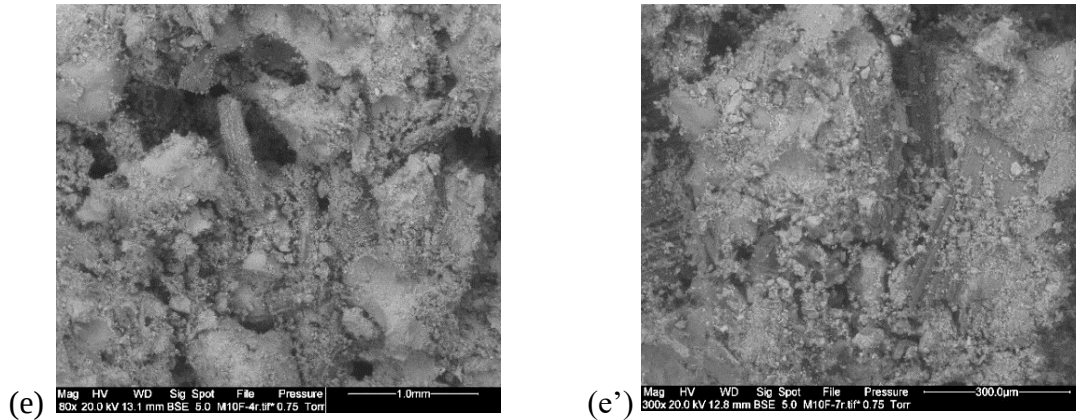


Figure II.29. Microstructural examination of the different mortars using SEM images in BSE mode and at varying magnifications: (a)-(a') M0, (b)-(b') M2.5F, (c)-(c') M5F, (d)-(d') M7.5F, and (e)-(e') M10F.

II.2.3.2.2 Thermogravimetric analyses (TGA)

TGA analyses were carried out following the protocol detailed in section II.2.2.3.3. Figure II.30 and Figure II.31 display respectively, the typical mass loss curves during a 10°C/min temperature ramp and the first derivative signals (DTG) for the different mortars. Several degradations phases can be observed on these curves, which are closely related to the mortar compositions.

In reference to the M0 mortar, three recognizable stages are observed, indicative of the products generated through hydration reactions between the OPC/CSA cements and water [15,222,254]:

- The first sign of weight loss is noticeable between 30-130°C and is also indicated by peak A on the DTG signal. It results from both the evaporation of capillary water and the elimination of water associated with ettringite hydrate,
- The reduction in weight occurring between 130-400°C can be attributed to the release of water present in hydrated calcium silicates (C-S-H). The B shoulder on the DTG signal in the 160-240°C range specifically indicates the dehydration of calcium mono-carboaluminate (AFm),
- The decrease in mass observed between 400 and 540°C, also indicated by peak C in the DTG curve, relates to the dehydroxylation of portlandite (Ca(OH)_2),
- Finally, the mass loss in the temperature interval of 600-800°C (and peak D in the DTG signal) corresponds to the decarbonation of calcium carbonate. Given that this temperature range is relatively lower than the typical decomposition range for stable carbonate forms, which generally occurs between 750 and 900°C, it is likely related to poorly crystallized carbonate compounds [255,256].

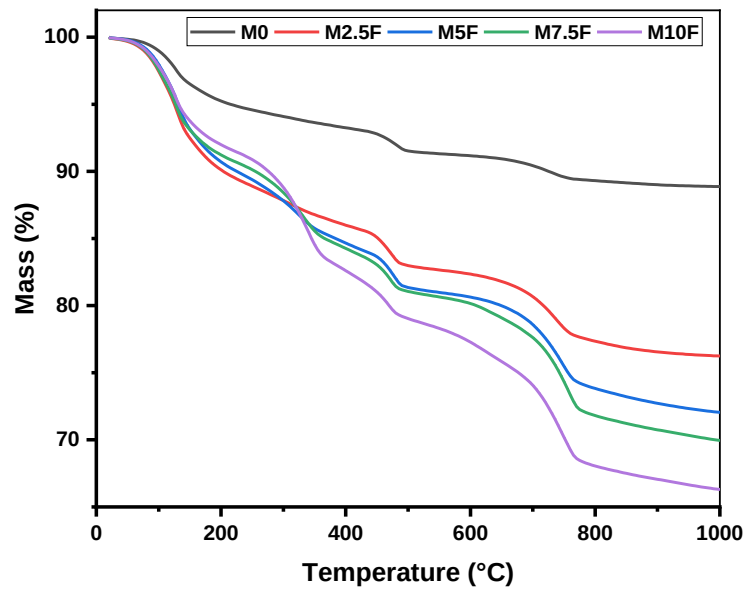


Figure II.30. Typical TGA curves (mass loss) recorded at 10°C/min for the different mortars.

In regard mortar formulations including miscanthus fibers, specific features can be pointed out:

- TGA results indicate that the overall weight loss at 900°C is significantly higher in comparison to mortar M0 and that this difference becomes more pronounced as the fiber content increases. This can be attributed to the evaporation of surplus water used to pre-soak the fibers and preserve the workability of the mortars, as well as the degradation of the miscanthus fibers overheating,
- The degradation trends of the bio-based mortars, as depicted in their DTG curves, are similar to those previously seen for mortar M0. This indicates the presence of the same cement hydrates, such as ettringite, AFm, portlandite, and calcium carbonate hydrates. A noteworthy difference is the heightened amplitude of peak D, indicating a higher relative proportion of calcium carbonate. This can be attributed to the greater porosity, as demonstrated through SEM analysis, which makes these bio-based mortars more susceptible to carbonation. The amplitude of DTG peak A in the bio-based mortars is also significantly higher compared to reference M0, likely due to the evaporation of residual water from the miscanthus fibers (this water was absorbed by the fibers at presoaking stage). Besides, the amplitude of DTG peak C related to portlandite was not reduced after incorporating the miscanthus fibers, even appearing higher in M2.5 and M5 mortars compared to the reference material. This result suggests that there was no negative impact of sugar molecules extracted from the fibers on the cement hydration, possibly due to filtering the presoaked fibers to remove excess water before adding them to the mortar mixture (this would have removed the extracted sugar molecules). Additionally, the micronized miscanthus fibers contain a low hemicellulose content

compared to larger fibers. Since sugars are primarily derived from hemicellulose compounds [19], this may account for the lack of noticeable effects.

- Besides, DTG curves show a new peak (peak 1 around 350°C in Figure II.31) that was not present in the reference mortar. This peak becomes more prominent with the addition of fibers and appears to be a result of the thermal decomposition of miscanthus fibers (as indicated by comparison with the DTG signal of the neat fibers, shown as a dotted line). It is very likely that the surface area of peak is proportional to content of miscanthus fibers. The peak position is also consistent with the decomposition temperature range of cellulose (between 325 and 400°C) [127] which is the main component of micronized miscanthus fibers. Lignin decomposes at higher temperature between 300–550°C [257], but its content is very limited in the micronized powder.

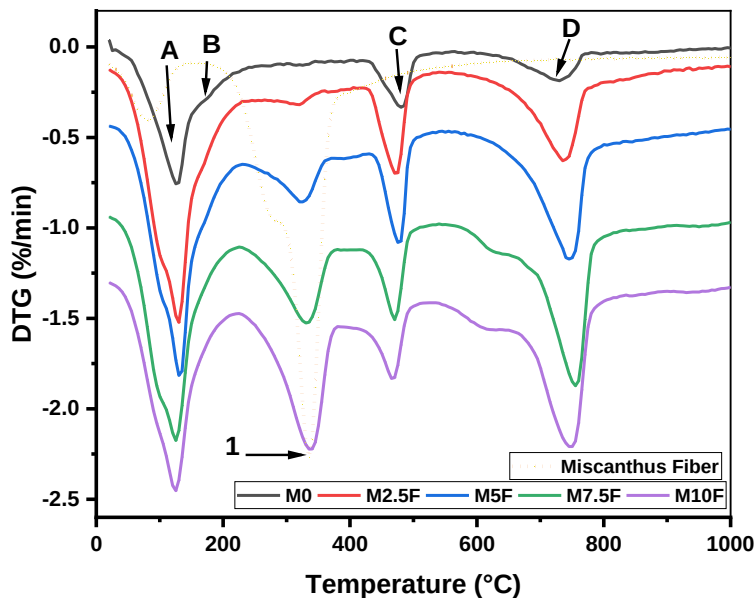


Figure II.31. Typical DTG curves (first derivative signals) of the different mortars at 28 days. The curve recorded for neat miscanthus fibers is also superimposed for comparison (in dotted line).

II.2.3.2.3 Dry density and water accessible porosity

Diagrams displayed in Figure II.32.a and II.32.b show respectively the mean values (and corresponding standard deviations) of the apparent density and water accessible porosity of the bio-based mortars at 28 days (see protocol in section II.2.2.3.1, based on NF P18-459 standard). Figure II.33 represents the evolutions of the same quantities as a function of the mass fraction of miscanthus fibers in the mortars.

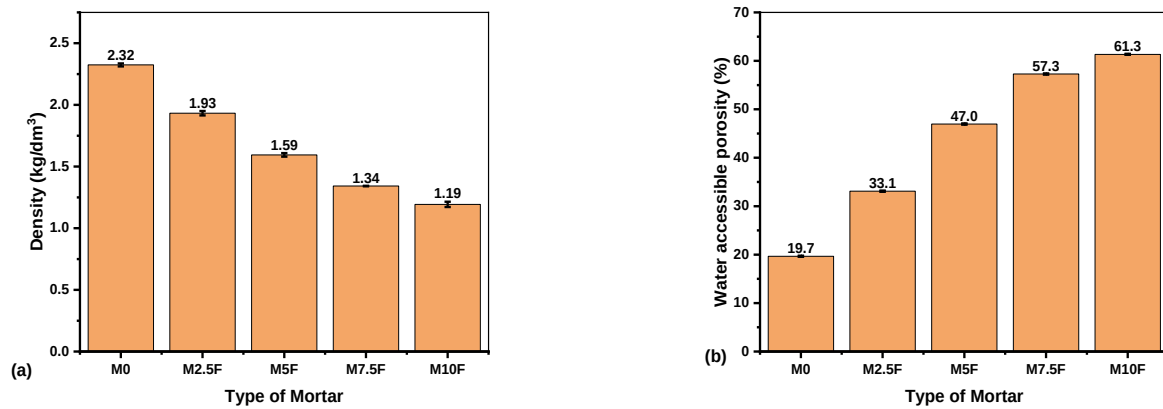


Figure II.32. Mean values of (a) the apparent density and (b) the water accessible porosity for the different mortars studied at 28 days.

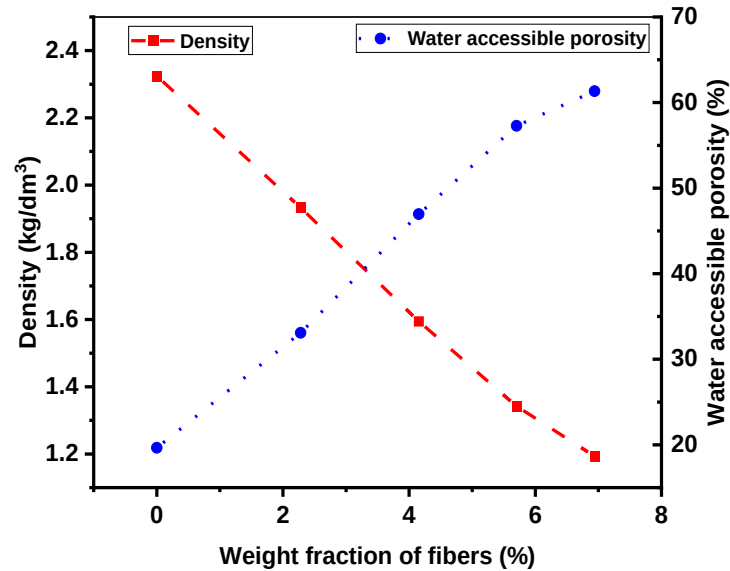


Figure II.33. Dependence of the apparent density/the water accessible porosity of mortars (at 28 days) on the miscanthus fiber content.

The inclusion of miscanthus fibers in mortars leads to a nearly linear decrease in apparent density. Conversely, the water-accessible porosity increases with the content of miscanthus fibers. This supports the finding of increased porosity seen in SEM images (refer to section II.2.3.2.1).

Multiple authors have reported comparable tendencies regarding the effects of several plant fibers on the density and porosity of bio-based mortars [115,127,129,135,154]. These effects are generally assigned to various mechanisms:

- The low density of miscanthus fibers compared to the mineral components (cement, sand) results in a decrease in density of the bio-based mortars,

- The incorporation of fibers also modifies the granular distribution and internal packing of mortars,
- The porosity within fibers and at the interface between fibers and cementitious matrix also raises the overall porosity of mortars, contributing to the decrease in density. The pre-saturation of fibers in water may also contribute to the overall porosity of the mortar, especially when this excess water evaporates.

II.2.3.3 Mechanical properties

Figure II.34 presents the mean values of flexural and compressive strengths at 28 days for the bio-based composites, obtained respectively from 6 and 12 repeated tests (as outlined in section II.2.2.3.4). The diagrams also include error bars that indicate the standard deviations. The relationship between the weight content of miscanthus fibers in the specimens and the strength values is visualized in Figure II.35.

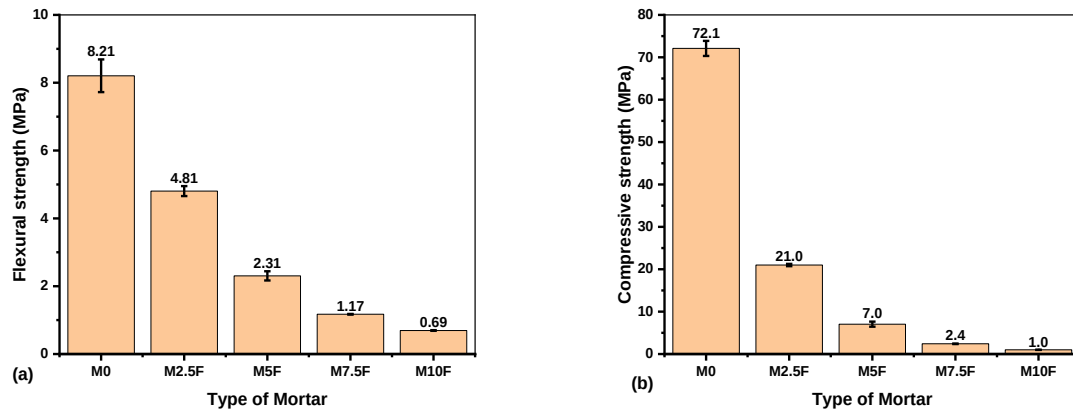


Figure II.34. Mechanical properties of the different mortars at 28 days: (a) Flexural and (b) compressive strengths.

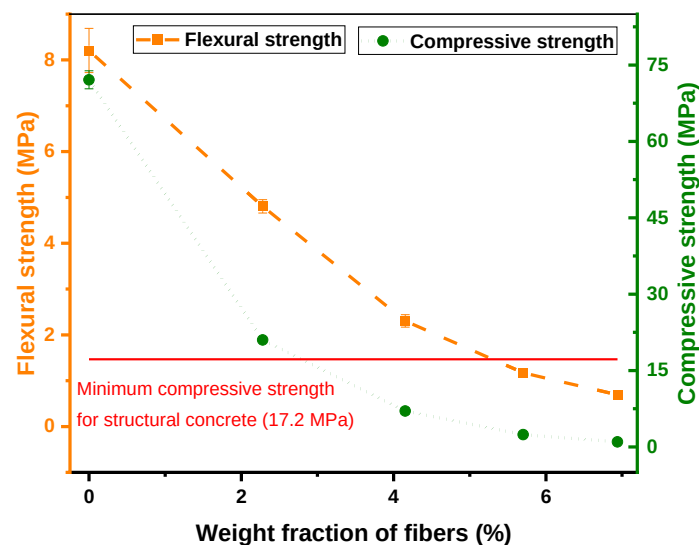


Figure II.35. Flexural and compressive strengths versus weight fraction of miscanthus fibers in the mortars

Overall, both flexural and compressive strengths of the bio-based composites exhibit a substantial decrease upon the incorporation of miscanthus fibers (Figure II.35). Furthermore, among these two properties, the compressive strength seems to be the most affected, as the addition of 2.28 wt. % of miscanthus fibers in the mortar (corresponding mortar M2.5) results in a 70% strength loss (from 72 MPa to 21 MPa). Similarly, the compressive strength values of mortars containing fiber contents exceeding 4.15 wt.% (M5, M7.5, and M10) fall below the minimum specification for structural concrete (17.2 MPa)[73], which makes them unsuitable for structural applications.

A similar drop of mechanical strength of bio-based mortars was reported by multiple authors with the addition of various type of vegetal fibers. As an example, Chen et al. [129] found that the compressive strength of cement composites incorporating 30 wt% miscanthus fibers of various lengths (which were pre-soaked in water) decreased by 60-80% compared to pure cement paste. Research conducted by Benmansour et al. revealed a decrease of 85-92% in the compressive strength of concrete upon the addition of 5 wt.% date palm fibers [120]. Similar trends were observed by Hernández-Olivares et al. [155] and Li et al. [156], who noted a decline in compressive strength when incorporating 20 wt.% cork granules in a gypsum composite and hemp fibers in concrete, respectively.

The decline in the mechanical performance of bio-based mortars observed in this study can be attributed to several factors, in line with the findings of other authors [115,129,135,152,154–156]. These factors include: **i)** a significant reduction in the bulk density of the mortar due to the introduction of numerous pores, voids, and entrapped air with the incorporation of vegetal fibers; **ii)** the fibers can behave like voids when subjected to mechanical loads due to their lightweight nature; **iii)** bond defects between the fibers and the cement matrix can act as weak points, thereby contributing to the initiation and propagation of cracks and leading to an overall loss of strength in the bio-based composites.

II.2.3.4 Thermophysical properties

Figure II.36.a and II.36.b depict respectively the changes in thermal conductivity (λ) and thermal diffusivity (α) upon temperature for the different bio-based mortars, with error bars indicating standard deviations. The Hot-disk method, detailed in section II.2.2.3.5, was employed to perform the measurements under controlled humidity condition (50% RH) and across a broad range of temperatures (5 – 45°C). The results are an average of three repeated measurements.

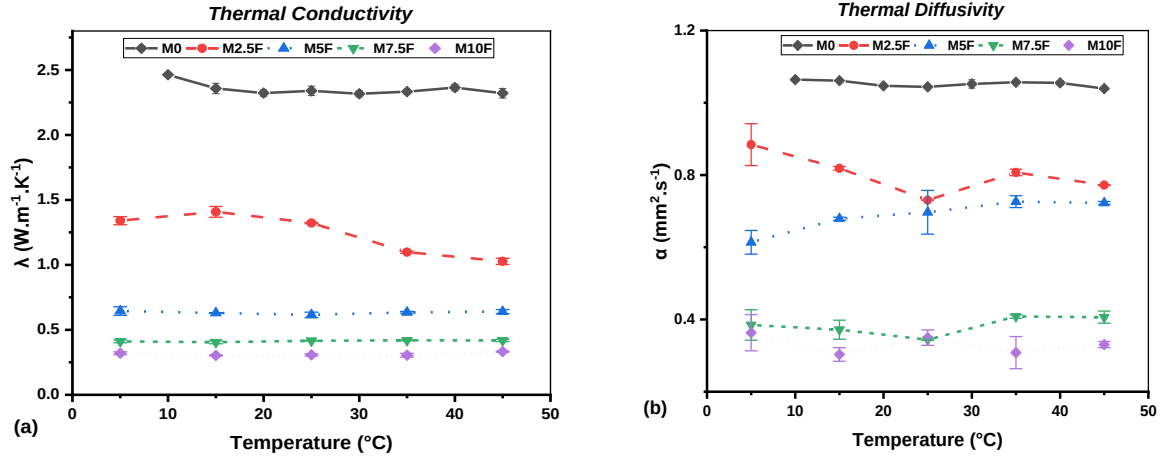


Figure II.36. Temperature dependence of (a) thermal conductivity and (b) thermal diffusivity for the different bio-based mortars.

For reference mortar M0, the thermal conductivity (λ) and thermal diffusivity (α) values measured at 25°C are 2.34 W.m⁻¹.K⁻¹ and 1.04 mm².s⁻¹, respectively, and are in line with those reported by Shafigh et al. for similar-density OPC mortars [240]. Additionally, thermal properties exhibit minimal variation from 10°C to 45°C, as per the experimental uncertainties, in agreement with previous literature [242].

Besides, as seen in Figure II.36, the incorporation of miscanthus fibers results in a noticeable reduction in both thermal conductivity and thermal diffusivity. Overall, the greater the fiber content, the lower the thermal conductivity of the mortar composites (as indicated by the downward shift of the curves).

Furthermore, Figure II.37 illustrates the impact of miscanthus fiber content on the thermal conductivity at 25°C of the bio-based composites.

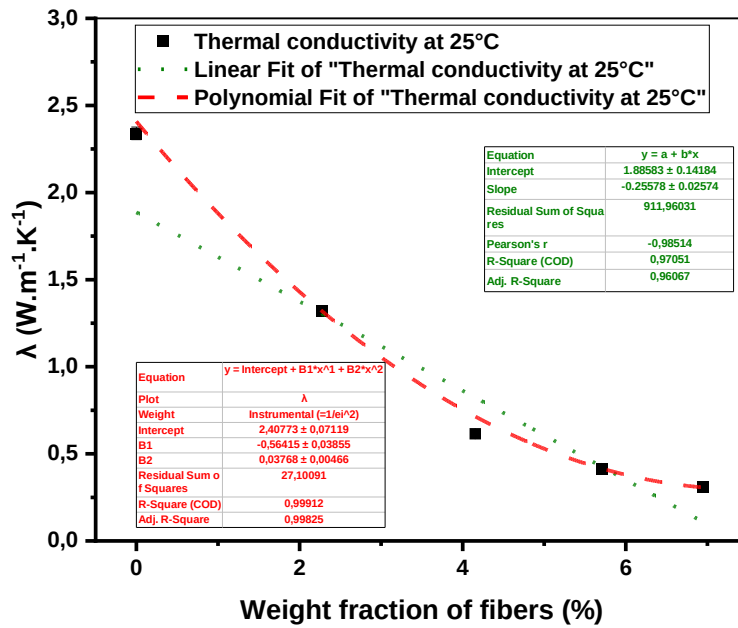


Figure II.37. Thermal conductivity of mortars (at 25°C) versus weight content of miscanthus fibers.

The results demonstrate a nearly linear decrease in thermal conductivity with increasing fiber content, as evidenced by a high R^2 coefficient (above 0.97) for the regression line. This trend has been observed by various researchers for different types of mortars containing vegetal fibers [123,134,152,243]. The same authors have also reported that an even stronger correlation can be achieved through a polynomial fit, and this holds true in our current context, as depicted in Figure 16.

Incorporating just 5.7 wt.% of fibers in the mortars caused a nearly 82% reduction in thermal conductivity, making the material highly suitable for insulation purposes. Benmansour et al. [120] observed a similar trend, with a decrease of 87 to 98% in thermal conductivity when adding 30% of different sized date palm fibers to natural cement mortar. Similarly, Panesar & Shindman [134] found a substantial drop in the thermal conductivity of concrete when incorporating waste cork.

Additionally, Figure II.38 illustrates the correlation between the thermal conductivity at 25°C and the density of the bio-based mortars. Here again, a quasi-linear trend is observed with a R^2 coefficient of the regression line higher than 0.98, but a polynomial fit is also effective with a R^2 coefficient higher than 0.99. This finding is in agreement with the literature [19,23,135,152,258,259], as numerous authors have established a direct correlation between these two quantities for mortars including different types of vegetal fibers.

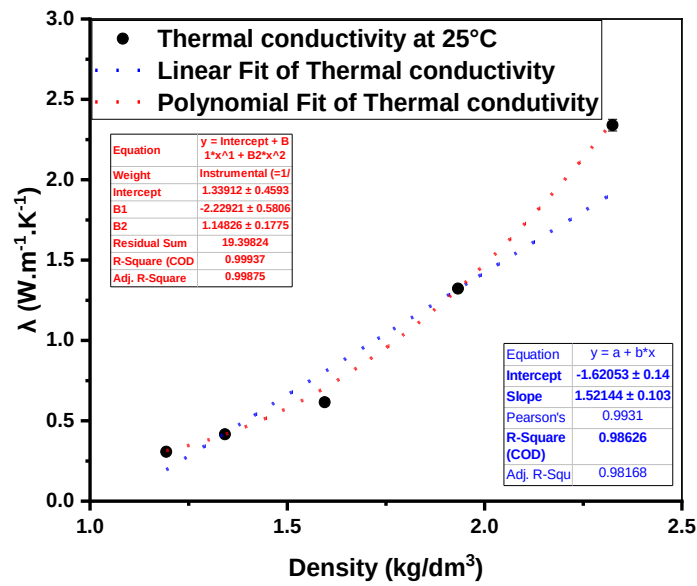


Figure II.38. Thermal conductivity (at 25°C) versus density of mortars.

In conclusion, the reduction in conductivity of bio-based mortars can be attributed to the low conductivity of the incorporated plant fibers (Schnabel et al. [164] reported a value $0.04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ in the case of miscanthus) and to the increased overall porosity. It is also suggested that heat transfer through conduction is supplanted by natural convection in the porous phase [19,99,134,152,156,163].

Finally, Figure II.39 depicts the variation with temperature of the volumetric specific heat capacity ($\rho.C_p$) for the different mortars. Here again only little variation of this property is observed over the temperature range studied, but a substantial reduction of the $\rho.C_p$ level is obtained with the addition of miscanthus fibers (the curves are globally shifted downward when the fiber content increases). The main reason behind this effect is probably the large reduction in density of the bio-based mortars as the fiber content is increased.

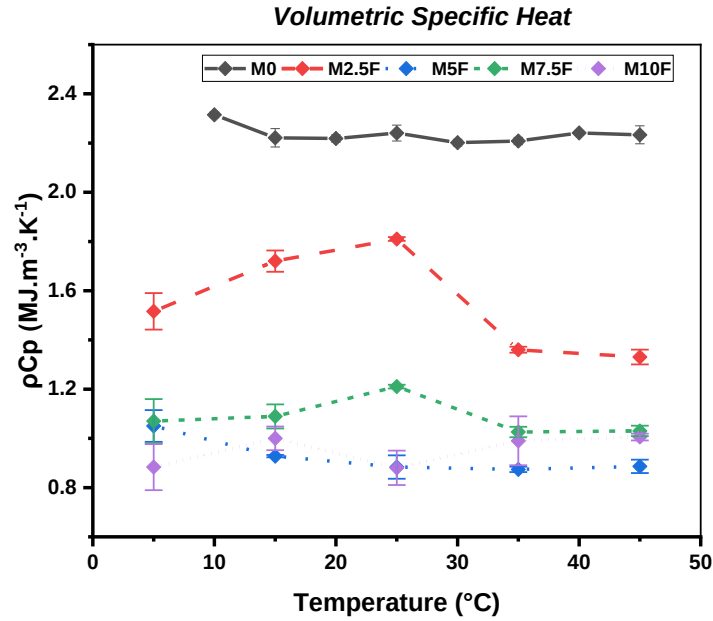


Figure II.39. Temperature dependence of the volumetric heat capacity for the different mortars

II.2.4 Conclusion

This study aimed to investigate the potential of incorporating micronized miscanthus fibers into cement mortar formulations and assess its impact on the microstructure, mechanical properties, and thermophysical characteristics of the resulting bio-based composites.

The initial finding revealed a noticeable decrease in the workability of mortars upon fiber addition, despite the pre-saturation of fibers with water. This effect was primarily attributed to the modification of the overall granular distribution and packing density within the mortar mixes. Therefore, the pre-soaking of miscanthus fibers in water was deemed necessary during the manufacturing process of the bio-based mortar specimens.

Microstructural characterizations were then carried out at 28 days on the different mortars. SEM observations revealed that micronized fibers are rather homogeneously distributed within the mortar matrix but suggested a reduction of the material cohesiveness upon fiber addition. An almost linear increase in the overall material porosity, resulting in a reduction of density, was observed as the fiber content was increased. This effect was mainly assigned to the air trapped during mixing and to microporosities formed after evaporation of the excess water absorbed by the vegetal fibers at presoaking stage.

The porosity was deemed to be the primary factor that led to a decline in the mechanical strength of bio-based composites under both flexural and compression tests. However, even the addition of small amounts of plant fibers led to a significant improvement in the material's thermal resistance.

Ultimately, this study yields noteworthy insights into the potential utilization of the bio-based mortars:

- Mortar M2.5, containing 2.28 wt. % of fibers, meets the criteria for structural applications as it maintains a compressive strength above the minimum requirement. However, the improvement in thermal resistance is relatively modest, reaching only about 40%
- Mortars containing dosages of fibers exceeding 4.15 wt.% exhibit significant enhancement in thermal resistance, surpassing 70% compared to the plain mortar. These mortars maintain satisfactory mechanical properties for handling and are well-suited for insulation applications.

The hygric properties of these bio-based composites will also be investigated in next research. This is an important issue, since the comfort of building users does not only depend on thermal conditions but also on the ability of building materials to regulate moisture of the indoor environment. Furthermore, additional investigations are needed at the wall scale, to obtain data that more accurately reflect actual building usage scenarios.

II.3 Hygrothermal characterization of cement mortar composites incorporating micronized vegetal fibers

La partie précédente a mis en lumière l'impact de l'incorporation des fibres de miscanthus micronisées sur les propriétés des mélanges frais et sur les propriétés mécaniques et thermiques des mortiers à l'état durci (à 28 jours).

L'un des objectifs étant également d'améliorer l'hygroscopicité des matériaux d'enveloppe pour assurer le confort des usagers dans les bâtiments d'habitation, la partie suivante va maintenant explorer le comportement hygrique des mêmes mortiers incorporant différentes teneurs en fibres de miscanthus.

Une première étape consistera d'abord à évaluer la dépendance des propriétés thermiques (conductivité et diffusivité thermique) vis-à-vis de la teneur en humidité des échantillons. Dans ce cadre, des mesures thermiques seront réalisés au moyen d'un dispositif Hot-Disk placé dans une enceinte thermique permettant de conditionner les échantillons à différent niveaux d'humidité relative : conditions sèches (10% HR), modérées (50% HR) ou saturées (100% HR). Ces mesures seront réalisées sur une large plage de température entre 15°C et 45°C.

Dans un second temps, on s'intéressera plus particulièrement à évaluer les caractéristiques gouvernant le comportement hygrique de ces mortiers biosourcés, à travers les déterminations expérimentales des isothermes de sorption/désorption, de la perméabilité à la vapeur d'eau, de la capacité de tampon hydrique (MBV) ou encore des propriétés d'absorption capillaire. Dans le cas des isothermes de sorption, une approche théorique basée sur le modèle GAB (Guggenheim- Anderson- de Boer) sera également proposée.

L'ensemble des grandeurs mesurées constituera une base de données précieuse, qui permettra d'alimenter des modèles de transferts de chaleur et de masse dans le cadre d'études numériques ultérieures à l'échelle de la paroi ou du bâtiment.

La mise en forme de cet article est en cours de finalisation en vue de la soumission prochaine dans une revue internationale.

Abstract

This work investigates both the moisture dependence of thermal properties and the hygric behavior of cement mortars incorporating different proportions of micronized miscanthus fibers up to ~7 wt.%. The experimental program encompasses thermal characterization at dry (10% RH), moderate (50% RH), and saturated (100% RH) states of samples, along with hygric characterization of the various mortar specimens through sorption-desorption tests, water vapor permeability assessment, Moisture Buffer value (MBV) determination, and capillary absorption tests. Thermal measurements showed a significant decrease in thermal conductivity with the addition of fibers. For a given biobased mortar composition, conductivity values were almost identical at dry/moderate RH level but exhibited an increase at saturation. This shift was attributed to the fibers' pronounced hygroscopic and absorptive properties, which contribute to a higher water content within the samples. Collectively, the moisture sorption, moisture buffering capacities, water vapor permeability, and capillary absorption properties demonstrated consistent enhancement with rising fiber content, confirming the beneficial impact of plant fibers on the material's hygrothermal properties. In addition, the GAB model (Guggenheim- Anderson- de Boer) was used to fit the sorption and desorption isotherms, yielding a good correspondence with experimental data. Finally, mortars with the higher fiber contents (M7.5F and M10F with 5.70 wt.% and 6.94 wt.% of fibers, respectively) combined high hygroscopicity and low thermal conductivity values (even under moisture-saturated conditions), positioning them as good candidates for applications demanding both superior hygric performance and effective insulation properties.

Keywords: Bio-based mortar; Micronized miscanthus fibers; Thermal and hygric properties; Moisture content; Sorption isotherm; MBV; capillary absorption; GAB model

II.3.1 Introduction

The building industry is responsible for approximately 30% of energy consumption and CO₂ emissions, making it one of the most significant contributors to environmental degradation and global warming [3,5]. Traditional building materials, such as concrete and cement, require vast amounts of natural resources, which leads to environmental depletion, pollution, and waste emissions.

In this context, bio-based building materials have gained considerable attention over the last decade, due to their potential to effectively mitigate the environmental impact of the construction industry. By incorporating agricultural by-products or wastes into conventional building materials, bio-based alternatives not only minimize primary resource consumption but also impart enhanced performance characteristics to the resulting composites [19,260,261]. This dual advantage has positioned bio-based building materials as an attractive option for sustainable construction practices, addressing both environmental and functional requirements.

Plant materials, including hemp, flax, rice husk, cork, date palm fibers, among others, have been widely investigated for their potential applications in construction [19,21,260–263]. One prominent benefit of incorporating these plant fibers into cement mortars or concrete is the

creation of ultra-lightweight materials with substantial enhancements in thermal performance, particularly through a notable reduction in thermal conductivity. This effect can be attributed to two main factors: the inherently low thermal conductivity of the plant fibers themselves and the overall increase in porosity observed in the resulting biobased composites [22,134,162,177,264]. For instance, Boumhaout et al. [264] observed a remarkable 70% improvement in the thermal resistance of mortars containing date palm fibers. Horma et al. [159] demonstrated a reduction in thermal conductivity from 0.62 to 0.2 W.m⁻¹.K⁻¹ by incorporating 10 wt.% spent tea into a cement mortar. Similarly, Charai et al. [162] reported a reduction in the thermal conductivity of concrete with an increase in Alfa fiber content. Panesar and Shindman [134] investigated concrete containing 10% and 20% cork and found reductions in thermal conductivity of approximately 16% and 30%, respectively, compared to the control concrete. Furthermore, Salem et al. [153] highlighted the significant improvement in thermal performance achieved by replacing natural sand with 20wt.% sponge wastes, which led to a remarkable 63% enhancement in the thermal properties of the mortar.

In addition, bio-based building materials generally offer excellent hygric properties that contribute to their moisture regulation capacity, enabling them to moderate fluctuations in relative humidity and maintain optimal indoor air quality [265]. The combination of high intrinsic microporosity and the cellulose-rich composition of plant fibers enables rapid absorption and release of moisture in response to environmental changes. This characteristic plays a crucial role in ensuring a comfortable living environment within the building.

Several crucial material properties are indicative of this moisture-regulation capacity, including the Moisture Buffer Value (MBV), water vapor permeability, and sorption/desorption characteristics.

The Moisture Buffer Value denotes the capacity of a material to store/release moisture when subjected to repeated fluctuations in relative humidity. According to the NORDTEST classification [178,266], MBV values exceeding 2 g.m⁻².%RH⁻¹ are considered indicative of excellent moisture regulators. Such elevated values are frequently observed in the literature for biobased mortars. For example, Charai et al. [162] achieved moisture buffering capacities of 2.29 and 3.13 g.m⁻².%RH⁻¹ by adding 5 and 10 wt.% Alfa fibers to a cement-based mortar. Chennouf et al. also documented a MBV of 2.97 g.m⁻².%RH⁻¹ for a bio-based mortar containing 15 wt.% date palm fibers [124]. Additionally, Benmahiddine et al. reported a MBV of 2.27 g.m⁻².%RH⁻¹ for hemp concrete with 16% hemp shives [177]. This indicates that the incorporation of these vegetal fibers significantly enhances the material's capacity to buffer moisture, contributing to a stable and comfortable indoor environment.

The inclusion of plant fibers in cement mortars also enhances water vapor permeability, facilitating efficient vapor transportation across the material's thickness. Chennouf et al. [124] found water vapor permeability values of 3.16×10⁻¹¹ and 3.59×10⁻¹¹ kg.m⁻¹.s⁻¹.Pa⁻¹ in dry and wet cup tests, respectively, for mortars containing 15 wt.% date palm fibers. Brás et al. [179] noted a 20% increase in water vapor permeability with the incorporation of 70% cork by volume in cement mortar composites.

Because biobased materials exhibit strong hygroscopic tendencies, fluctuations in moisture content resulting from environmental changes can also influence their thermal properties. Indeed, numerous studies have highlighted the dependence of thermal properties on moisture content. For instance, Gourlay et al. [166] observed an elevation in the thermal conductivity of hemp concrete with increasing water content. Similarly, Pierre et al. [168] reported a roughly 1.5-fold increase in thermal conductivity for hemp concrete at 95% relative humidity compared to its dry state (approximately 0% humidity). Overall, thermal conductivity rises with water content [166,169,263]. Due to the presence of water in the porosity of mortars, the rate of heat transfer in the mortar increases, as water has a higher thermal conductivity than air and natural convection in the porosity may be replaced by with conduction. Hence, it is imperative to explore thermal and hygric properties in a closely interconnected manner.

Moreover, although the integration of plant fibers into cement-based materials yields lightweight construction materials with improved thermal, hygric, and even acoustic characteristics [129,135,267,268], it is important to note that these benefits often come at the expense of the mechanical performance, as demonstrated by several studies [19,22,115,155,156,159,162,258,264]. These adverse effects are typically ascribed to the relatively low mechanical properties of the plant-based additives, the increased porosity within the resulting biobased composites, and the limited compatibility and weak bonding between vegetal fibers and the mineral matrix. Consequently, achieving an optimal balance between the improvement in thermo-hydric properties and the reduction in mechanical strength generally requires a careful adjustment of the plant fiber content.

This study is part of a broader project aiming to enhance the mechanical and thermo-hydric performance of cement mortars by incorporating phase change materials or micronized miscanthus fibers, with the goal of developing building envelope materials that offer superior thermal efficiency and moisture management [254,269]. The selection of fibers derived from the miscanthus plant (*x giganteus*) is motivated by its substantial potential for utilization, characterized by impressive annual productivity (10-20 tons/year), adaptability to diverse soil conditions, and minimal water and fertilization demands, making it a highly attractive choice [108,113–115]. In France, this plant is primarily grown in the northern region, where concerted efforts are being made to establish an industrial-level valorization chain, aiming to fully leverage its vast potential in various domains, including the development of bio-based materials and the production of plastic goods.

In a prior phase of the study, we examined the effects of adding micronized miscanthus fiber (up to 6.94 wt.%) to cement mortar composites, focusing on microstructure, mechanics, and thermal properties. Results showed a substantial 87% increase in thermal resistance (thermal conductivity reduced from 2.34 to 0.4 W.m⁻¹.K⁻¹) due to increased porosity from fiber addition. However, this enhancement came at the cost of reduced mechanical strength, making these bio-based mortars unsuitable for structural applications but still adequate for handling and insulation in construction.

In this paper, we explore the moisture-dependent thermal properties and hygric behavior of the same cement composites with varying concentrations of micronized miscanthus fibers up to

approximately 7 wt.%. The experimental program covers thermal characterization under dry, moderate, and saturated conditions, as well as hygric characterization, encompassing the assessment of moisture buffer value, water vapor permeability, sorption/desorption behavior, and capillary absorption. Furthermore, a theoretical approach based on the GAB model (Guggenheim-Anderson-de Boer) is also applied to capture the moisture sorption behavior.

Due to the scarcity of literature data on the thermo-hygric properties of construction materials with miscanthus fibers, our experimental results establish a valuable database for readers. Moreover, these findings offer essential input data for future modeling efforts focused on predicting thermo-hydric behavior at the wall scale.

II.3.2 Materials and methods

II.3.2.1 Materials and sample preparation

The plant fillers selected in this study consist of a micronized powder of miscanthus fibers, with particle size in the range of 200-500 μm . This product was supplied by Addiplast Group (Saint-Pal-de-Mons, France) under the reference MDDCH0114 MISCANTHUS 200-500 μm /BFF. According to the technical datasheet, the cellulose content is around 94%, while the hemicellulose and lignin contents are respectively 6% and 0.4%.

This micronized powder is generally used in the plastic industry to manufacture bio-based fiber-reinforced polymer composites for the automotive market. In the present work, it is proposed to introduce this vegetal filler (as received without any chemical treatment) into a cement mortar, and to evaluate the impact of this addition on the overall thermophysical and hygric properties. Due to their small size and their very porous cellulosic structure (see Figure II.40), these micronized miscanthus particles are expected to develop a higher specific surface area compared to longer chopped fibers, and hence to influence more significantly the properties of the mortar composites. In addition, the use of a micronized powder allows to obtain a fine and homogeneous particle distribution within the mortar matrix [269].



Figure II.40. Scanning Electron Microscopy (SEM) images of the micronized miscanthus fibers at different magnifications.

A mortar composition available in the literature [224,225] and specifically designed for additive manufacturing was also considered in this work. This choice was mainly guided by another aspect of the project related to the development of 3D printable mortars containing vegetal

fibers (this part is not tackled in this paper). Table II.7 presents the details of this reference composition, denoted M0, which is based on a water-to-cement ratio (W/C) of 0.35. Two types of cements were combined in a proportion of 93/7 parts by weight: an Ordinary Portland Cement EXTREMAT® CEM I 52,5 N-SR3 SEG containing 99% of Clinker (denoted OPC) and a rapid setting Sulfo-aluminous cement Alpenat R² (denoted CSA), both manufactured by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France). A superplasticizer, namely VISCOCRETE TEMPO 11 from SIKA Company (Baar, Switzerland), was also added to the mix and will be denoted SP in the following. The reference mortar also comprises standardized siliceous sand (granular distribution complying with EN 196-1 standard [226], with a maximum size of 2mm), which was supplied by SNL company (Leucate, France).

Several mortar admixtures were prepared by introducing various dosages of micronized miscanthus powder in the reference system M0. Their compositions are summarized in Table II.7. The amounts of mineral components (OPC/CSA cement, sand) and SP were kept constant in the mixes, while the quantities of miscanthus fibers and water were varied. The different mortar formulations are denoted MxF, where x is the target dosage of miscanthus fibers introduced in the mortar (expressed in wt.% of the reference composition M0), which was varied in the range of 0-10 wt.%. The actual mass fraction of miscanthus fibers in each system (calculated by taking into account the total water content in the mix) is also displayed in Table II.7.

It is to note that the amount of water (and hence the W/C ratio) increases together with the fiber content. This is mainly related to the necessity of presoaking the plant fillers in water prior to their incorporation in the mortar mixes. Indeed, preliminary tests showed that the addition of dry fibers led to a drastic reduction in the mortar workability and strongly affected the cement hydration process, since the miscanthus fibers adsorbed a large part of the mixing water (their absorptivity has been reported in the range 390-500% [129]). In practice, the fibers were presoaked in water for at least 2 hours, in accordance with other authors [99], The excess water was eliminated with a tissue and the soaked fibers were added to the fresh mortar mixes at the end of the mixing process.

Table II.7. Composition of the various mortar formulations including micronized miscanthus fibers

Type of mortar	Sand (g)	CEM I (g)	CSA (g)	SP (g)	Dry fibers (g)	Total water (g)	Water/Cement (CEM I + CSA) ratio	Mass fraction of fibers (wt.%)
M0	1350	1059.33	79.73	2.96	-	398.67	0.35	0
M2.5F	1350	1059.33	79.73	2.96	72.27	604.95	0.53	2.28
M5F	1350	1059.33	79.73	2.96	144.53	843.61	0.74	4.15
M7.5F	1350	1059.33	79.73	2.96	216.80	1092.99	0.96	5.70
M10F	1350	1059.33	79.73	2.96	289.07	1383.85	1.21	6.94

The mixing procedure complied with the specifications of EN 196-1 standard and was implemented using a programmable mortar mixer (model E092N from Matest Spa Company, Treviolo, Italy). Further details can be found in [269].

After mixing, the fresh mortars were poured in different moulds to manufacture $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ prismatic samples dedicated to thermophysical characterization, and $4 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ samples for hygric characterization. The samples were demolded 24 hours later, hermetically wrapped with a plastic film, and conditioned at $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ until the characterizations at 28 days.

II.3.2.2 Characterization techniques

II.3.2.2.1 Characterization of thermophysical properties

Thermophysical properties of the various miscanthus mortars (prisms of dimension $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$), were determined using the Hot Disk (HD) method. A Hot Disk TPS 2500 S device (Gothenburg, Sweden) equipped with a Kapton insulated probe (ref 5501 from Hot Disk®, with a radius of 6.4 mm) was used for the measurements. The principle of the HD technique relies on the theory of transient plane source, as specified by ISO 22007-2 standard [233]. The setup uses a sensor placed between two samples of the same material, which acts both as a heat source to increase the temperature at the sample surface, and as a “resistance thermometer” to record the time-dependent temperature increase. The experimental device (Figure II.41) enables simultaneously a rapid, accurate and non-destructive evaluation of the thermal conductivity (noted λ in $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), the thermal diffusivity (a in $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) and the volumetric heat capacity of the sample ($\rho.C_p$ in $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$).

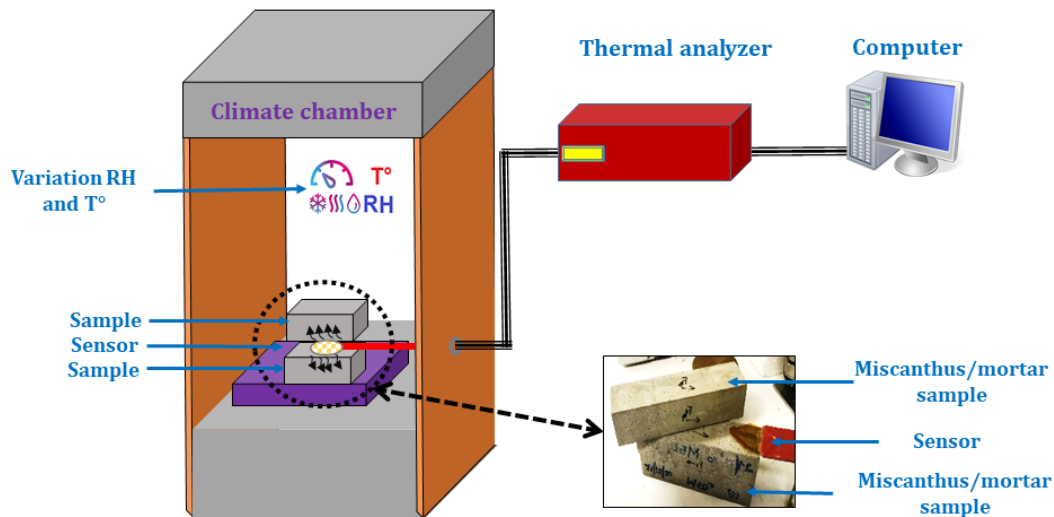


Figure II.41. Experimental setup used to assess the thermophysical properties of mortars over the 15-45°C temperature range and at different RH levels.

To evaluate the impact of moisture, the thermophysical characteristics of the different mortars were analyzed under three distinct relative humidity (RH) conditions, including dry state (10% RH), saturated state (close to 100% RH) and moderate RH level (50% RH).

In practice, the samples were first placed in a climatic chamber and conditioned at 20°C - 50% RH until their mass reached an equilibrium state. Thermophysical measurements were then

performed inside the chamber at various temperatures between 15°C and 45°C. Once this initial stage was completed, the same samples were reconditioned at 20°C - 10% RH for at least one week before conducting thermophysical measurements between 15°C and 45°C in this dry state. Finally, for saturated-state measurements (100% RH), the samples were removed from the chamber and directly immersed in water for a period of one day. Afterward, the excess water was soaked up using a tissue and the samples were reinstalled in the climatic chamber at 90% RH to perform the thermophysical characterizations over the 15-45°C temperature range. Experimental values were averaged on three repeated measurements and uncertainties were derived from the standard deviations.

II.3.2.2.2 Moisture Buffer Value

The Moisture Buffer Value (MBV) of a building material denotes its capacity to store/release moisture when subjected to repeated fluctuations in relative humidity between two predetermined levels. It serves as an indicator of the material's ability to mitigate daily fluctuations in relative humidity, which contributes to the quality of indoor air and overall living comfort in a building.

The determination of the MBV followed the NORDTEST protocol [178,266]. Samples of dimensions $10 \times 10 \times 4 \text{ cm}^3$ were exposed to cyclic variations in relative humidity between high (75% RH) and low (33% RH) levels for 8 and 16 hours, respectively, at an isothermal condition of 23°C. Prior to testing, the samples were stabilized at 23°C and 50% RH until their mass became constant. To ensure unidirectional (1D) moisture transfer, the samples were sealed with plastic film and aluminum insulation tape on all faces except one (as illustrated in Figure II.42).

In these conditions, the MBV (in $\text{kg} \cdot (\text{m}^2 \cdot \% \text{RH})^{-1}$) can be estimated using the following expression:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \times (RH_{high} - RH_{low})} \quad \text{II.6}$$

Where, Δ_m is the mass change during the absorption/desorption phase (kg), A is the exchange area (m^2), RH_{high} (75%) and RH_{low} (33%) are the predetermined RH levels.

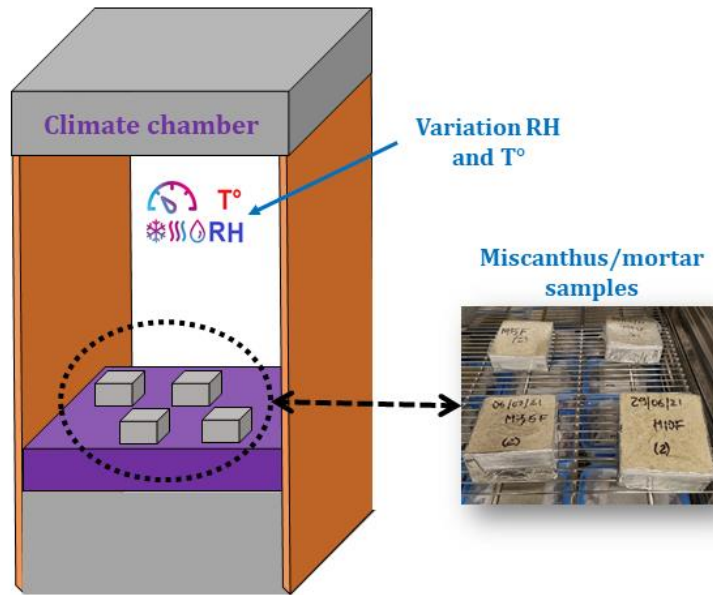


Figure II.42. Description of the experimental setup used to evaluate the moisture buffer value.

II.3.2.2.3 Assessment of the water vapor permeability

The water vapor permeability characterizes the material ability to transfer moisture (through diffusion, effusion and liquid transfer) under a vapor pressure gradient. It can be determined using the sorption cup method under isothermal condition according to EN ISO 12572 standard [270]. For each mortar composition, measurements were made both with wet and dry cup tests.

In practice, a series of samples dedicated to hygric characterizations (dimensions 4 x 10 x 10 cm³) was cut with a diamond saw to reduce their thickness to 1.5 cm. These samples were then stored at 23°C – 50% RH until they reached mass equilibrium. In order to create a 1D moisture flow over the 100 cm² surface area of the samples, the latter were embedded on the top lid of plastic cups containing specific compounds for moisture control (a potassium nitrate saturated solution was used to maintain a 97% RH condition of the air layer within the wet cups, while silica gel was used to maintain a relative humidity of 5% of the air layer inside the dry cups). The plastic cups were made perfectly hermetic by filling the gaps between the samples and the lids with melted wax (left picture in Figure II.43).

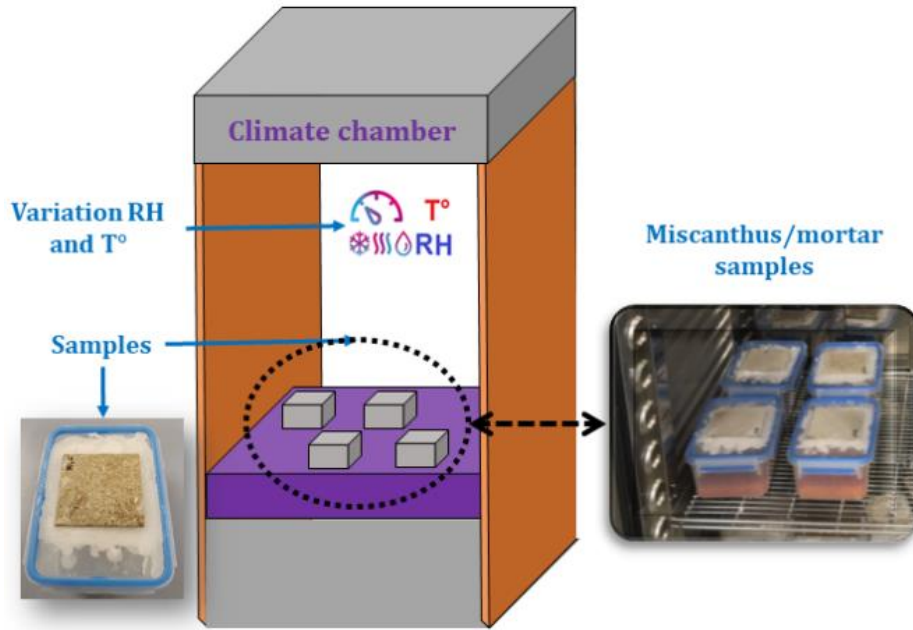


Figure II.43. Experimental setup for the determination of the water vapor permeability.

In each cup, the height of the air layer between the silica gel (or the saturated solution) and the lower face of the mortar sample was about 75 mm. Both dry and wet cups were placed in a climatic chamber which was set at 23°C -50% RH throughout the testing process (Figure II.43).

The cups were weighed every day to record their mass and calculate the water vapor transmission rate in steady-state conditions. The mass change rate G (in kg.s^{-1}) between two consecutive measurements was calculated as:

$$G = \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad \text{II.7}$$

Where Δm and Δt are respectively the mass change (in kg) and laps of time (in s) between successive measurements. The test is stopped and the final value of G is obtained when each of the last five successive determinations of Δm are within $\pm 5\%$ of G [45].

The water vapor permeability δ (in $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) in the dry and wet cup methods can also be obtained by:

$$\delta = \frac{G.e}{\Delta P_v A} \quad \text{II.8}$$

Where A is the exposed surface area of the sample (m^2) and e the thickness of the sample (cm). ΔP_v (Pa) is the water vapor pressure gradient across the sample (difference between the vapor pressure inside the cup and the outer vapor pressure in the climate chamber), which can be calculated using Eq. (II.9):

$$P_v = RH \times e^{23.5771 - \frac{4042.9}{T - 37.58}} \quad \text{II.9}$$

With RH , the relative humidity and T the temperature (in K) [176,270]. The relative humidity in the climate chamber is 50%, while RH levels inside the dry and wet cups are respectively 5% and 97%.

II.3.2.2.4 Characterization of the sorption-desorption behavior

The adsorption/desorption isotherms of the different mortars were determined by gravimetric method using a fully automated SPS device from ProUmid Company (Ulm, Germany), equipped with a sample loader (Figure II.44). These experiments were conducted on $1.5 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$ cubic samples which were cut from larger specimen. The samples were first preconditioned at 40°C under vacuum until mass stabilization. Afterwards, they were placed in the climatic chamber of the SPS device and exposed to different levels of relative humidity under isothermal condition (23°C). The adsorption/desorption isotherms were constructed from the mass change of the tested specimens (uptake or loss) at equilibrium. Furthermore, the slope of the sorption isotherms made it possible to determine the moisture storage capacity according to the following expression:

$$C_m = \frac{\partial W}{\partial RH} \quad \text{II.10}$$

Where, C_m (adimensional) is the moisture storage capacity and W (%) is the water content of the sample tested.



Figure II.44. Gravimetric vapor sorption analyzer (SPS model from ProUmid). Cubic mortar specimens are installed in the sample loader.

II.3.2.2.5 Assessment of the capillary absorption parameters

The capillary absorption of a material refers to its inherent capacity to spontaneously absorb a liquid without the need for external forces, provided its surface is open and in contact with the liquid. This property is quantified by two key parameters: the capillary absorption coefficient (α) and the capillary moisture content (W_f) of the material. The capillary absorption coefficient denotes the amount of water absorbed per unit area, correlated with the square root of time, while the capillary moisture content represents the maximum water content achievable at saturation within a given volume of the sample.

In this investigation, the capillary behavior is evaluated in accordance with the NF EN 15801 standard [271]. Prior to testing, samples were subjected to drying at 40°C until a consistent mass was achieved. The testing procedure involves exposing one face of the sample to water and monitoring the subsequent mass changes until saturation is reached. To ensure a unidirectional transfer confined to the exposed surface, all other faces of the samples are sealed (refer to Figure II.45). The sample dimensions are approximately $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$, with an exposed area of $10 \times 5 \text{ cm}^2$. Mass evolution is tracked using a high-precision balance with a 0.1% accuracy.

The capillary absorption coefficient (a) and the capillary moisture content (W_f) of the material are determined from the recorded data using the following equations:

$$a = \frac{m_h - m_d}{A \times \sqrt{t}} \quad \text{II.11}$$

Where: a represents the capillary absorption coefficient (in $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-0.5}$), m_h is the mass of the sample at a specific humidity level (measured in kg), m_d stands for the dry mass of the sample (measured in kg), A represents the exposed area of the sample in contact with water (in m^2), and t is the time (s).

$$W_f = \frac{m_{sat} - m_s}{L \times l \times e} \quad \text{II.12}$$

Where: W_f represents the capillary moisture content (in $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), m_{sat} denotes the mass of the sample at saturation (measured in kg), L , l and e are the dimensions of the sample (in m)

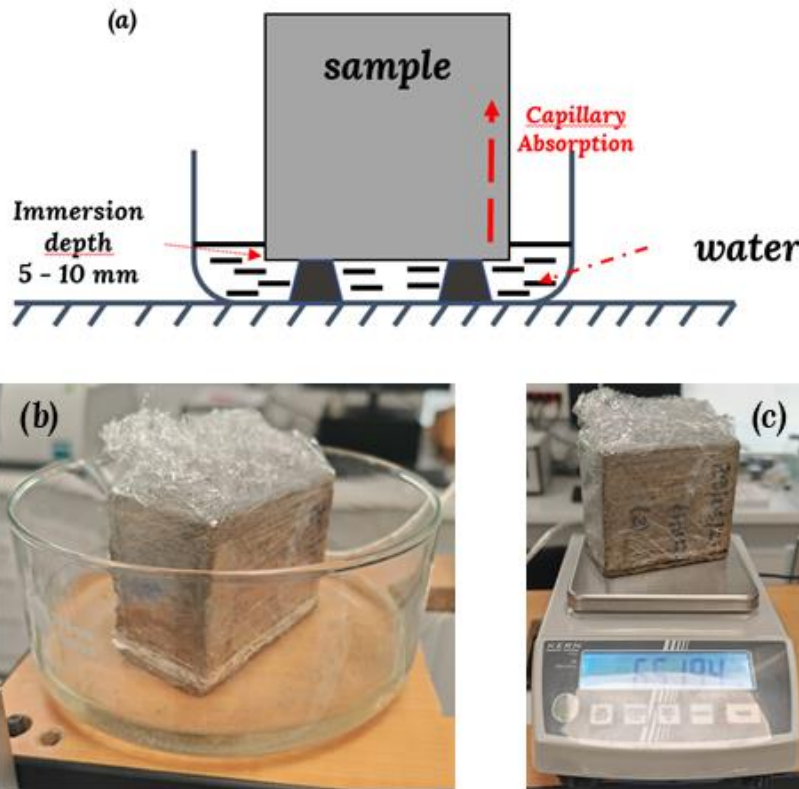


Figure II.45. (a) and (b) Experimental setup used for capillary absorption tests, (c) weighing of the samples with a precision balance

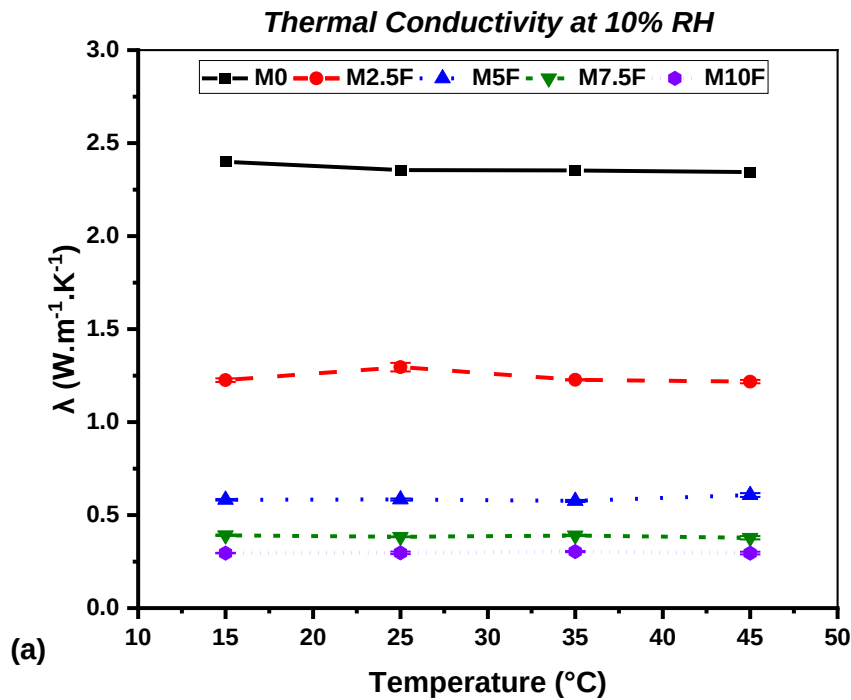
II.3.3 Results and discussion

II.3.3.1 Influence of moisture conditions on thermophysical properties

The HD technique was employed to determine the thermophysical properties of the different mortars, using the protocol outlined in section II.3.2.2.1. As an objective of this study was to assess the impact of the moisture environment, measurements were conducted at various controlled relative humidity levels.

Figure II.46 displays the changes in thermal conductivity (λ) of the different mortars across the temperature range of 10-45°C under two conditions - dry-state (at 10% RH) and water saturation (100% RH). Similarly, Figure II.47 presents the outcomes related to the changes in thermal diffusivity (α) of the same mortars. The graphs exhibit error bars, which represent standard deviations derived from three repeated measurements.

It is worth noting that the results obtained at intermediate humidity level (50% RH) were already presented in a prior publication [48] and are not recalled in detail here. However, certain measurements obtained under this condition will be employed for comparative purposes in this section.



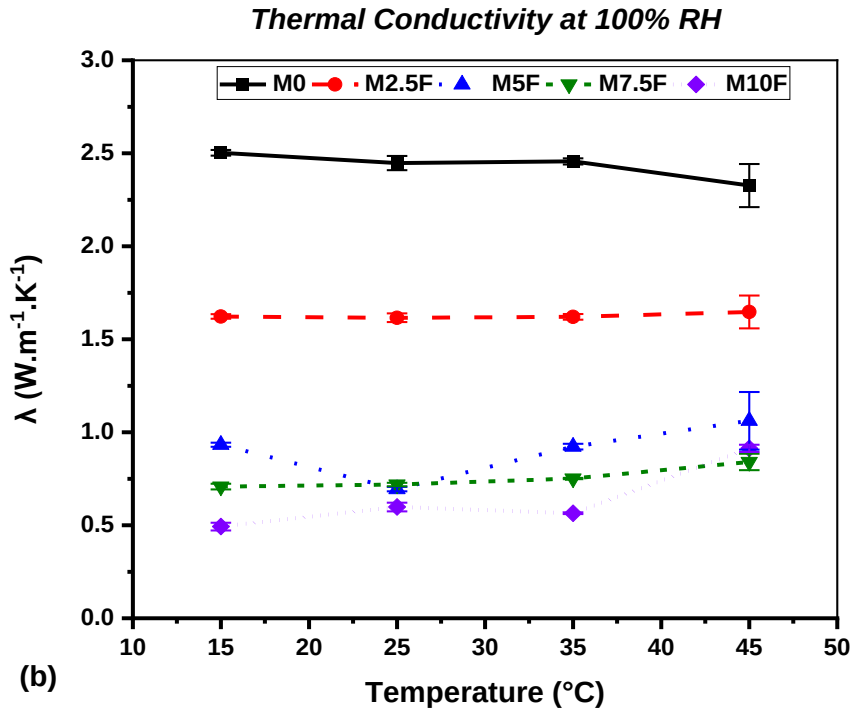
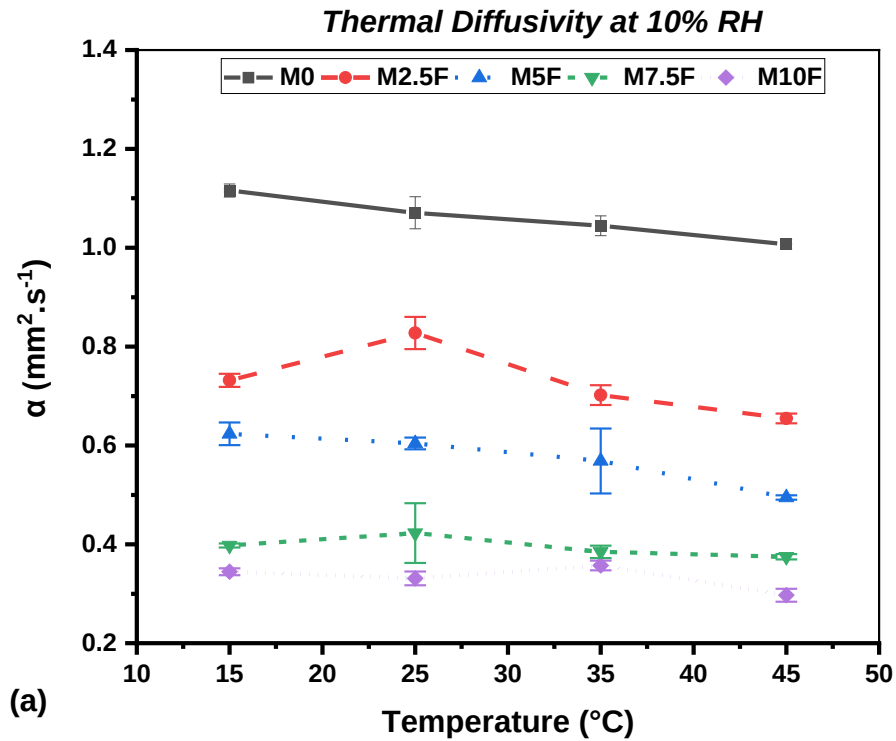


Figure II.46. Temperature dependence of the thermal conductivity at (a) 10% RH and (b) 100% RH for the various mortars studied



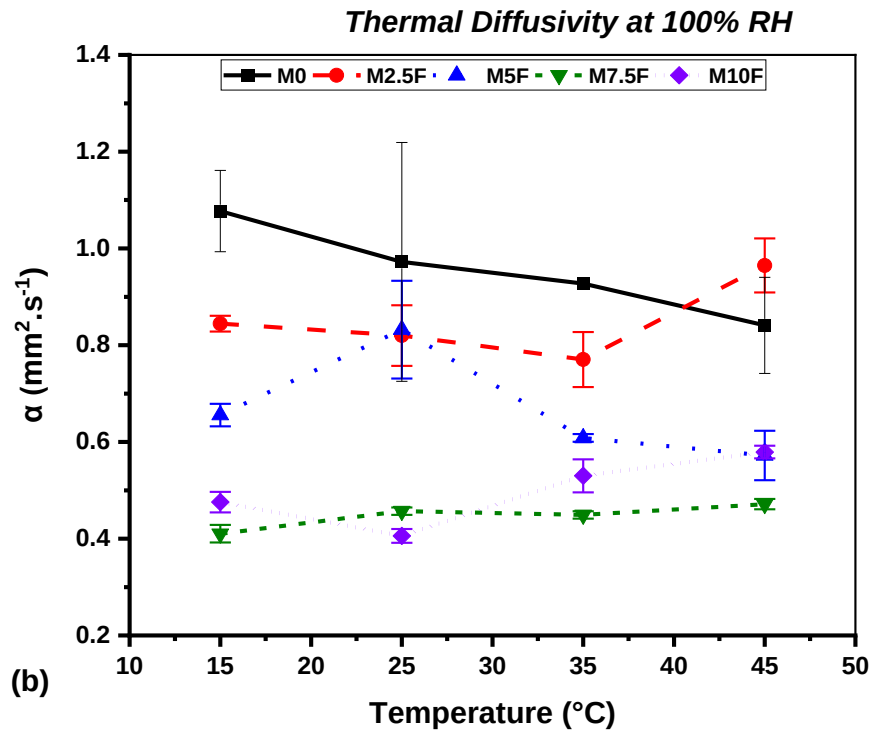


Figure II.47. Temperature dependence of the thermal diffusivity at (a)10% RH and (b) 100% RH for the various mortars studied

When analyzing the results in dry conditions (10% RH), the following observations can be emphasized:

- For the reference mortar M0, the values of thermal conductivity (λ) and thermal diffusivity (α) determined at 25°C are equal to 2.35 W.m⁻¹.K⁻¹ and 1.07 mm².s⁻¹, respectively. These values are within the ranges generally reported in the literature for OPC mortars (λ between 1.5-2.7 W.m⁻¹.K⁻¹ and α between 0.89–1.26 mm².s⁻¹, depending on the density of the material [167,240,241]). They are also very consistent with data reported by Shafigh et al. for OPC mortars of similar density (2200 kg.m⁻³) [240].
- Under dry conditions, one can also notice that the thermal conductivity of the reference mortar remains almost constant over the temperature range investigated (15-45°C), in accordance with other authors[242].
- When the content of miscanthus fibers increases, both thermal conductivity and diffusivity decrease significantly. For instance, in the case of mortar containing 5.70 wt.% fibers, the thermal conductivity is reduced to 0.38 W.m⁻¹.K⁻¹, marking an impressive 84% decrease compared to the reference sample.

- For a fiber content, thermal conductivity and thermal diffusivity values remain relatively constant within the temperature range under consideration, showing minimal temperature dependence.

Consistently, the same trend is observed at both 50% humidity level and under saturated conditions, characterized by a reduction in thermal conductivity and diffusivity with increasing fiber content.

This aligns with a common trend observed in the literature, where the addition of vegetal fibers consistently enhances the thermal resistance of mortar. For example, Charai et al. [162] reported a reduction in the thermal conductivity of concrete as they increased the content of Alfa fibers. Salem et al. [153] found that substituting natural sand with 20 wt.% of vegetable synthetic sponge waste improved the mortar's thermal performance by up to 63%. Similarly, Benmansour et al. [120] noted a substantial drop in thermal conductivity, ranging from 87% to 98%, when incorporating 30% date palm fibers of various sizes into natural cement mortar. Panesar & Shindman [134] also observed a significant decrease in the thermal conductivity of concrete with the inclusion of waste cork."

The reduced thermal conductivity observed in bio-based mortars upon the incorporation of vegetal fibers can be attributed to various factors. Firstly, the inherently low thermal conductivity of these fibers plays a significant role. For instance, Schnabel et al. [164] reported a very low thermal conductivity of just $0.04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ for miscanthus fibers, highlighting their insulating properties. Secondly, the increase in the overall porosity of the mortars also contributes to this effect. This heightened porosity leads to a transformation in heat transfer mechanisms, shifting from conduction-based transfer to natural convection processes within the mortar's porous structure. This phenomenon has been documented in various studies [19,99,134,152,153,156,162].

When examining the impact of relative humidity (RH) levels on thermophysical properties, it becomes evident that, at a given temperature, measurements conducted under dry conditions yield results quite similar to those obtained at 50% relative humidity. Conversely, when the environment is saturated with moisture, significant increases in both thermal conductivity and thermal diffusivity are observed. This effect is clearly illustrated in Figure II.48, which depicts the variations in thermal conductivity at 25°C as a function of the fiber content of the mortars, for different moisture levels: dry (10%), moderate (50%) and saturated-state (100%).

The influence (RH) levels is also evident in Figure II.49, illustrating the thermal conductivity versus temperature for mortar M10F, which contains 6.94 wt.% fibers, across various moisture conditions. When tested under dry and 50% RH conditions at 25°C , the thermal conductivity for this M10F specimen measures approximately $0.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. However, in a 100% RH environment, this value increases to approximately $0.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, nearly doubling the dry-state measurement. Despite this increase in thermal conductivity, it's noteworthy that the value still falls within the acceptable range for insulation materials.

These observations align with the findings of numerous studies examining the influence of relative humidity on the thermal conductivity of bio-based mortars [263,27,166,168,167].

Siwińska and Garbalińska [167] conducted research on the moisture-dependent thermal conductivity of three different mortars, testing them under dry, wet, and moderate relative humidity conditions. Their results indicated a direct correlation between moisture content and thermal conductivity, with an increase in moisture leading to an increase in thermal conductivity. Similarly, Gourlay et al. [166] observed a noteworthy rise in the thermal conductivity of hemp concrete, transitioning from a dry state to a saturated humidity environment, with the conductivity increasing by 60 -75%. In the study conducted by Pierre et al. [168], a substantial 50% increase in thermal conductivity was also reported for hemp concrete as the relative humidity level rose from 0% to 95%.

Furthermore, it's worth noting that the difference in thermal conductivity between the dry and saturated states is relatively smaller for the reference mortar but becomes significantly larger with higher fiber content (see Figure II.48). This phenomenon can be attributed to the combined effects of increased porosity due to the addition of fibers and the inherently high porosity and water absorbency of these fibers. The presence of water within the micro and macro-pores of the samples, as a result of fiber absorption in the saturated state, accelerates the transfer of heat fluxes through the material [166–168].

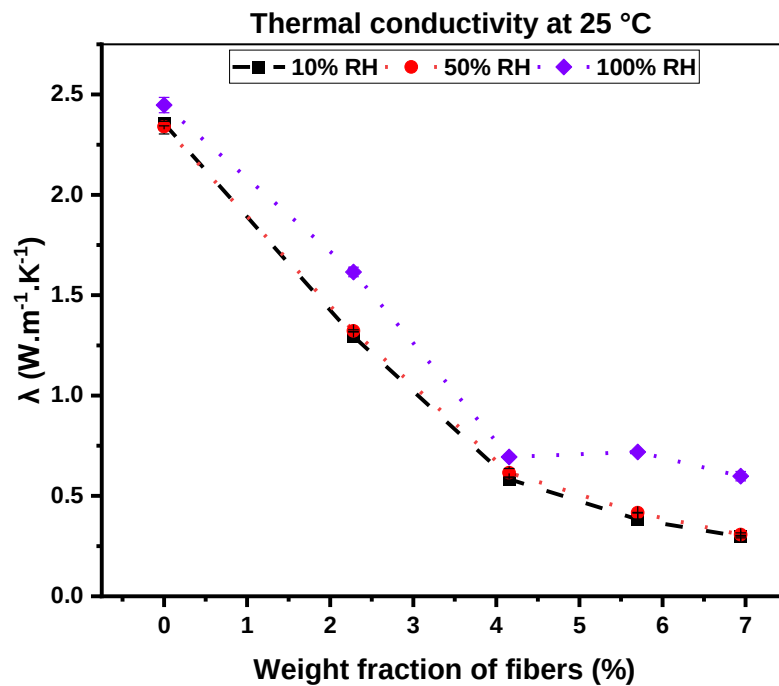


Figure II.48. Dependence of the thermal conductivity of mortars at 25°C upon the weight content of miscanthus fibers, for different levels of relative humidity.

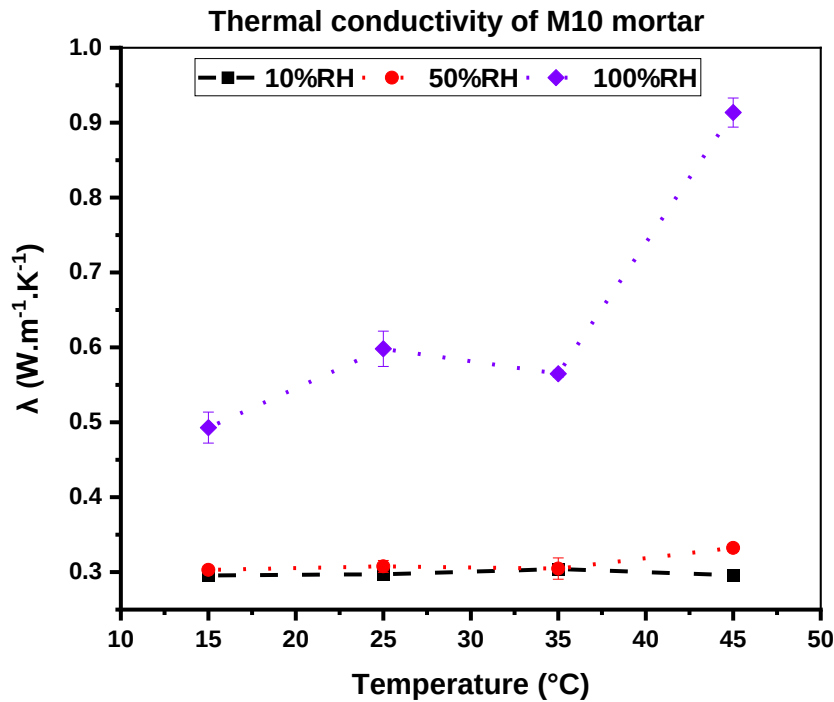


Figure II.49. Dependence of the thermal conductivity of M10F mortar upon temperature, for different levels of relative humidity.

II.3.3.2 Water vapor permeability

The experimental results for water vapor permeability (δ) of mortars, as determined in accordance with EN ISO 12572 [270], are detailed in Table II.8.

In initial remarks, it is important to highlight that no conclusive values could be established for the reference mortar M0. Indeed, the mass fluctuations of the samples were very slow, and no stabilization could be achieved after several months of test (the standard protocol stipulates that test can be stopped when the deviation between the average value of the 5 last measurements and each individual measurement falls below 5%, but this criterion was not met in the present case). This is likely due to the very slow kinetics of moisture transfer in this reference material.

It is observed that the water vapor permeability rises with an increase in fiber content within the mortar matrix. Notably, the mortar composition M10F containing 6.94 wt.% of miscanthus fibers demonstrates a water vapor permeability of 1.33×10^{-11} and 2.86×10^{-11} $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ under dry and wet cup conditions, respectively.

These findings fall within a comparable range to those reported in previous literature on bio-based mortars. For instance, Chennouf et al. [124], in their investigation of hygrothermal properties in mortars containing date palm fibers, documented water vapor permeability values of 3.16×10^{-11} and 3.59×10^{-11} $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ for dry cup and wet cup conditions, respectively. Similarly, Benmahiddine et al. [177] reported values of 2.86×10^{-11} and 3.94×10^{-11} $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ for un-weathered and weathered mortars containing hemp shives. Additionally, Brás et al.

[179] observed a 20% increase in water vapor permeability with the incorporation of 70% cork into the mortar composition.

It's worth highlighting that the water vapor permeability exhibits a higher value in the wet cup compared to the dry cup. This difference can be attributed to the enhancement of macroscopic moisture transport within water-filled pores [125,124,126].

Furthermore, the water vapor permeability is closely tied to the microstructure of the mortar. This is significantly affected by the type of binder employed, but more prominently by the fiber content and the dimensions of the fibers integrated into the mortar. The substantial porosity of vegetable fibers promotes enhanced moisture transport capabilities, primarily driving the overall increase in moisture transportation and, consequently, total water vapor permeability [123,124,126,177].

Table II.8. Experimental values of water vapor permeability (δ) obtained for the various mortars exposed to dry and wet environments.

Type of mortar	water vapor permeability (δ) [kg.m ⁻¹ .s ⁻¹ .Pa ⁻¹] × 10 ⁻¹¹	
	Dry cup	Wet cup
M0	-	-
M2.5F	0.23	0.54
M5F	0.86	0.72
M7.5F	1.28	2.48
M10F	1.33	2.86

II.3.3.3 Sorption/desorption behavior

II.3.3.3.1 Experimental characterization

Adsorption and desorption isotherms were determined on the various mortars using the ProUmid SPS apparatus, and following the experimental protocol outlined in section II.2.2.4. These isotherms, depicting the adsorption and desorption characteristics of the studied mortar formulations, are presented in Figure II.50.

Based on these findings, the reference mortar M0 demonstrates a markedly low moisture adsorption capacity, characterized by relatively slow adsorption kinetics. The maximum amount of water adsorbed does not surpass 4%, indicating a limited water buffering capability. This observation corroborates earlier research in the literature [272].

Nevertheless, the introduction of miscanthus fibers into the cementitious matrix yielded a noteworthy enhancement in its hydric behavior. It's evident that the maximum water content adsorbed is correlated to the rate of miscanthus fiber incorporation into the material. A remarkable increase of approximately 104% and 163% in maximum adsorbed water content was observed in the M2.5F and M10F formulations, respectively, when compared to the reference formulation M0.

Additionally, Figure II.51 depicts the variations in moisture storage capacity in relation to relative humidity levels, as determined from the slopes of the sorption isotherms (as per Eq. II.10). These data underscore a notable enhancement in moisture storage capacity resulting from the incorporation of miscanthus fibers over the entire RH range, although the improvement is more pronounced at high relative humidity levels.

For a specified fiber content, the moisture storage capacity curve exhibits minimal fluctuation within the relative humidity (RH) range of 10% to 50%. This observation may account for the near-identical thermophysical properties (specifically, thermal conductivity and thermal diffusivity) observed under both dry (10% RH) and moderate (50% RH) humidity conditions for a given mortar, as demonstrated earlier in section 3.1. In contrast, a notable increase in the moisture storage capacity curve becomes evident beyond 65% RH, which aligns with the higher thermal conductivity values previously obtained under elevated humidity conditions (100% RH), as compared to low/moderate RH levels.

As revealed by SEM observations (refer to Figure II.40), miscanthus fibers exhibit a highly porous and cellulose-rich microstructure. This structural characteristic, grants them a remarkable moisture adsorption capacity, consequently enhancing the hygric behavior of the cement composite. A similar phenomenon has been documented in the literature concerning flax concrete, where researchers confirmed improved material capacity with increased incorporation of flax shives [158].

Given the use of a micronized powder in the current study, it's anticipated that a higher surface area will be achieved in comparison to conventional long-chopped fibers. This characteristic is likely a significant factor contributing to the observed improvement in the mortar's moisture absorption capacity compared to the reference material.

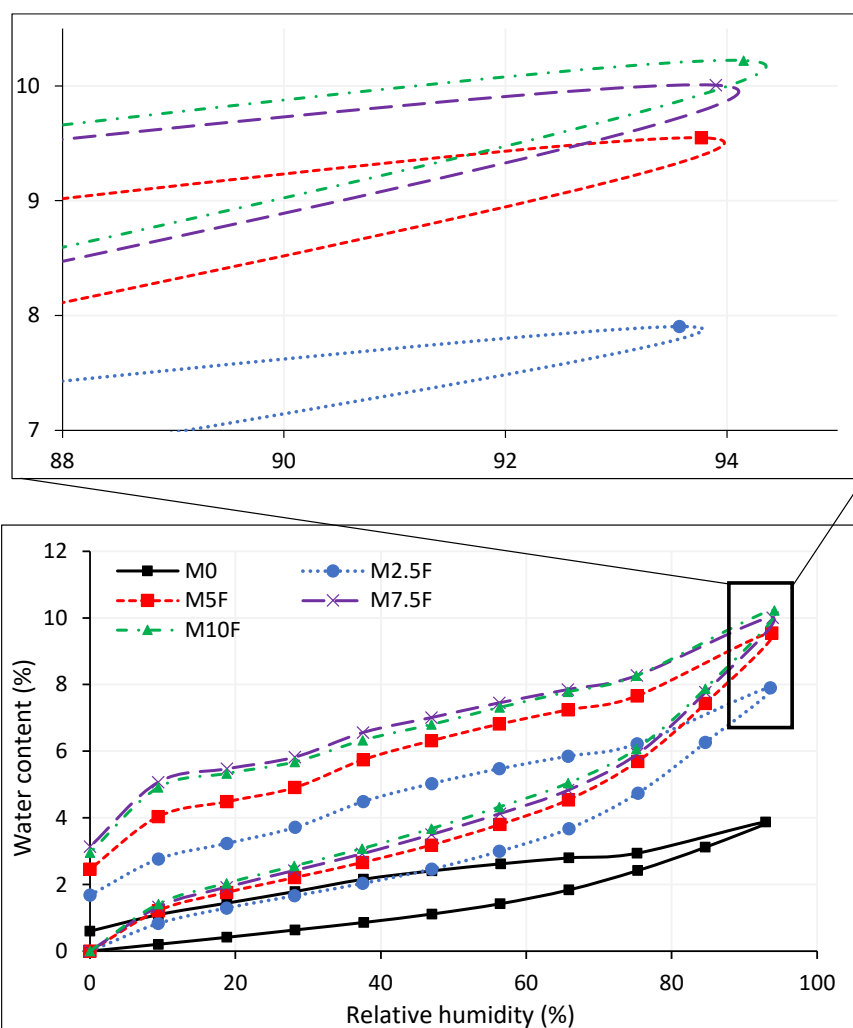


Figure II.50. Adsorption/desorption isotherms recorded for the different mortar formulations.

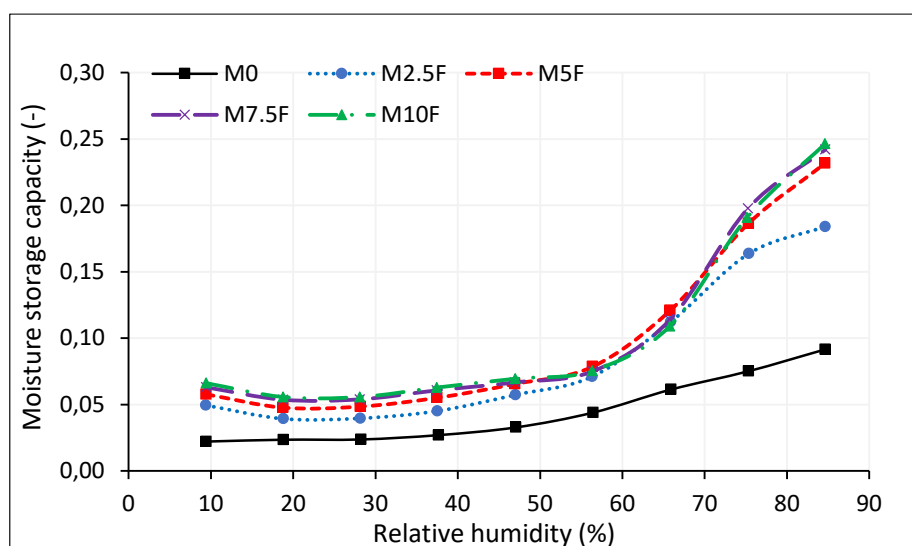


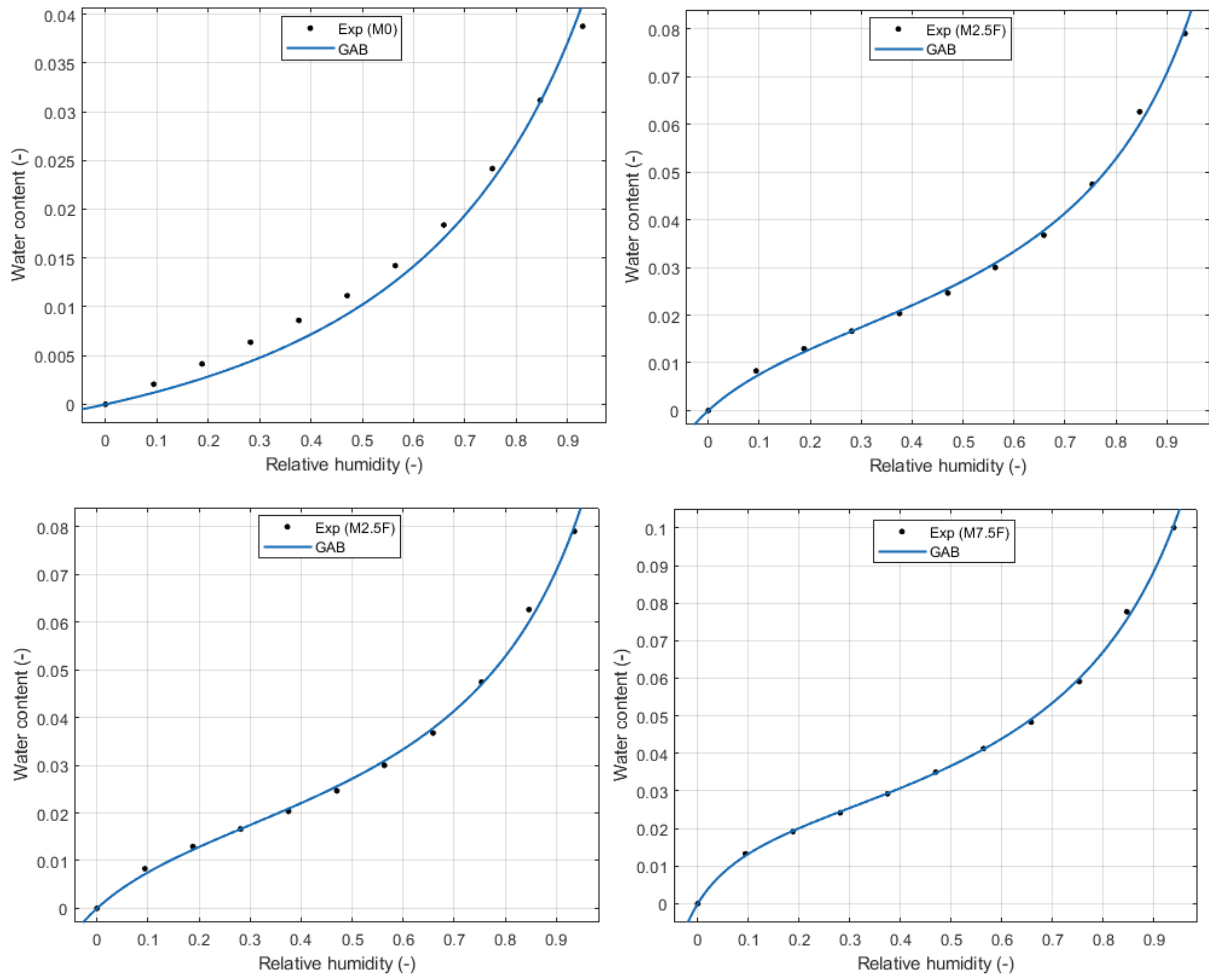
Figure II.51. Moisture storage capacity determined for the different mortar formulations.

II.3.3.3.2 Theoretical modeling

It's worth noting that various models have been developed to predict sorption isotherms, aiming to describe the relationship between the adsorbed solute quantity and either pressure or concentration in the liquid phase. Among these models, the Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) empirical model stands out due to its simplicity and accuracy, particularly for single-layer systems. This model, initially formulated in 1945, has been further enhanced with the introduction of a corrective coefficient k to account for the heat adsorbed by all molecular layers [273,274]. This extension allows for its application across the entire spectrum of relative humidity (as detailed in equation II.13). Results derived from the GAB model can provide valuable insights into adsorption mechanisms, particularly in intricate systems such as porous materials.

$$w = \frac{m \cdot c \cdot k \cdot RH}{(1 - k \cdot RH)(1 - k \cdot RH + k \cdot c \cdot RH)} \quad \text{II.13}$$

Where (w) is the equilibrium moisture content, (RH) is the relative humidity, (m) is the monolayer capacity, (c) is a constant related to sorption in the first layer, and (k) is a constant related to multilayer adsorption.



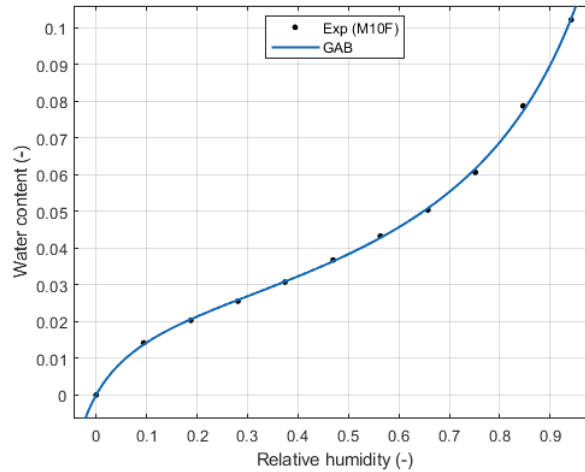


Figure II.52. Comparison of theoretical adsorption isotherms provided by the GAB model with experimental data, for the various mortars under study

Theoretical simulations generated through the GAB model are showcased in Figure II.52 juxtaposed with experimental data, while the model's fitting parameters are detailed in Table II.9. These findings demonstrate the effectiveness of the GAB model in capturing the adsorption isotherm for the experimental dataset, with a minimum correlation coefficient of 0.97 which confirms the robust alignment between the experimental evidence and the model's predictive outcomes.

Table II.9. Adjustment parameters for the GAB model

Type of mortar	Adjustment parameters			R ²	RMSE
	m	k	c		
M0	-0.02287	0.21230	-2.40300	0.9793	0.0017977
M2.5F	0.02001	0.81520	0.81520	0.9978	0.0012697
M5F	-0.14440	0.06948	-5.26100	0.9717	0.0053145
M7.5F	0.02474	0.81070	11.01000	0.9993	0.0008806
M10F	0.02592	0.80110	11.82000	0.9995	0.0007125

II.3.3.4 Moisture Buffer Value

Figure II.53 presents the Moisture Buffer values (MBV) of the different mortars obtained according to the NordTest protocol (detailed in section II.3.2.2.2.), and juxtaposes these values with the NordTest Classification [178,266].

The reference mortar, M0, exhibits a notably low MBV value of $0.5 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, signifying its constrained moisture regulation capabilities, as per the NORDTEST classification. This observation aligns with earlier findings from vapor permeability and sorption tests, which emphasized slow moisture transfer kinetics in this reference material.

As the proportion of miscanthus fibers in the mortar mix increases, there is a notable enhancement in the MBV. Notably, M5F mortar, containing 4.15 wt.% of fibers, exhibits a

substantial MBV value of $1.93 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, thereby qualifying as an effective moisture regulator. With higher fiber content, the material elevates its performance to an excellent moisture regulator; for instance, M10F mortar including 6.94% of fibers demonstrates an MBV value of $2.05 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$.

A similar trend is consistently observed in numerous studies within the literature on bio-based mortars incorporating various plant fibers such as date palm, hemp, and more, as previously mentioned in the introduction section [124,177,176,123,175].

This improvement in hygroscopic behavior of bio-based mortar is attributed to the high intrinsic porosity and specific surface area of the vegetal fibers and their good absorptivity [162,177,124,176,123,175]. Additionally, in this work, a good hygroscopic behavior is observed even at low fiber contents, probably due to the use of a micronized miscanthus powder which increases further the specific surface area of fibers.

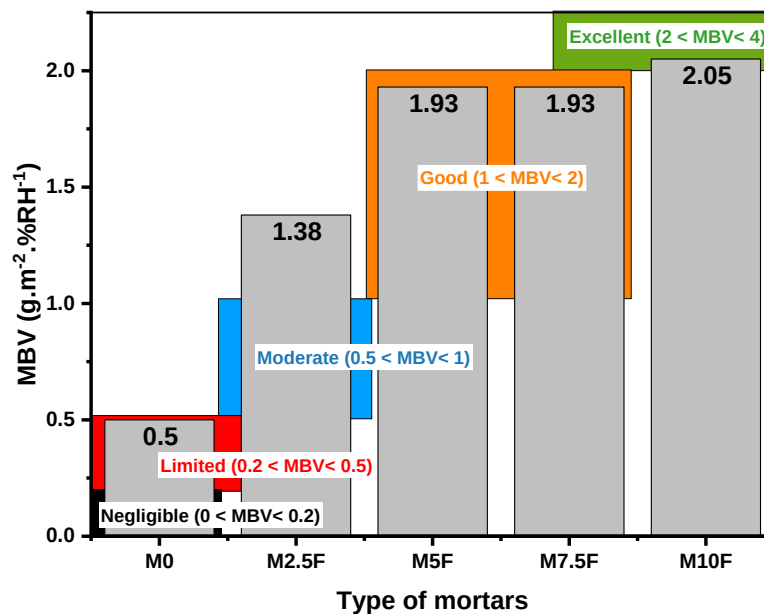


Figure II.53. Moisture Buffer Values of various mortars including miscanthus fibers, and comparison with the NordTest classification.

II.3.3.5 Capillary absorption behavior

In contrast to the previous tests that assessed the transport properties of water vapor within the different mortars, the capillary test focuses on characterizing the absorption capacity of the cement composite when it comes into contact with liquid water. These tests were conducted in accordance with the protocol outlined in section II.3.2.2.5, enabling the determination of both the capillary absorption coefficient (a) and the capillary moisture content (W_s).

Figure II.54 presents the quantity of water absorbed per surface unit versus the square root of time for the various mortar specimens during the capillary absorption test. Capillary absorption parameters (a and W_s) derived from these experiments are reported in Table II.10, and their evolutions as a function of the miscanthus fiber content are depicted in Figure II.55.

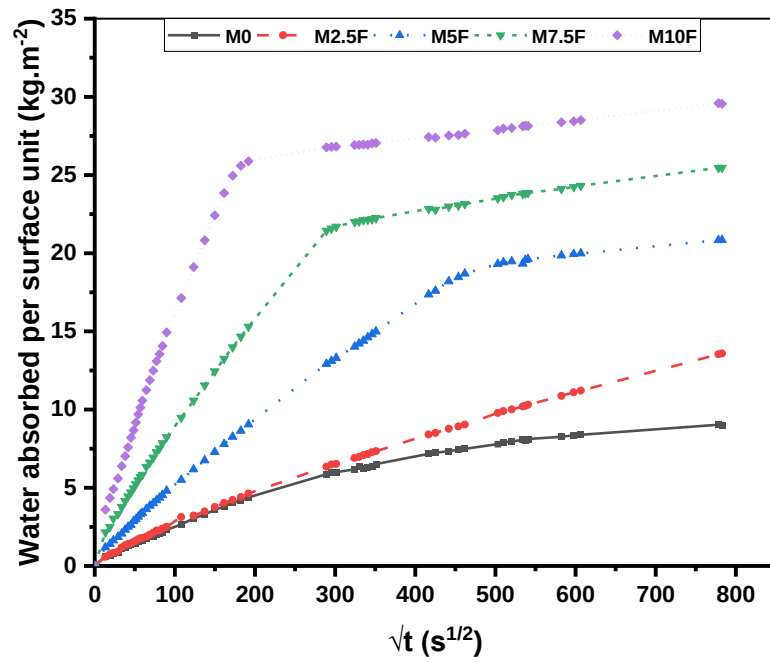


Figure II.54. Evolution of the absorbed water per surface unit during capillary absorption test, for the various mortar specimens

Table II.10. Capillary test results of various mortars

Type of mortar	Capillary absorption coefficient (a) $\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$	Capillary moisture content (W_i) kg.m^{-3}
<i>M0</i>	0.023	103.8
<i>M2.5F</i>	0.025	151.0
<i>M5F</i>	0.048	242.4
<i>M7.5F</i>	0.081	294.4
<i>M10F</i>	0.13	336.2

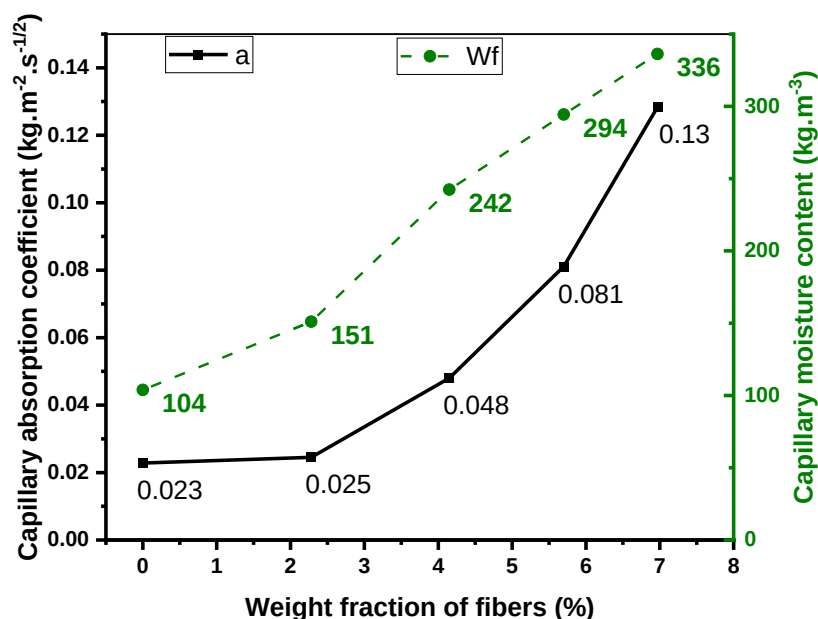


Figure II.55. Evolutions of the capillary absorption coefficient and the capillary moisture content as a function of the miscanthus fiber content in the cement mortars.

Regrading the reference mortar M0, we determined a value of $0.023 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$ for the capillary absorption coefficient. This finding is consistent with the results presented by Sicakova et al. [275], who reported a value of $1.92 \text{ kg.m}^{-2}.\text{h}^{-0.5}$ (equivalent to $0.032 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$) for conventional cement mortar.

When the fiber content in mortar is increased, there is a corresponding increase in the capillary absorption coefficient, reaching a maximum value of $0.13 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$ for M10F mortar containing 6.94 wt.% of fibers. This phenomenon can be attributed to the notably high absorptivity of miscanthus fibers. Consistent findings in this regard have also been reported by other researchers. For instance, Page et al.[276] observed for various formulation of concrete containing hemp fibers a water absorption coefficient around $2.52 \text{ kg.m}^{-2}.\text{h}^{-0.5}$ (equivalent to $0.042 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$). Othmen et al.[277] reported a capillary absorption coefficient of 0.16, 0.09, 0.03 $\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$ while investigating the capillary absorption behavior of three different hemp concrete. Walker & Pavía[126] obtained capillary absorption coefficients between $0.0495 - 0.0515 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-0.5}$ for hemp concrete with different binders.

Overall, the capillary absorption coefficient and capillary moisture content of mortars exhibit an upward trend as the fiber content is augmented (up to + 465% for the absorption coefficient and +223% for the moisture in the case of M10F mortar containing 6.94 wt.% of fibers, compared to the reference material). This substantial increase can be attributed to the high water-absorbing properties of microporous and cellulose-rich miscanthus fibers. Consequently, the mortars exhibit enhanced moisture storage capacity, resulting in the observed rise in capillary moisture content[126,277–279]. Once again, this phenomenon is likely emphasized by the utilization of micronized fibers, as the specific surface area of these fillers is expected to be higher compared to conventional chopped fibers.

II.3.4. Conclusion

This research has focused on the hygrothermal properties of mortars including micronized miscanthus fibers, at concentrations of up to ~7 wt. %.

In a first step, the impact of moisture content variations on the thermophysical characteristics of the mortars was investigated by measuring the thermal conductivity and thermal diffusivity under varying conditions of humidity: dry (10% RH), moderate (50% RH), and saturated (100% RH). Overall, our findings revealed that the inclusion of miscanthus fibers led to a notable enhancement in the thermal resistance of the mortars, regardless of the moisture content. In particular, mortars with higher concentrations of fibers exhibited a remarkable reduction in thermal conductivity, amounting to approximately 75-80% when compared to the reference mortar. This significant improvement can be primarily attributed to both the inherently low thermal conductivity of the fibers and an increase in the overall porosity of the mortars. Furthermore, our observations indicated that thermal conductivity was higher in moisture saturated samples compared to those in dry or moderate states, especially when higher fiber contents were present. This phenomenon can be primarily attributed to the presence of water within the microporosities of the fibers.

The different mortar samples were subsequently subjected to a comprehensive hygric characterization, involving a series of tests such as sorption-desorption assessments, evaluation of water vapor permeability, determination of the Moisture Buffer value (MBV), and a capillary absorption test. Overall, the incorporation of miscanthus fibers was found to significantly enhance the moisture-related properties of the mortars (water vapor permeability, moisture absorption capacity, moisture buffer value MBV and capillary absorption properties).

Specifically, the sorption/desorption behavior indicated an increase in moisture storage capacity with increasing fiber content over the entire RH range. Moreover, for a given type of mortar, the moisture storage capacity curve displayed minimal variation in the low/moderate relative humidity (RH) range. This finding could account for the similarity in thermophysical properties observed at 10% and 50% RH. Conversely, a significant upswing in the moisture storage capacity curve was evident beyond 65% RH. This trend corresponds with the previously noted higher thermal conductivity values under elevated humidity conditions (100% RH). In addition, the GAB model was used to fit the sorption and desorption isotherms, yielding a remarkably close correspondence between the simulation results and the experimental evidence.

Besides, a significant increase in MBV was noticed upon fiber addition, with values up to 2.05 g.m⁻².%RH⁻¹ for the highest fiber content considered, making this biobased composite a good or even excellent moisture regulator. The capillary absorption characteristics, which define the material's ability to transport liquid water, also exhibited significant enhancements (rising by up to 465% for absorption coefficient and 223% for moisture content in M10F mortar when compared to the reference material).

In conclusion, mortars containing elevated miscanthus fiber content (M7.5F and M10F with 5.70 wt.% and 6.94 wt.% of fibers, respectively) exhibited a combination of remarkable hygroscopicity and low thermal conductivity values (even under moisture-saturated

conditions). These findings underscore the potential of these mortars for applications demanding a synergy of hygric performance and insulation properties.

Furthermore, the values of the various coefficients related to moisture transport reported in this study provide valuable data for the subsequent modeling of moisture transfer behavior in cement composites incorporating miscanthus fibers.

II.4 Mechanical and hygrothermal properties of cement mortars including both phase change materials and miscanthus fibers

Cette dernière partie du Chapitre II est consacrée à la caractérisation microstructurale, mécanique et thermo-hydrigue d'une formulation de mortier hybride incorporant à la fois les matériaux à changement de phase biosourcés et les fibres de miscanthus micronisées.

L'objectif est également de formuler un mortier hybride présentant une résistance mécanique suffisante à l'état durci pour pouvoir être utilisée ultérieurement dans l'étude à l'échelle de la paroi (le matériau doit être résistant aux manipulations et non friable, notamment pour permettre les opérations de perçage destinées à insérer des capteurs dans la paroi).

Le travail de formulation s'est donc appuyé sur les résultats des études précédentes menées sur les mortiers contenant un seul type d'inclusion (MCP ou miscanthus). Le mortier M10D qui comprend environ 8% en masse de MCP a été retenu comme base de départ. Ce matériau présente une conductivité thermique de $0,85 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 1810 kg.m^{-3} et une résistance mécanique en compression de 17 MPa. Cette formulation ne représente pas le meilleur compromis entre propriétés thermo-physiques et résistance mécanique, mais a été choisie en raison de résistance encore assez élevée, car on s'attend à des pertes mécaniques supplémentaires en rajoutant des fibres de miscanthus dans ce mélange de départ. Concernant la quantité de fibres de miscanthus à incorporer dans la formulation hybride, il a été choisi de retenir la même quantité de fibres sèches que celle utilisée dans le mortier miscanthus M5F (ce dernier présente une conductivité thermique assez basse de $0,61 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 1590 kg.m^{-3} et une résistance mécanique en compression acceptable de 7 MPa). Pour la préparation du mortier hybride, les fibres de miscanthus ont à nouveau été pré-saturées en eau, puis incorporées dans la formulation de départ de mortier M10D. La quantité d'eau du mélange a été ajustée de manière à conserver la même ouvrabilité que le mortier de référence (en termes d'étalement au « slump » test).

Un programme de caractérisations microstructurales, mécaniques, thermo-physiques et hygrique (évaluation de la capacité de tampon hydrique ou MBV) a ensuite été conduit sur le mortier hybride durci à 28 jours. Une comparaison est réalisée avec les mortiers contenant les mêmes quantités de MCP ou de fibres de miscanthus seules, afin de mieux appréhender l'influence spécifique des deux types d'inclusions utilisées séparément ou en combinaison.

Cet article a été publié dans les actes de la conférence ICBBM 2023 (International Conference on Bio-Based Building Materials) qui sont parus dans un ouvrage de la série *RILEM Bookseries* :

Gbekou, F.K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Benzarti, K. Mechanical and Hygrothermal Properties of Cement Mortars Including Both Phase Change Materials and Miscanthus Fibers, in: Amziane, S., Merta, I., Page, J. (eds) Bio-Based Building Materials. ICBBM 2023. *RILEM Bookseries*, vol 45. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-33465-8_62

Abstract.

This work investigates the mechanical and hygrothermal properties of hybrid cement mortar including both microencapsulated phase change materials and micronized miscanthus fibers. An experimental protocol was first developed for preparing the hybrid mortar mix, which allows to maintain the same workability as that of the reference mortar, and to ensure homogeneous distribution of the two types of inclusions within the cement matrix. This hybrid mortar was then characterized at the age of 28 days, in terms of mechanical strength, thermophysical properties (determination of the thermal conductivity/diffusivity by the Hot-Disk method), and hygric properties (evaluation of the Moisture Buffer Value – MBV, according to the NordTest method). Overall, the hybrid mortar showed a significant decrease in thermal conductivity compared to the reference mortar (-68%), suggesting it is a good insulation material. Conversely, the MBV was only slightly improved compared to the reference mortar and remained much below that of a mortar filled with the same amount of miscanthus fibers but without phase change material. Furthermore, a large drop of mechanical properties was observed with respect to the reference (-91%). Hence, the interest of the hybrid solution is questionable, as the presence of phase change materials seems to hinder the beneficial effect of vegetal fibers on the hygroscopic behavior. In the present case, the introduction of single vegetal fibers in the mortar remained the best option for improving both thermal performance and moisture regulation capacity at material scale.

Keywords: Cement Mortar, Vegetal Fibers, Phase Change Materials, Hygrothermal Properties.

II.4.1 Introduction

The building sector was responsible for ~30% of the world's global energy consumption and 27 % of total CO₂ emissions in 2021 [280], which is partially due to the growing use of energy-consuming devices for temperature regulation in hot and cold regions. Therefore, improving the energy efficiency of buildings has become a major challenge in the current context of climate change and global warming.

To address this issue, public policies promote the development of innovative insulation building material which provide significant gain in terms of thermal performances and comfort for building users.

Over the last decade, a lot of research has been focused on building materials including either phase change materials (PCMs) or plant fibers, which are considered as promising solutions.

On one hand, thermal energy storage systems based on PCMs allow to store a large amount of energy in the form latent heat when the temperature increases over the melting point of the PCMs, and to release this energy when the temperature decreases. This capacity to absorb/release energy can be used to regulate the temperature variations of the indoor environment of buildings [11]. An attractive way to incorporate PCMs into conventional building materials like cement mortars or concrete is to use microencapsulated PCMs (noted mPCMs in the following). Numerous studies have shown that the addition of mPCMs can decrease the thermal conductivity of mortars very significantly [69,76,89,254], sometimes by

more than 77%, and leads to an increase in the thermal mass as well [76]. Nevertheless, such improvements are generally obtained at the expense of mechanical properties, and the dosage of mPCMs must be tuned to obtain an acceptable balance depending on the target application [254].

On the other hand, many authors have reported that the incorporation of plant fibers (hemp, cork, rice husk, date palm fibers, etc.) in ultra-lightweight concretes does not only lead to significant improvement in the thermal performance [19,120,134], but also provides superior moisture absorption capacity [123,124,176,177]. This latter effect is of great interest since the thermal comfort of building occupants is also favored by good moisture regulation of the indoor air.

Conversely, very few studies have investigated the effect of introducing together mPCMs and vegetal fibers into cement mortars, with the objective to combine the benefits of both fillers [281]. Therefore, the present work explores the combined use of phase change materials (in the form of an aqueous dispersion of bio-based mPCM particles) and vegetal fibers (in the form of a micronized powder of miscanthus fibers) in a mortar formulation. In a first stage, an experimental protocol was developed to introduce the two types of fillers in the mortar mix, while ensuring both a homogenous distribution of those inclusions in the cement matrix and a constant workability of the mortar. Then, after hardening, this hybrid mortar was characterized following existing standards to assess its mechanical, thermophysical and hydric properties. The results were compared with those of mortars containing the same amount of each single filler (either mPCMs or miscanthus fibers), in order to discuss the interest of the hybrid solution.

II.4.2 Materials and experimental methods

II.4.2.1 Materials

The PCM used in this study is manufactured by Croda International (Snaith, UK) under the trade name CrodaTherm™ ME29D. It is a liquid dispersion of microencapsulated PCM particles (mPCMs) in water with a solid content of 50 wt.%. These particles consist of an organic PCM core derived from plant-based feedstocks, which is surrounded by an acrylic polymer shell [282]. Table II.11 provides characteristics of the melting and crystallization peaks of these mPCMs, as determined by differential scanning calorimetry (DSC) in a previous study [254]. This liquid PCM dispersion was chosen because it allows an easy and homogeneous incorporation into cement mortar formulations at an early stage of the mixing process. In addition, the ME29D is certified bio-based and formaldehyde free, which ensures both reduced environmental footprint and low safety/health hazards.

Table II.11. Characteristics of the melting and crystallization peaks of the mPCM particles, as determined by DSC at a rate of $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$

Properties		Mean value	Standard deviation
Characteristics of the melting peak	Latent heat of melting (J g^{-1})	172.5	2.7
	Onset ($^{\circ}\text{C}$)	26.0	0.2
	Peak maximum ($^{\circ}\text{C}$)	27.8	0.2

Characteristics of the crystallization peak	Latent heat of crystallization (J g ⁻¹)	169.1	2.4
	Onset (°C)	25.3	0.1
	Peak maximum (°C)	21.8	0.2

Vegetal fillers used in this work consist of a micronized powder of miscanthus fibers, with particle size distribution in the range 200-500 µm. This powder was supplied by Addiplast Group (Saint-Pal-de-Mons, France) and was used as-received without further chemical treatment. The choice of miscanthus fibers was driven by the plant's potential, and its large local availability and low price. Besides, miscanthus requires low fertilization and pesticide inputs and does not compete with the food sector (human or animals feeding) which makes it highly suitable for the development of bio-based building materials. The use of a micronized powder was mainly intended to promote fine and homogeneous particle distribution within the mortar matrix, opening possibilities for the design of 3D printable (this aspect is not addressed in the present paper).

Due to the 3D printing perspective of our research project, an existing cement mortar formulation developed for additive manufacturing applications was selected from the literature and used as reference mortar (noted M0) [225]. This latter contains two types of cement at a ratio of 93/7 wt.%: An Ordinary Portland Cement (EXTREMAT® CEM I 52,5 N-SR3 SEG), denoted CEM I, and a rapid setting Sulfo-aluminous cement (Alpenat R²) denoted CSA, both manufactured by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France). CSA acts as a setting accelerator of the fresh mix to ensure its buildability in the case of 3D printing applications [225]. A superplasticizer/high water reducer (VISCOCRETE TEMPO 11) obtained from SIKA Company (Baar, Switzerland), denoted as SP, was also introduced in the mix. Siliceous sand complying with EN 196-1 standard [226] (graded sand with a maximum grain size of 2 mm and moisture content <0.2%) was supplied by Société Nouvelle du Littoral (Leucate, France). The composition of the reference mortar M0 is summarized in Table II.12.

Table II.12. Composition of the various mortars considered in this study

Type of mortar	Sand (g)	CEM I (g)	CSA (g)	SP (g)	Mass of solid mPC Ms (g)	Dry fibers (g)	Total amount of water (g)	W/C ratio	mPCMs content (wt. %)	Fiber content (wt. %)
M0	1350	1059.33	79.73	2.96	-	-	398.67	0.35	-	-
M10D	1350	1059.33	79.73	2.96	289.07	-	851.36	0.75	7.96	-
M5F	1350	1059.33	79.73	2.96	-	144.53	843.61	0.74	-	4.15
MDF	1350	1059.33	79.73	2.96	289.07	144.53	1068.16	0.94	7.24	3.62

II.4.2.2 Mix design and sample preparation

A preliminary study has investigated the incorporations of mPCMs and miscanthus fibers (separately) into the reference mortar M0, as well as their effects on the microstructure, the mechanical properties, and the hygrothermal characteristics of the resulting materials. From

this preliminary test program, “optimal” dosages of mPCMs and vegetal fibers were determined, that provide significant improvements in hygrothermal properties of the mortar (thermal resistance and moisture absorption capacity) while ensuring minimum requirement in terms of mechanical strength.

Regarding the mortar containing mPCMs, the optimal dosage of inclusions was ~ 8 wt.% (material denoted M10D in the following). The composition of M10D is also given in Table II.12. It is to note that the amount of water was increased compared to the reference composition in order to maintain the workability of the fresh mix constant (as determined by slump tests). After hardening, M10D exhibits a thermal conductivity of $0.85 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ at 20°C and a compressive strength of 17 MPa (compared to $2.32 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ and 72 MPa for the reference mortar M0, respectively) [254]. Hence the decrease in thermal conductivity is about 63% compared to M0, but there is also a loss of mechanical strength of about 76%.

For the mortar including miscanthus fibers, the optimal dosage of inclusions was ~ 4 wt.% (material denoted M5F in the following). The composition of M5F is given in Table II.12. Here again, a higher amount of water was used compared to the reference composition, because it was necessary to presoak the miscanthus fiber in water in order to preserve an acceptable workability of the fresh mix. The hardened material exhibits a thermal conductivity of $0.62 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ at 20°C and a compressive strength of 7 MPa (values reduced by 73% and 90% compared to the reference mortar M0, respectively). Besides, the moisture buffer value of M5F is 1.93 (much higher than the value of 0.5 obtained for M0), showing that this material is highly hygroscopic due to the presence of vegetal fibers.

Based on the previous results, a hybrid mortar formulation including both mPCMs and miscanthus fibers was designed in the present work, considering the same amounts of inclusions (in g) used in the M10D and M5F materials. The final composition of this hybrid mortar, denoted MDF, is also reported in Table II.12. Here again, the miscanthus fibers are presoaked in water prior to their introduction in the fresh mix, and the mixing water is adjusted to maintain the same workability as the reference mortar M0 (based on slump tests). Hence, the “total water” reported in Table II.12 includes both the quantity of water absorbed by fibers and the excess mixing water added, which explains its high value. The mass fractions of both types of inclusions in the fresh MDF mix, calculated by considering the amounts of all components (including water), are also given in the table.

In practice, the samples of hybrid MDF mortar were prepared according to the specifications of EN 196-1 standard in terms of rotational speed and duration of the mixing sequences, using a programmable mortar mixer (model E092N from Matest Spa Company, Treviolo, Italy). The mixing process comprised the following steps: **(1)** a mixture of the two cements (OPC and CSA in the proportion of 97/3 parts by weight) was placed in the mixer tank. Water containing the SP and the liquid dispersion of mPCMs (ME29D) (Figure. II.56.a) was then added to the cement, and the zero time was counted from the moment the water came into contact with the cement. **(2)** Mixing was started at a low speed and sand was added slowly during the first minute while mixing at low speed (140 rotations per minute). The mortar was then mixed at a high speed (285 rpm) for 30 s. **(3)** The rotation was stopped for 30 s to scrape the mortar from the

bottom of the tank. (4) Another high-speed mixing was performed for 2.5 min. (5) The soaked miscanthus fibers (Figure. II.56.b) were then added to the fresh mix and additional low-speed mixing was performed for 30 s followed by high-speed mixing for 1 min to ensure homogenous fiber distribution.

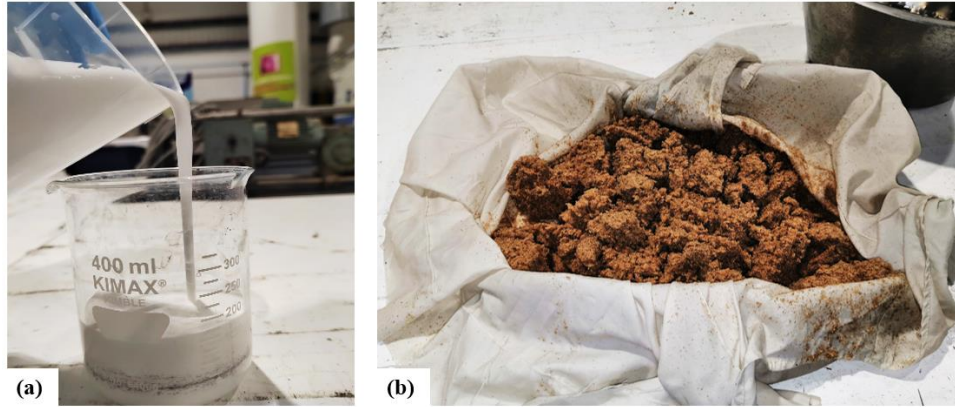


Figure. II.56. (a) Liquid dispersion of mPCMs and (b) presoaked miscanthus fibers after filtration.

After mixing, the mortar was poured into molds of different sizes, depending on the type of characterization intended. $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ samples were casted for mechanical characterizations, $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ samples for thermal and microstructural characterization and $10 \times 10 \times 4 \text{ cm}^3$ samples for Moisture Buffer value determination. The molds were filled in 2 layers, and each layer was subjected to 52 blows (for about 1 min) using a shock table. The samples were demolded 24 hours later, hermetically wrapped with a plastic film, and finally conditioned at $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ until the characterizations at 28 days.

II.4.2.3 Experimental methods

II.4.2.3.1 Scanning electron microscopy

SEM observations were first carried out on fractured surfaces of MDF mortar samples, in order to qualitatively assess the distribution of fibers and mPCM inclusions within the cementitious matrix. A QUANTA 400 microscope from FEI Company (Hillsboro, OR, USA) was used for these observations, with an electron voltage of 20 kV and under low vacuum.

II.4.2.3.2 Density and water-accessible porosity

The density and water-accessible porosity of the MDF mortar was determined according to NF P18-459 standard [232], on 3 small samples of dimension $2 \times 2 \times 4 \text{ cm}^3$.

II.4.2.3.3 Mechanical characterizations

At 28 days, hardened MDF mortar samples were subjected to mechanical tests according to EN 196-1 standard [226]. 3-point bending tests were first conducted on 15 samples of dimension $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ to determine the mean flexural strength. After breakage, the 30 half specimens were retrieved and subjected to compression tests to evaluate the mean compressive strength.

II.4.2.3.4 Assessment of thermophysical properties

The hot disk (HD) method was used to quantify several thermophysical properties of the MDF mortar. HD allows a rapid, accurate, and nondestructive evaluation of the thermal conductivity (λ in $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), thermal diffusivity (α in $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$), and volumetric heat capacity of a sample ($\rho.C_p$ in $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$) in a single measurement. A TPS 2500 S device from Hot Disk Company (Gothenburg, Sweden) comprising a “Kapton insulated” probe (of radius 6.4 mm) connected to a thermal constant analyzer was used.

Before testing, mortar samples were conditioned in a climatic chamber at 20°C and 50% RH, in order to reach an equilibrium state. HD measurements were then conducted over a broad range of temperature from 10°C to 45°C, to cover the entire phase change domain of the mPCMs. Besides, the RH level was kept constant in the climate chamber (50%) to avoid any influence of moisture variations on the measurements.

II.4.2.3.5 Determination of the Moisture Buffer Value

The ability of a building material to regulate humidity can be evaluated through the Moisture Buffer Value (MBV), which express the amount of moisture that can be stored/released by the material when subjected to moisture variations. This parameter was determined following the NORDTEST Protocol [178,266]. This latter consists in exposing a sample to a cyclic RH variation between high (75% RH) and low (33% RH) levels for periods of 8 and 16 hours, respectively, under isothermal condition.

In our study, a Memmert HPP 750 climatic chamber was used to apply the RH cycles. The mortar samples (dimension $10 \times 10 \times 4 \text{ cm}^3$) were first stabilized at 23°C and 50% RH until mass stabilization. All faces of the samples were then sealed with plastic film, except the top face to allow a one-directional (1D) moisture transfer. The specimens were weighted twice per cycle, once during absorption phase and once during desorption phase. A minimum of three cycles must be carried out, and the weight amplitude must not vary by more than 5% day to day. The specimens were weighted until the masses are stable over three successive cycles. The MBV value (in $\text{kg}.\text{m}^2.\text{RH}^{-1}$) is then defined by the following expression:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \times (RH_{high} - RH_{low})} \quad \text{II.14}$$

Where Δm is the mass change during the absorption/desorption phase (kg), A is the exchange area (m^2), RH_{high} and RH_{low} are high and low RH levels (i.e. 75% and 33%)

II.4.3 Results

II.4.3.1 SEM observation

Figure II.57 presents SEM pictures of a fractured surface of MDF mortar at different magnifications, showing the microstructure of the material. Due to the large difference in size between the mPCM particles (7-10 μm) and the miscanthus fibers (200-500 μm), it is difficult to make a good observation of the two types of inclusion on the same image.

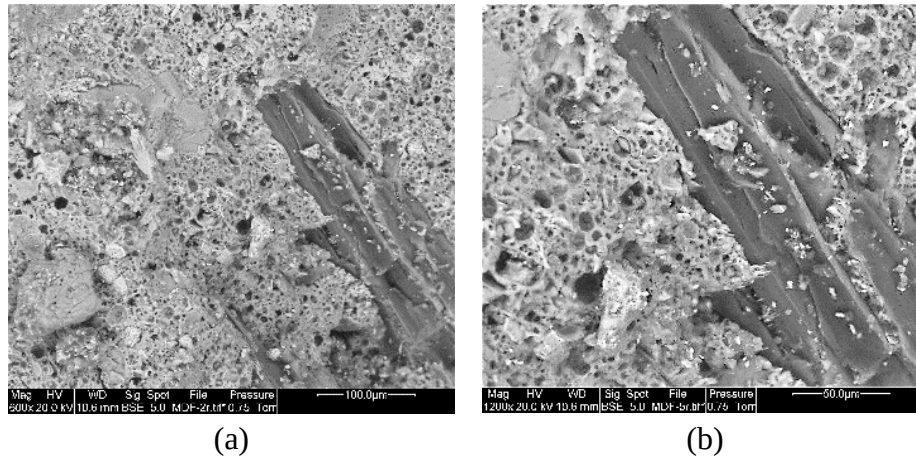


Figure II.57. SEM images (backscattered electron mode) showing the microstructure of the MDF mortar at different magnifications: (a) $\times 600$, (b) $\times 1200$.

Overall, mPCMs can be identified as small black particles and their distribution seems rather homogeneous within the cement matrix. Besides, significant porosity can be observed within this matrix. From the whole set of pictures collected, it was found that the miscanthus fibers are also globally well distributed in the volume of the material. The surface of the miscanthus fibers appears rather smooth on the pictures, suggesting that there are limited interactions between the cement matrix and the fibers.

II.4.3.2 Density and water-accessible porosity

The density and water-accessible porosity of the various mortars considered in this study are displayed in *Figure II.58*. The results of M10D and M5F (including only a single type of inclusion, either mPCMs or miscanthus fibers) are also provided for the sake of comparison with the MDF mortar.

The hybrid MDF mortar exhibits a water-accessible porosity of 41.7%, which is much higher than that of the reference mortar M0 (19.7%) and lies between the values obtained for the M10D mortar (34%) and the M5F mortar (47%). This is due to the high intrinsic porosity of fibers, to the air entrapped in the mix while adding mPCMs and fibers, but also to the excess water used for adjusting the workability and to the water absorbed by the fibers at presoaking stage. This excess water does not contribute to the cement hydration process, evaporates during early shrinkage phase, hence leading to the formation of voids.

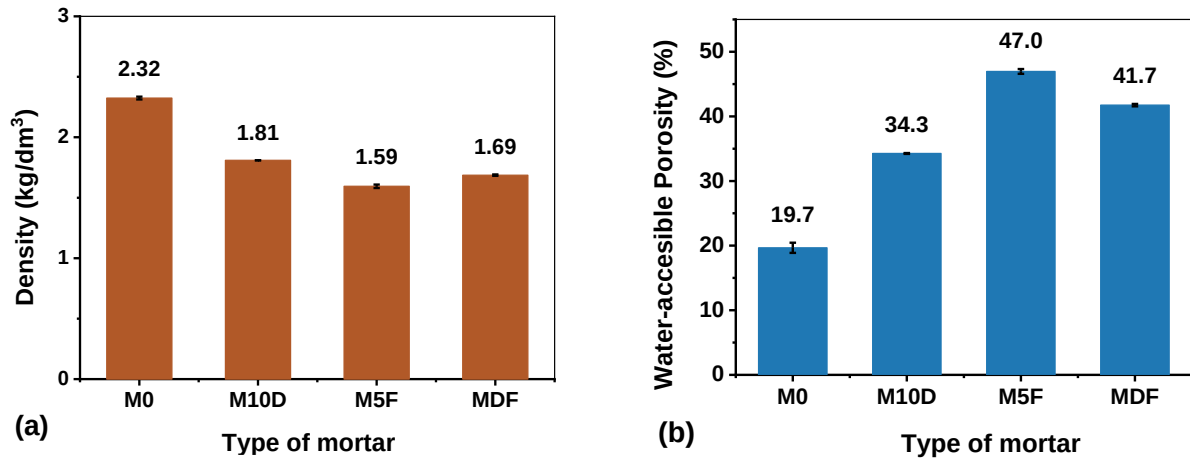


Figure II.58. (a) Density and (b) water-accessible porosity of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).

Besides, MDF exhibits a density of 1.69 kg.dm^{-3} , which is significantly lower than that of the reference mortar M0 (2.32 kg.dm^{-3}) and close to the values obtained for M10D and M5F mortars. This is due the low density of the mPCMs and miscanthus fibers added compared to the other mineral components of the mortar. This result is also in line with the increased porosity of the modified mortars, as previously highlighted.

Similar effects (increased porosity and reduced density) are generally reported in the literature when adding vegetal fibers or PCMs into cement mortars [11,19,69,76,89,120,134].

II.4.3.3 Mechanical properties

The compressive and flexural strength of the various mortars considered in this study are presented in Figure II.59.

The hybrid MDF mortar exhibits a compressive strength of 6.29 MPa and a flexural strength of 2.08 MPa, which are much lower than the values obtained for reference material M0 (reduced by 91% and 75% respectively). This result is consistent with general trends reported in the literature, as most authors observed a decrease in the mechanical properties of cement mortars when adding either mPCM particles or different types of vegetal fibers, like miscanthus, date palm or hemp fibers for instance [11,19,69,76,89,120,134,254]. This effect is generally attributed to the low mechanical properties of the inclusions, to the high porosity content of these modified mortars, and to the poor compatibility and low bond between the inclusions and the cement matrix.

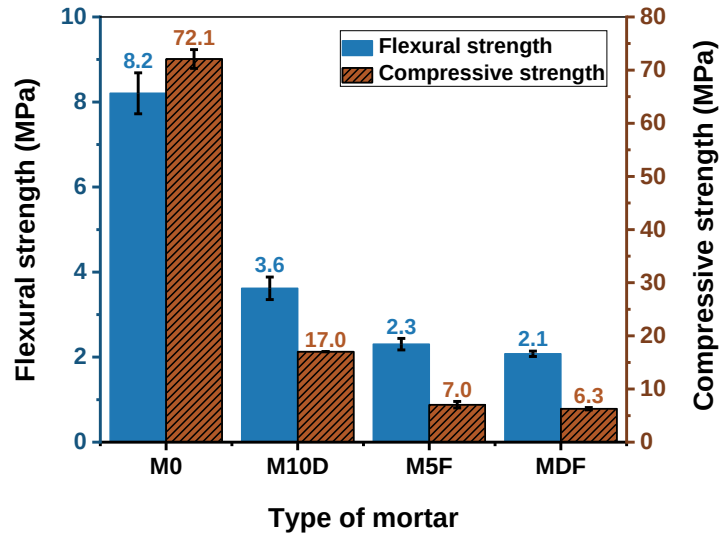


Figure II.59. Flexural and compressive strengths of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).

Another interesting point is that the compression strength of the hybrid MDF mortar is also lower compared to M10D (-59%) and M5F (-11%) that contain respectively the same amounts mPCMs or plant fibers. This may be due to the higher global content of inclusions in the MDF mortar compared to M10D and M5F, and to the higher water content in the mix that increases the porosity of the hardened cement matrix.

It is also worth noting that the incorporation of miscanthus fibers in the mortar, even at very low dosage as for M5F, has a more detrimental impact on the mechanical properties than the incorporation of mPCMs (M10D).

II.4.3.4 Thermophysical properties

The evolutions versus temperature of the thermal conductivity (λ) and the thermal diffusivity (α) of the various mortars studied are represented in Figure II.60. Errors bars are displayed on the graphs, based on standard deviations from 3 repeated measurements.

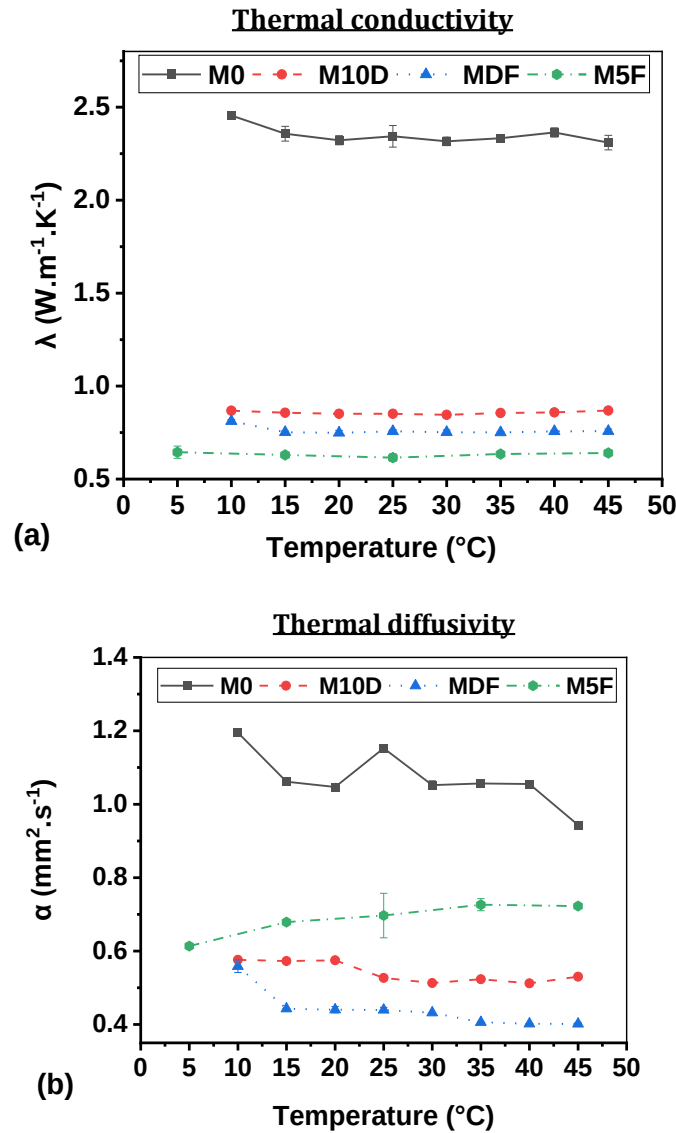


Figure II.60. Evolutions versus temperature of (a) the thermal conductivity and (b) the thermal diffusivity of the various mortars considered in this study (including the hybrid MDF mortar).

The reference mortar (M0), which has a density of 2300 Kg.m⁻³; exhibits λ and α values of 2.32 W.m⁻¹.K⁻¹ and 1.05 mm².s⁻¹, respectively, at 20°C. These values are in accordance with the work of Shafigh et al. [240] which reports λ and α values of 2.4 W.m⁻¹.K⁻¹ and 1.03 mm².s⁻¹, respectively, for cement mortars of similar density (2200 Kg.m⁻³). Besides, λ shows very little variation over the temperature range of 5°C-45°C, whereas α shows a slight decreasing trend as the temperature increases.

Overall, the thermal conductivities of M10D and M5F mortars are much lower than that of the reference M0, with values of 0.85 and 0.61 W.m⁻¹.K⁻¹ at 20°C. This shift is highly correlated to the porosity rate of these mortars, which is much higher compared to M0 as previously seen in section 2.2. It is also related to the low thermal conductivities of the added inclusions themselves (between 0.35 and 0.2 W.m⁻¹.K⁻¹ for mPCMs depending on the physical state of the core [254], and about 0.04 W.m⁻¹.K⁻¹ for miscanthus fibers [164]). Besides, here again, values of λ are found almost constant over the investigated temperature range.

The hybrid mortar MDF also exhibits a very low level of thermal conductivity (decreased by 68% compared to the reference M0), with a value of λ close to $0.75 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ over the entire temperature range, and lying between values measured for M10D and M5F. This may be due to the porosity rate of MDF which is intermediate compared to those of M10D and M5F mortars.

In the end, the MDF mortar can be considered a good insulation material.

II.4.3.5 Moisture Buffer Value

The moisture buffer values determined for the various mortars are reported in the graph of *Figure II.61*. The reference mortar M0 has a low MBV value of $0.5 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, showing that this material exhibits moderate/limited moisture regulation capacity according to the NORDTEST classification.

M10D is characterized by an even lower MBV value ($0.5 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$), suggesting that the introduction of mPCMs in the mortar has a detrimental effect on the moisture buffer capacity, probably due to the organic nature of the mPCMs.

Differently, M5F shows a high MBV value of $1.93 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, and hence this material can be classified as a good moisture regulator. Such a good hygroscopic behavior can be attributed to the high intrinsic porosity and specific surface area of the vegetal fibers added. Similar effect has been reported in the literature for cement mortars including various types of plant fibers (date palm, hemp, etc.) [123,124,176,177].

Finally, the hybrid MDF mortar that contains both mPCMs and miscanthus fibers, exhibit an MBV value of $0.66 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, which highlights very limited improvement in hygric behavior compared to the reference mortar M0. It seems that the presence of mPCMs hinders the beneficial effects of vegetal fibers on the moisture regulation capacity of MDF mortar. Therefore, the combination of mPCM and plant fiber inclusions may not be the best solution to improve the hygric properties of cement mortars.

According to the present study, the introduction of miscanthus fibers alone provides better results, and makes it possible to improve both the thermal resistance and hygroscopic behavior of mortars in a very significant way. Nevertheless, this gain is balanced by a severe impact on mechanical properties, which limits the range of applications.

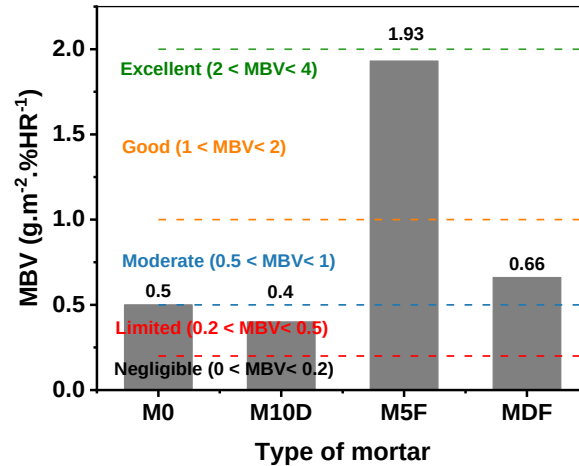


Figure II.61. Moisture Buffer Values of the various mortars and NordTest classification.

II.4.4 Conclusion

In this study, we explored the mechanical and hygrothermal properties of a hybrid mortar (noted MDF) containing both mPCMs and micronized miscanthus fibers. In order to evaluate the interest of this hybrid solution, the results obtained were compared to those of both the neat reference mortar, a mortar filled with the same amount of mPCMs only, and another filled with the same amount of miscanthus fibers only.

Overall, the hybrid MDF mortar exhibited a large decrease in thermal conductivity compared to the reference (-68%), and the conductivity level was of the same order of those recorded for the mortars filled with each type of single inclusion. In addition, a severe loss of compressive strength (-91%) was noticed compared to the reference. Both effects are strongly correlated to the high porosity of the hybrid MDF material, due to the air entrapped during the mixing process and to the excess water used in the hybrid formulation (water absorbed by miscanthus fibers at presoaking stage and water added to maintain a constant workability of the fresh mix). This first result suggests that MDF may be used as a non-structural material dedicated to thermal insulation.

On the other hand, the MDF mortar showed very limited improvement in the moisture buffer capacity compared to the reference mortar, and still displayed moderate/limited moisture regulation ability according to the NordTest classification. Differently, the mortar including only the same amount of miscanthus fiber exhibited a high MBV value corresponding to a good moisture regulator, thanks to the intrinsic characteristics of the vegetal fibers. It is likely that the presence of mPCMs particles in the MDF hinders the moisture transport process within the hybrid material and impedes this beneficial effect of plant fibers on the hygroscopic behavior.

In the present case, the interest of the hybrid solution is therefore not obvious, and the use of plant fibers as single inclusion seems the best option for improving both thermal and hygric properties of mortars, providing the severe impact on mechanical strength remains compatible with the target application. Nevertheless, further investigation should be carried out at the wall scale.

Conclusion du Chapitre II

Ce chapitre a présenté les résultats de l'étude à l'échelle du matériau sur différents systèmes de mortier incorporant des MCP biosourcés microencapsulés et/ou des fibres de miscanthus micronisées. Trois solutions potentiellement utilisables dans le bâtiment ont été explorées : un mortier incorporant les MCP seuls, un mortier incorporant les fibres de miscanthus micronisées et un mortier hybride incorporant une combinaison de ces deux types d'inclusions.

Dans le cas du mortier incorporant les MCP seuls, différentes formulations avec des fractions massiques de MCP comprises entre 0 et 13,6% environ ont été étudiées. Le caractère hydrophile de la coque de MCP ayant des répercussions sur l'ouvrabilité du mortier, il a été nécessaire d'adapter le protocole de fabrication en augmentant le rapport E/C des mélanges pour conserver une consistance constante. Les caractérisations multiphysiques ont ensuite montré une amélioration des performances thermiques du mortier (diminution de la conductivité et de la résistivité thermique) avec l'augmentation de la teneur MCP, attribuée à l'augmentation globale de la porosité qui modifie la nature des transferts de chaleur au sein du matériau, et à la faible conductivité des MCP eux même. Cependant, cette amélioration est obtenue aux dépens de la résistance mécanique des mortiers, qui diminue de manière importante avec la teneur en MCP en raison de l'augmentation concomitante de la porosité et aux caractéristiques mécaniques très basses des MCP eux même. A partir de l'ensemble des résultats, il ressort que le mortier M10D qui contient 8% en masse de MCP, offre un bon compromis entre performances thermiques et résistance mécanique, avec une diminution de conductivité de l'ordre de 63% par rapport à au mortier de référence, et une résistance moyenne en compression de l'ordre de 17 MPa qui reste compatible avec des applications structurales. Les mortiers contenant des taux de MCP plus élevé peuvent être utilisé à des fins d'isolation uniquement.

En ce qui concerne les mortiers incorporant des fibres de miscanthus, différentes formulations avec des teneurs massiques en fibres sèches comprises entre 0 et 8% ont été étudiés. La forte absorptivité de ces fibres végétales impactant également l'ouvrabilité des mortiers, il a été nécessaire de pré-saturer les fibres en eau avant de les incorporer dans les mélanges, afin de conserver une consistance compatible avec une mise en œuvre par moulage. Les caractérisations multiphysiques réalisées ont ensuite mis en évidence une amélioration considérable à la fois des propriétés thermiques et hygroscopiques des mortiers biosourcés. En effet, des diminutions importantes de conductivité thermique sont observées avec l'augmentation de la teneur en fibres dans les mortiers, du fait de l'augmentation de la porosité de ces composites cimentaires et de la faible conductivité des fibres elles-mêmes. Par ailleurs une forte amélioration de la capacité de tampon hydrique (MBV), de la perméabilité à la vapeur et de la capacité de stockage d'humidité est mise en évidence, que l'on peut relier à la porosité élevée des mortiers biosourcés et à la forte absorptivité des fibres végétale cellulosiques. Le fait que l'on ait utilisé des fibres micronisées, dont la surface spécifique est supérieure à celle de fibres coupées classiques, contribue probablement aussi à cet effet. Il ressort également que les propriétés thermiques de ces mortiers biosourcés varient sensiblement avec la teneur en eau du matériau, avec une augmentation substantielle de la conductivité thermique à l'état saturé comparativement à l'état sec. De manière générale, les mortiers contenant des fractions massiques de fibres de

miscanthus supérieures à 4,15 % présentent des améliorations de résistance thermique de plus de 70 % par rapport au mortier ordinaire, ainsi qu'une nette amélioration de l'hygroscopicité (MBV de l'ordre de $2 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, caractéristique d'une bonne voire excellente capacité de régulation d'humidité), tout en conservant des propriétés mécaniques adaptés aux applications d'isolation.

La dernière partie de l'étude à l'échelle matériau a permis de formuler un mortier hybride, incorporant à la fois les MCP et les fibres de miscanthus. Le mortier hybride présente des propriétés thermiques nettement supérieures à celles du mortier de référence, ainsi qu'une résistance mécanique acceptable pour un matériau d'isolation. Il ressort néanmoins que ce mortier hybride présente peu d'amélioration au niveau de son comportement hygroscopique, comparé au mortier de référence, les MBV restant très proches pour ces deux matériaux (valeurs dans la plage 0,5-0,7 $\text{g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, traduisant une capacité modérée à réguler l'humidité selon la classification NordTest). Cet effet est attribué à la présence des MCP microencapsulés qui semblent restreindre les phénomènes de transferts d'humidité au sein du matériau, empêchant alors les fibres végétales d'exercer leur capacité de régulation hydrique. On n'observe donc pas l'effet de synergie entre les différents types d'inclusions qui était escompté au départ pour cette solution hybride.

Au final, sur les trois solutions testées, le mortier biosourcé à base de fibres de miscanthus micronisées apparaît comme le seul système permettant d'améliorer conjointement les performances thermiques et le comportement hygroscopique par rapport au mortier de référence.

Il est cependant nécessaire de confirmer ces résultats par des investigations aux échelles supérieures, et notamment à l'échelle de la paroi. Ceci point est abordé dans le chapitre suivant.

III. Chapitre III : Etude des performances thermo-hydrriques à l'échelle de la paroi

Introduction

Le chapitre précédent a permis d'évaluer les principales propriétés mécaniques et thermo-hydrriques à l'échelle du matériau des mortiers incorporant les MCP et/ou les fibres de miscanthus. Cette caractérisation a permis d'identifier un taux « optimal » de chaque inclusion à ajouter au mortier pour améliorer très significativement ses propriétés thermo-hydrriques tout en conservant une résistance mécanique acceptable permettant au matériau d'être manipulé et mis en place. En définitive, les mortiers M15D et M7,5F contenant respectivement des fractions massiques de 11% en MCP et 5,7% en fibres de miscanthus, sont retenus pour la caractérisation à l'échelle de la paroi, ainsi que le mortier hybride (MDF) décrit dans la partie II.4.

Le Chapitre III présente donc les principaux résultats des investigations menées sur ces différentes parois. La caractérisation du comportement thermo-hydrrique est réalisée sur des parois homogènes, dans lesquelles les MCP et/ou des fibres végétales sont réparties dans l'ensemble du volume. Le programme d'essais consiste à soumettre les parois à un environnement bi-climatique permettant de simuler différents scénarios hygrothermiques, et à suivre les évolutions des gradients de température et d'humidité résultants au sein des parois. Un dispositif expérimental spécifique a été conçu et réalisé pour les besoins de l'étude. Le comportement de la paroi de mortier de référence M0 sera également évalué pour comparaison, afin de pouvoir mieux appréhender les éventuels gains de performances liées à l'introduction des inclusions. Cette comparaison avec une référence nous semble être un point primordial, qui est pourtant rarement appliqué dans la littérature pour ce genre d'étude à l'échelle de la paroi.

Ce chapitre est structuré en trois parties. Les deux premières sont présentées sous forme d'articles en anglais tandis que la dernière est rédigée en français.

La première partie présente tout d'abord une étude expérimentale des performances thermiques de la paroi de mortier incluant les MCP (M15D), et propose une comparaison avec le mur de référence. Elle est complétée par une approche numérique, dans laquelle l'influence du changement de phase des MCP sur le transfert de chaleur est prise en compte à travers la méthode enthalpique (Cf. partie I.5.2.4 de l'étude bibliographique). Cette démarche permet d'évaluer l'efficacité de cette solution de stockage passif d'énergie thermique.

La seconde partie porte sur la caractérisation expérimentale du comportement thermo-hydrrique de la paroi de mortier incorporant des fibres de miscanthus. Et la dernière partie présentera les principaux résultats relatifs au comportement thermo-hydrrique de la paroi de mortier hybride.

III.1 Thermal performance of a building envelope including microencapsulated phase change materials (PCMs): A multiscale experimental and numerical investigation

Cet article présente l'étude comparative des performances thermiques du mur de mortier M15D incorporant des MCP et du mur de référence. Elle comprend une caractérisation expérimentale des parois sous environnement bi-climatique, ainsi qu'une étude numérique à l'échelle de la paroi qui est complétée par une évaluation à l'échelle d'une maison individuelle visant à quantifier les gains énergétiques induits par l'utilisation des MCP.

La plupart des études de la littérature consacrées aux parois intégrant des MCP concernent des systèmes multicouches, dans lesquels une fine couche de MCP est juxtaposée à un mur en matériau de construction traditionnel [66,283]. Lorsque la couche de MCP est placée du côté de l'environnement extérieur, cette configuration induit un gradient de température important et réduit les flux thermiques dans le reste de la paroi. Dans la présente étude, nous évaluerons plutôt un système monocouche homogène avec une répartition du MCP dans tout le matériau. Cette solution pourrait être adaptée aux enveloppes de bâtiments, et permet d'éviter les problèmes de ponts thermiques intégrés qui peuvent être rencontrés aux interfaces des parois multicouches. Le mur de mortier MCP testé est donc un élément monobloc moulé à partir d'une formulation de mortier M15D incorporant les MCP microencapsulés.

Une première partie de l'article explicite le dispositif expérimental conçu pour la caractérisation bi-climatique, le montage de l'essai et les différents scénarios étudiés. Il présente ensuite les réponses du mur de mortier M15D et du mur de référence aux sollicitations de température appliquées. Dans une seconde partie, des simulations numériques du comportement thermique du mur soumis aux mêmes conditions dynamiques ont été réalisées, d'abord à l'échelle de la paroi, puis à l'échelle d'une maison individuelle. Un transfert de chaleur par conduction est considéré dans le modèle et la prise en compte du changement de phase du MCP s'appuie sur la méthode enthalpique. Les simulations ont été réalisées avec les logiciels COMSOL Multiphysics (à l'échelle paroi) et EnergyPlus (aux échelles paroi et bâtiment).

On notera que le comportement hygroscopique de cette paroi en mortier M15 n'a pas été caractérisé, car il n'a pas été possible de faire baisser le taux d'humidité relative en dessous de 80% RH, la présence des MCP affectant les transferts d'humidité au sein de ce matériau.

La partie expérimentale de cette étude a déjà fait l'objet d'une communication dans le cadre de la conférence ICBBM 2023, et a été publiée dans les actes du congrès :

Gbekou, F.K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Benzarti, K. Comparative Study of the Thermal Behaviors of a Cement Mortar Wall Including Bio-based Microencapsulated Phase Change Materials and a Reference Wall, in: Amziane, S., Merta, I., Page, J. (eds) Bio-Based Building Materials. ICBBM 2023. *RILEM Bookseries*, vol 45, 817-828. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-33465-8_63.

L'article complet intégrant l'approche numérique, sera soumis prochainement dans une revue internationale

Abstract.

This study aims to evaluate the thermal behavior at both wall and building scales, of a cement mortar (denoted M15D) that includes microencapsulated biobased phase change materials. To achieve this, a bi-climatic chamber setup was used to create two different thermal conditions, representing outdoor and indoor environments, on each part of the wall with heating/cooling solicitations. Temperature sensors installed at various depths allowed for monitoring temperature gradients within the walls during the tests. In building scale, the thermal behavior of M15D was predicted using two mathematical models that describe heat transmission in porous systems incorporating phase change materials. Numerical simulations were conducted using COMSOL Multiphysics and EnergyPlus software, and the results were validated against experimental data and responses at both wall and building scales. The findings revealed that the heat storage provided by the M15D shell has a significant impact on both building energy consumption and interior temperature. Overall, incorporating biobased phase change materials in the cement mortar (M15D) demonstrates potential benefits in terms of thermal performance at both the wall and building scales.

Keywords: microencapsulated phase change materials (mPCM), heat transfer, bi-climatic setup, wall-scale study, numerical model, EnergyPlus, COMSOL.

III.1.1 Introduction

Global warming and resource depletion have become central topics in the news, and current trends indicate that we are approaching a crucial decision point. Population growth and over-consumption are contributing to increased energy consumption and CO₂ emissions [284]. According to the Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC) in its latest 2023 report, global surface temperatures have already risen by 1.1°C compared to the pre-industrial period, and this is projected to increase to 1.5°C by 2030. Furthermore, the 2022 Global Status Report for Buildings and Construction, published by the UN Environment Program, reveals that CO₂ emissions from building use reached approximately 10 gigatons in 2022 [285]. One of the most resource-intensive industries is the construction sector, responsible for 36% of global energy consumption. Energy consumption in buildings encompasses the entire energy usage, from raw materials to the final building, with a significant portion dedicated to maintaining comfortable living conditions within structures. For instance, in France, heating alone accounts for approximately 65% of energy consumption in the residential sector and 43% in the tertiary sector [5].

To overcome the rising trend of energy consumption and global warming, it is crucial to offer alternative solutions to the public while promoting eco-friendly options. There is an urgent need to develop innovative solutions that enhance thermal efficiency in buildings [20,284]. Numerous research efforts are currently underway to develop new building materials aimed at improving their thermophysical properties for energy-efficient and environmentally friendly construction alternatives [11,19,286]. One such solution is passive thermal energy storage systems (TES), which enable the storage of a certain amount of energy for later use with minimal energy loss between storage and release [220]. Among thermal energy storage systems,

latent heat thermal energy storage is particularly well-suited for building applications [8,11,12,220]. This technology relies on the use of phase change materials (PCMs), which are materials that undergo a change in their physical state (transitioning from solid to liquid and vice versa) in response to temperature fluctuations, thereby storing and releasing energy during these phase transitions [9, 10]. Combining PCMs with building materials such as concrete or mortar holds great promise as it enhances the thermal properties of these materials and provides energy storage capabilities [70,74,254,287]. Studies on PCM walls in building applications have demonstrated significant benefits. For example, Bahrar et al. [64] reported a reduction of up to 1.7°C in the maximum temperature recorded when using an additional PCM panel. Al-Absi et al.[67] in their investigation of the addition of a PCM panel to concrete in a test box, observed temperature reductions of up to 6°C compared to the reference box as outdoor temperatures increased. Li et al. [66], reported a dampening effect on indoor/outdoor temperature differences in a room equipped with a multi-layer system of cementitious walls incorporating an insulating PCM layer, resulting in energy savings of up to 30%.

The rapid advancements in alternative building materials research have spurred the development of simulation tools aimed at analyzing the performance of these materials under different sizes and environmental conditions. These simulation tools rely on mathematical models to depict heat flow within building materials, enabling them to forecast temperature patterns. Nevertheless, given the extensive range of materials, PCM (Phase Change Material) combinations, and integration techniques accessible for building envelopes, optimizing PCM usage necessitates a comprehensive assessment of factors such as building construction, PCM integration methods, and their specific placement within the structure [288,289].

Numerous tools are currently available for simulating building energy consumption, such as BLAST, BSim, DeST, DOE, ECOTECT, Ener-Win, Energy Express, Energy-10, EnergyPlus, eQUEST, IDA-ICE, IES, HAP, HEED, PowerDomus, SUNREL, Tas, TRACE, and TRNSYS. For our work, we chose the EnergyPlus tool due its robust validation and ability to interface with various systems like HVAC and renewable energy [290].

Indeed, despite a good understanding of the physical equations governing PCM behavior, there is a scarcity of numerical models available for its simulation. Most existing numerical models tend to focus on whole-building modeling, using unidirectional heat transmission through walls and an equation for the air energy balance to determine the typical room air temperature [291–293]. However, adapting these models to various building arrangements can be complex.

To comprehensively harness the potential of PCM energy storage when integrated with HVAC systems, such as natural night ventilation during the summer, the adoption of a modular simulation tool structure becomes imperative. This approach would substantially enhance the optimization and analysis of PCM performance. In fact, one notable effort in simulating PCM walls has been presented by Ibáñez et al. [292] using EnergyPlus. Their method adopts a global energetic perspective, taking temperatures (both wall and air) as inputs and generating data for the active layer as outputs. This approach enables the assessment of PCM's impact on the overall energy balance within a room. However, further experimental confirmations are still needed to validate and enhance the accuracy of this approach.

In the existing literature, the studied have predominantly investigated the effect of incorporated an additional PCM panel within multi-layered insulation systems. Furthermore, as far as our knowledge very few research was conducted on the hygrothermal performance of a homogeneous cement mortar system that integrates microencapsulated PCM distributed throughout its thickness. This study aims to fill this research gap by thoroughly investigating a homogeneous mortar wall that incorporates bio-based PCM. The wall will be subjected to various thermal conditions, and its thermal performance will be systematically compared to that of a reference mortar wall. To facilitate this research, a custom-made experimental setup was constructed to replicate a bi-climatic environment. This setup exposes each surface of the wall to distinct hygrothermal conditions, simulating both indoor and outdoor environments. The incorporation of hygrothermal sensors at various depths within the wall has enabled the recording of temperature variations throughout its thickness.

The primary objective of this research is to improve the heat consumption efficiency of buildings by enhancing the thermo-physical characteristics and developing composite walls with bio-based microencapsulated phase change material incorporated into mortar. The study employs an enthalpy approach and COMSOL analysis to create an unsteady thermal transport numerical model of bio-based PCM. This model helps to understand the mechanism of heat storage and temperature regulation of PCM within the wall. Moreover, numerical simulations are performed to investigate thermal inertia and energy savings.

The fundamental idea behind this research starts with experimental characterization of the bio-based PCM at both material and wall scale. The collected data are then used to validate the numerical model developed using COMSOL-Multiphysics, which enables the calculation of the bio-based PCM enthalpy as a function of temperature. Subsequently, this validated model will be integrated in EnergyPlus soft to provide comprehensive results representing the performance of the bio-based PCM at the building scale under real climatic conditions, considering aspects like thermal inertia and energy consumption. The goal is to assess the thermal performance and energy-saving potential of the bio-based PCM when incorporated into building envelopes.

III.1.2 Materials and experimental methods

III.1.2.1 Materials

Two cement mortar walls were studied in this work: a reference cement mortar wall (noted M0), and a wall made from the reference mortar with the addition of microencapsulated bio-based phase change materials (M15D). The reference mortar is a pre-existing formulation designed for additive manufacturing [225]. It comprises an ordinary Portland cement EXTREMAT® CEM I 52.5 N (denoted OPC), a fast-setting Sulfo-aluminous cement (denoted CSA), both products by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France), a superplasticizer VISCOCRETE TEMPO 11 (SP) water reducer from SIKA (Baar, Switzerland) and standardized sand with a maximum particle size of 2mm, provided by Société Nouvelle du Littoral (Leucate, France).

A commercial bio-based PCM is selected for the study. It's denoted CrodaTherm™ ME29D and is in an aqueous dispersion form of a microencapsulated particles in water (solid content of about 50 wt.%). The particles are an organic PCM core (from plant-based feedstocks) surrounded by a formaldehyde-free acrylic polymer shell. The PCM have a melting and crystallization point of 29°C and 24°C, respectively, and heats of fusion and crystallization of 183 kJ.kg⁻¹ and 179 kJ.kg⁻¹, according to the supplier technical datasheet [282].

In a material-scale study on the effect of the addition of these PCMs on the mechanical and thermophysical properties of the mortar, we have prepare and test various mortars with PCM content up to 13.5 wt.% [254]. We have shown the beneficial effect of the addition of PCMs on the thermophysical properties of mortars while reducing mechanical performance. A significant improvement in the thermophysical properties is found with the reduction of the thermal conductivity by 72% (0.6 W.m⁻¹.K⁻¹ compared to 2.3 W.m⁻¹.K⁻¹ for M0) with 11wt.% of PCMs add. This formulation is denoted M15D and was then chosen to conduct a comparative study at wall scale to compare the thermal responses of a wall made with mortar to the ones of the reference mortar. The composition of the two mortars (M0 & M15D) is displayed in **Table III.1**.

Table III.1. Composition of the two mortar formulations used in this work.

Type of mortar	Sand (g)	OPC (g)	CSA (g)	SP (g)	Mass of mPCM particles (g)	Total water (g)	W/C ratio	Weight fraction of mPCM particles (%)	Volume fraction of mPCM particles (%)
M0	1350	1059	80	3	-	399	0.4	0	0
M15D	1350	1059	80	3	433	1006	0.9	11	21

III.1.2.2 Thermophysical properties

Several measurements were conducted to determine the thermophysical properties of the two mortars. For this purpose, the Hot Disk method (HD) was employed, using a TPS 2500 S device with a sensor "Kapton ref 5501" having a radius of 6.4 mm. The HD method allows for the simultaneous measurement of thermal conductivity (λ in W.m⁻¹.K⁻¹), the thermal diffusivity (α in m².s⁻¹), and the volumetric heat capacity ($\rho.C_p$ in MJ.m⁻³.K⁻¹). These measurements were conducted in a controlled moisture environment of 50% RH and a temperature range from 10°C to 45°C, covering all states of the core of the phase change material.

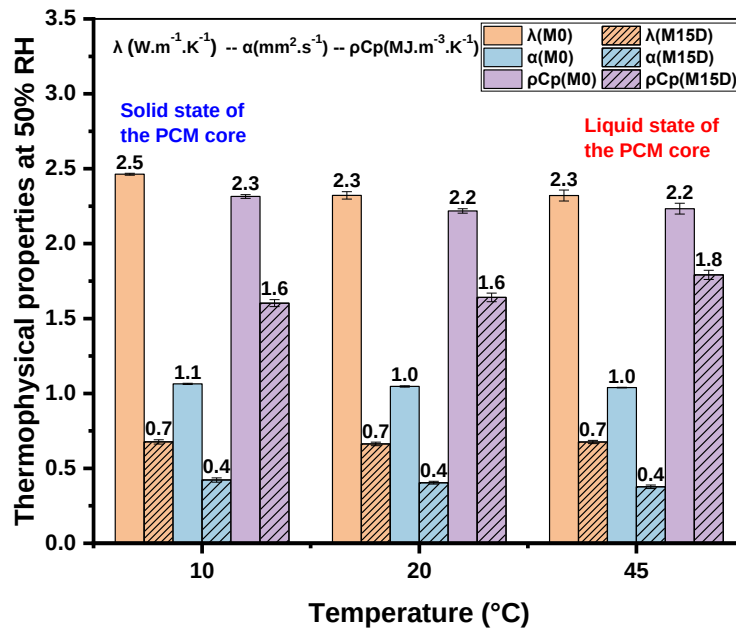


Figure III.1. Thermophysical properties (at 50% RH) of M0 and M15D determined by the HD method (solid & liquid state of the PCM core).

The thermophysical properties of the reference (M0) and bio-based PCM mortar (M15D) are presented in Figure III.1 as a function of temperature variation. The M15D mortar exhibits significantly lower values for all three measured properties compared to the reference material, regardless of the temperature considered. For instance, at 20°C, the thermal conductivity of M15D is reduced by approximately 72%, dropping from 2.32 W.m⁻¹.K⁻¹ (for M0) to 0.68 W.m⁻¹.K⁻¹. This decrease can be attributed to the low thermal conductivity of the bio-based PCM themselves, which typically ranges from 0.25 to 0.35 W.m⁻¹.K⁻¹ depending on the physical state of the PCM core [11]. Additionally, the significant increase in porosity of the mortar containing bio-based PCM promotes thermal transfer through convection in the pores rather than through thermal conduction [18–20]. These findings agree with the observations of previous studies by Dehdezi et al. [18], Hunger et al. [19], and Jayalath et al. [20], where the addition of 5 wt.% PCMs into cement composites resulted in respective decreases in thermal conductivity of approximately 36%, 38%, and 45% compared to reference specimens.

III.1.2.3 Experimental setup for bi-climatic wall test

III.1.2.3.1 Preparation and instrumentation of walls

The studied test walls have a dimension of 50 × 50 × 10 cm³ and were prepared according to a mixing protocol displays in our previous work [254]. The walls were prepared and underwent several months of curing in a laboratory environment at 20°C and under ambient humidity conditions.

To record the hygrothermal response of the wall, temperature sensors were installed within the walls. Each wall is equipped with a total of five sensors. One on the external faces and three in the thickness. Three holes of 8mm of diameter were carefully drilled into the wall's thickness

with a depth of 25 cm. They are positioned at 2.5 cm, 5 cm, and 7.5 cm, respectively, from the outer surface (Figure III.2.a). The holes are spaced by 15 cm apart vertically to prevent any interference during the measurements. For a precision of sensor position, the holes were performed using a precision's column drilling machine.

III.1.2.3.2 The bi-climatic experimental setup

A homemade experimental setup was constructed to simulate a dual-climate environment for a building. This setup involves the application of two different hygrothermal conditions on opposite sides of the wall, simulating indoor and outdoor environmental conditions.

The system consists of a metallic frame built around a climatic chamber (Memmert ICH 260) to connect the wall to both environments (indoor and outdoor). The indoor environment is a laboratory room where the temperature is regulated at 20°C using an air conditioner. The relative humidity of the room is recorded over several weeks of measurements (between 45% to 55% RH) but is left uncontrolled to provide a daily-use impression.

To avoid thermal leaks, an expanded polystyrene (6 cm) is placed between the wall and the frame. The insulation material is recovered with an insulating and vapor barrier adhesive plastic film. Therefore, hygrothermal exchanges may happen only in the central open area of $40 \times 45 \text{ cm}^2$ (Figure III.2.b). To ensure a unidirectional (1D) hygrothermal transfer, all lateral surfaces were insulated using expanded polystyrene, allowing hygrothermal exchange exclusively through the two exposed surfaces. Two additional sensors were positioned within the climatic chamber and the laboratory room to record the instantly indoor and outdoor temperature conditions. The insulation of the total setup is checked using a thermal infrared camera, to prevent heat loss and have a uniform transfer across the observed surface (Figure III.2.c).



Figure III.2. (a) Wall preparation with sensors; (b) Experimental setup; (c) IR image of wall to check uniform heat transfer and to prevent the heat losses.

III.1.2.3.3 Experimental hygrothermal case study

After the setup was performed, the two faces of the wall are stabilized at 20°C and 50% RH during approximately one week, until that all recorded measurements indicate the set point. Two experimental programs were applied to each wall (Figure III.3). The indoor environment is maintained constant during the two scenarios. It is set at 20°C with ambient humidity. The outdoor thermal conditions are applied at a fixed humidity 50% RH. These programs consist in:

- A day/night simulation by varying temperature between a heating (40°C) and a cooling (15°C) phase, each stage lasting 12 hours.
- A continuous heating at 40°C until reaching a steady-state condition.

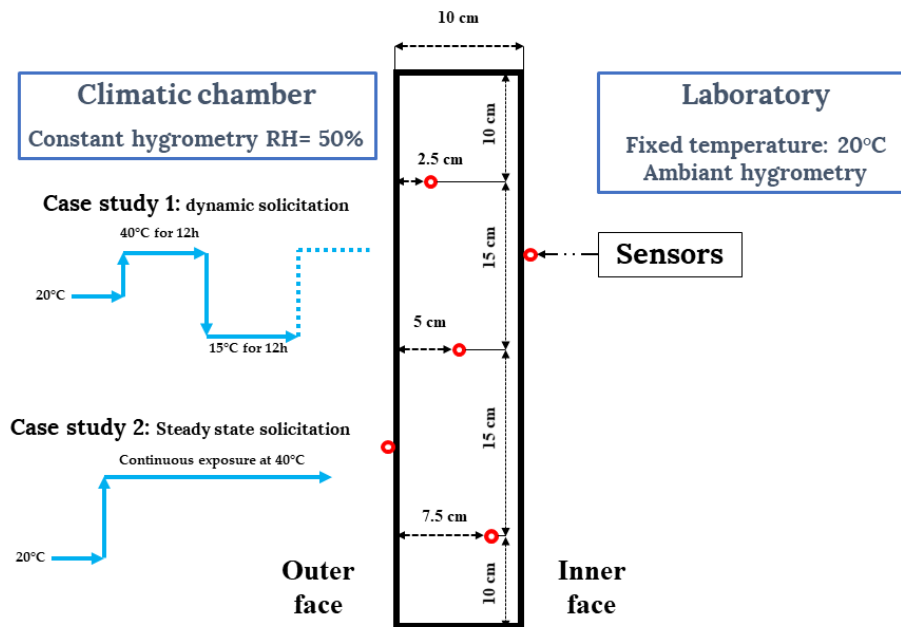


Figure III.3. Case studies applied to the wall.

III.1.3 Mathematical model

The existence of PCMs in three different states (solid, liquid, and solid-liquid coexistence) adds complexity to the phase change heat transfer problem [289]. As latent heat is stored and released over time, the interface between the two phases moves, making the simulation more challenging.

To simplify the complex heat transfer process in mixing mortar and encapsulated PCM, the following hypotheses are suggested to develop the analytical model [294]:

- Heat transfer is assumed to occur only in the thickness direction since it always takes place between the inner and outer surfaces, leading to one-dimensional heat transfer.
- Natural convection during the melting process of PCM and the undercooling effect during the solidification process of PCM are neglected.
- The physical properties of other solid materials are considered constant.
- The PCM in the phase-change layer is assumed to be homogeneous and isotropic.

- The thermal contact resistance between layers is considered negligible.
- The liquid state of the PCM is assumed to be an incompressible Newtonian fluid, following Fourier's heat conduction.

By applying these hypotheses, the analytical model aims to achieve simulation results while reducing the complexities involved in the heat transfer process between mixing mortar and encapsulated PCM.

According to the literature, there are two commonly used numerical methods for modeling phase change materials (PCMs): the enthalpy method and the effective heat capacity method. For this study, we have chosen to utilize the enthalpy method, which considers the liquid state, solid state, and transition phase in PCM using the mixtures law.

To conduct a comprehensive investigation at both wall scale and building scale, we employed two different software tools: COMSOL and EnergyPlus. However, the enthalpy model is not readily available in both tools. To overcome this limitation, we utilized the flexibility of COMSOL, which allows us to introduce the enthalpy model and afterwards create a ready to use function for EnergyPlus.

The enthalpy model [295–297] relies on enthalpy and temperature as dependent variables. The advantage of this model is that it does not require the consideration of movement and changes in the transition interface, allowing for the establishment of unified equations in all three states of PCM (solid, liquid, and transition). Where, the enthalpy model is expressed as:

$$\rho \frac{dh}{dt} = \nabla(k \nabla T) \quad \text{III.1}$$

The total enthalpy (h) is the sum of the sensible and latent heats of the PCM and is related to the temperature of the PCM as following:

$$h = \begin{cases} C_{PS}(T - T_m) + C_{PL}(T_m - T_a) - \theta \left(1 - \frac{T_a - T_m}{T_a - T}\right) - (C_{PS} - C_{PL}) \times (T_a - T_m) \times \ln\left(\frac{T_a - T}{T_a - T_m}\right) & T \leq T_m \\ C_{PL}(T - T_a) & T > T_m \end{cases} \quad \text{III.2}$$

where:

ρ : Density, ($kg.m^{-3}$)

λ : Thermal conductivity, ($W.m^{-1}.K^{-1}$)

C_{PS} : Specific heat capacity of solid state, ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)

C_{PL} : Specific heat capacity of liquid state, ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)

θ : Liquid fraction

T_m : Melting temperature ($23^\circ C$).

T_a : The end of the non-isothermal melting ($28^\circ C$).

The enthalpy-temperature function of the M15D were determined using COMSOL Multiphysics software, which can solve the unsteady heat transfer problem by finite element

method. The model is supplied by the properties presented in the Table III.2. The values of thermal capacity at solid and liquid state are obtained using mixing law according to results of Gbekou et al. [254].

Table III.2. Thermal proprieties of M15 introduced in COMSOL-Multiphysics [11].

Properties	Density (kg/m ³)	Thermal capacity solid (j/kg. k)	Thermal capacity Liquid (j/kg. k)	Thermal conductivity (W/m. k)
M15D	1710	1026	1073	0.7

The results obtained using COMSOL for the enthalpy temperature relationship of M15D, as shown in Figure III.4, are incorporated into EnergyPlus to feed the PCM model. EnergyPlus, developed by the United States Department of Energy (US DOE), is widely used for whole-building energy simulations, and it offers the capability to model PCMs using a Conduction Finite Difference (CondFD) solution algorithm. The CondFD algorithm discretizes the layers of the building envelope into different nodes and numerically solves the heat transfer equations using a finite difference method (FDM). In this study, the Fully Implicit Finite Difference Scheme, coupled with an Enthalpy Temperature function to account for the phase change energy, was adopted [198]. The following equations represent the method of the fully implicit schema used in EnergyPlus:

$$c_p \rho \Delta x \frac{T_i^{j+1} - T_i^j}{\Delta t} = k_w \frac{T_i^{j+1} - T_i^{j+1}}{\Delta x} + k_E \frac{T_{i+1}^{j+1} - T_i^{j+1}}{\Delta x} \quad \text{III.3}$$

With:

$$k_w = \frac{k_{i+1}^{j+1} + k_i^{j+1}}{2} \quad \text{III.4}$$

$$k_E = \frac{k_{i-1}^{j+1} + k_i^{j+1}}{2} \quad \text{III.5}$$

$$C_p^*(T) = \frac{h_i^j - h_i^{j-1}}{T_i^j - T_i^{j-1}} \quad \text{III.6}$$

Where:

$k_i = k(T_i^{j+1})$: if thermal conductivity is variable.

T: Temperature

Cp: Specific heat capacity, (J/(kg·K))

i: Node being modeled

i+1: Adjacent node to interior of construction

i-1: Adjacent node to exterior of construction

j+1: New time step

j: Previous time step

Δt : Time step

Δx : Finite difference layer thickness

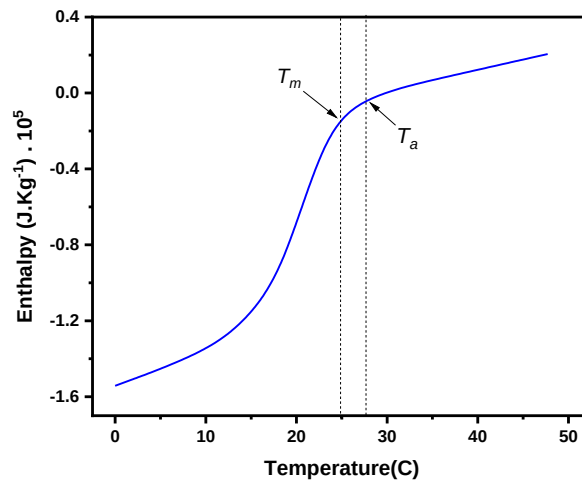


Figure III.4. M15D enthalpy curve variation calculated using COMSOL.

III.1.4 Results

III.1.4.1 Thermal response of the walls under cyclic heating/cooling solicitation

As mentioned in III.1.2.3.3, a stabilization stage was conducted for one week on both walls before starting the case studies. The first case study is a day/night simulation at controlled hygrometry (50% RH) by varying the outdoor temperature between a heating (40°C) and a cooling (15°C) phase, each stage lasting 12 hours. The cycles were repeated for more than 7 days to validate the repeatability between the daily cycles. Therefore, the comparison between the thermal response of the two walls (M0 and M15D) during 24h of heating and cooling phase is presented in Figure III.5a,b. The evolution of the temperature during one cycle is presented at various sensors positions during heating and cooling stage. The trend of the evolution of temperature at various depth in the wall is the same for both walls during the heating and the cooling stage.

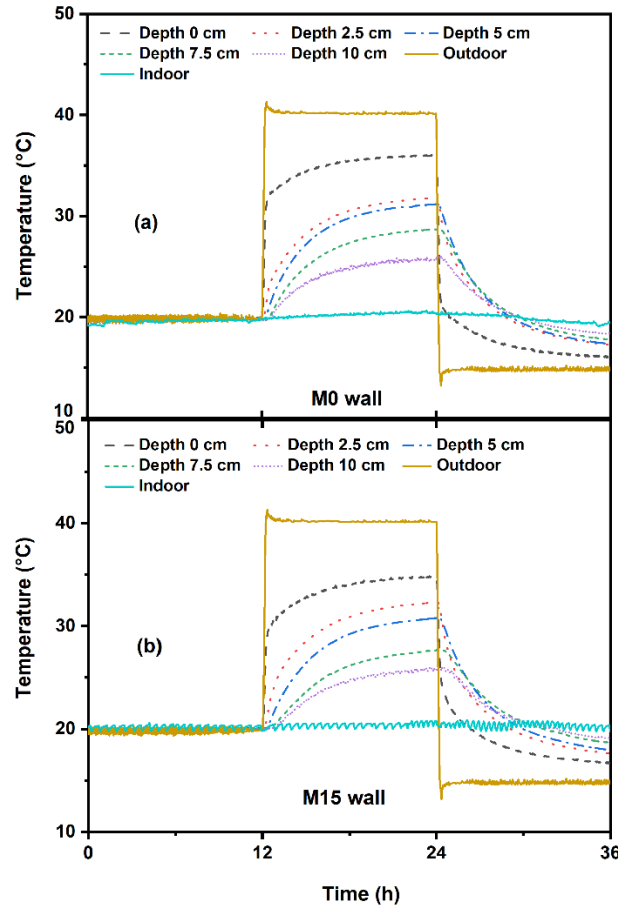


Figure III.5. Responses of the walls during 24h under temperature solicitations cycles between 40°/15°C: (a) M0; (b) M15D.

One noticed a same evolution trends for the temperature during the 24h cycle. On the heating stage, the temperature on the outer face of the walls increases rapidly during the first hour and reach after 12h a maximum value recorded of 36°C for M0 and 34.8°C for M15D. From the outer face to the inner one, a temperature gradient is observed with decreasing values. A gap is observed in the recorded temperature between the wall M15D and the reference wall. Except at position 25 mm which can be an error from sensor position, M15D exhibits a lower temperature than M0 with a gap up to 1°C at 75 mm. The observed reduction in the recorded temperature (~ 1°C) between the two walls may come from the effect of the mPCMs in the wall M15D. As the increase temperature over the melting point of PCM (28°C) may be stored by the PCM core for phase change to liquid state. It can reduce the temperature increase's kinetics and induce a small delay in temperature increase in each position between M15D and M0. On the inner face, the indoor temperature is 20°C and is above the melting point of the PCM, which not allows the PCM to be activated. The recorded temperature is almost the same for both walls on the inner face.

In the cooling phase, when outdoor temperature rapidly decreases from 40°C to 15°C, the outer face of the wall cools rapidly. A delayed is observed within the thickness of the wall with the reverse effect in the temperature gradient. On the outer face (position 0 mm), the maximum recorded temperature is 16°C for M0 and 17°C for M15D. Here again, the reduction of ~ 1°C

is observed on the PCM wall. Within the thickness of the wall at 24h, the temperature increases nearer the indoor environment (20°C) with recorded value at position 100 mm of 18°C for M0 and 19°C for M15D. One observed a higher temperature for M15D than M0 with the gap of about $\sim 1^\circ\text{C}$ for sensor positions. On the inner face the temperature is almost the same for both walls as the PCM are not activated. But when the outdoor temperature drops below the phase change range, a reverse effect may happen as the PCM started solidification process and the core release the stored energy.

III.1.4.2 Thermal response of the walls under steady-state heating at 40°C

After the cyclic solicitation, the stabilization stage (20°C, 50% RH) is run again to before the second thermal case study. The second case consists in an increase in temperature from 20 to 40°C with a continuous heating at 40°C until steady state. Figure III.6 presents the comparison of the evolution of the temperature during time variation at various sensors positions of the two walls.

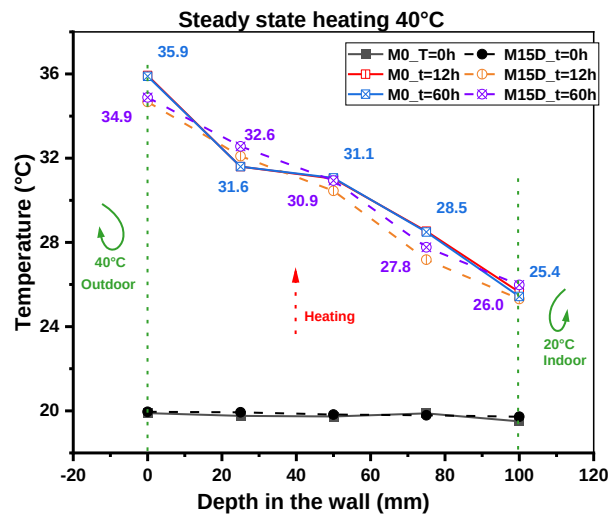


Figure III.6. Comparison between M0 and M15D for a steady-state regime at 40°C

The evolution trend of temperature is similar as the one during heating stage of cycling solicitation. One noticed that the temperature rapidly increases during the early hours and almost reaches the maximum value after 12 hours. This result confirms that the highest temperature is reached during the heating stage of day/night solicitation after 12 hours. For the reference mortar wall M0, the steady state is reached from 12 hours and the recorded temperatures remains constant even after long exposure (values at $t = 12\text{h} \cong \text{values at } t = 60\text{h}$). A maximum recorded value of 36°C is obtained for the reference wall against 35°C for M15D on the outer face. A temperature gradient is observed from the outdoor face to the indoor across the thickness of the wall.

For the wall M15D, there is a small delay between the temperature recorded at 12h and the maximum value at steady state. The same gap of reduction is observed on the temperature within the thickness of the wall. This effect is due to the activation of the PCM as the

temperature increases over the melting point (29°C), the PCM core store the energy and become liquid, delaying the kinetics of the evolution of the temperature. The indoor temperature is constant at 20°C and lower than the PCM melting point which doesn't allow the PCM to be activated. The same temperature is almost recorded on the inner face (position 100 mm) with a value 26°C.

Considering all the presented results, the addition of Phase Change Materials (PCMs) has proven effective in mitigating temperature variations in the wall with induce a delay in the kinetic evolution of temperature. Interestingly, a more significant effect was anticipated regarding the thermophysical properties of the two materials, notably the thermal conductivity, with values of $2.32 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ for M0 and $0.66 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ for M15 at 20°C. It is worth noting that besides boundary conditions, there are other possible phenomena that reduce the effect of the thermal response of the PCM wall.

III.1.4.3 Numerical study of building under real climatic conditions

The indoor conditions (temperature and energy consumption) seem to be one of the most crucial variables to consider when assessing the envelope building performance. High temperature oscillations increase overheating, which is the discomfort felt by building inhabitants because of heat accumulation. Health problems may occur from overheating, especially in the elderly and small children. Therefore, the purpose of this part is to investigate how incorporating bio-based PCM to mortar affects the building's thermal inertia and energy consumption.

III.1.4.3.1 Model validation

In this part, EnergyPlus and COMSOL Multiphysics PCM models were validated by comparing simulation outcomes with the results of experiments obtained in section III.1.4.1. The heating/cooling test was modeled using both software for the M15D and the simulated temperature was compared with the experimental data.

The overview of the experimental and numerical data which use enthalpy model implemented on COMSOL for a thickness of 5 cm of the wall is shown in Figure III.7. The numerical output results appear to be in good agreement with the experimental data. We notice only a 0.5°C difference between experimental and numerical data, which can be explained by the sensor accuracy used in the experiments. These findings demonstrate that the model provides accurate results and takes into account the phase shift of PCM particles, especially when the wall temperature is around 29°C, which falls within the temperature range for PCM fusion.

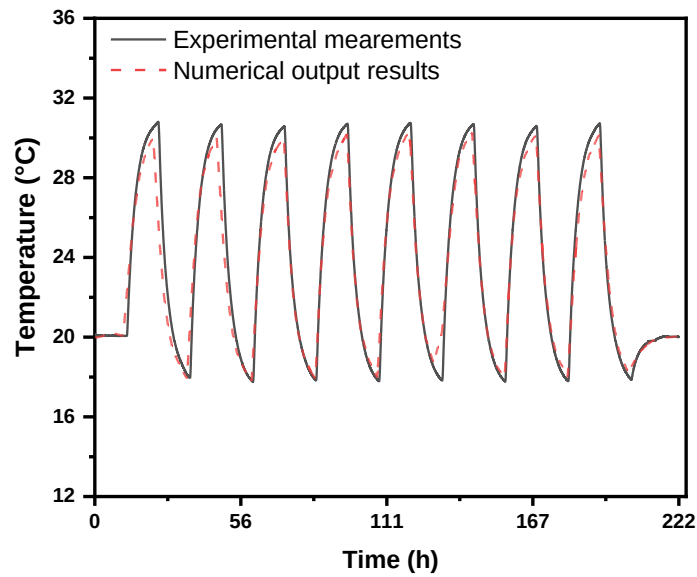


Figure III.7. Validation of numerical models using the heating/cooling test at the middle of bio-based PCM wall (5cm)

Figure III.8 illustrates a comparison between the experimental measurements and the numerical models for a wall thickness of 10 cm. This thickness was chosen because in EnergyPlus, the numerical simulation enables the prediction of temperature variations solely at the internal and external surfaces. It can be observed that the numerical temperature output closely matches the experimental data, with the exception of the initial hours, where a slight lag is evident. This lag primarily arises from the initialization conditions, including the initial temperature and enthalpy, employed to initiate the simulation tools.

Furthermore, the temperature obtained using COMSOL-Multiphysics closely matches the experimental data, showing nearly the same results. However, a slight difference of approximately 0.5°C is noticed when using EnergyPlus. This difference falls well within the experimental error range, indicating that the models are suitable for analyzing the thermal behavior of M15D at the building scale, and the numerical results are considered accurate.

Overall, the validation process confirms that both EnergyPlus and COMSOL-Multiphysics models provide reliable results and are appropriate for studying the thermal performance of M15D in building-scale applications.

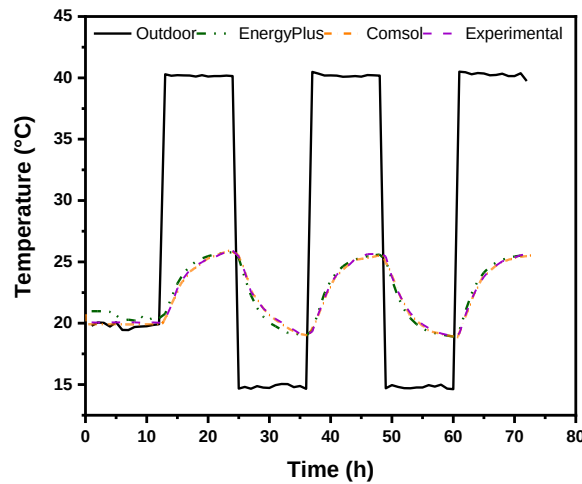


Figure III.8. Validation of numerical models using the heating/cooling test.

Indeed, the PCM model integrated into the EnergyPlus program has been subject to validation in various research studies [298]. For instance, Salihi et al. [299] found that EnergyPlus simulation results showed good agreement with the numerical work conducted by Alam et al. [300] when a 0.5 cm thick PCM layer was inserted into the ceiling between the plasterboard and the insulation layer. This validation further supports the accuracy of the PCM algorithm.

Another successful validation of the PCM algorithm was reported by Zhuang et al. [301], who studied two different envelopes with mPCMs: envelope "A" with one layer of PCM and envelope "B" with two layers of PCM. The study showed that the largest relative error in temperature was 12.41% for envelope "A," and the smallest was 0.71%. For envelope "B," the largest relative difference was 8.33%, and the smallest was 0.33%. The study concluded that using the appropriate real weather data and thermal characteristics of the material are crucial factors in reducing differences between simulation and experimental results.

Furthermore, the PCM algorithm has been validated by Campbell et al. [302] and Chan et al. [303] using experimental data published by Kuznik et al. [304]. In both validation studies, the indoor air temperature predicted by the PCM algorithm in EnergyPlus was found to be in good agreement with the experimental results. These validation studies demonstrate the reliability and accuracy of the PCM algorithm integrated into EnergyPlus, providing confidence in its use for analyzing the thermal behavior of PCM-incorporated building envelopes.

III.1.4.3.2 Comparison of the thermal behavior of M15D and M0 buildings

To evaluate the effectiveness of Bio-based Phase Change Materials (PCM) in building envelopes, we conduct in this section a numerical comparison of the thermal performances and energy consumption between both formulation M15D and M0 at the building scale. For this investigation, we selected a simple model of a room representing a typical building known as the "BESTEST building," as depicted in Figure III.9. This building is referenced within the framework of the International Energy Agency (IEA) [305]. The room is a closed space with a

volume of 129.6 m^3 ($6 \times 8 \times 2.7 \text{ m}^3$) and features 20 cm-thick external walls. The south facade of the room includes two double-glazed, identical windows.

To conduct the comparison, we examine three different climates: a Mediterranean climate represented by Algiers, North of Algeria, a hot and dry climate represented by Ouargla, South of Algeria, and a degraded oceanic climate represented by Paris, France, which implies relatively cold winters and relatively hot summers.

This study is divided into two parts: the first part involves considering the buildings as passive, meaning no heating or air conditioning is applied. In contrast, the second part involves considering the buildings as air-conditioned to investigate the impact of integrating PCM on energy consumption. To facilitate this analysis, a thermal regulation system has been programmed with set-point temperatures of 20°C for heating and 24°C for cooling.

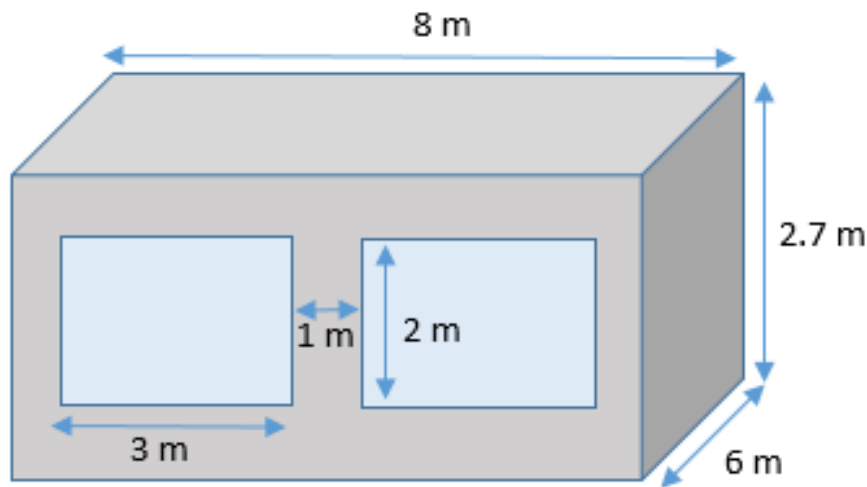


Figure III.9. Geometry of the building model.

Indeed, studying the implementation of passive strategies, such as "free-floating" systems, is crucial as it enables the assessment of thermal comfort. Additionally, it facilitates the optimal design of buildings from both architectural and technical perspectives. By exploring passive strategies, it becomes possible to enhance internal thermal conditions, leading to a reduction in the size and energy demands of air conditioning systems. Therefore, in this section, we compare the thermal behavior and inertia of buildings constructed using M15D and M0 materials.

To achieve this goal, we employed the enthalpy model to simulate the M15D building, while a basic heat conduction transfer model was utilized for the simulation of the M0 building. Using these simulation approaches, we analyzed the hourly temperature fluctuations for four representative days during summer conditions, specifically from July 21st to July 24th, in the Mediterranean's hot-dry climate and a degraded oceanic climate. The results of these simulations are presented in Figure III.10 (a, b, and c).

In both Mediterranean and degraded oceanic climates, the incorporation of bio-based PCM leads to a decrease in wall temperature during the morning and less efficient heat dissipation during the night, as compared to conventional concrete walls. The results indicate that when the zone temperature reaches the melting range ($25\text{--}28^\circ\text{C}$), the bio-based PCM undergoes a

phase change, absorbing energy as latent heat, thereby preventing a rapid increase in indoor air temperature. Conversely, when the outdoor temperature drops below 28°C, the PCM initiates the solidification process, releasing the stored heat and raising the zone temperature above the reference case.

Moreover, it is observed that M15D significantly helps to dampen the periodic temperature variations in comparison to conventional concrete (M0). The damping rate for M15 is estimated to be around 34% in the Mediterranean climate, whereas it is approximately 48% for M0. Additionally, the integration of M15D leads to a delay of temperature peaks by approximately 5 hours, whereas M0 only delays the temperature peak by about 2 hours (see Table III.3).

We also notice that M15D has a greater ability to dampen periodic temperature variations compared to conventional concrete (M0) in the degraded oceanic climate. The damping rate is estimated at 34% for M15D and 48% for M0. Additionally, M15D exhibits a remarkable ability to delay temperature peaks by 5 hours, while M0 only achieves a delay of around 2 hours (Table III.3). These results clearly indicate that M15D possesses significant thermal inertia owing to its thermal storage capacity and low thermal diffusivity, setting it apart from M0.

These observations hold true even in mild climates, as the melting temperature of the bio-based PCM lies within the range of external temperature variations.

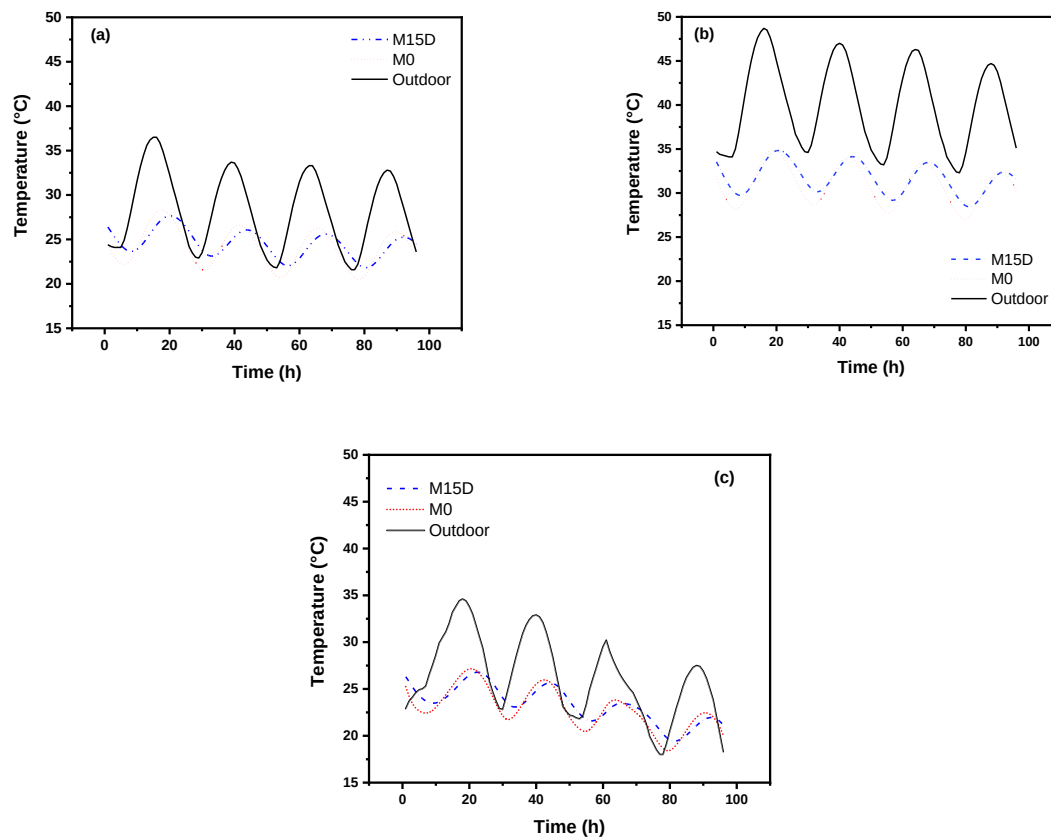


Figure III.10. Simulated indoor temperature of the M15D and AAC M0 buildings: (a) Mediterranean climate and (b) hot-dry climate (c) degraded oceanic climate.

In the hot and dry climate (Figure III.10.b), the findings indeed indicate that the temperature profile obtained with M15D is almost the same to the one obtained without the PCM (M0). The outdoor temperature in this climate exceeds the melting point of the bio-based PCM, resulting in the PCM remaining in a liquid state throughout the day.

Therefore, the integration of our bio-based PCM with (29°C of melting temperature) is not advantageous in hot-dry climates under passive conditions. The combination of high outdoor air temperatures and intense solar radiation during the day leads to the quick melting of the PCM. Moreover, without a cooling or ventilation system to expedite the solidification process, the use of PCM becomes unfavorable in such situations.

Table III.3. Damping rate ξ (%) and phase shift (h).

	Mediterranean climate		Hot-dry climate		Degraded oceanic climate	
	M0	M15D	M0	M15D	M0	M15D
ξ (%)	48	34	42	40	41	27
η (h)	2	5	2	3	2	5

Most of the time, the primary advantage of using PCM is to achieve a setback of temperature and reduce peak energy demand. In this section, we examine the energy consumption of buildings constructed with M15D and M0 during both winter and summer periods, considering three different climatic regions (Mediterranean, hot-dry climate, and degraded oceanic climate). The energy consumption for both materials over four representative days in winter and summer is depicted in Figure III.11.

The results clearly show that the integration of bio-based PCM has a positive impact on reducing energy consumption across all scenarios. For instance, during winter, M15D allows for a heating energy saving of 33% in both climates, while the saving in cooling energy amounts to approximately 31% in the Mediterranean climate and 27% in the hot-dry climate. However, the energy-saving potential varies significantly depending on the external environmental conditions surrounding the building, especially during the summer period.

The simulation results reveal several key insights. In hot-dry areas characterized by extreme heat during the summer period, the energy demand for cooling is significantly higher compared to Mediterranean or degraded oceanic climate zones. However, due to the wide range of daytime temperatures in these hot-dry regions, there is not enough temperature difference between day and night to facilitate or sustain solidification of the PCM. As a result, the impact on energy savings from PCM integration is limited in such cases.

Conversely, during the winter, the results demonstrate an interesting contribution of PCM integration to heating energy savings in buildings across all three climate types. For both Mediterranean and degraded oceanic climates, even though the external temperature is lower than the melting range of M15D, substantial heating energy savings are achieved, highlighting the excellent thermal properties of M15D, including its thermal conductivity and diffusivity.

Furthermore, in the hot-dry climate, where the outdoor temperature remains within the melting temperature range of the PCM, there is a maximum benefit from the heat charge/discharge processes in M15D, leading to notable heating energy savings.

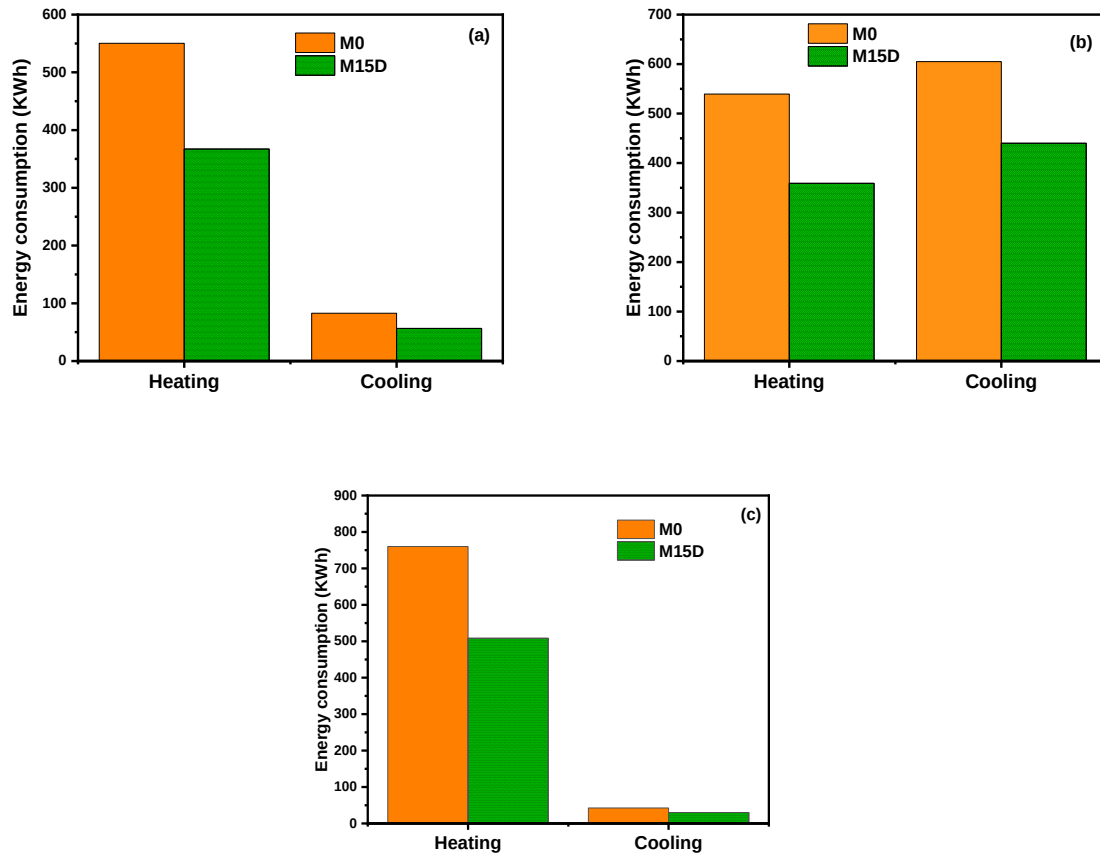


Figure III.11. Energy consumption for M15D and for M0 buildings: (a) Mediterranean climate and (b) hot-dry climate (c) degraded oceanic climate.

Table III.4. Energy saving using bio-based PCM.

	Saving (%)	
	Heating	Cooling
Mediterranean climate	33	31
Hot and dry climate	33	27
Mild climate	33	29

III.1.5 Conclusion

This study we have investigated the thermal response two walls, the first with mortar and the second with mortar incorporated bio-based phase change materials. A bi-climatic testing setup has been developed to study the effect of indoor and outdoor environment of heat transfer on the wall. Two thermal solicitations (at constant hygrometry of 50% RH) scenarios were applied to the outer face of the wall while the inner face is submitted to a laboratory room environment at 20°C and 50% RH.

In the day/night cyclic loading, and long heating exposure, the trend of temperature evolution is similar for both walls. The addition of the PCM provide a slight damping on the temperature variation as the heat may be absorbed by PCM during melting process (or release during the PCM core solidification).

This work has also studied the effect of PCM incorporation on the thermal behavior of buildings at different climatic conditions using EnergyPlus software. The results demonstrate that the use of bio-based PCM, can have a significant impact on temperature variation and damping rate in building walls, particularly in climates where the melting and solidification temperatures align with daily temperature fluctuations (Mediterranean and Degraded oceanic climate). However, its effectiveness may vary in extremely hot and dry climates where rapid melting of the PCM can limit its benefits without appropriate cooling or ventilation strategies.

Furthermore, the use of bio-based phase change materials such as M15D, offers a significant advantage in the optimization of buildings envelopes for energy efficiency.

This comprehensive study, considering various climatic regions, highlights the ability of bio-based PCM to reduce the energy peak demand and achieve substantial energy savings. During the winter season, M15D allows significant heating energy savings, even in climates where the outdoor temperature falls below its melting range. However, it's crucial to note that the effectiveness of PCM integration largely depends on climate conditions, with potential challenges in hot-dry climates.

Finally, the strategic application of bio-based PCM holds considerable potential for promoting energy sustainability in construction while addressing the thermal comfort needs of buildings.

III.2 Comparative study of the hygrothermal behaviors of a cement mortar wall including micronized miscanthus fibers and a reference wall

La partie précédente a explorée la voie d'amélioration de l'efficacité énergétique des mortiers basée sur l'incorporation des MCP. Bien que les caractérisations à l'échelle de la paroi n'aient mis en évidence qu'une amélioration modeste de l'amortissement des variations de température par rapport à la paroi de référence, les modélisations réalisées à l'échelle du bâtiment ont néanmoins montré que cette solution peut générer des gains significatifs en termes de consommation énergétique associée aux besoins de chauffage et de climatisation, selon le climat considéré.

Le présent chapitre s'intéresse maintenant à la seconde solution identifiée pour optimiser les performances des matériaux d'enveloppe, à savoir l'utilisation de mortier contenant des fibres de miscanthus micronisées. Les investigations ont porté cette fois sur le comportement thermique mais aussi hydrique d'une paroi moulée à partir d'une formulation de mortier M7,5F. L'étude à l'échelle matériau a en effet précédemment montré que cette formulation offre des gains importants en termes de performances thermiques et d'hygroscopicité par rapport au mortier de référence, tout en conservant une résistance suffisante pour la manipulation. La paroi de mortier biosourcé a ainsi été caractérisée avec le même dispositif bi-climatique construit au laboratoire, en considérant des sollicitations thermiques entre 15 et 40°C, ou des sollicitations hydriques entre 33 et 75% appliquées au niveau de l'environnement extérieur. Les réponses du mur à ces différentes sollicitations sont ensuite comparées à celles du mur de référence, afin de mettre en relief l'apport lié à l'introduction des fibres végétales.

Pour cette paroi de mortier biosourcée, on notera qu'il n'est pas proposé d'étude numérique dans ce manuscrit. En effet, le temps limité imparti pour la thèse n'a pas permis développer ce type d'approche pour les trois systèmes étudiés. Cependant les données expérimentales constitueront une base intéressante pour des modélisations ultérieures.

Abstract

This study investigates the hygrothermal performance of a bio-based miscanthus mortar wall in comparison to a reference mortar wall. To simulate actual service environments, a custom experimental setup was designed and implemented, allowing us to subject both walls to bi-climatic conditions, exposing each side to distinct hygrothermal environments. Temperature and relative humidity data were recorded across the walls by a network of five sensors, enabling a comprehensive analysis of the responses of these walls in both dynamic and steady-state scenarios.

During a cycling temperature loading test (12 hours at 40°C followed by 12 hours at 15°C), the miscanthus wall displayed a maximum temperature gradient of 15°C between its outer and inner faces, surpassing the 11°C observed in the reference wall. Furthermore, the highest temperature recorded on the inner face of the biobased wall was 4°C lower than that of the reference wall. Additionally, the prolonged exposure to a constant temperature of 40°C demonstrated that a steady state was achieved after 12 hours, with the same dampening amplitude as observed during the heating stage of the cyclic test.

Furthermore, when exposed to an isothermal increase in relative humidity levels on the outer face (from 33% to 75% RH), the miscanthus wall demonstrated a good ability to maintain indoor comfort. A delay in hygric response was observed within the middle section of the wall, but near the inner face, no influence from the external humidity fluctuation was detected, as the evolution of relative humidity remained primarily driven by the indoor environment.

Keywords: miscanthus mortar, hygrothermal behavior, heat and mass transfer, wall-scale study, bi-climatic setup,

III.2.1 Introduction

In recent decades, the global imperative to address environmental concerns has led to a growing awareness of the profound impacts of the consumption practices. Building industry, while essential for human development, has been a significant contributor to environmental degradation through resource depletion, excessive energy consumption, and substantial greenhouse gas emissions. As the world's population continues to grow, urbanization and construction are expected to intensify, placing even greater strain on resources and increasing ecological concerns. In light of these interconnected challenges, there is a pressing need to explore and adopt sustainable alternatives to address the environmental impacts of building industry.

Bio-based materials present an eco-friendly alternative to traditional counterparts in combatting global warming. These materials absorb and store carbon dioxide during growth. Bio-based building materials have low embodied carbon due to reduced energy need for production, lowering overall carbon levels. As renewable resources, they reduce the use of non-renewables materials, preserving ecosystems.

These materials not only offer reduced carbon footprints and energy consumption during production but also demonstrate improved insulation properties, enhanced durability, and

healthier indoor environments. Nevertheless, a knowledge gap remains concerning the behavior of these emerging materials and their property evolution within operational environments. This understanding is essential for the establishment of standards that can facilitate widespread adoption.

The hygrothermal behavior of bio based building materials is assessed through many studies with various type of vegetable fibers . The most use is hemp due to the availability of the plant. Hemp is a fast-growing plant that demands minimal pesticide use and actively absorbs carbon dioxide during its growth, rendering it an excellent candidate material for sustainable construction. The lightweight properties, the porous microstructure and high absorptivity lead to a development of materials sustainable for building insulation. In general, the incorporation of plant-based fibers into cement materials results in an improved hygrothermal performance. Elfordy et al. [259] obtained low values of thermal conductivity between $0.2 - 0.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ for hemp concrete manufactured by a projection process. Panesar and Shindman [9], observed an enhancement by 16% and 36% in the thermal resistance of regular mortars when adding 10% and 20% wt.% of cork, respectively. Charai et al. [245] observed an increase of 70.8% and 45.7% in the thermal resistance with the addition of 30 wt.% of spent coffee ground in a mortar. Boumhaout et al. [264] reported a decrease of 70% in the thermal conductivity of mortars including date palm fibers. The fibers addition also enhances the hygric properties of the mortars leading to a better indoor environment in buildings. Charai et al.[162] reported a moisture buffer value of $3.13 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$ when adding 10 wt.% Alfa fibers to a cement-based mortar. Chennouf et al. [124], found a water vapor permeability of 3.16×10^{-11} and $3.59 \times 10^{-11} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ in dry cup and wet cup, respectively for mortar including date palm fibers.

The hygrothermal properties of bio-based materials at the material-scale are generally well-established, as the evolution trend with fiber content remains consistent for most lignocellulosic fibers. These material-scale studies yield crucial insights into understanding material behavior, serving as the foundation for higher-scale investigations. However, conducting wall-scale hygrothermal characterization, alongside material-scale studies, remains essential to ensure a comprehensive understanding of the thermal and moisture behavior of bio-based materials under operating conditions.

Numerous authors have conducted studies on the hygrothermal behavior of bio-based walls [27,176,189,201,265,306,307]. The majority have reported a dampening effect on indoor temperature in response to outdoor temperature changes. Additionally, a strong coupling effect between heat and mass transfer has been noted, wherein temperature fluctuations induce relative humidity changes in the wall, and vice versa. Boumediene et al. [189] while studying a hemp wall under French and Tunisian summer climates, reported a damping factor of 0.2 between the exterior surface and the mid-thickness. Chennouf et al. [176] observed a dampen amplitude of 7.5°C from the outer face to the middle of the date palm concrete (DPC) wall.

Furthermore, the improved hygric properties of bio-based materials contribute to the ability of the wall to maintain indoor comfort by effectively preventing vapor diffusion through the wall when outdoor relative humidity conditions change. For instance, Rahim et al. [188] conducted a study on hemp-lime concrete subjected to hygric solicitation ranging from 50 to 85% RH

levels, revealing that changes in outdoor RH conditions resulted in a significant increase in RH near the outdoor surface, while only a minimal increase (<1%) in RH was observed in the middle of the wall. Similarly, Collet and Pretot [27] investigated the hygrothermal behavior of a hemp concrete wall exposed to an isothermal RH increase from 40 to 80%, reporting a delay in the evolution of vapor pressure as it traversed the wall's thickness."

Among the wide variety of fibers available, miscanthus stands out as a particularly promising option. The miscanthus plant shows significant potential for energy and biomass production, and its cultivation does not compete with human or animal nutrition [113–115]. Over a 15-year growth cycle, miscanthus can yield between 10 to 20 tons per year, and it demonstrates adaptability to diverse climates and soil types, while demanding minimal water, fertilizer, and pesticide resources. In France, it is mainly cultivated in the northern regions, with ongoing initiatives to establish an effective value chain from farms to industry.

The objective of this study is to assess the hygrothermal performance of a mortar wall incorporating micronized miscanthus fibers under bi-climatic conditions, in comparison to a reference wall. A custom experimental setup, which exposed each face of the wall to distinct hygrothermal conditions, facilitated comprehensive testing of both walls under various thermal and hygric scenarios. The setup included sensors to record the evolution of temperature and relative humidity within the wall thickness. This research not only provides insights into the overall behavior of the miscanthus wall and the impact of fiber addition, but also enables a comparative evaluation against a reference mortar wall, highlighting the effective enhancements achieved.

III.2.2 Materials and experimental methods

III.2.2.1 Materials

Two cement mortar walls are studied in this work. The first wall, denoted as M0, serves as the reference and is constructed using an established formulation previously documented in the literature [225]. It incorporates the following components: an ordinary Portland cement (EXTREMAT® CEM I 52.5 N) and fast-setting Sulfo-aluminous cement (Alpenat R²), both manufactured by VICAT company (L'Isle-d'Abeau, France), a superplasticizer (SP) / water reducer (VISCOCRETE TEMPO 11 from SIKA, Baar, Switzerland) and standardized sand with a maximum diameter of 2mm supplied by Société Nouvelle du Littoral (Leucate, France). Table III.5 provides a detailed composition of the reference mortar M0.

The second wall is based on the same cement mortar matrix, but also includes micronized miscanthus fibers. The miscanthus fibers selected for the research were provided by Addiplast Group (Saint-Pal-de-Mons, France) and consisted of micronized fibers in powder form, with diameters ranging from 200-500 μm (reference MDDCH0114 MISCANTHUS 200-500 μm /BFF). Currently, these fibers are predominantly used in the plastic industry to produce bio-based composite components for the automotive sector. According to the manufacturer's specifications, the conditioned powder contains over 94% organic matter with a moisture content ranging from 6-8 wt.%. Notably, the micronation process employed for miscanthus fibers results in a significant reduction in the lignin and hemicellulose contents, which are only

about 0.4% and 6%, respectively, in the final product. This process primarily retains the cellulose content, which constitutes approximately 94% of the organic composition. The micronized miscanthus powder was used as-received, without any chemical treatment.

In a preliminary material-scale investigation, the addition of miscanthus fibers into the reference mortar M0 was examined to assess its effects on the mechanical and hygrothermal properties of the resulting materials[269]. The use of micronized powder has been identified as a way to achieve a homogeneous distribution of the fibers within the cementitious matrix, opening up possibilities for formulating 3D printable mortar mixes that incorporate plant-based fibers (this aspect is not addressed in the present paper).

Mortar formulation incorporating different weight contents of micronized miscanthus fibers ranging from 0 to 7% were investigated. The results revealed significant enhancement in the hygrothermal properties with the addition of miscanthus fibers, albeit at the cost of reduced mechanical performance. For example, the addition of 5.70 wt.% of miscanthus fibers in the mortar led to an impressive 82% reduction in thermal conductivity ($0.42 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ compared to $2.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ for M0), while maintaining an acceptable compressive strength of approximately 3 MPa for the bio-based insulation material. This particular formulation, designated as M7.5F, was selected for further investigation at the wall-scale level, with the aim of comparing its hygrothermal response to that of the reference wall M0. The composition of both mortars, M0 and M7.5F, are summarized in Table III.5.

Table III.5. Composition of the two mortar formulations used in this work.

Type of mortar	Sand (g)	OPC (g)	CSA (g)	SP (g)	Dry fibers (g)	Total water (g)	W/C ratio	Weight fraction of fibers (%)
M0	1350	1059.33	79.73	2.96	-	398.67	0.35	0
M7.5F	1350	1059.33	79.73	2.96	216.80	1092.99	0.96	5.70

III.2.2.2 Material-scale characterizations

At the material scale, characterizations included assessments of water-accessible porosity, density, mechanical strength at 28 days, thermophysical properties, and moisture buffer value. The water-accessible porosity and apparent density of the mortars were assessed in accordance with NF P18-459 standard, using $2 \times 2 \times 4 \text{ cm}^3$ samples and following all the prescribed characterization steps outlined in the standard.

The mechanical strength of the mortars, as determined by flexural and compression tests, was evaluated after 28 days on $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ samples and using a 300 kN capacity press in compliance with NF EN 196-1 standard.

The thermophysical properties of the different mortars were determined using a Hot Disk (HD) TPS 2500S. This equipment allows for rapid, precise, and non-destructive evaluation of thermal conductivity (λ in $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), thermal diffusivity (α in $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$), and volumetric heat capacity ($\rho.C_p$ in $\text{MJ.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$). The experiments were conducted in a climatic chamber, maintaining a constant relative humidity of 50%, and covering a temperature range from 5°C to 45°C.

The moisture storage capacity of the mortars was evaluated using the hygric parameter known as the Moisture Buffer Value (MBV). The MBV measures the capacity of a material to store or release moisture when exposed to changes in hygrometry. The evaluation was conducted based on the NordTestT Protocol [178]. It involves subjecting the samples to cyclic variations in relative humidity, alternating between high (75% RH) and low (33% RH) levels for 8 and 16 hours respectively, at a constant temperature.

III.2.2.3 Experimental setup for the bi-climatic wall test

III.2.2.3.1 The bi-climatic experimental setup

A custom-designed setup was constructed for the wall-scale experiment, aiming to simulate a bi-climatic environment. This setup enabled the exposure of the two faces of the wall to distinct hygrothermal conditions, representing the outdoor and indoor environments, respectively.

The bi-climatic device utilized a climatic chamber (Mettmert ICH 260) with its door removed and replaced by a custom-designed metallic frame to support the wall and connect it to the chamber. The entire setup was placed within a temperature-controlled laboratory (set at 20°C) with controlled ambient humidity. The climatic chamber was employed to replicate the outdoor environment, subjecting the outer face of the wall to dynamic temperature cycles. Meanwhile, the inner face was exposed to the laboratory environment, that simulates the indoor environment of a building at constant temperature and ambient humidity.

To achieve unidirectional thermal exchange through the open area (40 cm × 45 cm) between the chamber and the wall, we positioned a 6 cm thick insulation material (expanded polystyrene) between the metallic frame and the chamber, effectively insulating all other boundaries. Subsequently, we completely covered this insulation material with a vapor barrier adhesive plastic film, as shown in Figure III.12.



Figure III.12. Picture of the custom-designed frame structure

III.2.2.3.2 Wall preparation and sensors insertion

The two mortar formulations M0 and M15D were prepared using an automatic mortar mixer, in accordance with the EN 196-1 standard [226]. The reference mortar (M0) was prepared according to the following step: (1) First, the total cement, which was a blend of OPC and CSA in a weight proportion of 97/3, was introduced into the mixer tank. Next, the mixing water containing the superplasticizer was added. The mixing process began at a low speed (140 rotations per minute), with a gradual addition of the sand during the first minute. This was followed by a high-speed mixing phase (285 rotations per minute) for an additional 30 seconds to thoroughly combine all components. After that, the mixing was temporarily paused for 30 seconds to scrape any mortar adhering to the bottom of the tank. Finally, a final high-speed mixing phase was carried out, lasting for 2 minutes and 30 seconds.

For the miscanthus mortar formulation (M7.5F), a similar mixing protocol was used. Nonetheless, due to the significant water absorption of fibers (between 390-500%) [129], it was necessary to pre-soak the fibers prior to their addition to the mortar admixture. Indeed, previous attempts revealed that the direct addition of dry fibers (as-received) into the fresh mortar mix led to the rapid absorption of mixing water by the miscanthus fibers, resulting in a significant reduction in the workability of the mortar. As a result, a decision was reached to pre-soak the fibers in water for a minimum of 2 hours before incorporating them into the mortar. Following soaking, the fibers were filtered through a tissue to eliminate the excess water. Subsequently, they were introduced into the fresh mortar mix at the conclusion of step (4) of the mixing protocol. To ensure uniform distribution of the fibers within the mortar mix, an additional 30 seconds of low-speed mixing was carried out, followed by 1 minute of high-speed mixing.

Immediately after mixing, the mortar was poured into a wooden formwork with inner dimensions of $50 \times 50 \times 10 \text{ cm}^3$. The formwork was then kept in place for approximately one

week before demolding. After demolding, the mortar samples were cured for several months in the laboratory at a constant temperature of 20°C and ambient hygrometry, allowing the microstructure of the cement matrix to stabilize.

Temperature sensors were then installed in the walls by drilling three holes with a depth of 25 cm in the thickness of the wall, using a column drilling machine to ensure accurate vertical drilling. The holes were located at distances of 2.5 cm, 5 cm, and 7.5 cm from the outer face of the wall, and spaced vertically of about 15 cm from each other to avoid any interference with the measurements of the sensors, as shown in Figure III.13.a.

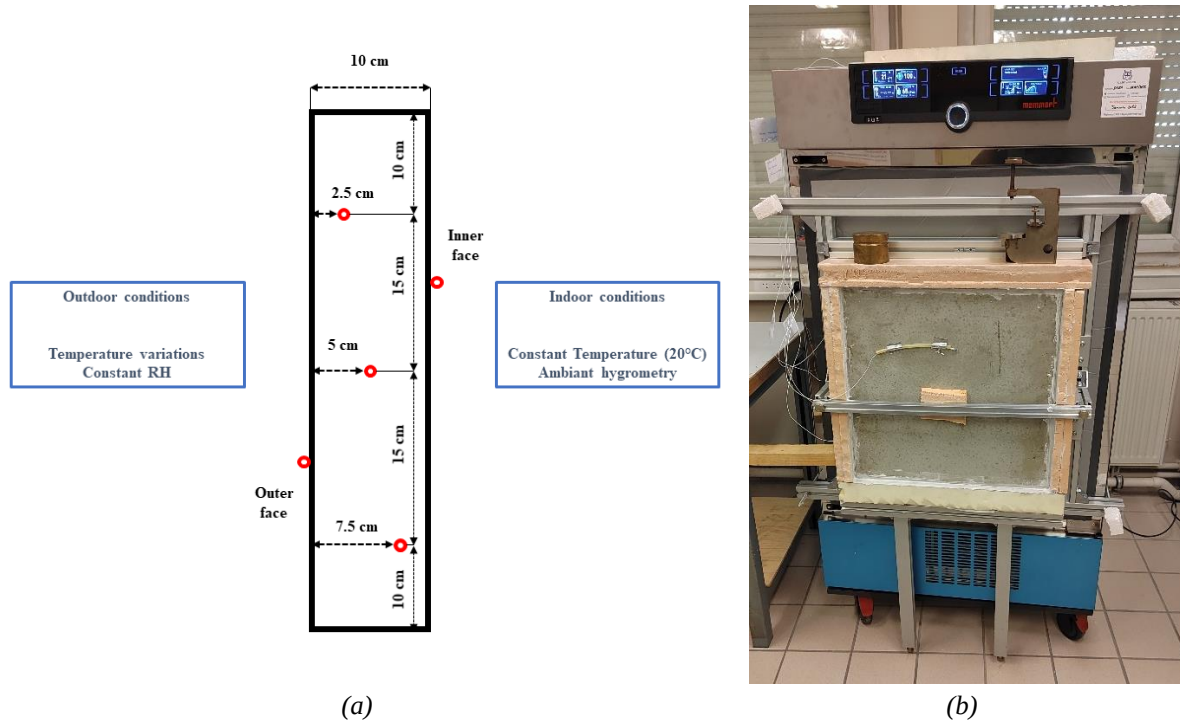


Figure III.13. (a) Sensors positions at various depths of the wall; (b) final experimental setup.

Three sensors (MSR 145B, TH industrie) were positioned within the drilled holes across the wall thickness, while two additional sensors were affixed to the sides of the wall. This arrangement allowed for the recording of temperature and relative humidity variations at different depths of the wall, as shown in Figure III.13. The lateral faces of the wall were covered with expanded polystyrene insulation to enforce one-directional (1D) heat transfer solely through the two exposed surfaces (Figure III.13.b). Two more sensors were positioned in the climatic chamber and the laboratory room to monitor indoor and outdoor temperature/humidity conditions for reference purposes.

To guarantee the integrity of the insulation setup and prevent any potential heat loss, a thermal camera was employed to inspect for irregularities or gaps in the insulation, ensuring uniform heat transfer across the observed surface.

III.2.2.3.3 Boundary conditions and climatic scenarios

The testing procedure initiated with a stabilization phase, during which the wall underwent preconditioning at 20°C and 50% relative humidity on the exterior face and 20°C and ambient

humidity level on the indoor environment. This phase continued until all sensors consistently recorded stable temperatures, which usually required around one week.

Following the stabilization stage, different dynamic scenarios involving either temperature or moisture variations were systematically applied to the exterior surface of the walls. These scenarios were programmed into the climatic chamber using the specific control software (Atmo-Control).

Throughout the entire testing process, the indoor conditions remained consistent regardless of the scenario under consideration. The indoor environment was consistently maintained at a constant temperature of 20°C, while the humidity level remained uncontrolled and subject to natural variations.

III.2.2.3.3.1 Scenario 1: Dynamic temperature solicitation

The first scenario involved subjecting the system to dynamic temperature variations while maintaining a constant humidity level of 50% relative humidity (RH). This was achieved through a cyclic temperature program, with a 12-hour period of exposure to 40°C, followed by 12 hours at 15°C, replicating a day-night alternation typical of a heatwave period.

III.2.2.3.3.2 Scenario2: Steady-state temperature solicitation

In the second scenario, the test procedure involved a step temperature change from 20°C to 40°C, followed by an extended period of exposure at 40°C until a stable, steady-state condition was reached. Throughout the entire duration of the test, the humidity level was maintained at a constant 50% relative humidity.

III.2.2.3.3.3 Scenario 3: Hygrometric solicitation

In the final scenario, the wall underwent a stabilization phase at 20°C and 50% RH until all sensors consistently recorded a stable RH level, typically within a range of $50\% \pm 2$. Subsequently, the hygrometric testing was initiated on the exterior surface while maintaining a constant temperature of 20°C. This hygrometric test involved an initial step change from 50% to 33% RH, followed by an extended exposure period of three weeks at 33% RH. Afterward, another step change was introduced, raising the RH to 75%, and this condition was again maintained for a three-week period.

III.2.3 Results

III.2.3.1 Material scale properties of the two mortars

The mechanical testing results and the physical properties of the two mortars are summarized in **Figure III.14**. The M7.5F mortar filled with 5.7 wt.% of miscanthus fibers exhibits a lower density and a higher porosity compared to the reference material. The high porosity of the biobased mortar is due to the high intrinsic porosity of miscanthus fibers and to the excess water use for soaking which evaporates and let place to porosity in the microstructure. The fibers also have a much lower density compared to the other components of mortar. When introduced into the mortar mixture, they effectively replace a part of the mortar's components, resulting in a reduction in the overall density of the mortar. The reduction in density and the presence of high

porosity both contribute to the initiation and propagation of failures, ultimately leading to a significant decrease in the mechanical strength of the mortars.

M7.5F exhibits a compressive strength of 2.41 MPa (a reduction of 96.6% compared to M0) but still retains an acceptable resistance for the material to be handle and used as an insulation material. This result is consistent with the findings reported in most studies in the literature regarding the incorporation of plant fibers into cement mortars, where an increase in porosity and a substantial decrease in mechanical strength are reported. Chen et al. [129] noted a significant decrease of 60-80% in the compressive strength of cement composites upon the incorporation of 30 wt.% miscanthus fibers, which were of various lengths and pre-soaked in water. Benmansour et al. [120] found that the addition of 5 wt.% date palm fibers to concrete resulted in a substantial decrease of 85-92% in compressive strength.

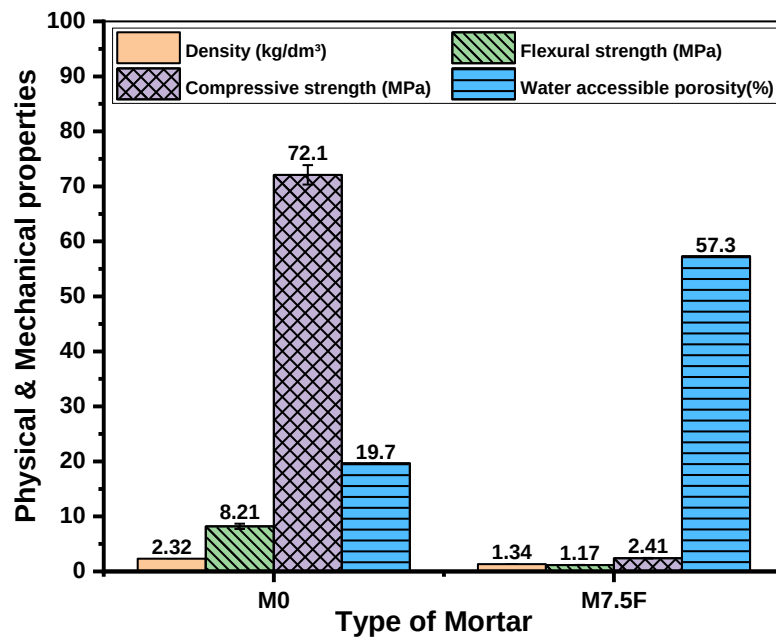


Figure III.14. Mechanical and density properties of mortars M7.5F and M0 at 25°C and 50% HR.

The thermophysical properties of the two mortars (thermal conductivity λ , thermal diffusivity α , and thermal capacity $\rho.C_p$) and the moisture buffer values (MBV) are also presented in **Figure III.15**. M7.5F exhibits much lower values of the three measured thermophysical properties compared to the reference material. For instance, the thermal conductivity drops of about ~82% from 2.32 W.m⁻¹.K⁻¹ to 0.42 W.m⁻¹.K⁻¹. This reduction is attributed to the low thermal conductivity of the miscanthus fibers themselves (0.04 W.m⁻¹.K⁻¹ [164]), and to the large increase in porosity of the mortar which favors thermal transfer by convection in the pores over the thermal conduction [19,99,134,152,156]. Similar results are observed in literature when studying thermal properties of bio-based mortars. For example, Benmansour et al. [120] and Salem et al. [120] reported reductions of 87-98% and approximately 63% in compressive strength when incorporating 30% date palm fibers and 20 wt.% vegetable synthetic sponge

wastes into cement mortar, respectively. Charai et al. [162] also found a reduction in the thermal conductivity of concrete with increasing Alfa fibers content.

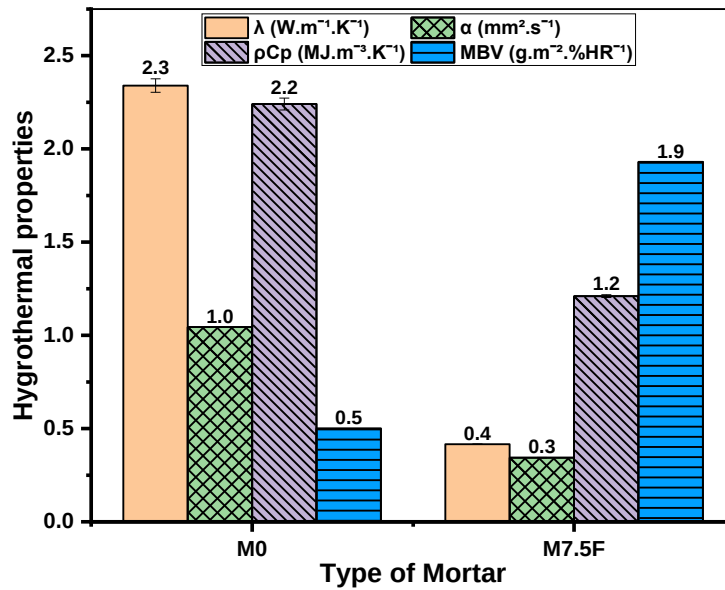


Figure III.15. Thermophysical properties and MBV of the mortars at 25°C and 50% HR.

Regarding the moisture regulation capacity, the reference mortar shows a limited moisture buffer value ($0.5 g.m^{-2}.\%RH^{-1}$) according to the NordTest Classification [178]. Differently, the biobased mortar demonstrates an MBV value close to $2.0 g.m^{-2}.\%RH^{-1}$, categorizing it as an effective moisture regulator. This improvement in moisture regulation capacity is due to the high intrinsic porosity and specific surface area of the added vegetal fibers and to the overall porosity of the biobased composite [123,124,162,175,177]. The same behaviors have been observed in literature on various bio-based mortars. For example, Benmahiddine et al. [177] reported an MBV of $2.27 g.m^{-2}.\%RH^{-1}$ for hemp concrete. Charai et al. [162] and Chennouf et al. [124] reported MBV values of 2.29 and $2.97 g.m^{-2}.\%RH^{-1}$ for mortars with 5 wt.% Alfa fibers and date palm fibers, respectively.

III.2.3.2 Comparison of the walls' behaviors under cyclic temperature

The outer face of both walls was subjected to a dynamic temperature cycle (12h at 40°C followed by 12h at 15°C) while the inner face remained exposed to a constant temperature of 20°C and ambient hygrometry. A minimum of three cycles was conducted to simulate a three-day exposure and to assess the repeatability of the thermal response.

Figure III.16.a and III.16.b depict the temperature variations at various depths for the two walls, illustrating the wall responses to the cyclic fluctuations in outdoor temperature. The results indicate that both walls consistently demonstrate good repeatability when subjected to successive cycles under identical boundary conditions, suggesting that a single cycle can effectively represent the behavior of each wall. Consequently, Figure III.17 presents a comparison between the two walls during a 24-hour cycle of heating and cooling.

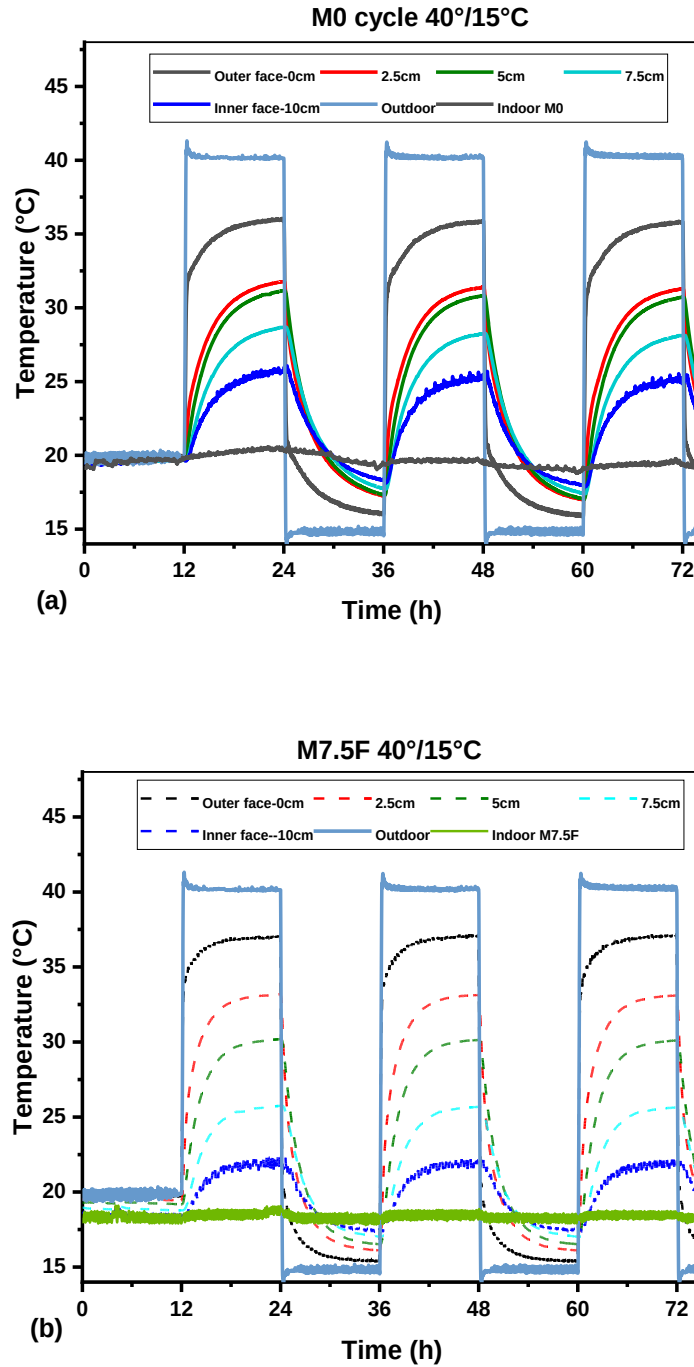


Figure III.16. Thermal responses of the two walls under cyclic temperature variations between 40°C and 15°C: (a) M0; (b) M7.5F

Both walls exhibit a consistent temperature trend at a given depth throughout the 24-hour cycle. During the heating phase at 40°C, the highest temperature is observed on the outer face and is reached at the conclusion of the heating stage (approximately 35.9°C for M0 and 37°C for M7.5F).

A noticeable temperature gradient is evident within the depth of both walls, with temperature values decreasing from the outer to the inner faces, as indicated in Figure III.17 and Figure

III.18. In close proximity to the outer face (positions 0 and 2.5 cm), the recorded temperature is higher for the miscanthus mortar wall compared to the reference wall, with a gap of approximately 1 to 1.5°C. This temperature trend reverses as one moves towards the middle of the wall and approaches the inner face. In this region, the temperature in the M7.5F wall becomes lower than that in the M0 wall, and the temperature gap between them increases, reaching around 4°C at the innermost sensor (position 100 mm).

Furthermore, a distinct behavior is observed in the response of the miscanthus wall. The biobased mortar acts as a thermal barrier, particularly near the outer face and within the first half of the wall, effectively accumulating and retaining heat, thus hindering its transfer across the wall. This behavior is primarily attributed to the lower thermal conductivity of M7.5F in comparison to M0, resulting in a significant reduction in the heat fluxes through the wall's thickness. When analyzing the total heat transfer across the wall thickness, there is a temperature gradient of 15°C for M7.5F and 11°C for M0, resulting in a difference of approximately 4°C in the dampening effect. Consequently, M7.5F has the capacity to effectively mitigate the impact of external temperature fluctuations on the inner conditions.

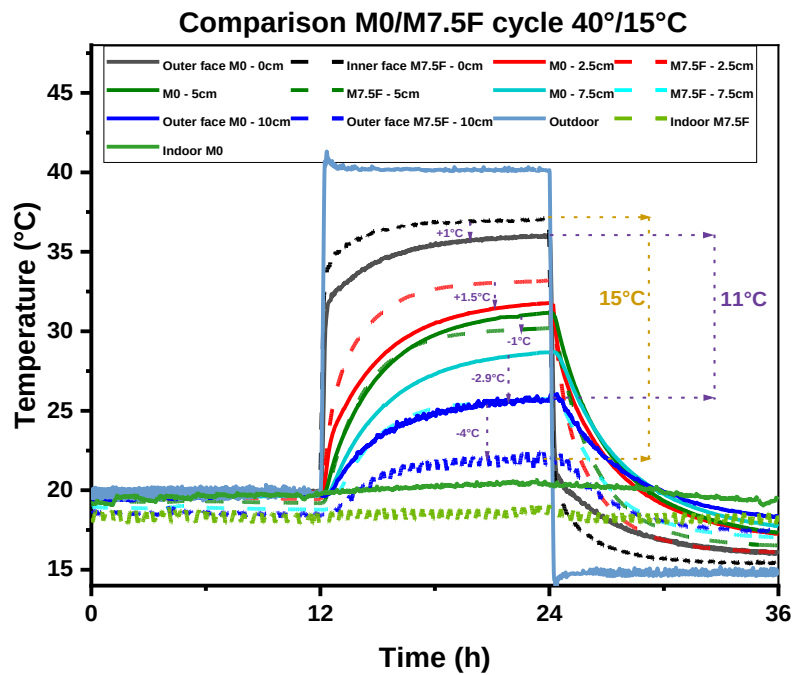


Figure III.17. Compared thermal responses of the two mortar walls under a 24-hour cyclic temperature variation between 40°C and 15°C

Figure III.18 illustrates the temperature profiles across the two walls at various moments during the heating phase of the temperature cycle. By analyzing the temperature values at a specific position, it is possible to assess the rate of temperature change during this heating phase at this position. At the outer face (0 cm), the temperature experiences a rapid increase during the first hour, nearly reaching its maximum recorded value within 6 hours. As the distance from the heat source increases, the rate of temperature rises decreases.

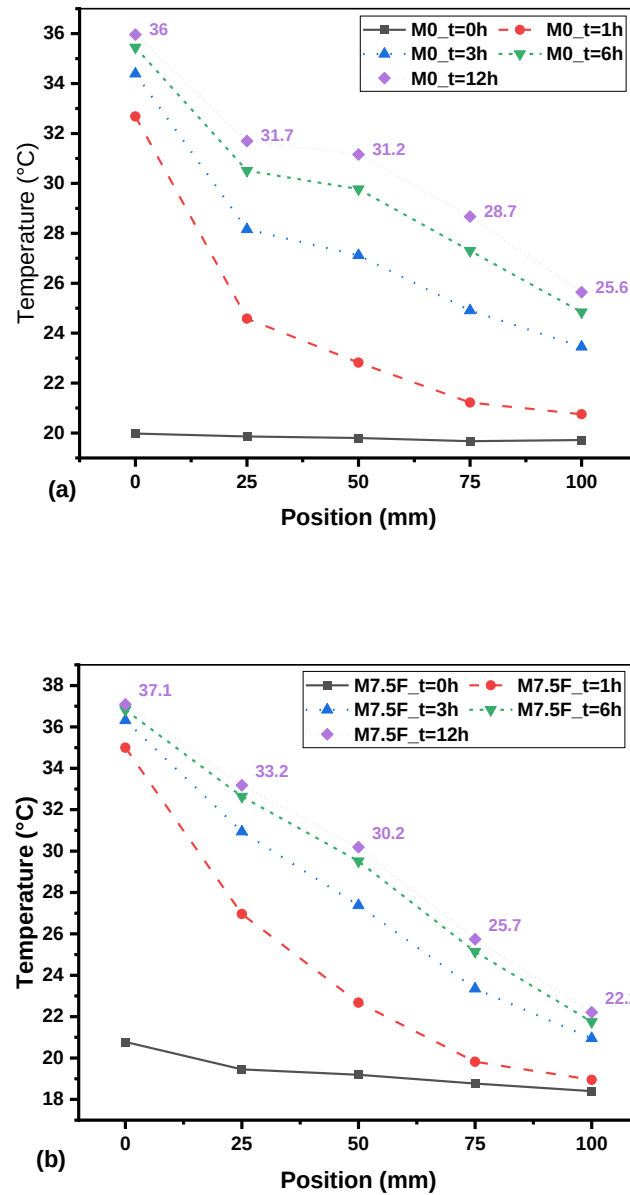


Figure III.18. Temperature profiles across the two walls at different moments of the heating stage: (a) M0 and (b) M7.5F

During the cooling stage, the evolution of temperature gradients shows the reverse effect. The highest temperature is recorded on the inner face (at position 10 cm) and is about 17.5°C for M7.5F and (18.4°C for M0), while the outer face records the lowest temperature with 15.4°C for M7.5F (16.1°C for M0). In this case, all recorded temperatures at various depths are lower for M7.5F compared to M0. Additionally, a maximum gap of approximately 1°C is observed in the recorded data for a given sensor position.

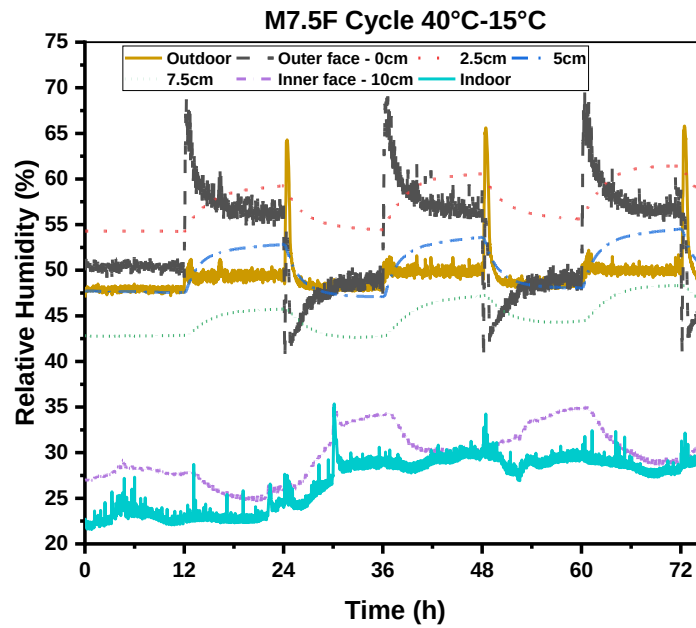


Figure III.19. Coupled heat and mass transfer in the biobased M7.5 wall: Relative humidity evolution within the wall during cyclic temperature solicitation

Figure III.19 presents the evolution of relative humidity within the wall during cyclic temperature solicitation at a constant RH level in the exterior environment. Despite the indoor RH level remaining relatively stable, the temperature rise in the climatic chamber leads to an increase in the RH level within the wall. This highlights the coupled effect of heat and mass transfer in building materials, particularly in bio-based wall.

III.2.3.3 Comparison of the walls' behaviors under steady-state heating at 40°C

Figure III.20 depicts the temperature evolution across both walls during scenario 2 (steady-state heating solicitation), displaying a trend similar to the heating phase observed in the cyclic temperature solicitation. Figure III.21 presents the temperature profiles across the thickness of the wall at various moments during the heating phase. It is notable that a steady state is achieved after 12 hours of solicitation, confirming that the maximum temperature in the 24-hour cycle was reached at the end of the 12-hour solicitation.

Once again, a distinctive behavior is observed for the miscanthus wall. At positions 0 and 2.5 cm, the maximum recorded temperature is higher for M7.5F than for M0, and this trend reverses in the middle of the wall. Furthermore, a more significant temperature gradient between the outer and inner faces is evident in the miscanthus wall when compared to the reference wall, resulting in a temperature at the inner face that is 4°C lower. This effect is primarily attributed to the low thermal conductivity of the miscanthus wall, coupled with its high porosity, which collectively reduce the heat fluxes traversing the biobased wall.

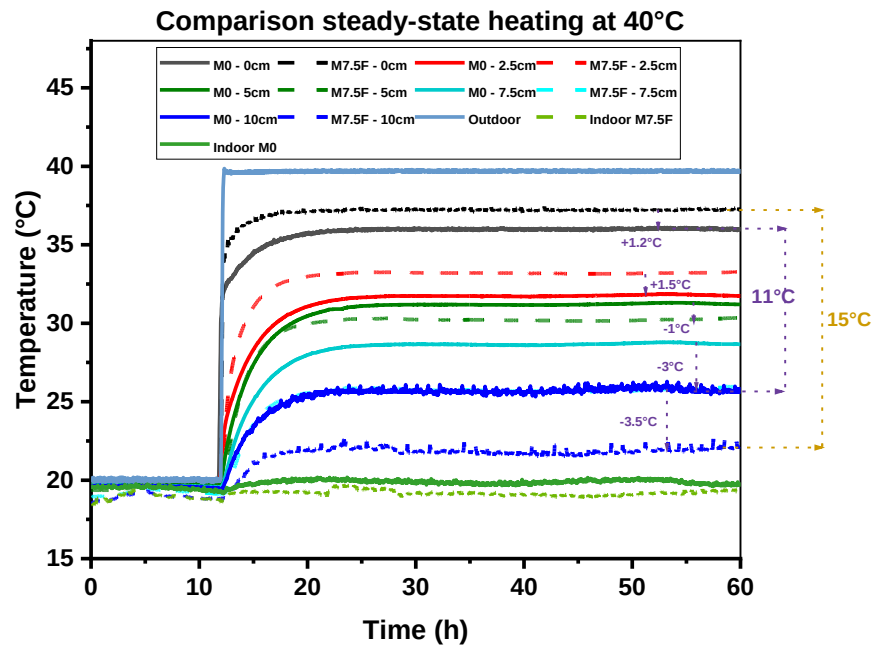


Figure III.20. Compared thermal responses of the two mortar walls under steady-state heating solicitation.

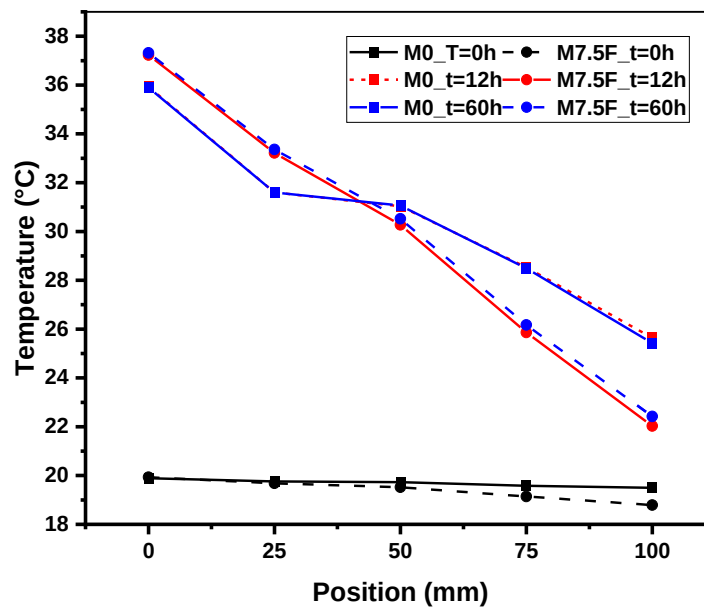


Figure III.21. Temperature profiles across the two walls at different moments of the steady-state heating solicitation.

Figure III.22 compares the evolutions of the vapor pressure within the two walls during the steady-state heating solicitation. The vapor pressure is calculated with the following equation:

$$P_v = \phi \times 610.78 e^{\left(\frac{17.08 \times T}{234.18 + T}\right)} \quad \text{III.7}$$

Where, P_v is the vapor pressure (Pa), ϕ the relative humidity level (%) and T the temperature (°C).

At a specific location within the walls, it is evident that the vapor pressure increases and reaches saturation approximately at the same time as the maximum temperature. However, this timing is delayed as the considered position moves deeper into the thickness of the wall.

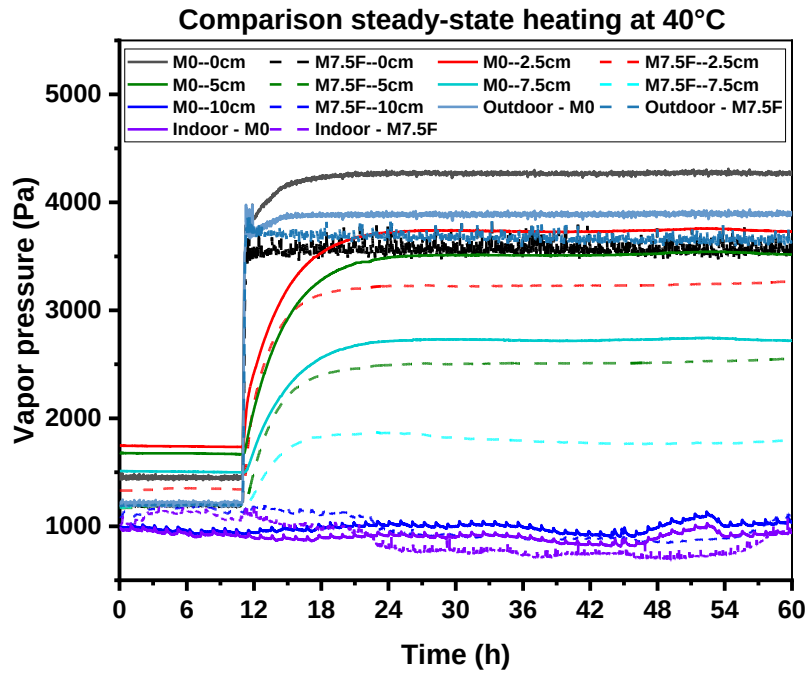


Figure III.22. Comparative evolution of vapor pressure in both walls under steady-state heating solicitation.

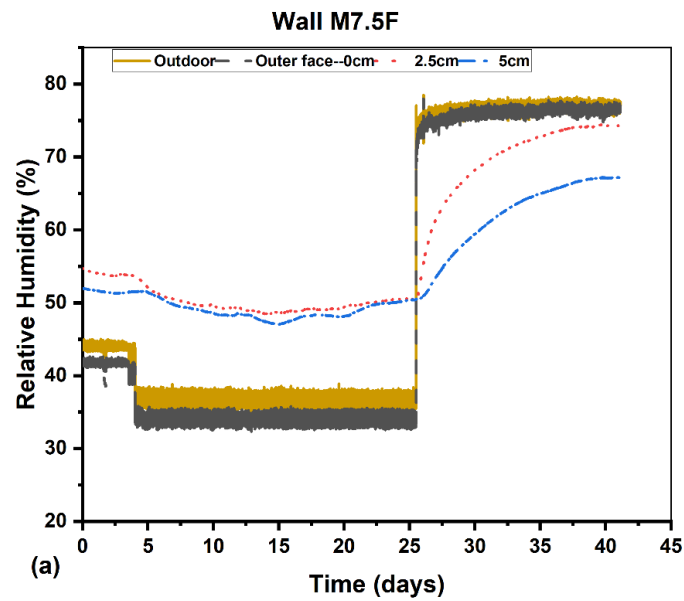
III.2.3.4 Comparison of the walls' behaviors under hygric solicitation

Figure III.23 displays the response of the biobased M7.5F wall to hygric solicitation under isothermal condition of 20°C in the external environment (scenario 3).

Prior to the test, the wall underwent a stabilization phase with both faces maintained at 20°C, while the outer face was exposed to 50% relative humidity (RH) and the inner face to ambient humidity levels for a duration of 20 days. Subsequently, a step change in RH from 50% to 33% was introduced to the outer face, and this lower RH level was maintained for an additional 20 days. Following this, a step increases in RH up to 75% was applied, and this level was again maintained for 20 days. During the test, it was verified that the temperature remained constant across the wall, with values ranging between 19.5°C and 20°C.

It is worth noting that no comparison can be made with the response of the reference wall in this case, as testing could not be conducted on that wall. Indeed, the moisture level inside the reference wall remained above 90%, even after several months of drying treatment.

Figure III.23 provides insights into the hygric behavior of the wall under different outdoor environmental conditions. In the case of decreased outdoor RH to 33%, there is only a slight decrease in RH within the wall. This reduction stabilizes rapidly and remains constant. This suggests that the indoor environment, with a higher RH level of about 50%, has a more significant influence on the wall's RH. A vapor pressure saturation point is reached, indicating that the dry outdoor environment doesn't markedly affect indoor comfort. Conversely, when the outdoor RH level is increased to 75%, a gradient of vapor transport is observed within the wall. At depths of 2.5 and 5 cm, there is a delay in the rate of RH increase compared to the outer face which responds instantly to the outdoor condition. This delay can be explained by the fact that, during vapor transport, the porosity of the mortar and fibers is filled to saturation before the moisture migrates across the thickness. This is attributed to the moisture storage capacity provided by the fibers to the bio-based mortar. At positions 7.5 cm and 10 cm within the wall, the recorded RH levels are still primarily driven by the indoor hygrometry.



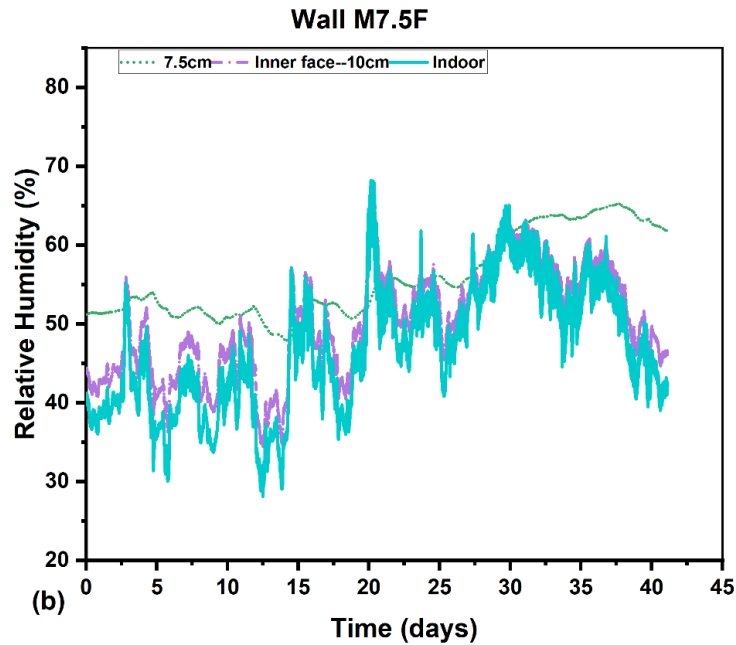


Figure III.23. Evolution of the relative humidity in the M7.5F wall under hygric solicitation: (a) at positions 0, 2.5 cm and 5 cm; (b) at positions 7.5 cm and 10 cm.

Chennouf et al.[176] observed similar findings on a date palm concrete wall subjected to hygric variations. They observed that the increase in relative humidity within the wall was more pronounced in proximity to the outdoor environment, and remained controlled by the indoor conditions near the inner face. The authors attributed this phenomenon to the water vapor resistance of the material, as the absorption capacity of fibers might hinder the diffusion of vapor through the wall.

A similar trend was observed by Rahim et al.[188] while studying a hemp-lime concrete under hygric solicitation from 50 to 85% RH level. The authors noticed an increase in relative humidity on sensors positioned near the outdoor environment. However, in the middle of the wall, the rise in RH was minimal, measuring less than 1%. Additionally, they noted a slight increase in temperature within the wall as RH increased. This effect was attributed to the coupling of mass and heat transfer processes within the wall.

Collet & Pretot [27] conducted a study on the hygrothermal behavior of a hemp concrete wall. They subjected this wall to an increase in RH from 40% to 80% while maintaining a constant temperature of 23°C. Their findings revealed that vapor pressure increased through the wall. Notably, closer to the source of solicitation (the outdoor side), the increase was both greater and more rapid. They also observed a delay in the increase of vapor pressure as it traversed the thickness of the wall.

III.2.4 Conclusion

This work has investigated the hygrothermal response of a biobased mortar wall including micronized miscanthus fibers (M7.5F), in comparison with the behavior of a reference mortar wall (M0). A custom experimental setup was utilized to characterize these walls under bi-climatic conditions, by subjecting them to different scenarios of temperature and relative humidity (RH) variations on the outer face.

When subjected to cyclic temperature variations at constant relative humidity, both walls exhibited a consistent temperature gradient across all sensor positions. However, the wall containing miscanthus fibers displayed higher recorded temperatures near the outer face compared to the reference wall, while this trend reversed towards the middle and inner face of the wall. Specifically, the recorded temperature on the inner face of wall M7.5F was significantly lower, approximately 4°C less than that of the reference wall. A total damping amplitude of 15°C was observed between the outer and inner faces of the miscanthus wall, whereas the reference wall exhibited an amplitude of 11°C. This difference can be attributed to the lower thermal conductivity of the miscanthus mortar, resulting in enhanced insulation properties compared to the reference wall. It is worth noting that, despite maintaining a constant relative humidity level on both sides of the wall, the temperature fluctuations on the outer face induced cyclic variations in RH within the wall's thickness. This observation highlights the strong coupling effect between heat and mass transfer in this biobased wall.

During sustained heating conditions, very similar effects are observed compared to the previous scenario. A rapid temperature increase is consistently observed at all sensor locations within the biobased wall during the initial hours of sustained heating. After approximately 12 hours, a state of steady temperature is achieved, and the temperature remains constant thereafter. This heating process induces vapor transfer from the outer face toward the inner face. The saturation vapor pressure is swiftly reached within the miscanthus wall due to the material's porous microstructure and the capacity of the fibers to release moisture.

The hygrothermal testing of the miscanthus wall revealed interesting behaviors. When the outdoor relative humidity level decreased, the wall acted as a barrier, and the RH level within the wall experienced a slight decrease, before stabilizing at a constant level, without significantly affecting the inner face. In contrast, as outdoor relative humidity increased, a corresponding rise in RH occurred within the wall near the outdoor environment. Nevertheless, the hygrothermal response of the wall near the indoor environment remained primarily influenced by the RH levels in the laboratory.

As a prospective direction, it would be interesting to monitor the behavior of the biobased wall under combinations of temperature and relative humidity (RH) variations to gain a deeper insight into the coupling effect between mass and heat transfer. Moreover, supplementing this study with a numerical approach based on Finite Element Analysis would further enhance our understanding of the wall's comprehensive hygrothermal behavior.

III.3 Comportement thermo-hydrrique de la paroi de mortier hybride

Les parties précédentes ont permis d'appréhender les performances thermiques de la paroi de mortier incorporant les MCP, ainsi que les performances thermiques et hygroscopiques de la paroi de mortier contenant les fibres de miscanthus.

Concernant le comportement thermique, nous avons vu que l'incorporation des MCP n'induit qu'un faible amortissement de la température maximale observée à différentes profondeurs du mur (de l'ordre de 1°C) par rapport au mur de référence. L'incorporation des fibres de miscanthus permet en revanche une réduction plus importante des flux thermiques au sein de la paroi, conduisant à un amortissement très significatif des variations de température ressenties dans l'environnement intérieur. Nous avons également vu que les fibres végétales confèrent à la paroi de mortier biosourcées une bonne capacité d'amortissement des variations d'humidité.

Le présent travail s'intéresse maintenant à évaluer le comportement thermo-hydrrique de la paroi de mortier hybride MDF, dans les mêmes conditions de sollicitation. On rappelle qu'il s'agit d'une paroi homogène de mortier contenant des MCP et des fibres de miscanthus micronisées réparties dans tout le volume du matériau. Cette paroi a été réalisée par moulage à partir de la formulation hybride décrite au paragraphe 0.

Après 28 jours de durcissement à 20°C et sous hygrométrie ambiante, cette paroi a été conditionnée en enceinte climatique à 40°C et 5% HR afin de faire baisser autant que possible son niveau d'humidité interne. La paroi a ensuite été instrumentée, fixée sur le dispositif bi-climatique déjà présenté dans les parties précédentes, puis soumise à une phase de stabilisation de plusieurs jours à 20°C et 50% HR. Après stabilisation, trois types de scénarios ont été appliqués sur la face extérieure du mur étudié (identique à ceux utilisés précédemment dans le cas du mur de mortier-miscanthus) :

- Un cas de sollicitation cyclique visant à simuler une alternance jour/nuit dans un climat très chaud ou en période estivale caniculaire. Il consiste en une phase de chauffe à 40°C pendant 12h, suivi d'une phase de refroidissement 12 h à 15°C.
- Le second scénario consiste en créneau de chauffe de 20°C à 40°C suivi d'une exposition prolongée à 40°C pendant plusieurs jours dans le but d'atteindre un régime stationnaire.
- Le dernier cas d'étude consiste à appliquer un créneau d'humidité de 50% HR à 33% HR, suivi d'une exposition prolongée de trois semaines à 33% HR (la température est maintenue constante à 20°C). Après trois semaines, un créneau d'humidité est réalisé entre 33% HR à 75% HR, suivi d'un nouveau maintien prolongé à ce niveau.

III.3.1 Réponse du mur aux sollicitations cycliques de température

La Figure III.24 présente les évolutions de température enregistrées par les capteurs positionnés à différentes profondeurs du mur hybride MDF, lorsque ce dernier est soumis à des sollicitations cycliques de température appliquées sur la face extérieure (3 cycles consécutifs). On peut noter

que la réponse du mur reste globalement identique entre les cycles successifs, indiquant une bonne répétabilité des mesures réalisées. La réponse thermique du mur est alors évaluée sur un seul cycle de 24h, présenté sur la Figure III.25.

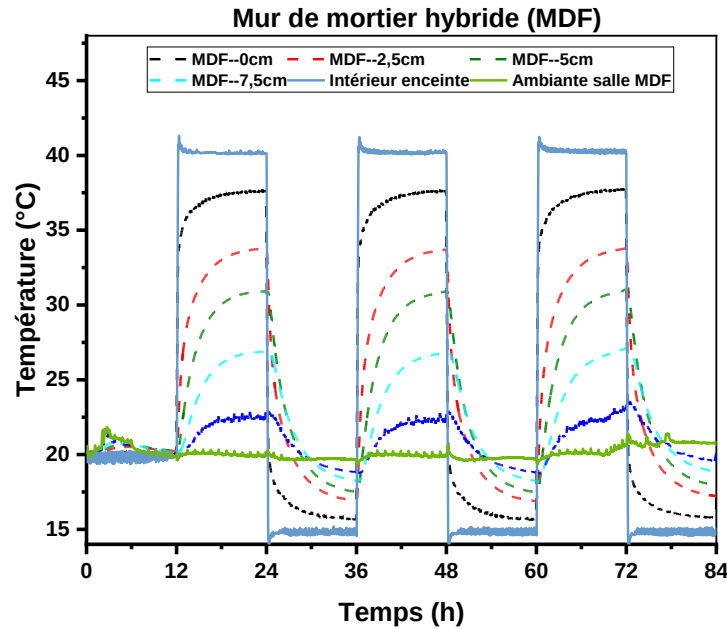


Figure III.24. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à des cycles successifs entre 40°C et 15°C

Lors de la phase de chauffe à 40°C, la température mesurée sur la face extérieure du mur (exposée à la chaleur) augmente quasi-instantanément. A la fin de la phase de chauffe, elle atteint une valeur maximale d'environ 37,6°C.

Dans l'épaisseur du mur, on observe un retard du début de l'élévation de la température et une diminution de la vitesse d'élévation, qui sont d'autant plus marqués que l'on s'éloigne de la face extérieure chauffée. Un gradient de température est alors enregistré dans l'épaisseur du mur à un instant donné. Les températures maximales enregistrées sont respectivement de 33,8°C, 30,1°C et 26,9°C aux profondeurs de 2,5 cm, 5 cm et 7,5 cm.

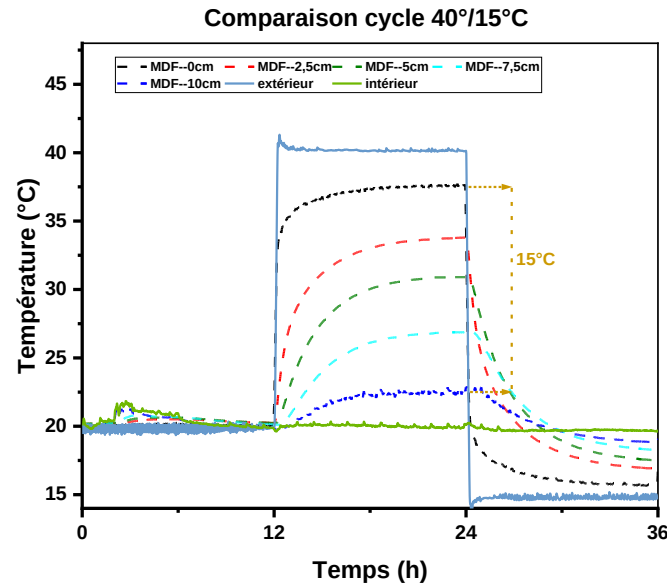


Figure III.25. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à un cycle de 24h entre 40°C et 15°C.

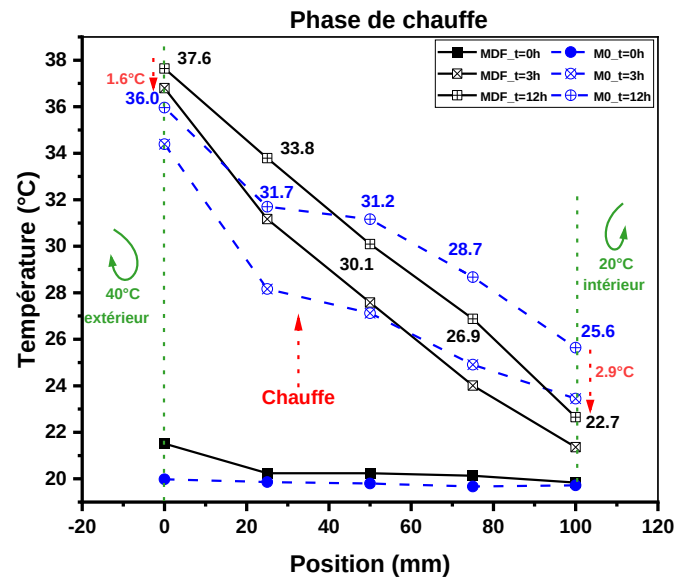


Figure III.26. Comparaison des profils de température mesurés à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de chauffe (t = 0, 3h, 12h).

La Figure III.26 présente les profils de température (c'est-à-dire les courbes température *versus* profondeur) mesurés dans le mur de mortier hybride MDF et dans le mur de référence, à différents instants de la phase de chauffe (application d'une température de 40°C sur la face extérieure du mur). Bien que les profils aient des allures assez similaires dans les deux murs à un instant donné, on note que à proximité de la face extérieure (pour des profondeurs comprises entre 0 et 50 mm), les valeurs de températures sont supérieures dans le mur hybride comparé à

la référence, avec des écarts de l'ordre de 1,1 à 1,6°C après 12h de chauffe. Au-delà d'une profondeur de 50 mm, la tendance s'inverse, et la température mesurée devient moins élevée dans le mur hybride que dans le mur de référence. L'écart entre les deux parois augmente pour atteindre jusqu'à 3°C à la profondeur de 100 mm (sur la face en contact avec l'environnement intérieur du laboratoire) à la fin de la phase de chauffe ($t=12h$).

Par ailleurs, au temps $t=12h$, le mur hybride présente un gradient de l'ordre de 15°C entre les faces extérieures et intérieures, contre un gradient de 11°C dans le mur de référence.

Globalement, ces observations semblent indiquer que le mur de mortier hybride induit un effet barrière, en limitant la propagation des flux de thermiques à travers l'épaisseur, et en concentrant la chaleur à proximité de la face extérieure. De ce fait, l'élévation de température mesurée au niveau de la face intérieure pendant la phase de chauffe est bien plus faible que celle obtenue avec le mur de référence.

Cet phénomène peut être attribué aux différences de propriétés thermiques entre le mortier hybride et le mortier de référence M0 (Cf. partie II.4). En effet, la conductivité thermique du mortier hybride ($0,75 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est nettement plus faible que celle du mortier de référence ($2,31 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). La valeur de capacité thermique (obtenue en divisant la valeur de capacité thermique volumique mesurée par HotDisk par la masse volumique de l'échantillon) est également sensiblement supérieure pour le mortier MDF, comparé à la référence (par exemple $1095 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ contre $964 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à une température de 40°C). Le transfert de chaleur est alors beaucoup plus lent à travers la paroi de mortier MDF comparé au mur M0, d'où l'amortissement important observé.

La Figure III.27 compare les profils de température à l'intérieur des différentes parois étudiées dans le cadre de ce travail de thèse, à différents moments du cycle de sollicitation thermique ($t=0$ et $t=12h$ après le début du cycle) : le mur de référence (M0), le mur de mortier contenant les MCP (M15D), le mur de mortier contenant les fibres de miscanthus (M7,5F) et le mur de mortier hybride (MDF).

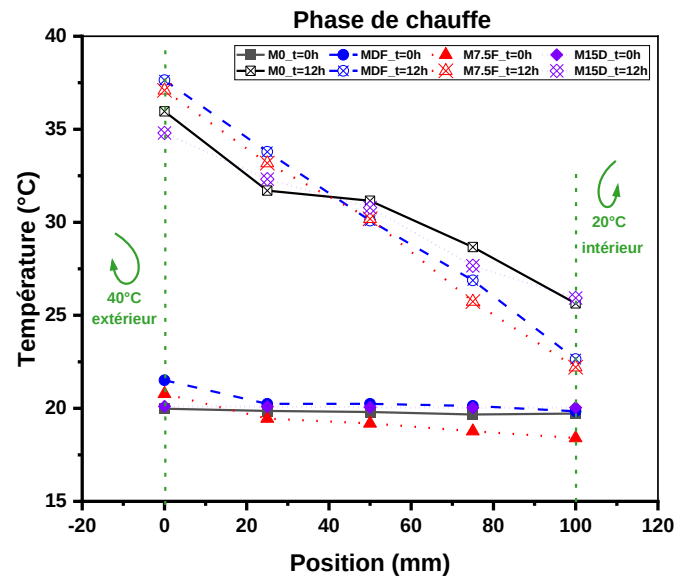


Figure III.27. Comparaison des profils de température dans les différentes parois (M0, M15D, M7,5F et MDF) à différents instants de la phase de chauffe ($t=0$ et $t=12$ h).

Les profils de température dans les parois contenant des fibres de miscanthus (M7,5F et MDF) sont très similaires : à proximité de la face extérieure, les températures mesurées sont supérieures à celles du mur de référence, tandis qu'un amortissement plus important est observé près de la face intérieure. La présence des fibres de miscanthus semble donc être à l'origine de l'amortissement important observé sur la paroi hybride.

La Figure III.28 montre les profils de température dans la paroi de mortier hybride et dans le mur de référence à différents instants de la phase de refroidissement du cycle de sollicitation thermique (entre $t=12$ h et $t=24$ h). A proximité de la face extérieure, la température diminue rapidement dans les deux murs (MDF et M0) avec une cinétique de refroidissement plus élevée pour le mur MDF que le mur de référence. A la fin de la phase de refroidissement ($t=24$ h), les deux murs présentent des profils de température à peu près identiques et quasi linéaires. La température est alors maximale au niveau de la face intérieure (environ 19°C pour le mur MDF et 18,3°C pour la référence M0), et minimale sur la face extérieure (15,9°C dans le cas du mur MDF et 16°C pour la paroi M0).

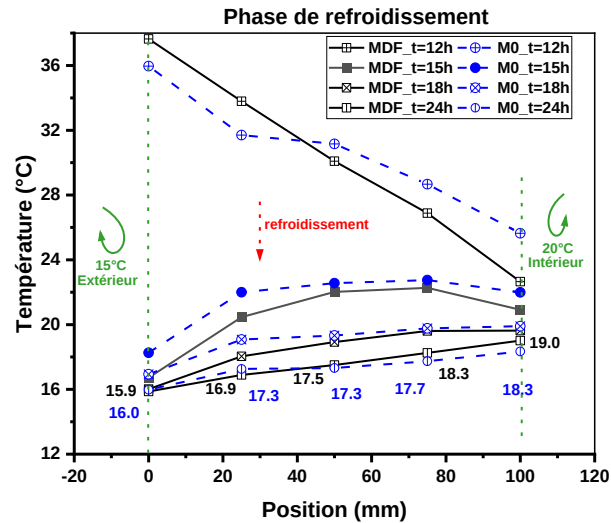


Figure III.28. Comparaison des profils de température à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de refroidissement (t=12h, 15h, 18h et 24h).

De la même façon, la Figure III.29 compare les profils des températures mesurées dans l'ensemble des parois étudiées (M0, M15D, M7,5Fet MDF) à différents instants de la phase de refroidissement (t = 12h, 15h et 24h). On constate que la cinétique d'évolution est la plus rapide dans le mortier contenant uniquement les fibres de miscanthus (M7,5F), et décroît selon l'ordre suivant : mortier MDF, référence M0, mortier 15D. Il semble ici que la présence des MCP soit un facteur ralentissant le refroidissement, probablement du fait de la restitution de la chaleur emmagasinée pendant la phase de chauffe lors du passage de l'état liquide à l'état solide.

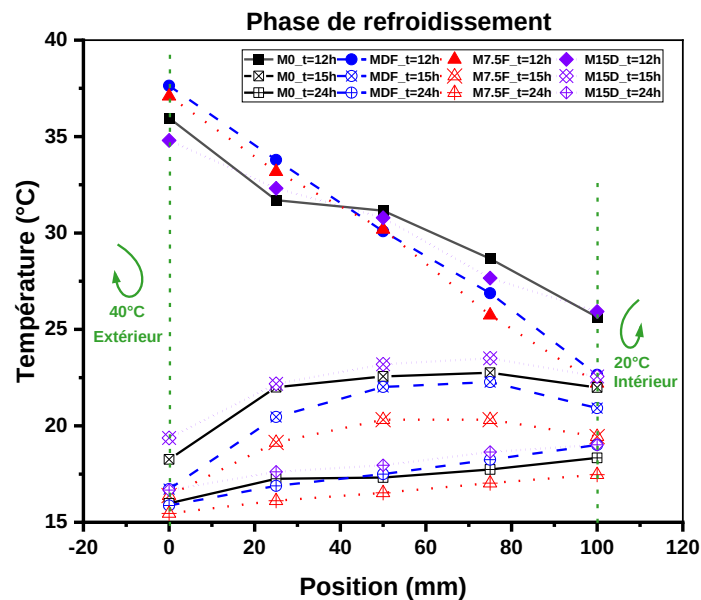


Figure III.29. Comparaison de la réponse thermique de toutes les parois (M0, M15D, M7,5F& MDF) en fonction du temps à chaque position pendant la phase de chauffe

III.3.2 Réponse du mur à la sollicitation en régime stationnaire

Le second scénario étudié est l'application d'un créneau de 20°C à 40°C dans l'environnement extérieur, suivi d'une exposition prolongée à cette température jusqu'à obtention d'un régime stationnaire dans la paroi.

La Figure III.30 montre les évolutions de températures enregistrées à différentes profondeurs du mur de mortier hybride pendant cet essai. On peut noter que la température de l'environnement intérieur est un peu plus élevée (~23°C) que dans le scénario précédent, ce qui a pu être relié à la mise en route du système de chauffage collectif des laboratoires au moment de la réalisation de l'essai.

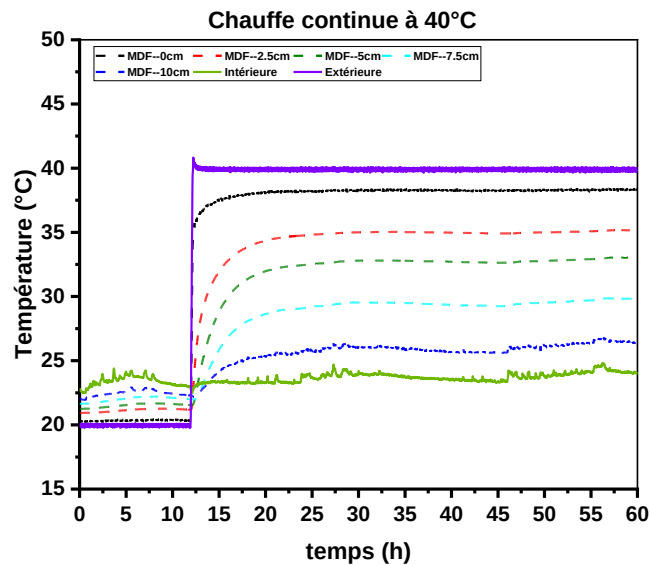


Figure III.30. Evolutions des températures mesurées à différentes profondeurs dans le mur de mortier hybride MDF soumis à un créneau entre 20 et 40°C suivi d'un maintien prolongé à cette température.

Comme précédemment pour la sollicitation cyclique, la température augmente rapidement sur la face extérieure de la paroi pour atteindre une valeur maximale de 38.3°C. Dans l'épaisseur du mur MDF, un retard est à nouveau observé pour le début d'augmentation de la température. Ce retard est d'autant plus grand que l'on s'éloigne de la face extérieure.

A chacune des profondeurs, la température atteint une valeur maximale au bout de 15h environ après le début de la chauffe (attention, sur la Figure 30, l'origine des abscisses ne correspond pas au début de la phase de chauffe). La température reste ensuite constante pendant le reste de l'essai, indiquant que le régime stationnaire a été atteint.

La Figure III.31 compare les profils de température obtenus dans le mur de mortier MDF et dans le mur de référence, à différents instants de la phase de chauffe prolongée à 40°C ($t = 0$, 12h, 60h). Dans le mur de référence, l'état d'équilibre est atteint après 12h de sollicitation et les profils ne varient plus par la suite (les courbes obtenues à 12 h et à 60h sont quasiment superposées). Dans le cas du mur MDF, l'état stationnaire est également observé après 12h environ, même si le profil obtenu à 60h n'est pas tout à fait superposé. On remarque ici que les

températures enregistrées pour le mur MDF sont toutes plus élevées que celles du mur de référence. Cependant, comme la température dans l'environnement intérieur n'était pas identique lors des essais réalisés sur les deux murs (écart de 3°C environ, lié à la mise en route des chauffages collectifs), il est difficile de comparer les températures mesurées aux profondeurs supérieures à 50mm, car ces dernières sont influencées par la température du laboratoire. On ne peut donc pas vraiment conclure sur ce point.

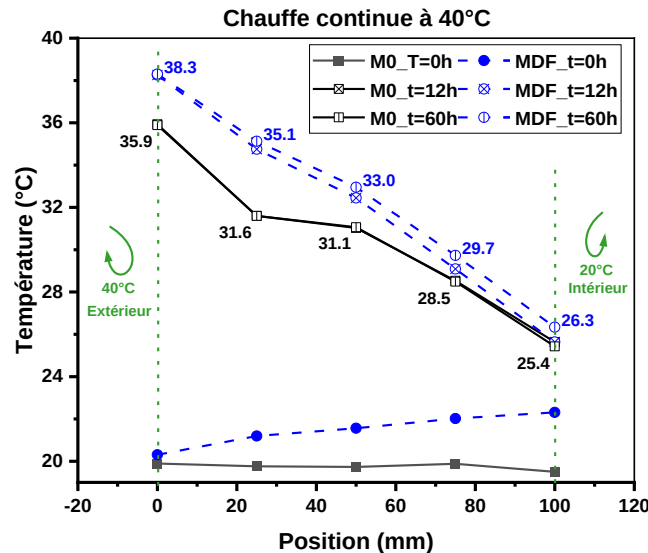


Figure III.31. Comparaison des profils de température à l'intérieur du mur hybride MDF et du mur de référence M0, à différents instants de la phase de chauffe prolongée à 40°C (t= 0, 12h, 60h).

La Figure III.32 compare les profils de température obtenus dans l'ensemble des parois (M0, M15D, M7,5Fet MDF), à différents instants de la phase de chauffe continue à 40°C (t=0 et 60h). Pour toutes les parois sauf le mur MDF, l'allure des profils est similaire à celle obtenue lors des essais de sollicitations cycliques (Figure III.27).

Le mur MDF se distingue ici par des niveaux de température globalement plus élevés, particulièrement à proximité de la face intérieure, ce qui peut être attribué à la température plus élevée du laboratoire (environnement intérieur) comme évoqué précédemment.

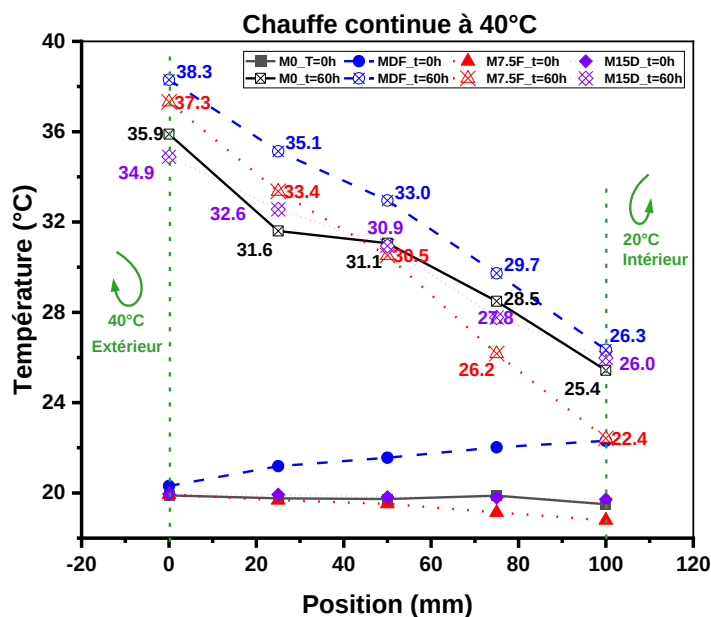


Figure III.32. Comparaison des profils de température dans les différentes parois (M0, M15D, M7,5F et MDF) à différents instants de la phase de chauffe continue à 40°C (t=0 et 60h).

Dans les différents scénarios thermiques étudiés, les réponses thermiques des murs montrent un impact faible des MCP lorsque la température dans l'environnement extérieur augmente. Le mur incorporant les MCP seuls (M15D), présente un écart de l'ordre de 1°C seulement par rapport au mur de référence à proximité de la face extérieure, et quasiment pas d'écart à proximité de la face intérieure. Le mur contenant les fibres de miscanthus permet quant à lui d'amortir plus efficacement les variations de températures extérieures, avec un gradient qui peut atteindre 15°C entre les faces extérieures et intérieures lors de la phase de chauffe, alors que le gradient n'est que de 11°C pour le mur de référence. Pour le mur de mortier hybride, un gradient de 15°C a également été enregistré lors de la sollicitation cyclique.

Globalement, on retiendra le mur de mortier hybride MDF présente une réponse thermique à peu près équivalente à celle du mur M7,5F dans les conditions de sollicitations cycliques. Les performances thermiques de ces deux parois sont nettement supérieures à celles du mur M15D et du mur de référence.

III.3.3 Réponse du mur aux sollicitations hydriques

Le comportement hydrique du mur a également été caractérisé au moyen du dispositif bi-climatique. Une phase de stabilisation a été effectuée avant le démarrage de l'essai, en exposant les deux faces du mur à une température de 20°C avec une humidité fixe de 50% HR sur la face extérieure, et l'humidité ambiante du laboratoire sur la face intérieure, pendant plusieurs jours. L'essai est ensuite lancé en soumettant la face extérieure du mur au cycle suivant : un créneau d'humidité relative de 50% à 33% HR est d'abord appliqué, et ce niveau bas est ensuite maintenu pendant 20 jours. A l'issue de cette phase, un créneau de 33% à 75% HR est appliqué, et ce niveau d'humidité relative élevé est également maintenu pendant 20 jours. Ce cycle hydrique

est effectué en condition isotherme (20°C). On rappelle par ailleurs que la face intérieure du mur est exposée aux conditions du laboratoire climatisé (température contrôlée de 20°C, humidité non contrôlée).

La Figure III.33 présente les évolutions d'humidité relative mesurées aux différentes profondeurs du mur MDF. Lorsque le niveau d'humidité relative baisse dans l'environnement extérieur (33% HR), l'humidité relative baisse simultanément sur la face extérieure du mur ($x = 0$ cm). A la profondeur $x = 2,5$ cm, un léger retard est observé dans la réponse du mur, l'humidité relative diminue alors plus lentement et se stabilise rapidement. Aux profondeurs $x = 5$ cm et $x = 7,5$ cm, aucun effet ne semble avoir été produit par la baisse de l'humidité extérieure. La face intérieure ($x=10$ cm) apparaît quant à elle essentiellement influencée par l'environnement intérieur et suit les fluctuations d'humidité relative du laboratoire. On n'observe donc pas de transfert d'humidité entre les environnements extérieur et intérieurs.

Lorsque l'humidité relative augmente dans l'environnement extérieur (75% HR), l'humidité relative sur la face extérieure du mur augmente également de manière simultanée. Aux profondeurs $x = 2,5$ cm et $x = 5$ cm, l'humidité relative augmente également, mais avec un retard dans la réponse et un amortissement de l'amplitude, qui sont d'autant plus importants que l'on s'éloigne de la face extérieure. A la profondeur $x = 7,5$ cm, aucun effet significatif n'est observé. Par ailleurs, l'humidité relative sur face intérieure du mur suit toujours les fluctuations enregistrées dans le laboratoire.

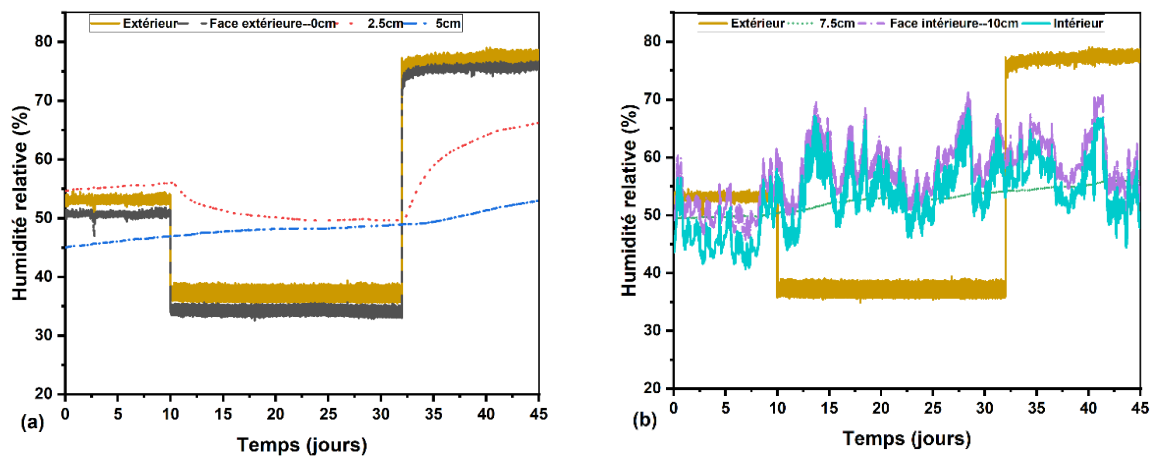


Figure III.33. Evolutions de l'humidité relative à différentes profondeurs du mur hybride MDF lors du cycle de sollicitation hygrique : (a) positions 0, 2,5 cm et 5 cm ; (b) positions 7,5 cm et 10 cm.

Aux positions les plus proches de l'environnement extérieur (à 2,5 et 5 cm de profondeur), les variations d'humidité relative observée peuvent être attribuée à l'absorption d'humidité par les fibres végétales cellulosiques et par le réseau poreux du mortier (ou à la restitution d'humidité lors du créneau décroissant).

Par ailleurs, la présence des MCP semble induire un effet barrière vis-à-vis des transferts d'humidité dans le mur, car l'effet des variations extérieures n'est plus du tout perceptible aux profondeurs supérieures à 5 cm.

Cet effet peut être encore mieux visualisé en comparant la réponse du mur hybride MDF avec celle du mur M7,5F ne contenant que des fibres de miscanthus (Figure III.34) particulièrement lorsque l'humidité relative de l'environnement extérieur passe de 33 à 75% HR. On voit en effet que l'amplitude des variations d'humidité relative est systématiquement plus faible dans le mur MDF comparé au mur M7,5F quelle que soit la profondeur considérée. Ceci met bien en lumière l'effet barrière induit par les MCP, qui réduit considérablement les transferts hydriques au sein du mortier hybride. Ce résultat est également cohérent avec les résultats précédemment obtenus à l'échelle matériau, puisque le mortier hybride MDF présente une capacité de tampon hydrique modérée selon la classification NordTest avec un MBV de $0,66 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$ alors que le mortier M7,5F est considéré comme un bon régulateur d'humidité avec un MBV de $1,9 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$.

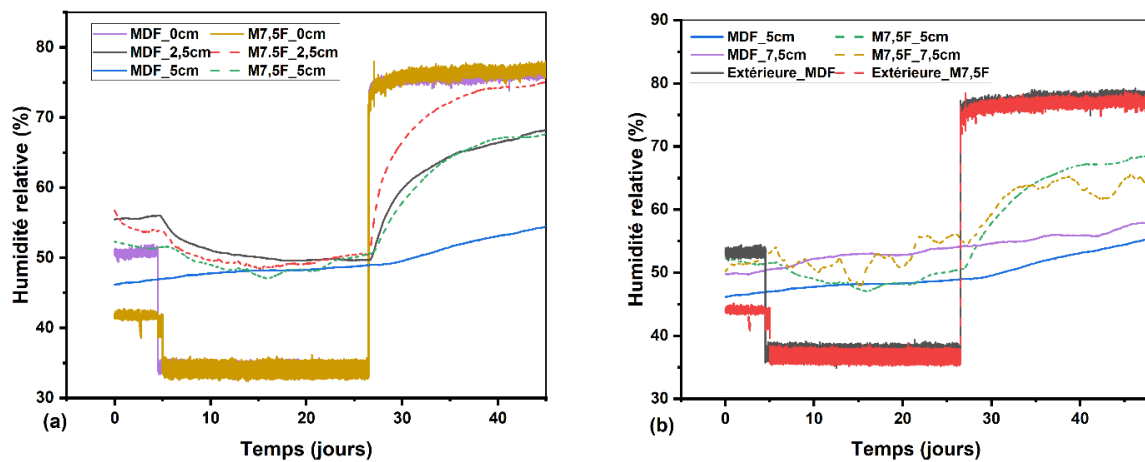


Figure III.34. Comparaison des évolutions d'humidité relative à différentes profondeurs dans les murs MDF et M7,5F lors de la sollicitation hygrique : (a) positions 0, 2,5 cm et 5 cm ; (b) position 7,5 cm et 10 cm.

Conclusion du Chapitre III

Dans ce chapitre, nous avons étudié les performances thermo-hydrriques des parois de mortier incorporant les MCP et/ou les fibres de miscanthus. Le dispositif expérimental développé dans le cadre de ce travail s'est montré bien adapté pour la caractérisation des parois en conditions bi-climatiques. Il a permis d'exposer la face extérieure des murs à des variations de températures et d'humidité relative, tandis que la face intérieure était exposée à l'environnement du laboratoire climatisé (température contrôlée à 20°C et hygrométrie ambiante). Plusieurs scénarios ont été étudiés au niveau des conditions extérieures : ① des variations cycliques de température entre 40°C et 15°C pour simuler des alternances jour/nuit pendant une période de canicule (à hygrométrie constante de 50% HR), ② un créneau de température de 20 à 40°C suivi d'un maintien à cette température jusqu'à obtention d'un régime stationnaire (également à 50% HR), et enfin ③ un cycle d'humidité comportant une phase de 20 jours à humidité relative basse de 33% HR suivie par une phase de 20 jours à 75% HR (en condition isotherme à 20°C).

L'étude expérimentale réalisée sur le mur de mortier incorporant des MCP (M15D) a mis en évidence une diminution modeste de l'ordre de 1°C de la température maximale mesurée à différentes profondeurs, comparé au mur de référence en mortier M0, lors de la phase de chauffe des cycles thermiques ou de la chauffe prolongée à 40°C. Cet effet a été attribué à l'absorption d'une partie de la chaleur par les MCP lors du changement de phase. Il n'a pas été observé à proximité de la face intérieure, car dans cette région du mur, la température est restée inférieure à la température de fusion des MCP, ne permettant alors pas d'activer la capacité de stockage par chaleur latente des MCP. Les simulations numériques réalisées avec le logiciel COMSOL Multiphysics démontrent que la méthode enthalpique utilisée permet de décrire convenablement le comportement thermique du mur M15D, y compris dans la plage de température correspondant au changement de phase des MCP. A l'échelle du bâtiment, l'étude numérique menée avec l'outil EnergyPlus en considérant trois conditions climatiques différentes (climats méditerranéen, chaud et sec, doux), prédit que l'utilisation d'une enveloppe en mortier M15D incorporant des MCP génère des gains d'environ 33% sur la consommation d'énergie nécessaire pour réchauffer le local en hiver et d'environ 27 – 31% sur les besoins de climatisation, par rapport au mur de mortier ordinaire. L'incorporation des MCP semble donc pouvoir induire des gains de performances énergétiques significatifs à l'échelle du bâtiment, malgré l'impact modeste observé dans les investigations à l'échelle paroi. Par ailleurs, on notera que les performances hygriques de la paroi M15D n'ont pas pu être évaluées avec le dispositif bi-climatique, le taux d'humidité restant très élevée dans la paroi (supérieur à 80%) malgré les traitements de séchage. Néanmoins, cette seule observation dénote déjà une capacité de régulation d'humidité très médiocre.

Le mur de mortier M7,5F contenant des fibres de miscanthus micronisées a démontré une capacité élevée à amortir l'impact des fluctuations thermiques extérieures sur la température mesurée sur la face intérieure. En effet, l'incorporation des fibres de miscanthus améliore significativement la résistance thermique de la paroi de mortier. Lors de la phase de chauffe (application d'une température de 40°C dans l'environnement extérieur), la chaleur reste alors

concentrée à proximité de la face extérieure et se propage moins dans l'épaisseur du mur. Ceci permet de réduire d'environ 4°C la température ressentie sur la face interne du mur par rapport au mur de référence. De la même façon, la paroi M7,5F présente un comportement hygroscopique intéressant. Lorsque la face extérieure est exposée à des variations d'hygrométrie, l'effet de ces variations est ressenti dans la profondeur jusqu'à 7,5 cm environ, mais n'atteint pas la face intérieure. Une réponse rapide est obtenue, avec un amortissement croissant lorsque l'on pénètre vers l'intérieur du mur. Cela est dû à l'absorption (ou la restitution) d'eau par les fibres végétales et par la porosité du mortier, la majorité de l'humidité étant captée dans la partie du mur proche de la face extérieure. Les fibres agissent donc comme un tampon hydrique dans cette région du mur.

Dans la dernière partie, les performances thermo-hydrriques du mur de mortier hybride MDF soumis aux mêmes scénarios que le mur de mortier de miscanthus M7,5F, ont été évaluées. Il ressort que cette paroi hybride réduit efficacement les échanges thermiques entre l'environnement extérieur et intérieur, et amorti donc l'effet des fluctuations de température extérieures. Lors des cycles thermiques, un gradient de température d'environ 15°C a été observé entre les faces extérieures et intérieures de la paroi hybride, contre un gradient de 11°C pour le mur de référence. La température ressentie au niveau de la face intérieure est alors réduite d'environ 4°C par rapport à la référence. Ces performances thermiques apparaissent globalement équivalentes à celle du mur de mortier contenant uniquement les fibres de miscanthus (M7,5F). Par contre, lors des variations d'hygrométrie extérieure, les transferts hydriques dans l'épaisseur du mur restent limités. En effet, les variations d'humidité relative dans la paroi hybride restent beaucoup plus faibles que dans le mur M7,5F. La présence des MCP semble donc inhiber l'action de régulation hydrique des fibres dans cette paroi. Ce résultat est cohérent avec les caractérisations réalisées à l'échelle matériau, qui ont mis en évidence une capacité de tampon hydrique modérée du mortier hybride MDF.

Cette étude à l'échelle de la paroi confirme donc que la solution basée sur l'incorporation de fibres de miscanthus dans le mortier est la seule qui permette à la fois d'améliorer les performances thermiques de l'enveloppe et de lui conférer des capacités de régulation hydrique substantielles. La solution hybride permet d'atteindre des performances thermiques équivalentes, mais reste très en retrait au niveau de l'hygroscopicité. On n'observe donc pas l'effet de complémentarité ou de synergie entre les deux types d'inclusion qui était escompté au départ pour ce système hybride.

Il serait intéressant de mettre en œuvre des approches numériques pour ces deux parois MDF et M7,5F dans une étude ultérieure, afin d'évaluer les gains potentiels en termes de consommation énergétique à l'échelle du bâtiment comme cela a été fait pour la paroi M15D.

Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse était consacré à l'étude du comportement thermo-hydrigue de mortiers incorporant des matériaux à changement de phase et/ou des fibres végétales, et s'est appuyé sur une démarche multi-échelle comportant des investigations aux échelles du matériau et de la paroi.

Dans la première partie du manuscrit, l'étude bibliographique a montré à travers une analyse des travaux de la littérature, que l'incorporation de MCP microencapsulés dans les matériaux de construction peut conduire à des gains significatifs en termes de performances thermiques et de capacité de stockage d'énergie passive par chaleur latente. De nombreuses études ont également confirmé l'intérêt des bétons biosourcés contenant des fibres végétales pour améliorer le comportement thermique et l'hygroscopicité des matériaux d'enveloppe. De plus, il est ressorti que l'utilisation des fibres de miscanthus présente un potentiel important en raison du rendement élevé et des faibles besoins (en eau et en engrais) de cette plante, mais que les applications de ces fibres dans le domaine de la construction restent encore peu documentées. De manière générale, il apparaît également que les formulations de mortiers doivent être optimisées pour limiter l'impact des inclusions sur les propriétés mécaniques du composite cimentaire. Par ailleurs, de rares études ont tenté de combiner les avantages des MCP et des fibres végétales dans des composites hybrides, avec des résultats parfois mitigés ou contradictoires. Des travaux de recherche complémentaires semblent donc nécessaires sur cet aspect. Une seconde partie a également permis de passer en revue les études menées à l'échelle de la paroi, de présenter les dispositifs expérimentaux bi-climatiques qui permettent de caractériser les performances thermo-hydrigues à cette échelle, et d'identifier les différents modèles disponibles pour décrire les transferts de chaleur et de masse dans les parois mono ou multicouches.

A l'issue de cette étude bibliographique, nous avons donc orienté les investigations vers trois solutions différentes, visant toutes à améliorer les performances thermo-hydrigues des matériaux d'enveloppe : l'utilisation d'un mortier incorporant des MCP microencapsulés d'origine biosourcée, d'un mortier contenant des fibres de miscanthus micronisées, et d'un mortier hybride basé sur une combinaison de ces deux types d'inclusions.

Dans le cadre de l'étude à l'échelle matériau, une première étape a consisté à développer des protocoles de fabrication permettant de conserver une ouvrabilité des mortiers qui soit compatible avec une mise en œuvre par moulage. Dans le cas des mortiers avec MCP, il a ainsi été nécessaire d'augmenter l'apport en eau lors du malaxage afin de compenser la perte d'ouvrabilité, tandis que pour les mortiers contenant des fibres de miscanthus, nous avons opté pour une pré-saturation en eau des fibres avant leur incorporation dans le mélange.

Pour les mortiers contenant un seul type d'inclusion (MCP ou fibres de miscanthus), un programme de caractérisation multiphysique (caractérisations microstructurales, mécaniques, thermo-physiques et hydrigues) a été appliqué de manière systématique sur des formulations contenant différentes teneurs massiques en inclusions, après 28 jours de durcissement.

Dans le cas des mortiers incluant des MCP, il est ressorti que le choix d'un conditionnement du MCP sous forme de dispersion liquide a facilité l'obtention d'une répartition homogène des microcapsules dans le volume du mortier, et a permis de préserver l'intégrité de ces microcapsules et d'éviter les problématiques d'endommagement et de fuites. Par ailleurs, l'incorporation des MCP a permis d'améliorer significativement les propriétés d'isolation thermique du mortier par rapport à la référence M0. Le matériau M20D contenant 13,6% en masse de MCP, présente par exemple une diminution de conductivité thermique de l'ordre de 77% par rapport au mortier M0. Néanmoins, cette amélioration des propriétés thermiques est obtenue au prix d'une chute sévère de la résistance mécanique (en flexion et surtout en compression) liée à l'augmentation de la porosité interne du composite cimentaire. Néanmoins, pour des teneurs en MCP jusqu'à 8% en masse, le mortier conserve une résistance mécanique compatible avec une utilisation comme élément structurel.

Dans le cas des mortiers contenant des fibres de miscanthus micronisées, les observations MEB ont montré que les fibres sont réparties de manière assez homogène dans le matériau. Les caractérisations thermo-physiques ont à nouveau mis en évidence une nette amélioration de la capacité d'isolation thermique des composites biosourcés par rapport au mortier de référence, avec une diminution de la conductivité thermique pouvant atteindre 87% pour une teneur en fibre de l'ordre de 7% en masse. Là encore, l'incorporation des fibres conduit à une forte chute de résistance mécanique liée principalement à l'augmentation de la porosité du mortier. Par ailleurs, les caractérisations montrent également une augmentation très significative de l'hygroscopicité (avec un MBV pouvant atteindre $2.05 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$, ce qui correspond à un bon régulateur d'humidité selon la caractérisation NordTest) et de la capacité de stockage d'humidité du matériau avec l'augmentation de la teneur en fibres. En définitive, le mortier M7,5F qui contient 5,7% en masse de fibres de miscanthus, présente à la fois une faible conductivité thermique et une excellente hygroscopicité, tout en conservant des caractéristiques mécaniques suffisantes pour permettre la manipulation du matériau.

Enfin, il a été possible de formuler un mortier contenant à la fois des MCP et des fibres de miscanthus. L'analyse microstructurale a montré une répartition homogène de ces deux inclusions dans la matrice cimentaire. Le matériau hybride présente des performances thermiques et hydriques améliorées par rapport au mortier de référence, avec une forte diminution de la conductivité thermique (-68%) et une modeste augmentation de la capacité de tampon hydrique. Toutefois, les caractéristiques hydriques du mortier hybride restent très inférieures à celles du mortier contenant une quantité équivalente de fibres de miscanthus seules. Ceci a été attribué à la présence des MCP microencapsulés qui semblent restreindre les phénomènes de transferts d'humidité au sein du matériau, empêchant alors les fibres végétales d'exercer leur capacité de régulation hydrique. De manière générale, l'effet de complémentarité des deux types d'inclusions qui était escompté au départ pour cette solution hybride n'a pas été observé.

En définitive, parmi les trois solutions envisagées, celle basée sur l'incorporation de fibres de miscanthus semble être la seule qui permette d'améliorer conjointement et de manière significative les performances thermiques et hydriques du mortier cimentaire à l'échelle matériau.

Pour les besoins de l'étude expérimentale à l'échelle de la paroi, un dispositif bi-climatique a été conçu et réalisé au laboratoire. Ce dispositif a ensuite permis d'évaluer le comportement thermo-hydrigue de différentes parois représentatives des trois solutions proposées : une paroi de mortier contenant des MCP (M15D), une paroi incorporant des fibres de miscanthus micronisées (M7,5F) et un mur à base de mortier hybride MDF.

Le mur M15D exposé à des cycles thermiques entre 15°C et 40°C sur la face extérieure, a permis d'obtenir une diminution modeste (de l'ordre de 1°C) de la température maximale mesurée à différentes profondeurs, en comparaison avec le mur de référence M0. Cet effet a été attribué au mécanisme d'absorption de chaleur par les MCP lors du changement de phase. Il n'a pas été observé à proximité de la face intérieure du mur, car les températures y restent inférieures à la température de fusion des MCP, et ne permettent pas d'activer la capacité de stockage par chaleur latente. Une modélisation numérique à l'échelle de la paroi, intégrant la contribution du changement de phase des MCP sur le mécanisme de transfert de chaleur (par la méthode enthalpique), a permis d'obtenir une bonne concordance avec les résultats expérimentaux. Des simulations numériques complémentaires menées à l'échelle du bâtiment en considérant trois conditions climatiques différentes (climats méditerranéen, chaud et sec, doux), ont permis d'estimer que l'utilisation du mur M15D conduit à un gain énergétique d'environ 33% sur le chauffage et à un gain de 27 à 31% sur les besoins en climatisation par rapport au mur de référence. Pour cette paroi M15D, le comportement hydrigue n'a pas pu être évalué à l'aide du dispositif expérimental bi-climatique, car le niveau d'humidité relative au sein de la paroi n'a pas pu être abaissé en dessous de 80%, en raison des transferts hydriques très limités.

Le mur de mortier M7,5F contenant des fibres de miscanthus micronisées a démontré une bonne capacité à amortir l'effet des fluctuations thermiques de l'environnement extérieur. Lors de la phase de chauffe à 40°C, la chaleur s'est concentrée dans les régions du mur situées à proximité de la face extérieure et s'est moins propagé en profondeur, ce qui a permis de réduire la température ressentie sur la face intérieure du mur d'environ 4°C par rapport au mur de référence. Cette paroi M7,5F a également démontré un excellent comportement hygroscopique. Lorsqu'elle est exposée à des fluctuations d'hygrométrie extérieures, la réponse de ce mur est rapide, avec des variations d'humidité relative importantes à proximité de la face externe liées à l'absorption d'humidité par les fibres cellulosiques. On observe un amortissement croissant de la réponse lorsque l'on pénètre vers l'intérieur du mur, la face interne n'étant pas du tout affectée. Ce bon comportement est cohérent avec les résultats obtenus à l'échelle matériau pour ce mortier biosourcé.

La paroi de mortier hybride MDF a démontré des performances thermiques très similaires à celles du mur M7,5F. Elle permet également de réduire la température maximale ressentie sur la face intérieure d'environ 4°C par rapport au mur de référence, lorsqu'une température de 40°C est appliquée de manière prolongée dans l'environnement extérieur. Toutefois, lorsque cette paroi est exposée à des fluctuations extérieures d'hygrométrie, les variations d'humidité relative interne restent beaucoup plus faibles que dans le mur M7,5F car la présence des MCP limite fortement les transferts hydriques. Ce résultat est cohérent avec la capacité de tampon hydrigue modérée du mortier hybride MDF observée à l'échelle matériau.

Globalement, les résultats obtenus aux différentes échelles montrent que les trois solutions proposées (mortiers incorporant des MCP, des fibres de miscanthus micronisées, ou une combinaison de ces deux inclusions) semblent toutes permettre d'améliorer les performances thermiques des matériaux d'enveloppe, et de réaliser potentiellement des gains de consommation énergétiques. Il serait cependant nécessaire de mener des modélisations à l'échelle du bâtiment pour évaluer plus précisément ces gains dans le cas de la paroi M7,5F et de la paroi hybride MDF, comme cela a été fait pour le mur M15D contenant des MCP.

En revanche, il ressort que la solution basée sur l'incorporation de fibres de miscanthus dans le mortier est la seule qui permette à la fois d'améliorer les performances thermiques de l'enveloppe et de lui conférer une capacité de régulation hydrique élevée, dans l'objectif d'assurer un confort optimal dans l'habitat. La solution hybride quant à elle, n'a pas permis d'atteindre les niveaux de performances qui étaient attendus au départ, du moins pas avec les teneurs en inclusions qui ont été utilisées.

Ce travail ouvre un certain nombre de perspectives qui pourraient être abordées dans des études ultérieures.

D'un point de vue expérimental tout d'abord, plusieurs aspects méritent d'être approfondis :

La formulation de mortier hybride pourrait sans doute être améliorée. Il est par exemple envisageable d'augmenter la fraction massique de fibres de miscanthus dans le mélange, en vue d'améliorer le comportement hydrique et l'hygroscopicité du composite résultant. Ceci induirait forcément une chute de propriétés mécanique supplémentaire, mais comme la résistance de la formulation actuelle est de l'ordre de 6 MPa, il reste un peu de marge avant d'arriver à une limite de 2 MPa qui rendrait le mélange difficile à manipuler. Il faut alors préciser qu'il s'agirait uniquement d'un matériau de remplissage.

Dans le cas du mortier contenant des MCP, la température de fusion de 29°C du MCP sélectionné ne permet d'activer la capacité de stockage par chaleur latente que si la température du matériau dépasse cette limite. Or dans la paroi exposée aux cycles thermiques entre 15°C et 40°C, nous avons vu que les régions du mur situées à proximité de la face intérieure restent à des températures plus basses. Il pourrait alors être intéressant d'utiliser des combinaisons de MCP microencapsulés présentant des températures de fusion différentes (réparties entre 20°C et 29°C par exemple), de manière à ce que toutes régions du mur puissent être actives dans le processus de stockage d'énergie.

L'un des objectifs du projet à plus long terme est également de développer des formulations de mortiers biosourcés imprimables pour la fabrication additive. C'est l'une des raisons qui nous avaient amenés à sélectionner des fibres de miscanthus micronisées. Il serait donc intéressant de vérifier l'imprimabilité des formulations qui ont été développées dans cette thèse, notamment l'extrudabilité du mélange frais et sa constructibilité (capacité à supporter le poids des couches successives). Ce travail pourrait par exemple s'appuyer sur les moyens d'impression 3D disponibles au laboratoire Navier.

A l'échelle de la paroi, plusieurs améliorations du protocole d'essai pourraient être apportées de manière à pouvoir appréhender de manière plus fine le comportement thermo-hydrique des

murs. Des scénarios plus complexes et prenant en compte des couplages thermiques et hydriques (variations simultanées de la température et de l'humidité relative dans l'environnement extérieur par exemple), pourraient être utilisés afin d'avoir des conditions plus représentatives de la réalité. De même, il serait intéressant d'utiliser des fluxmètres disposés sur les deux faces de la paroi, de manière à pouvoir recueillir des informations complémentaires qui faciliteraient l'évaluation des gains énergétiques.

L'ensemble des données expérimentales collectées constitue également une base précieuse pour des travaux de modélisation. A ce stade, seule une modélisation du comportement thermique de la paroi contenant des MCP (M15D) et une modélisation à l'échelle du bâtiment pour ce même système ont été réalisées. Il faudrait étendre ces approches pour les deux autres solutions de mortiers avec fibres de miscanthus et hybride, en tenant également compte des transferts d'humidité dans ces parois.

Par ailleurs, des études précédentes menées sur d'autres matériaux de construction biosourcés (mortier de bois de palmier dattier notamment), ont montré que le phénomène d'hystérésis impacte significativement la réponse hydrique des parois, et que la prise en compte de ce phénomène dans les modèles de transfert couplé de chaleur et de masse (à travers le modèle d'hystérésis de Mualem par exemple) permet d'obtenir des prédictions théoriques en meilleure adéquation avec l'expérience. Il serait donc intéressant de mettre en œuvre cette approche dans le cas de nos mortiers contenant des fibres de miscanthus.

Enfin, il serait également très intéressant de valider les résultats des modélisations à l'échelle du bâtiment, et notamment les estimations des gains de consommation énergétique associés aux différents matériaux d'enveloppe, en réalisant une campagne expérimentale sur des cellules tests.

IV. Références bibliographiques

1. Buettner, T. World Population Prospects – A Long View. *Ecostat* **2021**, 9–27, doi:10.24187/ecostat.2020.520d.2030.
2. Programme des Nations Unies pour l'environnement Rapport sur l'état mondial des bâtiments et de la construction en 2022, Vers un secteur des bâtiments et de la construction à émission zéro, efficace et résilient. **2022**.
3. International Energy Agency (IEA) *Tracking Buildings 2021*; Paris, 2021;
4. Monteiro, H.; Fernández, J.E.; Freire, F. Comparative Life-Cycle Energy Analysis of a New and an Existing House: The Significance of Occupant's Habits, Building Systems and Embodied Energy. *Sustainable Cities and Society* **2016**, 26, 507–518, doi:10.1016/j.scs.2016.06.002.
5. Service des données et études statistiques *Bilan Énergétique de La France En 2021 - Données Provisoires*; 2022;
6. Carlos, J.S.; Corvacho, H.; Silva, P.D.; Castro-Gomes, J.P. Real Climate Experimental Study of Two Double Window Systems with Preheating of Ventilation Air. *Energy and Buildings* **2010**, 42, 928–934, doi:10.1016/j.enbuild.2010.01.003.
7. Pires, L.; Silva, P.D.; Gonçalves, L.C. Surface Configuration Relevance in the Overall Thermal Resistance of a Wall. *Energy and Buildings* **2005**, 37, 1068–1074, doi:10.1016/j.enbuild.2004.12.012.
8. Sarbu, I.; Sebarchievici, C. A Comprehensive Review of Thermal Energy Storage. *Sustainability* **2018**, 10, 191, doi:10.3390/su10010191.
9. Odru, P. *Le stockage de l'énergie*; Universciences; Dunod.; 2013; ISBN ISBN-13, 978-2100702091.
10. Frigione, M.; Lettieri, M.; Sarcinella, A. Phase Change Materials for Energy Efficiency in Buildings and Their Use in Mortars. *Materials* **2019**, 12, 1260, doi:10.3390/ma12081260.
11. Kalnæs, S.E.; Jelle, B.P. Phase Change Materials and Products for Building Applications: A State-of-the-Art Review and Future Research Opportunities. *Energy and Buildings* **2015**, 94, 150–176, doi:10.1016/j.enbuild.2015.02.023.
12. Sharma, A.; Tyagi, V.V.; Chen, C.R.; Buddhi, D. Review on Thermal Energy Storage with Phase Change Materials and Applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2009**, 13, 318–345, doi:10.1016/j.rser.2007.10.005.
13. Cabeza, L.F.; Castellón, C.; Nogués, M.; Medrano, M.; Leppers, R.; Zubillaga, O. Use of Microencapsulated PCM in Concrete Walls for Energy Savings. *Energy and Buildings* **2007**, 39, 113–119, doi:10.1016/j.enbuild.2006.03.030.
14. Pasupathy, A.; Velraj, R.; Seeniraj, R.V. Phase Change Material-Based Building Architecture for Thermal Management in Residential and Commercial Establishments. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2008**, 12, 39–64, doi:10.1016/j.rser.2006.05.010.

15. Eddhahak-Ouni, A.; Drissi, S.; Colin, J.; Neji, J.; Care, S. Experimental and Multi-Scale Analysis of the Thermal Properties of Portland Cement Concretes Embedded with Microencapsulated Phase Change Materials (PCMs). *Applied Thermal Engineering* **2014**, *64*, 32–39, doi:10.1016/j.applthermaleng.2013.11.050.
16. Drissi, S. Développement de nouveaux bétons «accumulateurs d'énergie», investigations expérimentale, probabiliste et numérique du comportement thermique, Université Paris-EST, 2015.
17. Okogeri, O.; Stathopoulos, V.N. What about Greener Phase Change Materials? A Review on Biobased Phase Change Materials for Thermal Energy Storage Applications. *International Journal of Thermofluids* **2021**, *10*, 100081, doi:10.1016/j.ijft.2021.100081.
18. Page, J. Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée, Université de Caen Normandie, 2017.
19. Amziane, S.; Sonebi, M. Overview on Biobased Building Material Made with Plant Aggregate. *RILEM Technical Letters* **2016**, *1*, 31–38, doi:10.21809/rilemtechlett.2016.9.
20. Chel, A.; Kaushik, G. Renewable Energy Technologies for Sustainable Development of Energy Efficient Building. *Alexandria Engineering Journal* **2018**, *57*, 655–669, doi:10.1016/j.aej.2017.02.027.
21. *Bio-Aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM*; Amziane, S., Collet, F., Eds.; RILEM State-of-the-Art Reports; Springer Netherlands: Dordrecht, 2017; Vol. 23; ISBN 978-94-024-1030-3.
22. Jami, T.; Karade, S.R.; Singh, L.P. A Review of the Properties of Hemp Concrete for Green Building Applications. *Journal of Cleaner Production* **2019**, *239*, 117852, doi:10.1016/j.jclepro.2019.117852.
23. Ntimugura, F.; Vinai, R.; Harper, A.; Walker, P. Mechanical, Thermal, Hygroscopic and Acoustic Properties of Bio-Aggregates – Lime and Alkali - Activated Insulating Composite Materials: A Review of Current Status and Prospects for Miscanthus as an Innovative Resource in the South West of England. *Sustainable Materials and Technologies* **2020**, *26*, e00211, doi:10.1016/j.susmat.2020.e00211.
24. Boumediene, N. Comportement Hygrothermique de Matériaux Biosourcés à l'échelle de La Paroi En Ambiance Contrôlée et in-Situ. Thèse de doctorat, Rennes 1, 2022.
25. Belloum, R. Contribution à l'étude Du Comportement Thermo-Hydrique Dans Des Enveloppes de Bâtiments à Fort Hygroscopie, Université Hadj Lakhdar - BATNA 1, 2023.
26. Chennouf, N. Phénomènes de Transfert de Chaleur et de Masse Dans Les Composites de Bois de Palmier Dattier : Comportement Sous Sollicitations Dynamiques. Thèse de doctorat, Université Paris-Est Créteil, 2019.
27. Collet, F.; Pretot, S. Experimental Highlight of Hygrothermal Phenomena in Hemp Concrete Wall. *Building and Environment* **2014**, *82*, 459–466, doi:10.1016/j.buildenv.2014.09.018.
28. *Bio-Aggregate-Based Building Materials: Applications to Hemp Concretes*; Amziane, S., Arnaud, L., Eds.; Civil engineering and geomechanics series; ISTE ; Wiley: London : Hoboken, NJ, 2013; ISBN 978-1-84821-404-0.

29. CrodaTherm™ CrodaTherm™ ME29D: Microencapsulated Ambient Temperature Phase Change Material, Technical Datasheet. 2018.
30. Kalaiselvam, S.; Parameshwaran, R. Thermal Energy Storage Technologies. In *Thermal Energy Storage Technologies for Sustainability*; Elsevier, 2014; pp. 57–64 ISBN 978-0-12-417291-3.
31. Kalaiselvam, S.; Parameshwaran, R. Sensible Thermal Energy Storage. In *Thermal Energy Storage Technologies for Sustainability*; Elsevier, 2014; pp. 65–81 ISBN 978-0-12-417291-3.
32. Furbo, S. Using Water for Heat Storage in Thermal Energy Storage (TES) Systems. In *Advances in Thermal Energy Storage Systems*; Elsevier, 2015; pp. 31–47 ISBN 978-1-78242-088-0.
33. Ushak, S.; Fernández, A.G.; Grageda, M. Using Molten Salts and Other Liquid Sensible Storage Media in Thermal Energy Storage (TES) Systems. In *Advances in Thermal Energy Storage Systems*; Elsevier, 2015; pp. 49–63 ISBN 978-1-78242-088-0.
34. Laing, D.; Zunft, S. Using Concrete and Other Solid Storage Media in Thermal Energy Storage (TES) Systems. In *Advances in Thermal Energy Storage Systems*; Elsevier, 2015; pp. 65–86 ISBN 978-1-78242-088-0.
35. Pinel, P.; Cruickshank, C.A.; Beausoleil-Morrison, I.; Wills, A. A Review of Available Methods for Seasonal Storage of Solar Thermal Energy in Residential Applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2011**, *15*, 3341–3359, doi:10.1016/j.rser.2011.04.013.
36. Linder, M. Using Thermochemical Reactions in Thermal Energy Storage Systems. In *Advances in Thermal Energy Storage Systems*; Elsevier, 2015; pp. 357–374 ISBN 978-1-78242-088-0.
37. Hadorn, J.-C. Advanced Storage Concepts for Active Solar Energy. In *Proceedings of the IEA-SHC Task 32 2003 - 2007*; 2008.
38. Hadorn, J.-C. *Thermal Energy Storage for Solar and Low Energy Buildings - State of the Art*; 2005; ISBN ISBN 84-8409-877-X.
39. Guichard, S. Contribution à l'Étude des Parois Complexes intégrant des Matériaux à Changement de Phase: Modélisation, Expérimentation et Évaluation de la performance énergétique globale, Université de La Réunion, 2013.
40. Jelle, B.P.; Kalnæs, S.E. Phase Change Materials for Application in Energy-Efficient Buildings. In *Cost-Effective Energy Efficient Building Retrofitting*; Elsevier, 2017; pp. 57–118 ISBN 978-0-08-101128-7.
41. Casini, M. Phase-Change Materials. In *Smart Buildings*; Elsevier, 2016; pp. 179–218 ISBN 978-0-08-100972-7.
42. Kodjo, J. Modélisation multi échelle du comportement thermomécanique des bétons incluant des matériaux à changement de phase micro encapsulés, Université Paris-Est: France, 2019.
43. Kang, Y.; Jeong, S.-G.; Wi, S.; Kim, S. Energy Efficient Bio-Based PCM with Silica Fume Composites to Apply in Concrete for Energy Saving in Buildings. *Solar Energy Materials and Solar Cells* **2015**, *143*, 430–434, doi:10.1016/j.solmat.2015.07.026.

44. Mondal, S. Phase Change Materials for Smart Textiles – An Overview. *Applied Thermal Engineering* **2008**, 28, 1536–1550, doi:10.1016/j.applthermaleng.2007.08.009.
45. Giro-Paloma, J.; Martínez, M.; Cabeza, L.F.; Fernández, A.I. Types, Methods, Techniques, and Applications for Microencapsulated Phase Change Materials (MPCM): A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2016**, 53, 1059–1075, doi:10.1016/j.rser.2015.09.040.
46. Giro-Paloma, J.; Oncins, G.; Barreneche, C.; Martínez, M.; Fernández, A.I.; Cabeza, L.F. Physico-Chemical and Mechanical Properties of Microencapsulated Phase Change Material. *Applied Energy* **2013**, 109, 441–448, doi:10.1016/j.apenergy.2012.11.007.
47. Chen, L.; Xie, Z.; Zhuang, X.; Chen, X.; Jing, X. Controlled Release of Urea Encapsulated by Starch-g-Poly(l-Lactide). *Carbohydrate Polymers* **2008**, 72, 342–348, doi:10.1016/j.carbpol.2007.09.003.
48. Cabeza, L.F.; Castell, A.; Barreneche, C.; de Gracia, A.; Fernández, A.I. Materials Used as PCM in Thermal Energy Storage in Buildings: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2011**, 15, 1675–1695, doi:10.1016/j.rser.2010.11.018.
49. O'Brien, R.D. *Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications*; 2004;
50. Noël, J.A.; Kreplak, L.; Getangama, N.N.; de Bruyn, J.R.; White, M.A. Supercooling and Nucleation of Fatty Acids: Influence of Thermal History on the Behavior of the Liquid Phase. *J. Phys. Chem. B* **2018**, 122, 12386–12395, doi:10.1021/acs.jpcc.8b10568.
51. Hasan, A.; Sayigh, A.A. Some Fatty Acids as Phase-Change Thermal Energy Storage Materials. *Renewable Energy* **1994**, 4, 69–76, doi:10.1016/0960-1481(94)90066-3.
52. Sambanthamurthi, R. Chemistry and Biochemistry of Palm Oil. *Progress in Lipid Research* **2000**, 39, 507–558, doi:10.1016/S0163-7827(00)00015-1.
53. Elias, C.N.; Stathopoulos, V.N. A Comprehensive Review of Recent Advances in Materials Aspects of Phase Change Materials in Thermal Energy Storage. *Energy Procedia* **2019**, 161, 385–394, doi:10.1016/j.egypro.2019.02.101.
54. Naresh, R.; Parameshwaran, R.; Vinayaka Ram, V. Bio-Based Phase-Change Materials. In *Bio-Based Materials and Biotechnologies for Eco-Efficient Construction*; Pacheco-Torgal, F., Ivanov, V., Tsang, D.C.W., Eds.; Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering; Woodhead Publishing, 2020; pp. 203–242 ISBN 978-0-12-819481-2.
55. Patel, J.S.; Gao, E.; Boddu, V.M.; Stephenson, L.D.; Kumar, A. Accelerated Long-Term Assessment of Thermal and Chemical Stability of Bio-Based Phase Change Materials. *Journal of Building Physics* **2017**, 40, 299–310, doi:10.1177/1744259115624178.
56. Németh, B.; Németh, Á.S.; Ujhidy, A.; Tóth, J.; Trif, L.; Gyenis, J.; Feczko, T. Fully Bio-Originated Latent Heat Storing Calcium Alginate Microcapsules with High Coconut Oil Loading. *Solar Energy* **2018**, 170, 314–322, doi:10.1016/j.solener.2018.05.066.
57. Gallart-Sirvent, P.; Martín, M.; Villorbina, G.; Balcells, M.; Solé, A.; Barrenche, C.; Cabeza, L.F.; Canela-Garayoa, R. Fatty Acid Eutectic Mixtures and Derivatives from Non-Edible Animal Fat as Phase Change Materials. *RSC Adv.* **2017**, 7, 24133–24139, doi:10.1039/C7RA03845C.

58. Liu, Z.; Fu, X.; Jiang, L.; Wu, B.; Wang, J.; Lei, J. Solvent-Free Synthesis and Properties of Novel Solid–Solid Phase Change Materials with Biodegradable Castor Oil for Thermal Energy Storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells* **2016**, *147*, 177–184, doi:10.1016/j.solmat.2015.12.009.
59. Ghani, S.A.A.; Jamari, S.S.; Abidin, S.Z. Waste Materials as the Potential Phase Change Material Substitute in Thermal Energy Storage System: A Review. *Chemical Engineering Communications* **2021**, *208*, 687–707, doi:10.1080/00986445.2020.1715960.
60. Abhat, A. Low Temperature Latent Heat Thermal Energy Storage: Heat Storage Materials. *Solar Energy* **1983**, *30*, 313–332, doi:10.1016/0038-092X(83)90186-X.
61. Ismail, K.A.R.; Lino, F.A.M.; Teggat, M.; Arıcı, M.; Machado, P.L.O.; Alves, T.A. A Comprehensive Review on Phase Change Materials and Applications in Buildings and Components. *ASME Open Journal of Engineering* **2022**, *1*.
62. Rodríguez-Ubiñas, E.; Ruíz-Valero, L.; Sánchez, S.V.; Neila González, F.J. Latent Heat Thermal Energy Storage Systems in Lightweight Construction: Review of PCM Applications in Solar Decathlon Houses.; New Forest, UK, July 12 2011; pp. 935–946.
63. Kharbouch, Y.; Mimet, A.; El Ganaoui, M. Thermal Impact Study of a Bio-Based Wall Coupled with an Inner PCM Layer. *Energy Procedia* **2017**, *139*, 10–15, doi:10.1016/j.egypro.2017.11.165.
64. Bahrar, M.; Djamai, Z.I.; EL Mankibi, M.; Si Larbi, A.; Salvia, M. Numerical and Experimental Study on the Use of Microencapsulated Phase Change Materials (PCMs) in Textile Reinforced Concrete Panels for Energy Storage. *Sustainable Cities and Society* **2018**, *41*, 455–468, doi:10.1016/j.scs.2018.06.014.
65. Mathis, D.; Blanchet, P.; Lagièrre, P.; Landry, V. Performance of Wood-Based Panels Integrated with a Bio-Based Phase Change Material: A Full-Scale Experiment in a Cold Climate with Timber-Frame Huts. *Energies* **2018**, *11*, 3093, doi:10.3390/en11113093.
66. Li, Q.; Ju, Z.; Wang, Z.; Ma, L.; Jiang, W.; Li, D.; Jia, J. Thermal Performance and Economy of PCM Foamed Cement Walls for Buildings in Different Climate Zones. *Energy and Buildings* **2022**, *277*, 112470, doi:10.1016/j.enbuild.2022.112470.
67. Al-Absi, Z.A.; Hafizal, M.I.M.; Ismail, M. Innovative PCM-Incorporated Foamed Concrete Panels for Walls' Exterior Cladding: An Experimental Assessment in Real-Weather Conditions. *Energy and Buildings* **2023**, *288*, 113003, doi:10.1016/j.enbuild.2023.113003.
68. Fenollera, M.; Míguez, J.; Goicoechea, I.; Lorenzo, J.; Ángel Álvarez, M. The Influence of Phase Change Materials on the Properties of Self-Compacting Concrete. *Materials* **2013**, *6*, 3530–3546, doi:10.3390/ma6083530.
69. Jayalath, A.; San Nicolas, R.; Sofi, M.; Shanks, R.; Ngo, T.; Aye, L.; Mendis, P. Properties of Cementitious Mortar and Concrete Containing Micro-Encapsulated Phase Change Materials. *Construction and Building Materials* **2016**, *120*, 408–417, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.05.116.
70. Lecompte, T.; Le Bideau, P.; Glouannec, P.; Nortershauser, D.; Le Masson, S. Mechanical and Thermo-Physical Behaviour of Concretes and Mortars Containing Phase

- Change Material. *Energy and Buildings* **2015**, 94, 52–60, doi:10.1016/j.enbuild.2015.02.044.
71. Cunha, S.; Lima, M.; Aguiar, J.B. Influence of Adding Phase Change Materials on the Physical and Mechanical Properties of Cement Mortars. *Construction and Building Materials* **2016**, 127, 1–10, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.09.119.
72. Adesina, A. Review of the Impact of Incorporation of Phase Change Materials on the Compressive Strength of Concrete.; September 2018; p. 2.
73. Berardi, U.; Gallardo, A.A. Properties of Concretes Enhanced with Phase Change Materials for Building Applications. *Energy and Buildings* **2019**, 199, 402–414, doi:10.1016/j.enbuild.2019.07.014.
74. Das, R.; Siva Ranjani Gandhi, I.; Muthukumar, P. Use of Agglomerated Micro-Encapsulated Phase Change Material in Cement Mortar as Thermal Energy Storage Material for Buildings. *Materials Today: Proceedings* **2022**, 65, 808–814, doi:10.1016/j.matpr.2022.03.316.
75. Figueiredo, A.; Lapa, J.; Vicente, R.; Cardoso, C. Mechanical and Thermal Characterization of Concrete with Incorporation of Microencapsulated PCM for Applications in Thermally Activated Slabs. *Construction and Building Materials* **2016**, 112, 639–647, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.02.225.
76. Hunger, M.; Entrop, A.G.; Mandilaras, I.; Brouwers, H.J.H.; Founti, M. The Behavior of Self-Compacting Concrete Containing Micro-Encapsulated Phase Change Materials. *Cement and Concrete Composites* **2009**, 31, 731–743, doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.08.002.
77. Snoeck, D.; Priem, B.; Dubruel, P.; De Belie, N. Encapsulated Phase-Change Materials as Additives in Cementitious Materials to Promote Thermal Comfort in Concrete Constructions. *Mater Struct* **2016**, 49, 225–239, doi:10.1617/s11527-014-0490-5.
78. Pilehvar, S.; Cao, V.D.; Szczotok, A.M.; Carmona, M.; Valentini, L.; Lanzón, M.; Pamies, R.; Kjøniksen, A.-L. Physical and Mechanical Properties of Fly Ash and Slag Geopolymer Concrete Containing Different Types of Micro-Encapsulated Phase Change Materials. *Construction and Building Materials* **2018**, 173, 28–39, doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.04.016.
79. Cunha, S.; Aguiar, J.; Ferreira, V.; Tadeu, A. Mortars Based in Different Binders with Incorporation of Phase-Change Materials: Physical and Mechanical Properties. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* **2015**, 19, 1216–1233, doi:10.1080/19648189.2015.1008651.
80. Cunha, S.; Aguiar, J.; Pacheco-Torgal, F. Effect of Temperature on Mortars with Incorporation of Phase Change Materials. *Construction and Building Materials* **2015**, 98, 89–101, doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.08.077.
81. Djamai, Z.I.; Salvatore, F.; Si Larbi, A.; Cai, G.; El Mankibi, M. Multiphysics Analysis of Effects of Encapsulated Phase Change Materials (PCMs) in Cement Mortars. *Cement and Concrete Research* **2019**, 119, 51–63, doi:10.1016/j.cemconres.2019.02.002.
82. Cao, V.D.; Pilehvar, S.; Salas-Bringas, C.; Szczotok, A.M.; Rodriguez, J.F.; Carmona, M.; Al-Manasir, N.; Kjøniksen, A.-L. Microencapsulated Phase Change Materials for Enhancing the Thermal Performance of Portland Cement Concrete and Geopolymer

- Concrete for Passive Building Applications. *Energy Conversion and Management* **2017**, 133, 56–66, doi:10.1016/j.enconman.2016.11.061.
83. Wei, Z.; Falzone, G.; Wang, B.; Thiele, A.; Puerta-Falla, G.; Pilon, L.; Neithalath, N.; Sant, G. The Durability of Cementitious Composites Containing Microencapsulated Phase Change Materials. *Cement and Concrete Composites* **2017**, 81, 66–76, doi:10.1016/j.cemconcomp.2017.04.010.
84. Drissi, S.; Ling, T.-C.; Mo, K.H.; Eddhahak, A. A Review of Microencapsulated and Composite Phase Change Materials: Alteration of Strength and Thermal Properties of Cement-Based Materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2019**, 110, 467–484, doi:10.1016/j.rser.2019.04.072.
85. Eddhahak, A.; Drissi, S.; Colin, J.; Caré, S.; Neji, J. Effect of Phase Change Materials on the Hydration Reaction and Kinetic of PCM-Mortars. *J Therm Anal Calorim* **2014**, 117, 537–545, doi:10.1007/s10973-014-3844-x.
86. Kim, Y.-R.; Khil, B.-S.; Jang, S.-J.; Choi, W.-C.; Yun, H.-D. Effect of Barium-Based Phase Change Material (PCM) to Control the Heat of Hydration on the Mechanical Properties of Mass Concrete. *Thermochimica Acta* **2015**, 613, 100–107, doi:10.1016/j.tca.2015.05.025.
87. Šavija, B.; Schlangen, E. Use of Phase Change Materials (PCMs) to Mitigate Early Age Thermal Cracking in Concrete: Theoretical Considerations. *Construction and Building Materials* **2016**, 126, 332–344, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.09.046.
88. Drissi, S.; Eddhahak, A.; Neji, J.; Caré, S. Etude de l’impact des Matériaux à Changement de Phase (MCP) sur l’hydratation des bétons-MCP. In Proceedings of the Conference: journées scientifiques Franco-maghrébines-CMC; Tunisie, 2014; p. 6.
89. Dehdezi, P.K.; Hall, M.R.; Dawson, A.R.; Casey, S.P. Thermal, Mechanical and Microstructural Analysis of Concrete Containing Microencapsulated Phase Change Materials. *International Journal of Pavement Engineering* **2013**, 14, 449–462, doi:10.1080/10298436.2012.716837.
90. D’Alessandro, A.; Pisello, A.L.; Fabiani, C.; Ubertini, F.; Cabeza, L.F.; Cotana, F. Multifunctional Smart Concretes with Novel Phase Change Materials: Mechanical and Thermo-Energy Investigation. *Applied Energy* **2018**, 212, 1448–1461, doi:10.1016/j.apenergy.2018.01.014.
91. Meshgin, P.; Xi, Y. Effect of Phase-Change Materials on Properties of Concrete. *MJ* **2012**, 109, doi:10.14359/51683572.
92. Niall, D.; Kinnane, O.; West, R.P.; McCormack, S. Mechanical and Thermal Evaluation of Different Types of PCM–Concrete Composite Panels. *Journal of Structural Integrity and Maintenance* **2017**, 2, 100–108, doi:10.1080/24705314.2017.1318039.
93. Djamai, Z.I. Contribution à la caractérisation multi-échelle de composites textile mortier à inertie thermique renforcée par des matériaux à changement de phase (composite MCP-TRC): application au bâtiment, Université de Lyon, 2018.
94. Drissi, S.; Mo, K.H.; Falchetto, A.C.; Ling, T.-C. Understanding the Compressive Strength Degradation Mechanism of Cement-Paste Incorporating Phase Change Material. *Cement and Concrete Composites* **2021**, 124, 104249, doi:10.1016/j.cemconcomp.2021.104249.

95. Zhang, Z.; Shi, G.; Wang, S.; Fang, X.; Liu, X. Thermal Energy Storage Cement Mortar Containing N-Octadecane/Expanded Graphite Composite Phase Change Material. *Renewable Energy* **2013**, *50*, 670–675, doi:10.1016/j.renene.2012.08.024.
96. Kahwaji, S.; Johnson, M.B.; Kheirabadi, A.C.; Groulx, D.; White, M.A. A Comprehensive Study of Properties of Paraffin Phase Change Materials for Solar Thermal Energy Storage and Thermal Management Applications. *Energy* **2018**, *162*, 1169–1182, doi:10.1016/j.energy.2018.08.068.
97. Batra, S. Other Long Vegetable Fibers: Abaca, Banana, Sisal, Henequen, Flax, Ramie, Hemp, Sunn, and Coir. In *Handbook of Fiber Chemistry, Third Edition*; Lewin, M., Ed.; International Fiber Science and Technology; CRC Press, 2006; Vol. 20061511 ISBN 978-0-8247-2565-5.
98. Linger, P. Industrial Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Growing on Heavy Metal Contaminated Soil: Fibre Quality and Phytoremediation Potential. *Industrial Crops and Products* **2002**.
99. Onuaguluchi, O.; Banthia, N. Plant-Based Natural Fibre Reinforced Cement Composites: A Review. *Cement and Concrete Composites* **2016**, *68*, 96–108, doi:10.1016/j.cemconcomp.2016.02.014.
100. *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*; Mohanty, A.K., Misra, M., Drzal, L.T., Eds.; Taylor & Francis: Boca Raton, FL, 2005; ISBN 978-0-8493-1741-5.
101. Faruk, O.; Bledzki, A.K.; Fink, H.-P.; Sain, M. Biocomposites Reinforced with Natural Fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science* **2012**, *37*, 1552–1596, doi:10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003.
102. Kaack, K.; Schwarz, K.-U.; Brander, P.E. Variation in Morphology, Anatomy and Chemistry of Stems of *Miscanthus* Genotypes Differing in Mechanical Properties. *Industrial Crops and Products* **2003**, *17*, 131–142, doi:https://doi.org/10.1016/S0926-6690(02)00093-6.
103. Fan, M.; Fu, F. Introduction. In *Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction*; Elsevier, 2017; pp. 1–20 ISBN 978-0-08-100411-1.
104. Baley, C. Analysis of the Flax Fibres Tensile Behaviour and Analysis of the Tensile Stiffness Increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2002**, *33*, 939–948, doi:10.1016/S1359-835X(02)00040-4.
105. Mortha, G.; Dupont, A.-L. Chimie des procédés de fabrication des pâtes lignocellulosiques écruës. *Bois et papiers* **2016**, doi:10.51257/a-v1-af6821.
106. *Handbook of Pulp*; Sixta, H., Ed.; Wiley-VCH ; John Wiley, distributor]: Weinheim : [Chichester, 2006; ISBN 978-3-527-30999-3.
107. Arsène, M.-A.; Jr, H.S.; Ghavami, K.; Soboyejo, W.O. Cementitious Composites Reinforced with Vegetable Fibers. *Proceedings of the First Inter-American Conference on Non-conventional Materials and Technologies in the Eco-construction and Infrastructure* **2003**.
108. Pude, R.; Treseler, C.-H.; Trettin, R.; Noga, G. Suitability of *Miscanthus* Genotypes for Lightweight Concrete. *Bodenkultur* **2005**, *56*, 61–69.

109. Ramakrishna, G.; Sundararajan, T. Studies on the Durability of Natural Fibres and the Effect of Corroded Fibres on the Strength of Mortar. *Cement and Concrete Composites* **2005**, *27*, 575–582, doi:10.1016/j.cemconcomp.2004.09.008.
110. Reddy, N.; Yang, Y. Biofibers from Agricultural Byproducts for Industrial Applications. *Trends in Biotechnology* **2005**, *23*, 22–27, doi:10.1016/j.tibtech.2004.11.002.
111. Henriksson, G.; Akin, D.E.; Hanlin, R.T.; Rodriguez, C.; Archibald, D.D.; Rigsby, L.L.; Eriksson, K.L. Identification and Retting Efficiencies of Fungi Isolated from Dew-Retted Flax in the United States and Europe. *Appl Environ Microbiol* **1997**, *63*, 3950–3956, doi:10.1128/aem.63.10.3950-3956.1997.
112. Mukherjee, R.R.; Radhakrishnan, T. LONG VEGETABLE FIBRES. *Textile Progress* **1972**, *4*, 1–75, doi:10.1080/00405167208688974.
113. Lewandowski, I.; Clifton-Brown, J.; Kiesel, A.; Hastings, A.; Iqbal, Y. 2- Miscanthus. In *Perennial Grasses for Bioenergy and Bioproducts*; Alexopoulou, E., Ed.; Academic Press, 2018; p. Pages 35-59 ISBN 978-0-12-812900-5.
114. Lewandowski, I.; Heinz, A. Delayed Harvest of Miscanthus—Influences on Biomass Quantity and Quality and Environmental Impacts of Energy Production. *European Journal of Agronomy* **2003**, *19*, 45–63, doi:10.1016/S1161-0301(02)00018-7.
115. Dias, P.P.; Waldmann, D. Optimisation of the Mechanical Properties of Miscanthus Lightweight Concrete. *Construction and Building Materials* **2020**, *258*, 119643, doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.119643.
116. Les chiffres de la filière française, <https://france-miscanthus.org/le-miscanthus-en-chiffres/>. *France Miscanthus*.
117. Bami, C. Enjeux de La Filière Thermique Du Miscanthus : Évaluation de l'effet d'une Culture de Miscanthus × Giganteus et de La Valorisation Agronomique de Ses Cendres, Sur La Qualité Du Sol, AgroCampus Ouest Rennes, 2020.
118. Strullu, L. Nitrogen fluxes in a perennial energetic crop, Miscanthus x giganteus: experimental study and modelling elements.
119. Rondin, M. *Sur Les Traces d'une Nouvelle Filière Dans Le Secteur Du Bâtiment : Le Miscanthus*; ENSA Nantes, 2021;
120. Benmansour, N.; Agoudjil, B.; Gherabli, A.; Kareche, A.; Boudenne, A. Thermal and Mechanical Performance of Natural Mortar Reinforced with Date Palm Fibers for Use as Insulating Materials in Building. *Energy and Buildings* **2014**, *81*, 98–104, doi:10.1016/j.enbuild.2014.05.032.
121. Bennai, F.; Ferroukhi, M.Y.; Benmahiddine, F.; Belarbi, R.; Nouviaire, A. Assessment of Hygrothermal Performance of Hemp Concrete Compared to Conventional Building Materials at Overall Building Scale. *Construction and Building Materials* **2022**, *316*, 126007, doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.126007.
122. de Bruijn, P.; Johansson, P. Moisture Fixation and Thermal Properties of Lime–Hemp Concrete. *Construction and Building Materials* **2013**, *47*, 1235–1242, doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.06.006.
123. Haba, B.; Agoudjil, B.; Boudenne, A.; Benzarti, K. Hygric Properties and Thermal Conductivity of a New Insulation Material for Building Based on Date Palm Concrete.

- Construction and Building Materials* **2017**, 154, 963–971, doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.025.
124. Chennouf, N.; Agoudjil, B.; Boudenne, A.; Benzarti, K.; Bouras, F. Hygrothermal Characterization of a New Bio-Based Construction Material: Concrete Reinforced with Date Palm Fibers. *Construction and Building Materials* **2018**, 192, 348–356, doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.10.089.
 125. Collet, F.; Chamoin, J.; Pretot, S.; Lanos, C. Comparison of the Hygric Behaviour of Three Hemp Concretes. *Energy and Buildings* **2013**, 62, 294–303, doi:10.1016/j.enbuild.2013.03.010.
 126. Walker, R.; Pavía, S. Moisture Transfer and Thermal Properties of Hemp–Lime Concretes. *Construction and Building Materials* **2014**, 64, 270–276, doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.04.081.
 127. Wu, F.; Yu, Q.; Brouwers, H.J.H. Long-Term Performance of Bio-Based Miscanthus Mortar. *Construction and Building Materials* **2022**, 324, 126703, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.126703.
 128. Magniont, C.; Escadeillas, G. Chemical Composition of Bio-Aggregates and Their Interactions with Mineral Binders. In *Bio-aggregates Based Building Materials*; Amziane, S., Collet, F., Eds.; RILEM State-of-the-Art Reports; Springer Netherlands: Dordrecht, 2017; Vol. 23, pp. 1–37 ISBN 978-94-024-1030-3.
 129. Chen, Y.; Yu, Q.L.; Brouwers, H.J.H. Acoustic Performance and Microstructural Analysis of Bio-Based Lightweight Concrete Containing Miscanthus. *Construction and Building Materials* **2017**, 157, 839–851, doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.09.161.
 130. Nguyen, T.T. Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre.
 131. Arnaud, L.; Gourlay, E. Experimental Study of Parameters Influencing Mechanical Properties of Hemp Concretes. *Construction and Building Materials* **2012**, 28, 50–56, doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052.
 132. Mansur, M.A.; Aziz, M.A. A Study, of Jute Fibre Reinforced Cement Composites. *International Journal of Cement Composites and Lighweigth Concrete* **1982**, 4, 75–82, doi:https://doi.org/10.1016/0262-5075(82)90011-2.
 133. Savastano, H.; Agopyan, V.; Nolasco, A.M.; Pimentel, L. Plant Fibre Reinforced Cement Components for Roofing. *Construction and Building Materials* **1999**, 13, 433–438, doi:10.1016/S0950-0618(99)00046-X.
 134. Panesar, D.K.; Shindman, B. The Mechanical, Transport and Thermal Properties of Mortar and Concrete Containing Waste Cork. *Cement and Concrete Composites* **2012**, 34, 982–992, doi:10.1016/j.cemconcomp.2012.06.003.
 135. Chen, Y.X.; Wu, F.; Yu, Q.; Brouwers, H.J.H. Bio-Based Ultra-Lightweight Concrete Applying Miscanthus Fibers: Acoustic Absorption and Thermal Insulation. *Cement and Concrete Composites* **2020**, 114, 103829, doi:10.1016/j.cemconcomp.2020.103829.
 136. Courard, L.; Darimont, A.; Louis, A.; Michel, F. Mineralization of Bio-Based Materials Effects on Cement Based Mix Properties-1. **2012**, 14.

137. Diquélou, Y.; Gourlay, E.; Arnaud, L.; Kurek, B. Impact of Hemp Shiv on Cement Setting and Hardening: Influence of the Extracted Components from the Aggregates and Study of the Interfaces with the Inorganic Matrix. *Cement and Concrete Composites* **2015**, *55*, 112–121, doi:10.1016/j.cemconcomp.2014.09.004.
138. Bilba, K.; Arsene, M.-A.; Ouensanga, A. Sugar Cane Bagasse Fibre Reinforced Cement Composites. Part I. Influence of the Botanical Components of Bagasse on the Setting of Bagasse/Cement Composite. *Cement and Concrete Composites* **2003**, *25*, 91–96, doi:10.1016/S0958-9465(02)00003-3.
139. Sudin, R.; Swamy, N. Bamboo and Wood Fibre Cement Composites for Sustainable Infrastructure Regeneration. *J Mater Sci* **2006**, *41*, 6917–6924, doi:10.1007/s10853-006-0224-3.
140. Sedan, D.; Pagnoux, C.; Smith, A.; Chotard, T. Mechanical Properties of Hemp Fibre Reinforced Cement: Influence of the Fibre/Matrix Interaction. *Journal of the European Ceramic Society* **2008**, *28*, 183–192, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.019.
141. Vaickelionis, G.; Vaickelioniene, R. Cement Hydration in the Presence of Wood Extractives and Pozzolan Minerla Additives. *Ceramics - Silikaty* **2006**, *50*, 115–122.
142. Fan, M.; Ndikontar, M.K.; Zhou, X.; Ngamveng, J.N. Cement-Bonded Composites Made from Tropical Woods: Compatibility of Wood and Cement. *Construction and Building Materials* **2012**, *36*, 135–140, doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.089.
143. Boix, E.; Gineau, E.; Narciso, J.O.; Höfte, H.; Mouille, G. Influence of Chemical Treatments of Miscanthus Stem Fragments on Polysaccharide Release in the Presence of Cement and on the Mechanical Properties of Bio-Based Concrete Materials. *Cement and Concrete Composites* **2020**, *105*.
144. Jorge, F.C.; Pereira, C.; Ferreira, J.M.F. Wood-Cement Composites: A Review. *Holz Roh Werkst* **2004**, *62*, 370–377, doi:10.1007/s00107-004-0501-2.
145. Bishop, M.; Barron, A.R. Cement Hydration Inhibition with Sucrose, Tartaric Acid, and Lignosulfonate: Analytical and Spectroscopic Study. *Ind. Eng. Chem. Res.* **2006**, *45*, 7042–7049, doi:10.1021/ie060806t.
146. Laverde, V.; Marin, A.; Benjumea, J.M.; Rincón Ortiz, M. Use of Vegetable Fibers as Reinforcements in Cement-Matrix Composite Materials: A Review. *Construction and Building Materials* **2022**, *340*, 127729, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.127729.
147. Li, X.; Tabil, L.G.; Panigrahi, S. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *J Polym Environ* **2007**, *15*, 25–33, doi:10.1007/s10924-006-0042-3.
148. Borsoi, C.; Menin, C.; Lavoratti, A.; Zattera, A.J. Grape Stalk Fibers as Reinforcing Filler for Polymer Composites with a Polystyrene Matrix. *Journal of Applied Polymer Science* **2019**, *136*, 47427, doi:10.1002/app.47427.
149. Claramunt, J.; Ardanuy, M.; García-Hortal, J.A.; Filho, R.D.T. The Hornification of Vegetable Fibers to Improve the Durability of Cement Mortar Composites. *Cement and Concrete Composites* **2011**, *33*, 586–595, doi:10.1016/j.cemconcomp.2011.03.003.
150. Claramunt, J.; Ardanuy, M.; García-Hortal, J.A. Effect of Drying and Rewetting Cycles on the Structure and Physicochemical Characteristics of Softwood Fibres for

- Reinforcement of Cementitious Composites. *Carbohydrate Polymers* **2010**, 79, 200–205, doi:10.1016/j.carbpol.2009.07.057.
151. Tonoli, G.H.D.; Belgacem, M.N.; Bras, J.; Pereira-da-Silva, M.A.; Rocco Lahr, F.A.; Savastano, H. Impact of Bleaching Pine Fibre on the Fibre/Cement Interface. *J Mater Sci* **2012**, 47, 4167–4177, doi:10.1007/s10853-012-6271-z.
 152. Chikhi, M.; Agoudjil, B.; Boudenne, A.; Gherabli, A. Experimental Investigation of New Biocomposite with Low Cost for Thermal Insulation. *Energy and Buildings* **2013**, 66, 267–273, doi:10.1016/j.enbuild.2013.07.019.
 153. Salem, T.; Fois, M.; Omikrine-Metalssi, O.; Manuel, R.; Fen-Chong, T. Thermal and Mechanical Performances of Cement-Based Mortars Reinforced with Vegetable Synthetic Sponge Wastes and Silica Fume. *Construction and Building Materials* **2020**, 264, 120213, doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.120213.
 154. Le Ngoc Huyen, T.; Queneudec T’Kint, M.; Remond, C.; Chabbert, B.; Dheilly, R.-M. Saccharification of Miscanthus x Giganteus, Incorporation of Lignocellulosic by-Product in Cementitious Matrix. *Comptes Rendus Biologies* **2011**, 334, 837.e1-837.e11, doi:10.1016/j.crv.2011.07.008.
 155. Hernández-Olivares, F.; Bollati, M.R.; del Rio, M.; Parga-Landa, B. Development of Cork–Gypsum Composites for Building Applications. *Construction and Building Materials* **1999**, 13, 179–186, doi:10.1016/S0950-0618(99)00021-5.
 156. Li, Z.; Wang, X.; Wang, L. Properties of Hemp Fibre Reinforced Concrete Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2006**, 37, 497–505, doi:10.1016/j.compositesa.2005.01.032.
 157. Dias, P.P. Dry-Stacked Insulation Masonry Blocks Based on Miscanthus Concrete, Université du Luxembourg, 2021.
 158. Benmahiddine, F.; Cherif, R.; Bennai, F.; Belarbi, R.; Tahakourt, A.; Abahri, K. Effect of Flax Shives Content and Size on the Hygrothermal and Mechanical Properties of Flax Concrete. *Construction and Building Materials* **2020**, 262, 120077, doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.120077.
 159. Horma, O.; Charai, M.; El Hassani, S.; El Hammouti, A.; Mezrhab, A. Thermo-Physical and Mechanical Characterization of Cement-Based Mortar Incorporating Spent Tea. *Journal of Building Engineering* **2022**, 52, 104392, doi:10.1016/j.job.2022.104392.
 160. Collet, F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, 2004.
 161. Mazhoud, B. Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés. 213.
 162. Charai, M.; Mezrhab, A.; Moga, L.; Karkri, M. Hygrothermal, Mechanical and Durability Assessment of Vegetable Concrete Mixes Made with Alfa Fibers for Structural and Thermal Insulating Applications. *Construction and Building Materials* **2022**, 335, 127518, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.127518.
 163. Li, G.; Yu, Y.; Zhao, Z.; Li, J.; Li, C. Properties Study of Cotton Stalk Fiber/Gypsum Composite. *Cement and Concrete Research* **2003**, 33, 43–46, doi:https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00915-8.

164. Schnabel, T.; Huber, H.; Petutschnigg, A.; Jäger, A. Analysis of Plant Materials Pre-Treated by Steam Explosion Technology for Their Usability as Insulating Materials. *Agronomy Research* **2019**, *17*, 1191–1198, doi:10.15159/AR.19.061.
165. Cérézo, V. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique, 2005.
166. Gourlay, E.; Glé, P.; Marceau, S.; Foy, C.; Moscardelli, S. Effect of Water Content on the Acoustical and Thermal Properties of Hemp Concretes. *Construction and Building Materials* **2017**, *139*, 513–523, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.11.018.
167. Siwińska, A.; Garbalińska, H. Thermal Conductivity Coefficient of Cement-Based Mortars as Air Relative Humidity Function. *Heat Mass Transfer* **2011**, *47*, 1077–1087, doi:10.1007/s00231-011-0772-1.
168. Pierre, T.; Colinart, T.; Glouannec, P. Measurement of Thermal Properties of Biosourced Building Materials. *Int J Thermophys* **2014**, *35*, 1832–1852, doi:10.1007/s10765-013-1477-0.
169. Collet, F.; Pretot, S. Thermal Conductivity of Hemp Concretes: Variation with Formulation, Density and Water Content. *Construction and Building Materials* **2014**, *65*, 612–619, doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.
170. Collet, F. Hygric and Thermal Properties of Bio-Aggregate Based Building Materials. In *Bio-aggregates Based Building Materials*; Amziane, S., Collet, F., Eds.; RILEM State-of-the-Art Reports; Springer Netherlands: Dordrecht, 2017; Vol. 23, pp. 125–147 ISBN 978-94-024-1030-3.
171. Tran Le, A.D.; Samri, D.; Rahim, M.; Douzane, O.; Promis, G.; Langlet, T. Effect of Temperature-Dependent Sorption Characteristics on The Hygrothermal Behavior of Hemp Concrete. *Energy Procedia* **2015**, *78*, 1449–1454, doi:10.1016/j.egypro.2015.11.169.
172. Bouguerra, A.; Sallée, H.; De Barquin, F.; Dheilily, R.M.; Quéneudec, M. Isothermal Moisture Properties of Wood-Cementitious Composites. *Cement and Concrete Research* **1999**, *29*, 339–347, doi:10.1016/S0008-8846(98)00232-4.
173. Langmuir, I. THE ADSORPTION OF GASES ON PLANE SURFACES OF GLASS, MICA AND PLATINUM. *J. Am. Chem. Soc.* **1918**, *40*, 1361–1403, doi:10.1021/ja02242a004.
174. Lagouin, M. Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi bicouche bio et géosourcée.
175. Kreiger, B.K.; Srubar, W.V. Moisture Buffering in Buildings: A Review of Experimental and Numerical Methods. *Energy and Buildings* **2019**, *202*, 109394, doi:10.1016/j.enbuild.2019.109394.
176. Chennouf, N.; Agoudjil, B.; Alioua, T.; Boudenne, A.; Benzarti, K. Experimental Investigation on Hygrothermal Performance of a Bio-Based Wall Made of Cement Mortar Filled with Date Palm Fibers. *Energy and Buildings* **2019**, *202*, 109413, doi:10.1016/j.enbuild.2019.109413.
177. Benmahiddine, F.; Bennai, F.; Cherif, R.; Belarbi, R.; Tahakourt, A.; Abahri, K. Experimental Investigation on the Influence of Immersion/Drying Cycles on the

- Hygrothermal and Mechanical Properties of Hemp Concrete. *Journal of Building Engineering* **2020**, 32, 101758, doi:10.1016/j.job.2020.101758.
178. Rode, C.; Peuhkuri, R.; Hansen, K.K.; Time, B.; Svennberg, K.; Arfvidsson, J.; Ojanen, T. NORDTEST Project on Moisture Buffer Value of Materials. **2005**, 7.
 179. Brás, A.; Gonçalves, F.; Faustino, P. Cork-Based Mortars for Thermal Bridges Correction in a Dwelling: Thermal Performance and Cost Evaluation. *Energy and Buildings* **2014**, 72, 296–308, doi:10.1016/j.enbuild.2013.12.022.
 180. Alassaad, F.; Touati, K.; Levacher, D.; Sebaibi, N. Impact of Phase Change Materials on Lightened Earth Hygroscopic, Thermal and Mechanical Properties. *Journal of Building Engineering* **2021**, 41, 102417, doi:10.1016/j.job.2021.102417.
 181. Alassaad, F.; Touati, K.; Levacher, D.; Sebaibi, N. Effect of Latent Heat Storage on Thermal Comfort and Energy Consumption in Lightweight Earth-Based Housings. *Building and Environment* **2023**, 229, 109915, doi:10.1016/j.buildenv.2022.109915.
 182. Sawadogo, M.; Godin, A.; Duquesne, M.; Lacroix, E.; Veillère, A.; Hamami, A.E.A.; Belarbi, R. Investigation of Eco-Friendly and Economic Shape-Stabilized Composites for Building Walls and Thermal Comfort. *Building and Environment* **2023**, 231, 110026, doi:10.1016/j.buildenv.2023.110026.
 183. Sawadogo, M.; Benmahiddine, F.; Hamami, A.E.A.; Belarbi, R.; Godin, A.; Duquesne, M. Investigation of a Novel Bio-Based Phase Change Material Hemp Concrete for Passive Energy Storage in Buildings. *Applied Thermal Engineering* **2022**, 212, 118620, doi:10.1016/j.applthermaleng.2022.118620.
 184. Guardia, C.; Barluenga, G.; Palomar, I.; Diarce, G. Thermal Enhanced Cement-Lime Mortars with Phase Change Materials (PCM), Lightweight Aggregate and Cellulose Fibers. *Construction and Building Materials* **2019**, 221, 586–594, doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.06.098.
 185. Alioua, T. Etude, à l'échelle Du Mur, Des Transferts Hygrothermiques Dans Les Composites Biosources. Thèse de doctorat, Paris-Est Créteil: Créteil, France, 2020.
 186. Leang, E. Performance énergétique d'un mur solaire utilisant un stockage latent, Université d'Artois: France, 2019.
 187. Thiele, A. Microencapsulated Phase Change Composite Materials for Energy Efficient Buildings, University of California Los Angeles, 2016.
 188. Rahim, M.; Douzane, O.; Tran Le, A.D.; Promis, G.; Langlet, T. Experimental Investigation of Hygrothermal Behavior of Two Bio-Based Building Envelopes. *Energy and Buildings* **2017**, 139, 608–615, doi:10.1016/j.enbuild.2017.01.058.
 189. Boumediene, N.; Collet, F.; Prétot, S.; Elaoud, S. Hygrothermal Behavior of a Washing Fines–Hemp Wall under French and Tunisian Summer Climates: Experimental and Numerical Approach. *Materials* **2022**, 15, 1103, doi:10.3390/ma15031103.
 190. Colinart, T.; Glouannec, P.; Pierre, T.; Chauvelon, P.; Magueresse, A. Experimental Study on the Hygrothermal Behavior of a Coated Sprayed Hemp Concrete Wall. *Buildings* **2013**, 3, 79–99, doi:10.3390/buildings3010079.

191. Anter, A.G.; Sultan, A.A.; Hegazi, A.A.; El Bouz, M.A. Thermal Performance and Energy Saving Using Phase Change Materials (PCM) Integrated in Building Walls. *Journal of Energy Storage* **2023**, *67*, 107568, doi:10.1016/j.est.2023.107568.
192. Bruno, R.; Bevilacqua, P. Bio-PCM to Enhance Dynamic Thermal Properties of Dry-Assembled Wooden Walls: Experimental Results. *Building and Environment* **2023**, *242*, 110526, doi:10.1016/j.buildenv.2023.110526.
193. Wu, D.; Rahim, M.; El Ganaoui, M.; Bennacer, R.; Djedjig, R.; Liu, B. Dynamic Hygrothermal Behavior and Energy Performance Analysis of a Novel Multilayer Building Envelope Based on PCM and Hemp Concrete. *Construction and Building Materials* **2022**, *341*, 127739, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.127739.
194. Philip, J.R.; De Vries, D.A. Moisture Movement in Porous Materials under Temperature Gradients. *Trans. AGU* **1957**, *38*, 222, doi:10.1029/TR038i002p00222.
195. Künzeli, H.M. *Simultaneous Heat and Moisture Transport in Building Components: One- and Two-Dimensional Calculation Using Simple Parameters*; IRB Verlag: Stuttgart, 1995; ISBN 978-3-8167-4103-9.
196. Luikov, A.V. Application of Irreversible Thermodynamics Methods to Investigation of Heat and Mass Transfer. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **1966**, *9*, 139–152, doi:10.1016/0017-9310(66)90128-1.
197. Mendes, N.; Ridley, I.; Lamberts, R.; Philippi, P.C.; Budag, K. UMIDUS: A Pc Program for the Prediction of Heat and Moisture Transfer in Porous Building Elements.
198. EnergyPlus *Getting Started with EnergyPlus Basic: Concepts Manual Essential Information You Need about Running EnergyPlus*; 2022;
199. Spitz, C.; Woloszyn, M.; Buhé, C.; Labat, M.; de Savoie, U.; de Lyon, U. Simulating Combined Heat and Moisture Transfer with EnergyPlus: An Uncertainty Study and Comparison with Experimental Data.
200. Yang, J.; Fu, H.; Qin, M. Evaluation of Different Thermal Models in EnergyPlus for Calculating Moisture Effects on Building Energy Consumption in Different Climate Conditions. *Procedia Engineering* **2015**, *121*, 1635–1641, doi:10.1016/j.proeng.2015.09.194.
201. Alioua, T.; Agoudjil, B.; Chennouf, N.; Boudenne, A.; Benzarti, K. Investigation on Heat and Moisture Transfer in Bio-Based Building Wall with Consideration of the Hysteresis Effect. *Building and Environment* **2019**, *163*, 106333, doi:10.1016/j.buildenv.2019.106333.
202. AL-Saadi, S.N.; Zhai, Z. (John) Modeling Phase Change Materials Embedded in Building Enclosure: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2013**, *21*, 659–673, doi:10.1016/j.rser.2013.01.024.
203. Basu, B.; Date, A.W. Numerical Modelling of Melting and Solidification Problems—A Review. *Sadhana* **1988**, *13*, 169–213, doi:10.1007/BF02812200.
204. Voller, V.R.; Prakash, C. A Fixed Grid Numerical Modelling Methodology for Convection-Diffusion Mushy Region Phase-Change Problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **1987**, *30*, 1709–1719.

205. Voller, V.; Cross, M. Accurate Solutions of Moving Boundary Problems Using the Enthalpy Method. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **1981**, *24*, 545–556, doi:10.1016/0017-9310(81)90062-4.
206. Date, A.W. Novel Strongly Implicit Enthalpy Formulation for Multidimensional Stefan Problems. *Numerical Heat Transfer, Part B: Fundamentals* **1992**, *21*, 231–251, doi:10.1080/10407799208944918.
207. Caldwell, J.; Chan, C.C. Numerical Solutions of Stefan Problem in Annuli by Enthalpy Method and Heat Balance Integral Method. *Commun. Numer. Meth. Engng.* **2001**, *17*, 395–405, doi:10.1002/cnm.415.
208. Goodrich, L.E. Efficient Numerical Technique for One-Dimensional Thermal Problems with Phase Change. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **1978**, *21*, 615–621, doi:10.1016/0017-9310(78)90058-3.
209. Yao, M.; Chait, A. An Alternative Formulation of the Apparent Heat Capacity Method for Phase Change Problems. *Numerical Heat Transfer, Part B: Fundamentals* **1993**, *24*, 279–300, doi:10.1080/10407799308955894.
210. Franquet, E.; Gibout, S.; Tittlein, P.; Zalewski, L.; Dumas, J.-P. Experimental and Theoretical Analysis of a Cement Mortar Containing Microencapsulated PCM. *Applied Thermal Engineering* **2014**, *73*, 30–38, doi:10.1016/j.applthermaleng.2014.06.053.
211. Agyenim, F.; Hewitt, N.; Eames, P.; Smyth, M. A Review of Materials, Heat Transfer and Phase Change Problem Formulation for Latent Heat Thermal Energy Storage Systems (LHTESS). *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2010**, *14*, 615–628, doi:10.1016/j.rser.2009.10.015.
212. Dutil, Y.; Rousse, D.R.; Salah, N.B.; Lassue, S.; Zalewski, L. A Review on Phase-Change Materials: Mathematical Modeling and Simulations. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2011**, *15*, 112–130, doi:10.1016/j.rser.2010.06.011.
213. Regin, A.F.; Solanki, S.C.; Saini, J.S. Heat Transfer Characteristics of Thermal Energy Storage System Using PCM Capsules: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2008**, *12*, 2438–2458, doi:10.1016/j.rser.2007.06.009.
214. Zalba, B.; Marín, J.M.; Cabeza, L.F.; Mehling, H. Review on Thermal Energy Storage with Phase Change: Materials, Heat Transfer Analysis and Applications. *Applied Thermal Engineering* **2003**, *23*, 251–283, doi:10.1016/S1359-4311(02)00192-8.
215. Govindasamy, D.; Panwar, V. Effect of Variation in Thickness of Phase Change Material on Temperature across the Composite Building Wall. *Materials Today: Proceedings* **2021**, *46*, 10221–10226, doi:10.1016/j.matpr.2020.11.596.
216. Essid, N.; Eddhahak, A.; Neji, J. Experimental and Numerical Analysis of the Energy Efficiency of PCM Concrete Wallboards under Different Thermal Scenarios. *Journal of Building Engineering* **2022**, *45*, 103547, doi:10.1016/j.job.2021.103547.
217. Global Alliance for Buildings and constructions 2021 *Global Status Report for Buildings and Construction*; 2021;
218. Pires, L.; Silva, P.D.; Castro Gomes, J.P. Experimental Study of an Innovative Element for Passive Cooling of Buildings. *Sustainable Energy Technologies and Assessments* **2013**, *4*, 29–35, doi:10.1016/j.seta.2013.08.002.

219. Zalba, B.; Marín, J.M.; Cabeza, L.F.; Mehling, H. Free-Cooling of Buildings with Phase Change Materials. *International Journal of Refrigeration* **2004**, *27*, 839–849, doi:10.1016/j.ijrefrig.2004.03.015.
220. Raj, V.A.A.; Velraj, R. Review on Free Cooling of Buildings Using Phase Change Materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2010**, *14*, 2819–2829, doi:10.1016/j.rser.2010.07.004.
221. Sakulich, A.R.; Bentz, D.P. Incorporation of Phase Change Materials in Cementitious Systems via Fine Lightweight Aggregate. *Construction and Building Materials* **2012**, *35*, 483–490, doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.042.
222. Parameshwaran, R.; Naresh, R.; Ram, V.V.; Srinivas, P.V. Microencapsulated Bio-Based Phase Change Material-Micro Concrete Composite for Thermal Energy Storage. *Journal of Building Engineering* **2021**, *39*, 102247, doi:10.1016/j.job.2021.102247.
223. Dungworth, H.R.; Auerbach, M.; Gonthier, J.; Parks, E. Microcapsules, International Patent, WO2017178297A1 2017.
224. Khalil, N. Formulation et caractérisation chimique et rhéologique des mortiers imprimables en 3D à base de mélanges de ciments Portland et sulfoalumineux, Université de Lille, 2018.
225. Khalil, N.; Aouad, G.; El Cheikh, K.; Rémond, S. Use of Calcium Sulfoaluminate Cements for Setting Control of 3D-Printing Mortars. *Construction and Building Materials* **2017**, *157*, 382–391, doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.09.109.
226. European Committee for Standardization (CEN) NF EN 196-1: Methods of Testing Cement — Part 1: Determination of Strength 2016.
227. Sanfeliix, S.G.; Santacruz, I.; Szczotok, A.M.; Belloc, L.M.O.; De la Torre, A.G.; Kjøniksen, A.-L. Effect of Microencapsulated Phase Change Materials on the Flow Behavior of Cement Composites. *Construction and Building Materials* **2019**, *202*, 353–362, doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.12.215.
228. E37 Committee *Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Sinusoidal Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry*; ASTM International;
229. Cassel, R.B.; Instruments, T.; Drive, L. How Tzero™ Technology Improves DSC Performance Part III: The Measurement of Specific Heat Capacity. 4.
230. Drissi, S.; Eddhahak, A.; Caré, S.; Neji, J. Thermal Analysis by DSC of Phase Change Materials, Study of the Damage Effect. *Journal of Building Engineering* **2015**, *1*, 13–19, doi:10.1016/j.job.2015.01.001.
231. TA instruments Heat Capacity Measurements Using Modulated DSC (MDSC) – Both Ramping and Quasi-Isothermal Methods, Application Note TA432.
232. AFNOR Editions NF P18-459, Béton - Essai Pour Béton Durci - Essai de Porosité et de Masse Volumique 2010.
233. European Committee for Standardization (CEN) NF EN ISO 22007-2, Plastics — Determination of Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity — Part 2: Transient Planeheat Source (Hot Disc) Method 2015.

234. Technical Specifications of the TPS 2500 S Instrument.
235. Aguayo, M.; Das, S.; Maroli, A.; Kabay, N.; Mertens, J.C.E.; Rajan, S.D.; Sant, G.; Chawla, N.; Neithalath, N. The Influence of Microencapsulated Phase Change Material (PCM) Characteristics on the Microstructure and Strength of Cementitious Composites: Experiments and Finite Element Simulations. *Cement and Concrete Composites* **2016**, *73*, 29–41, doi:10.1016/j.cemconcomp.2016.06.018.
236. Inaba, H.; Tu, P. Evaluation of Thermophysical Characteristics on Shape-Stabilized Paraffin as a Solid-Liquid Phase Change Material. *Heat and Mass Transfer* **1997**, *32*, 307–312, doi:10.1007/s002310050126.
237. Vélez, C.; Khayet, M.; Ortiz de Zárate, J.M. Temperature-Dependent Thermal Properties of Solid/Liquid Phase Change Even-Numbered n-Alkanes: N-Hexadecane, n-Octadecane and n-Eicosane. *Applied Energy* **2015**, *143*, 383–394, doi:10.1016/j.apenergy.2015.01.054.
238. Essid, N.; Loulizi, A.; Neji, J. Compressive Strength and Hygric Properties of Concretes Incorporating Microencapsulated Phase Change Material. *Construction and Building Materials* **2019**, *222*, 254–262, doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.06.156.
239. Sharma, B. Incorporation of Phase Change Materials into Cementitious Systems, Arizona State University, 2013.
240. Shafigh, P.; Asadi, I.; Akhiani, A.R.; Mahyuddin, N.B.; Hashemi, M. Thermal Properties of Cement Mortar with Different Mix Proportions. *Materiales de Construcción* **2020**, *Vol. 70*, 224, doi:10.3989/mc.2020.09219.
241. Stolarska, A.; Strzałkowski, J. The Thermal Parameters of Mortars Based on Different Cement Type and W/C Ratios. *Materials* **2020**, *13*, 4258, doi:10.3390/ma13194258.
242. Pomianowski, M.; Heiselberg, P.; Jensen, R.L. Full-Scale Investigation of the Dynamic Heat Storage of Concrete Decks with PCM and Enhanced Heat Transfer Surface Area. *Energy and Buildings* **2013**, *59*, 287–300, doi:10.1016/j.enbuild.2012.12.013.
243. Ashour, T.; Wieland, H.; Georg, H.; Bockisch, F.-J.; Wu, W. The Influence of Natural Reinforcement Fibres on Insulation Values of Earth Plaster for Straw Bale Buildings. *Materials & Design* **2010**, *31*, 4676–4685, doi:10.1016/j.matdes.2010.05.026.
244. Liu, X.; Chia, K.S.; Zhang, M.-H. Development of Lightweight Concrete with High Resistance to Water and Chloride-Ion Penetration. *Cement and Concrete Composites* **2010**, *32*, 757–766, doi:10.1016/j.cemconcomp.2010.08.005.
245. Charai, M. Thermophysical Characteristics of Cement-Based Mortar Incorporating Spent Coffee Grounds. *Materials Today* **2022**, *4*, doi:https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.488.
246. Wei, J.; Ma, S.; Thomas, D.G. Correlation between Hydration of Cement and Durability of Natural Fiber-Reinforced Cement Composites. *Corrosion Science* **2016**, *106*, 1–15, doi:10.1016/j.corsci.2016.01.020.
247. Doudart de la Grée, G.C.H.; Yu, Q.L.; Brouwers, H.J.H. Assessing the Effect of CaSO₄ Content on the Hydration Kinetics, Microstructure and Mechanical Properties of Cements Containing Sugars. *Construction and Building Materials* **2017**, *143*, 48–60, doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.03.067.

248. Kochova, K.; Schollbach, K.; Gauvin, F.; Brouwers, H.J.H. Effect of Saccharides on the Hydration of Ordinary Portland Cement. *Construction and Building Materials* **2017**, *150*, 268–275, doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.05.149.
249. Acikel, H. The Use of Miscanthus (Giganteus) as a Plant Fiber in Concrete Production. *Scientific Research and Essays* **2011**, *6*, 2660–2667, doi:DOI: 10.5897/SRE10.1139.
250. Waldmann, D.; Thapa, V.; Dahm, F.; Faltz, C. Masonry Blocks from Lightweight Concrete on the Basis of Miscanthus as Aggregates. In *Perennial Biomass Crops for a Resource-Constrained World*; Barth, S., Murphy-Bokern, D., Kalinina, O., Taylor, G., Jones, M., Eds.; Springer International Publishing: Cham, 2016; pp. 273–295 ISBN 978-3-319-44529-8.
251. Moll, L.; Wever, C.; Völkerling, G.; Pude, R. Increase of Miscanthus Cultivation with New Roles in Materials Production—A Review. *Agronomy* **2020**, *10*, 308, doi:10.3390/agronomy10020308.
252. Wu, F.; Yu, Q.; Brouwers, H.J.H. Effects of Treated Miscanthus on Performance of Bio-Based Cement Mortar. *Journal of Sustainable Cement-Based Materials* **2023**, *12*, 357–368, doi:10.1080/21650373.2022.2059794.
253. NF EN 12350-2 - Testing Fresh Concrete - Part 2 : Slump Test 2019.
254. Gbekou, F.K.; Benzarti, K.; Boudenne, A.; Eddhahak, A.; Duc, M. Mechanical and Thermophysical Properties of Cement Mortars Including Bio-Based Microencapsulated Phase Change Materials. *Construction and Building Materials* **2022**, *352*, 129056, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.129056.
255. Vogler, N.; Drabetzki, P.; Lindemann, M.; Kühne, H.-C. Description of the Concrete Carbonation Process with Adjusted Depth-Resolved Thermogravimetric Analysis. *J Therm Anal Calorim* **2022**, *147*, 6167–6180, doi:10.1007/s10973-021-10966-1.
256. Villain, G.; Thiery, M.; Platret, G. Measurement Methods of Carbonation Profiles in Concrete: Thermogravimetry, Chemical Analysis and Gammadensimetry. *Cement and Concrete Research* **2007**, *37*, 1182–1192, doi:10.1016/j.cemconres.2007.04.015.
257. Yogalakshmi, K.N.; Poornima Devi, T.; Sivashanmugam, P.; Kavitha, S.; Yukesh Kannah, R.; Varjani, S.; AdishKumar, S.; Kumar, G.; J, R.B. Lignocellulosic Biomass-Based Pyrolysis: A Comprehensive Review. *Chemosphere* **2022**, *286*, 131824, doi:10.1016/j.chemosphere.2021.131824.
258. Ahmad, M.R.; Chen, B.; Ali Shah, S.F. Mechanical and Microstructural Characterization of Bio-Concrete Prepared with Optimized Alternative Green Binders. *Construction and Building Materials* **2021**, *281*, 122533, doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.122533.
259. Elfordy, S.; Lucas, F.; Tancrét, F.; Scudeller, Y.; Goudet, L. Mechanical and Thermal Properties of Lime and Hemp Concrete (“Hempcrete”) Manufactured by a Projection Process. *Construction and Building Materials* **2008**, *22*, 2116–2123, doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.07.016.
260. Prusty, J.K.; Patro, S.K.; Basarkar, S.S. Concrete Using Agro-Waste as Fine Aggregate for Sustainable Built Environment – A Review. *International Journal of Sustainable Built Environment* **2016**, *5*, 312–333, doi:10.1016/j.ijbsbe.2016.06.003.

261. Shafigh, P.; Mahmud, H.B.; Jumaat, M.Z.; Zargar, M. Agricultural Wastes as Aggregate in Concrete Mixtures – A Review. *Construction and Building Materials* **2014**, *8*.
262. Aluko, O.G.; Yatim, J.M.; Kadir, M.A.Ab.; Yahya, K. A Review of Properties of Bio-Fibrous Concrete Exposed to Elevated Temperatures. *Construction and Building Materials* **2020**, *260*, 119671, doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.119671.
263. Barbhuiya, S.; Bhusan Das, B. A Comprehensive Review on the Use of Hemp in Concrete. *Construction and Building Materials* **2022**, *341*, 127857, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.127857.
264. Boumhaout, M.; Boukhattem, L.; Hamdi, H.; Benhamou, B.; Ait Nouh, F. Thermomechanical Characterization of a Bio-Composite Building Material: Mortar Reinforced with Date Palm Fibers Mesh. *Construction and Building Materials* **2017**, *135*, 241–250, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.12.217.
265. Colinart, T.; Lelievre, D.; Glouannec, P. Experimental and Numerical Analysis of the Transient Hygrothermal Behavior of Multilayered Hemp Concrete Wall. *Energy and Buildings* **2016**, *112*, 1–11, doi:10.1016/j.enbuild.2015.11.027.
266. Rode, C.; Peuhkuri, R.; Time, B.; Svennberg, K.; Ojanen, T.; Mukhopadhyaya, P.; Kumaran, M.; Dean, S.W. Moisture Buffer Value of Building Materials. *J. ASTM Int.* **2007**, *4*, 100369, doi:10.1520/JAI100369.
267. Kinnane, O.; Reilly, A.; Grimes, J.; Pavia, S.; Walker, R. Acoustic Absorption of Hemp-Lime Construction. *Construction and Building Materials* **2016**, *122*, 674–682, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.06.106.
268. Belakroum, R.; Gherfi, A.; Bouchema, K.; Gharbi, A.; Kerboua, Y.; Kadja, M.; Maalouf, C.; Mai, T.H.; El Wakil, N.; Lachi, M. Hygric Buffer and Acoustic Absorption of New Building Insulation Materials Based on Date Palm Fibers. *Journal of Building Engineering* **2017**, *12*, 132–139, doi:10.1016/j.job.2017.05.011.
269. Gbekou, F.K.; Boudenne, A.; Eddahak, A.; Benzarti, K. Mechanical and Thermal Properties of Cement Mortar Composites Incorporating Micronized Miscanthus Fibers. *Journal of Materials Research and Technology* **2023**, *26*, 7649–7664, doi:10.1016/j.jmrt.2023.09.093.
270. NF EN ISO 12572 - Hygrothermal Performance of Building Materials and Products — Determination of Water Vapour Transmission Properties — Cup Method 2016.
271. NF EN 15801 - Determination of Water Absorption by Capillarity 2010.
272. Boukhelf, F.; Cherif, R.; Trabelsi, A.; Belarbi, R.; Bachir Bouiadjra, M. On the Hygrothermal Behavior of Concrete Containing Glass Powder and Silica Fume. *Journal of Cleaner Production* **2021**, *318*, 128647, doi:10.1016/j.jclepro.2021.128647.
273. Lewicki, P.P. The Applicability of the GAB Model to Food Water Sorption Isotherms. *International Journal of Food Science & Technology* **1997**, *32*, 553–557, doi:10.1111/j.1365-2621.1997.tb02131.x.
274. Wolf, W.; Spiess, W.E.L.; Jung, G.; Weisser, H.; Bizot, H.; Duckworth, R.B. The Water-Vapour Sorption Isotherms of Microcrystalline Cellulose (MCC) and of Purified Potato Starch. Results of a Collaborative Study. *Journal of Food Engineering* **1984**, *3*, 51–73, doi:10.1016/0260-8774(84)90007-4.

275. Sicakova, A.; Draganovska, M.; Kovac, M. Water Absorption Coefficient as a Performance Characteristic of Building Mixes Containing Fine Particles of Selected Recycled Materials. *Procedia Engineering* **2017**, *180*, 1256–1265, doi:10.1016/j.proeng.2017.04.287.
276. Page, J.; Sonebi, M.; Amziane, S. Design and Multi-Physical Properties of a New Hybrid Hemp-Flax Composite Material. *Construction and Building Materials* **2017**, *139*, 502–512, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.12.037.
277. Othmen, I.; Poullain, P.; Leklou, N. Capillary Action in Three Hemp Concretes. **2014**, doi:DOI 10.3233/978-1-61499-466-4-1358.
278. Ruus, A.; Koosapoeg, T.; Pau, M.; Kalamees, T.; Põldaru, M. Influence of Production on Hemp Concrete Hygrothermal Properties: Sorption, Water Vapour Permeability and Water Absorption. *J. Phys.: Conf. Ser.* **2021**, *2069*, 012004, doi:10.1088/1742-6596/2069/1/012004.
279. Page, J.; Sonebi, M.; Amziane, S. Experimental Investigation on the Performance of Hybrid Hemp- Flax Composite Materials. *First International Conference on Bio-based Building Materials, AJCE Special Issue* **2015**, *33*.
280. International Energy Agency (IEA) *Building Sectorial Overview, Tracking Report, September 2022*;
281. Wu, D.; Rahim, M.; Li, W.; El Ganaoui, M.; Bennacer, R. Simulation of the Hygrothermal Behavior of a Building Envelope Based on Phase Change Materials and a Bio-Based Concrete. *Fluid Dynamics & Materials Processing* **2022**, *18*, 1483–1494, doi:10.32604/fdmp.2022.021917.
282. CrodaTherm™ CrodaTherm™ ME29P: Microencapsulated Ambient Temperature Phase Change Material, Technical Datasheet. 2018.
283. Kontoleon, K.J.; Stefanidou, M.; Saboor, S.; Mazzeo, D.; Karaoulis, A.; Zegginis, D.; Kraniotis, D. Defensive Behaviour of Building Envelopes in Terms of Mechanical and Thermal Responsiveness by Incorporating PCMs in Cement Mortar Layers. *Sustainable Energy Technologies and Assessments* **2021**, *47*, 101349, doi:10.1016/j.seta.2021.101349.
284. Yüksek, I.; Karadayi, T.T. *Energy-Efficient Building Design in the Context of Building Life Cycle*; IntechOpen, 2017; ISBN 978-953-51-2876-2.
285. 2022 Global Statuts Report for Buildings and Construction. **2022**.
286. Tyagi, V.V.; Buddhi, D. PCM Thermal Storage in Buildings: A State of Art. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2007**, *11*, 1146–1166, doi:10.1016/j.rser.2005.10.002.
287. Dehmous, M.; Franquet, E.; Lamrous, N. Mechanical and Thermal Characterizations of Various Thermal Energy Storage Concretes Including Low-Cost Bio-Sourced PCM. *Energy and Buildings* **2021**, *241*, 110878, doi:10.1016/j.enbuild.2021.110878.
288. Hauer, A.; Mehling, H.; Schossig, P.; Yamaha, M.; Cabeza, L.F.; Martin, V.; Setterwall, F. Annex 17: Advanced Thermal Energy Storage through Phase Change Materials and Chemical Reactions - Feasibility Studies and Demonstration Projects. *Final Report of IEA Annex* **2005**.

289. Zhang, H.; Xing, F.; Cui, H.-Z.; Chen, D.-Z.; Ouyang, X.; Xu, S.-Z.; Wang, J.-X.; Huang, Y.-T.; Zuo, J.-D.; Tang, J.-N. A Novel Phase-Change Cement Composite for Thermal Energy Storage: Fabrication, Thermal and Mechanical Properties. *Applied Energy* **2016**, *170*, 130–139, doi:10.1016/j.apenergy.2016.02.091.
290. Crawley, D.; Hand, J.; Kummert, M.; Griffith, B. Contrasting the Capabilities of Building Energy Performance Simulation Programs. *Building and Environment* **2008**, *43*, 661–673, doi:10.1016/j.buildenv.2006.10.027.
291. Darkwa, K.; O’Callaghan, P.W. Simulation of Phase Change Drywalls in a Passive Solar Building. *Applied Thermal Engineering* **2006**, *26*, 853–858, doi:10.1016/j.applthermaleng.2005.10.007.
292. Ibáñez, M.; Lázaro, A.; Zalba, B.; Cabeza, L.F. An Approach to the Simulation of PCMs in Building Applications Using TRNSYS. *Applied Thermal Engineering* **2005**, *25*, 1796–1807, doi:10.1016/j.applthermaleng.2004.11.001.
293. Koschenz, M.; Lehmann, B. Development of a Thermally Activated Ceiling Panel with PCM for Application in Lightweight and Retrofitted Buildings. *Energy and Buildings* **2004**, *36*, 567–578, doi:10.1016/j.enbuild.2004.01.029.
294. Gibout, S.; Franquet, E.; Haillot, D.; Bédécarrats, J.-P.; Dumas, J.-P. Challenges of the Usual Graphical Methods Used to Characterize Phase Change Materials by Differential Scanning Calorimetry. *Applied Sciences* **2018**, *8*, 66, doi:10.3390/app8010066.
295. Karthikeyan, S.; Velraj, R. Numerical Investigation of Packed Bed Storage Unit Filled with PCM Encapsulated Spherical Containers – A Comparison between Various Mathematical Models. *International Journal of Thermal Sciences* **2012**, *60*, 153–160, doi:10.1016/j.ijthermalsci.2012.05.010.
296. Verma, P.; Varun; Singal, S. Review of Mathematical Modeling on Latent Heat Thermal Energy Storage Systems Using Phase-Change Material. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2008**, *12*, 999–1031, doi:10.1016/j.rser.2006.11.002.
297. Voller, V.R.; Shadabi, L. Enthalpy Methods for Tracking a Phase Change Boundary in Two Dimensions. *International Communications in Heat and Mass Transfer* **1984**, *11*, 239–249, doi:10.1016/0735-1933(84)90040-X.
298. Tabares-Velasco, P.C.; Christensen, C.; Bianchi, M. Verification and Validation of EnergyPlus Phase Change Material Model for Opaque Wall Assemblies. *Building and Environment* **2012**, *54*, 186–196, doi:10.1016/j.buildenv.2012.02.019.
299. Salihi, M.; El Fiti, M.; Harmen, Y.; Chhiti, Y.; Chebak, A.; M’Hamdi Alaoui, F.E.; Achak, M.; Bentiss, F.; Jama, C. Evaluation of Global Energy Performance of Building Walls Integrating PCM: Numerical Study in Semi-Arid Climate in Morocco. *Case Studies in Construction Materials* **2022**, *16*, e00979, doi:10.1016/j.cscm.2022.e00979.
300. Alam, M.; Jamil, H.; Sanjayan, J.; Wilson, J. Energy Saving Potential of Phase Change Materials in Major Australian Cities. *Energy and Buildings* **2014**, *78*, 192–201, doi:10.1016/j.enbuild.2014.04.027.
301. Zhuang, C.; Deng, A.; Chen, Y.; Li, S.; Zhang, H.; Fan, G. Validation of Veracity on Simulating the Indoor Temperature in PCM Light Weight Building by EnergyPlus. In *Life System Modeling and Intelligent Computing*; Li, K., Fei, M., Jia, L., Irwin, G.W.,

- Eds.; Lecture Notes in Computer Science; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, 2010; Vol. 6328, pp. 486–496 ISBN 978-3-642-15620-5.
302. Campbell, K.R.; Sailor, D.J. Phase Change Materials as Thermal Storage for High Performance Homes.; American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, August 1 2012; pp. 809–818.
303. Chan, A.L.S. Energy and Environmental Performance of Building Façades Integrated with Phase Change Material in Subtropical Hong Kong. *Energy and Buildings* **2011**, *43*, 2947–2955, doi:10.1016/j.enbuild.2011.07.021.
304. Kuznik, F.; Virgone, J.; Roux, J.-J. Energetic Efficiency of Room Wall Containing PCM Wallboard: A Full-Scale Experimental Investigation. *Energy and Buildings* **2008**, *40*, 148–156, doi:10.1016/j.enbuild.2007.01.022.
305. Belloum, R.; Agoudjil, B.; Chennouf, N.; Boudenne, A. Hygrothermal Performance Assessment of a Bio-Based Building Made with Date Palm Concrete Walls. *Building and Environment* **2022**, *223*, 109467, doi:10.1016/j.buildenv.2022.109467.
306. Rahim, M.; Douzane, O.; Tran Le, A.D.; Langlet, T. Effect of Moisture and Temperature on Thermal Properties of Three Bio-Based Materials. *Construction and Building Materials* **2016**, *111*, 119–127, doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.02.061.
307. Tlaji, G.; Pennec, F.; Ouldboukhite, S.; Ibrahim, M.; Biwolé, P. Hygrothermal Performance of Multilayer Straw Walls in Different Climates. *Construction and Building Materials* **2022**, *326*, 126873, doi:10.1016/j.conbuildmat.2022.126873.