

Propriétés mécaniques et hygrothermiques de mortiers de ciment incorporant des matériaux à changement de phase et des fibres de miscanthus

Franck Komi Gbekou

Laboratoire Navier – Univ Gustave Eiffel, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (ENPC), Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS). komi.gbekou@univ-eiffel.fr

RESUME Cette étude évalue les propriétés mécaniques et hygrothermiques d'un mortier cimentaire hybride incorporant à la fois des matériaux à changement de phase microencapsulés et des fibres de miscanthus micronisées. Après une formulation suivant un protocole développé pour assurer une distribution homogène des deux inclusions dans le mortier, le mortier est caractérisé à 28 jours en termes de résistance mécanique, de propriétés thermophysiques et hydriques (Moisture Buffer Value MBV). Le mortier hybride a montré une diminution significative de la conductivité thermique par rapport au mortier de référence (-68%), mais inversement, le MBV n'a été que légèrement amélioré par rapport au mortier de référence et est resté très inférieur à celui d'un mortier contenant la même quantité de fibres de miscanthus. L'intérêt de la solution hybride semble donc discutable, car la présence de matériaux à changement de phase semble entraver l'effet bénéfique des fibres végétales sur le comportement hygroscopique. Dans le cadre de cette étude, l'introduction de fibres végétales seules dans le mortier semble rester la meilleure option pour améliorer à la fois la performance thermique et la capacité de régulation de l'humidité à l'échelle du matériau.

Mots-clefs Mortiers cimentaires, fibres végétales, matériaux à changement de phase, propriétés thermohydriques.

I. INTRODUCTION

Dans le contexte actuel de réchauffement climatique, les politiques publiques encouragent le développement de solutions innovantes capables d'améliorer l'efficacité thermique des bâtiments, avec l'objectif de réduire la consommation énergétique et les émissions de CO₂ dans le secteur de l'habitat (Chel and Kaushik, 2018; Yüksek and Karadayi, 2017). D'importants efforts de recherche ont notamment été consacrés au développement de matériaux de construction incluant des fibres végétales ou des matériaux à changement de phase (MCPs), en vue d'optimiser les propriétés thermiques et de fournir des alternatives plus respectueuses de l'environnement (Amziane and Sonebi, 2016; Tyagi and Buddhi, 2007). L'incorporation des MCPs dans un matériau cimentaire permet en effet d'améliorer la résistance thermique (Gbekou et al., 2022) et de profiter d'un stockage d'énergie par chaleur latente grâce à la capacité des MCPs à stocker/relâcher la chaleur lors des changements de température (Mehling and Cabeza, 2008). L'incorporation de fibres végétales dans un mortier permet quant à elle d'améliorer à la fois la résistance thermique du

matériau et son aptitude à réguler l'humidité (Benmahiddine et al., 2020; Chennouf et al., 2018). Néanmoins, très peu d'études ont examiné l'effet d'une introduction conjointe de MCPs et de fibres végétales dans les mortiers cimentaires, dans le but de combiner les avantages de ces deux types d'inclusions. Ce travail propose donc d'explorer l'utilisation combinée de matériaux à changement de phase biosourcés (sous la forme d'une dispersion aqueuse de particules PCM microencapsulées) et de fibres végétales (poudre micronisée de fibres de miscanthus) dans une formulation de mortier. Dans un premier temps, un protocole expérimental a été développé pour pouvoir introduire les deux types charges dans un mélange de mortier frais, en assurant une répartition homogène de ces inclusions dans la matrice cimentaire et une maniabilité constante du mortier. Après durcissement, le mortier hybride a fait l'objet de caractérisations mécaniques, thermophysiques et hydriques. Les résultats obtenus ont ensuite été comparés à ceux de mortiers contenant la même quantité de chaque charge unique (soit des MCPs, soit des fibres de miscanthus), afin de discuter de l'intérêt de la solution hybride.

II. MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES

A. Matériaux et formulation

Le MCP utilisé dans cette étude est le CrodaTherm™ ME29D commercialisé par la société Croda International sous la forme d'une dispersion aqueuse de particules solides microencapsulées (teneur en solide ~ 50 % en masse). Les microcapsules sont constituées d'un noyau MCP organique dérivé de matières premières végétales, enveloppé d'une coque en polymère acrylique. Elles présentent des points de fusion/cristallisation de 28,8 °C et 23,5 °C, respectivement et des enthalpies de fusion/cristallisation de 183 kJ/kg et -179 kJ/kg (CrodaTherm™, 2018).

Les fibres végétales sélectionnées sont des fibres de miscanthus micronisées, conditionnées sous la forme d'une poudre de granulométrie 200-500 µm. Ce produit a été fourni par Addiplast Group. Le choix du miscanthus est motivé par la grande disponibilité de cette plante en France (notamment dans le nord du pays), par son prix relativement faible, et par son potentiel de développement pour des applications dans le bâtiment. Le choix d'une poudre micronisée vise à assurer une distribution homogène des fibres dans la matrice cimentaire et ouvre la possibilité d'une mise en œuvre du mortier par impression 3D (cet aspect n'est pas abordé ici). Les fibres de miscanthus ont été utilisées en l'état et n'ont pas subi de traitement chimique additionnel.

Le mortier de référence (noté M0) est une formulation issue de la littérature (Khalil, 2018), optimisée pour la fabrication additive, et contient : un ciment Portland EXTREMAT® CEM I 52,5 N (noté CEM I), un ciment Sulfo-alumineux à prise rapide Alpenat R² (noté CSA), tous deux fabriqués par la société VICAT, un superplastifiant (SP) SIKA VISCOCRETE TEMPO 11 et du sable normalisé (Ø max 2mm).

Une étude préliminaire a confirmé que l'incorporation d'un seul type d'inclusion, MCP ou fibres de miscanthus, permet d'améliorer les propriétés thermophysiques du mortier de façon significative mais au détriment de la résistance mécanique. Il ressort que l'introduction de 7,96% en masse de MCP dans le mortier (formulation désignée sous le nom M10D) permet d'améliorer la résistance thermique de 63% par rapport à M0, en conservant une résistance en compression de 17 MPa (Gbekou et al., 2022). Il apparaît également que l'introduction de 4,15% en masse de fibres

de miscanthus dans le mortier (formulation notée M5F) améliore la résistance thermique de 73% par rapport à la référence M0, et augmente aussi très significativement la capacité de tampon hydrique du matériau (le MBV passant de 0,5 à 1,93 g.m⁻².%RH⁻¹).

A partir de ces résultats préliminaires, une formulation de mortier hybride (notée MDF) contenant à la fois les MCPs et les fibres de miscanthus a été préparée, en conservant les mêmes quantités d'inclusions (en gramme) que dans les formulations M10D et M5F. Comme indiqué précédemment, l'objectif est de combiner les apports des deux types d'inclusions pour améliorer à la fois la résistance thermique et la **capacité hydrique** du mortier, mais aussi de profiter du stockage par chaleur latente des MCPs.

Les compositions des différents mortiers étudiés sont présentées dans le **TABLEAU 1**. On remarque que le mortier contenant les MCPs seuls (M10D) et celui contenant les fibres de miscanthus seules (M5F) présentent tous deux des rapports E/C plus élevés que celui du matériau de référence M0. Pour la formulation M10D, ceci est dû à l'excès d'eau ajouté lors du malaxage pour maintenir la même ouvrabilité que celle du mortier M0 (étalement de 26,8 cm au test d'affaissement au mini-cône d'Abrams). Dans le cas de la formulation M5F, les fibres ont été pré-saturées en eau avant introduction dans le mélange, afin de conserver une bonne ouvrabilité du mortier, ce qui explique l'excédent d'eau constaté. De la même façon, le mortier hybride (MDF) est préparé à partir de fibres pré-saturées en eau, et en ajustant la quantité d'eau finale pour conserver la même ouvrabilité que le mortier M0.

TABLEAU 1. Compositions des différents mortiers étudiés

Type de mortier	Sable (g)	CEM I (g)	CSA (g)	SP (g)	Fibres de miscanthus (g)	Masse de MCPs solide (g)	Eau Totale (g)	E/C	Fraction massique de fibres (%)	Fraction massique de MCPs (%)
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	144,53	289,07	1068,16	0,94	3,62	7,24

La préparation des mélanges a été réalisée selon les spécifications de la norme EN 196-1 en termes de vitesses de rotation et de durée des séquences de malaxage, et en utilisant un malaxeur à mortier programmable (modèle E092N de la société Matest Spa, Treviolo, Italie). Le protocole de fabrication du mélange MDF comprend les étapes suivantes : (1) Le mélange des deux ciments (CEM I et CSA dans la proportion de 97/3 % en poids) est placé dans la cuve du malaxeur ; l'eau contenant le SP et la dispersion liquide de MCPs (ME29D) (**FIGURE 1.a**) est ensuite ajoutée au ciment, et le temps zéro est compté à partir du moment où l'eau entre en contact avec le ciment. (2) Le malaxage commence à vitesse réduite (140 tours/min) et le sable est progressivement ajouté pendant la première minute de malaxage. Le mortier est ensuite malaxé à vitesse rapide (285 tours/min) pendant 30 s. (3) Le malaxage est stoppé pendant 30 s pour racler le mortier au fond de la cuve. (4) Un malaxage additionnel à vitesse rapide est effectué pendant 2 min 30 s. (5) Les fibres de miscanthus saturées en eau (**FIGURE 1.b**) sont ensuite ajoutées au mélange frais et une autre phase de malaxage est effectuée à vitesse lente pendant 30 s, suivie d'une phase complémentaire à vitesse rapide pendant 1 min pour assurer une répartition homogène des fibres.

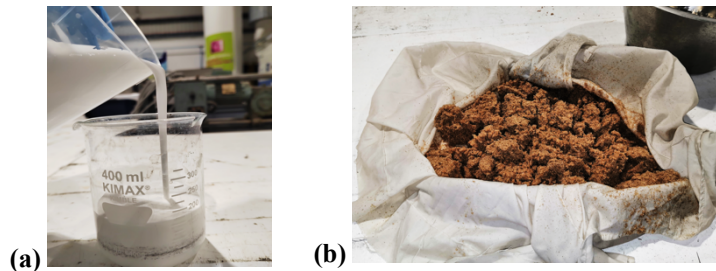


FIGURE 1. (a) Dispersion aqueuse de MCP microencapsulé et (b) fibres de miscanthus saturées en eau

B. Méthodes de caractérisation mécanique, thermophysique et hydrique

La résistance mécanique des mortiers (en flexion et en compression) a été déterminée à 28 jours avec une presse de capacité 300 kN et selon la norme NF EN 196-1. Quinze (15) échantillons ont été testés en flexion trois points et les trente (30) demi-échantillons résultants ont ensuite été testés en compression. En complément, la porosité à l'eau et la masse volumique ont été déterminées suivant la norme NF P18-459 sur des échantillons de dimension $2 \times 2 \times 4 \text{ cm}^3$.

Les propriétés thermophysiques ont été déterminées par la méthode HotDisk (HD) basée sur la théorie de la source plane transitoire (ISO 22007-2), avec un appareil TPS 2500S. Cette méthode permet une évaluation rapide, précise et non destructive de la conductivité thermique (λ en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), de la diffusivité thermique (α en $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$) et de la capacité thermique volumique ($\rho.C_p$ en $\text{MJ.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$). Les échantillons ont été conservés à 20°C -50% HR jusqu'à stabilisation, puis les mesures ont été réalisées à 25°C et 50% HR.

La capacité de tampon hydrique ou Moisture Buffer Value (MBV), indique la capacité d'un matériau à stocker/relâcher de l'humidité et assurer une régulation lorsqu'il est exposé à des variations d'humidité. Le MBV est déterminé selon le protocole NORDTEST (Rode et al., 2005), qui consiste à exposer un échantillon de surface minimale 100 cm^2 à une variation cyclique d'humidité relative entre des niveaux élevés (75 % HR) et faibles (33 % HR) pendant des périodes de 8 et 16 heures, respectivement, en condition isotherme (23°C). Ces essais ont été réalisés sur des échantillons de dimension $10 \times 10 \times 4 \text{ cm}^3$, dont toutes les faces à l'exception d'une ont été isolées hermétiquement afin de forcer un échange d'humidité unidimensionnel (1D). Les échantillons sont préalablement conditionnés à 23°C -50% HR jusqu'à stabilisation de la masse, avant de démarrer les essais.

III. RESULTATS

A. Masse volumique et porosité accessible à l'eau

La **FIGURE 2** présente les valeurs de masse volumique et de porosité accessible à l'eau obtenues pour le mortier hybride MDF. A titre de comparaison, les valeurs obtenues pour les mortiers M10D et M5F contenant respectivement les MCPs seuls et les fibres de miscanthus seules sont également affichés.

Le mortier MDF présente une porosité élevée de 41,7%, voisine de celle des matériaux M10D (34,3%) et M5F (47%), qui traduit plus généralement une augmentation drastique de la porosité avec l'incorporation des inclusions. Ce phénomène résulte de plusieurs facteurs, comme la forte microporosité des fibres de miscanthus, l'air entraîné dans le mélange lors de l'ajout des

inclusions, mais aussi l'excès d'eau utilisé pour maintenir le niveau d'ouvrabilité du mortier et l'eau absorbée par les fibres pendant la phase de pré-saturation (Gbekou et al., 2022; Panesar and Shindman, 2012).

Par ailleurs, le mortier hybride MDF présente une diminution de masse volumique de 27% par rapport à M0 (1,69 kg.dm⁻³ contre de 2,32 kg.dm⁻³). Un effet comparable est également observé pour les mortiers M10D et M15D, qui peut être attribué à la faible masse volumique des inclusions (MCPs et des fibres de miscanthus) comparée à celle des autres constituants minéraux du mortier, ainsi qu'à l'augmentation de porosité précédemment soulignée (Gbekou et al., 2022; Panesar and Shindman, 2012).

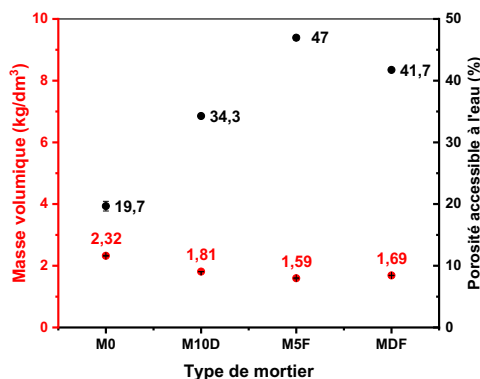


FIGURE 2. Porosité accessible à l'eau et masse volumique des différents mortiers étudiés

B. Caractérisation mécanique

Les valeurs des résistances en compression et en flexion des différents mortiers sont indiquées sur la FIGURE 3.

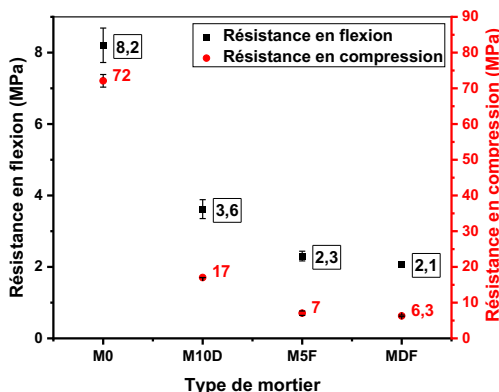


FIGURE 3. Résistances en flexion et compression des différents mortiers étudiés

Le mortier MDF présente des résistances de 6,3 MPa et 2,1 MPa respectivement en compression et en flexion, très inférieures à celles du mortier de référence M0 (diminution de 91% et 75%, respectivement). Cet effet est à nouveau fortement corrélé au taux de porosité du mortier hybride, et probablement à une faible adhérence aux interfaces inclusions/matrice cimentaire. Il est également conforme aux tendances générales de la littérature concernant les mortiers avec

inclusions végétales ou MCPs (Gbekou et al., 2022; Panesar and Shindman, 2012; Chennouf et al., 2018; Benmahiddine et al., 2020). Néanmoins, le mortier MDF conserve une **résistance autoportée** qui permet son utilisation comme matériau isolant.

Le mortier MDF présente également une résistance en compression plus faible que celles des mortiers M10D (-59%) et M5F (-11%) qui contiennent respectivement les mêmes quantités de MCPs et de fibres végétales. Ce résultat peut être attribué au taux global d'inclusion plus élevé dans le mortier MDF par rapport aux mortiers M10D et M5F, ainsi qu'à la teneur en eau plus élevée introduite dans le mélange frais MDF (TABLEAU 1).

C. Propriétés thermophysiques

Les valeurs de conductivité thermique (λ) et de diffusivité thermique (α) des différents mortiers mesurés à l'aide du HotDisk à 25°C et 50% HR sont indiquées sur la FIGURE 4.

Le mortier de référence M0 présente une conductivité de 2,3 W.m.⁻¹.K.⁻¹ et une diffusivité thermique de 1,2 mm².s.⁻¹ à 25°C, proches des valeurs rapportées par Shafigh *et al.* (Shafigh et al., 2020) pour des mortiers cimentaires de masse volumique équivalente (2,4 W.m.⁻¹.K.⁻¹ et 1,03 mm².s.⁻¹). Les mortiers M10D et M5F montrent une forte diminution de leur conductivité thermique par rapport à M0 (avec des valeurs de 0,85 et 0,62 W.m.⁻¹.K.⁻¹, respectivement). Le mortier hybride MDF présente également une amélioration de 68% de la résistance thermique comparé à M0, et peut être considéré comme un bon isolant thermique. Cette amélioration de la résistance thermique est due à l'augmentation de la porosité des mortiers avec inclusions par rapport à M0, et à la faible conductivité thermique des inclusions elles-mêmes (entre 0,35 et 0,2 W.m.⁻¹.K.⁻¹ pour les MCPs selon l'état physique du noyau (Gbekou et al., 2022) et environ 0,04 W.m.⁻¹.K.⁻¹ pour le miscanthus (Schnabel et al., 2019)).

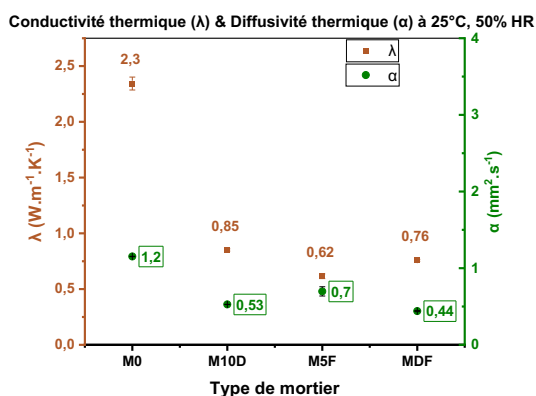


FIGURE 4. Conductivité et diffusivité thermiques des différents types de mortiers à 25°C et 50% HR

D. Capacité de tampon hydrique

La FIGURE 5 présente les valeurs de MBV obtenues pour les différents mortiers, et leurs correspondances dans la classification NORDTEST. Le mortier de référence a une MBV très basse de 0,5 g.m⁻².%RH⁻¹, indiquant une capacité de régulation d'humidité limitée. Le mortier M10D présente une valeur encore plus faible (MBV de 0,4 g.m⁻².%RH⁻¹), laissant penser que les MCPs ont un effet négatif sur la capacité d'absorption d'humidité du matériau. Inversement, le mortier M5F contenant des fibres de miscanthus montre une valeur de MBV nettement améliorée (1,93 g.m

$2.\%RH^{-1}$) indiquant une très bonne régulation d'humidité selon la classification NORDTEST. Cet effet s'explique par la microporosité très élevée des fibres végétales, qui leur confère une forte hygroscopicité (Benmahiddine et al., 2020; Chennouf et al., 2018).

Le mortier hybride MDF ne présente quant à lui qu'une faible augmentation du MBV par rapport à la référence M0 (MBV de $0.66 \text{ g.m}^{-2}.\%RH^{-1}$). Il semble que la présence des MCPs inhibe fortement l'action bénéfique des fibres de miscanthus sur l'hygroscopicité du mortier. La combinaison des deux types d'inclusions ne produit donc pas l'effet escompté sur les caractéristiques de régulation d'humidité, ce qui remet en question l'intérêt de ce mortier hybride. Dans le cadre de cette étude, il semble donc que l'incorporation de fibres de miscanthus seules produise le meilleur résultat, avec une amélioration conjointe des propriétés d'isolation thermique et de la capacité de tampon hydrique.

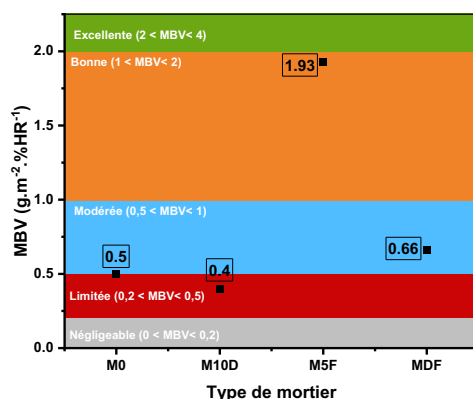


FIGURE 5. Capacité de tampon hydrique (MBV) des différents mortiers et classification NORDEST

IV. CONCLUSION

Cette étude a exploré les propriétés mécaniques et hygrothermiques d'un mortier hybride (noté MDF) contenant à la fois des MCPs et des fibres de miscanthus micronisées. De manière globale, le mortier hybride MDF a présenté une forte amélioration de la résistance thermique par rapport à la référence (+68%) malgré la perte considérable de résistance mécanique (-91%), il peut donc être utilisé comme isolant. Cependant, malgré une légère amélioration de la capacité de régulation de l'humidité (MBV) par rapport au mortier de référence, la valeur de MBV reste médiocre, et apparaît très inférieure à celle du mortier contenant le même taux de fibres de miscanthus seules. La présence des MCPs semble affecter le mécanisme de transport d'humidité au sein du matériau hybride, et inhiber l'effet bénéfique des fibres végétales sur l'hygroscopicité du mortier. Le mortier hybride étudié ne permet donc pas d'améliorer à la fois les propriétés thermiques et hygroscopiques du mortier au vu des résultats à l'échelle du matériau, ce qui réduit son intérêt. Le mortier contenant les fibres de miscanthus seules présente en revanche une nette amélioration de ces deux propriétés, et peut apparaître comme la solution la plus intéressante à condition que l'impact sévère des fibres sur la résistance mécanique reste compatible avec l'application visée. Des investigations complémentaires à l'échelle de la paroi ainsi que des travaux de modélisation sont actuellement menés en vue de confirmer ces résultats.

Cette recherche a été effectuée avec le soutien financier du Labex MMCD (Modélisation et Expérimentation Multi-Echelles des Matériaux pour la Construction Durable) à travers l'ANR Investissements d'Avenir (programme ANR-11-LABX-022-01).

REFERENCES

- Amziane, S., Sonebi, M., 2016. Overview on Biobased Building Material made with plant aggregate. *RILEM Technical Letters* 1, 31–38. <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.9>
- Benmahiddine, F., Bennai, F., Cherif, R., Belarbi, R., Tahakourt, A., Abahri, K., 2020. Experimental investigation on the influence of immersion/drying cycles on the hygrothermal and mechanical properties of hemp concrete. *Journal of Building Engineering* 32, 101758. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101758>
- Chel, A., Kaushik, G., 2018. Renewable energy technologies for sustainable development of energy efficient building. *Alexandria Engineering Journal* 57, 655–669. <https://doi.org/10.1016/j.aej.2017.02.027>
- Chennouf, N., Agoudjil, B., Boudenne, A., Benzarti, K., Bouras, F., 2018. Hygrothermal characterization of a new bio-based construction material: Concrete reinforced with date palm fibers. *Construction and Building Materials* 192, 348–356. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.089>
- CrodaTherm™, 2018. CrodaTherm™ ME29D: Microencapsulated ambient temperature phase change material, technical datasheet.
- Gbekou, F.K., Benzarti, K., Boudenne, A., Eddhahak, A., Duc, M., 2022. Mechanical and thermophysical properties of cement mortars including bio-based microencapsulated phase change materials. *Construction and Building Materials* 352, 129056. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129056>
- Khalil, N., 2018. Formulation et caractérisation chimique et rhéologique des mortiers imprimables en 3D à base de mélanges de ciments Portland et sulfoalumineux. Université de Lille.
- Mehling, H., Cabeza, L.F., 2008. Heat and cold storage with PCM: An up to date introduction into basics and applications, *Heat and Mass Transfer*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-68557-9>
- Panesar, D.K., Shindman, B., 2012. The mechanical, transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork. *Cement and Concrete Composites* 34, 982–992. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.06.003>
- Rode, C., Peuhkuri, R., Hansen, K.K., Time, B., Svennberg, K., Arfvidsson, J., Ojanen, T., 2005. NORDTEST Project on Moisture Buffer Value of Materials 7.
- Schnabel, T., Huber, H., Petutschnigg, A., Jäger, A., 2019. Analysis of plant materials pre-treated by steam explosion technology for their usability as insulating materials. *Agronomy Research* 17 1191–1198. <https://doi.org/10.15159/AR.19.061>
- Shafiqh, P., Asadi, I., Akhiani, A.R., Mahyuddin, N.B., Hashemi, M., 2020. Thermal properties of cement mortar with different mix proportions. *Materiales de Construcción* Vol. 70, 224. <https://doi.org/10.3989/mc.2020.09219>
- Tyagi, V.V., Buddhi, D., 2007. PCM thermal storage in buildings: A state of art. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 11, 1146–1166. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2005.10.002>
- Yüksek, I., Karadayi, T.T., 2017. Energy-Efficient Building Design in the Context of Building Life Cycle, *Energy Efficient Buildings*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/66670>