Etude des performances thermiques de matériaux à matrice cimentaire renforcés par des fibres de bois de palmier traitées

Marwa LAHOUIOUI[1], Magali FOIS[2], Laurent IBOS[2], Achraf GHORBAL[1, 3]

[1] Unité de Recherche : Thermodynamique Appliquée, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès, Université de Gabès, Rue Omar Ibn-Elkhattab, 6029 Gabès (Tunisie)
[2] UPE, CERTES, 61 Avenue du Général de Gaulle, 94010 Créteil Cedex (France)
[3] Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie de Gabès, Université de Gabès, Rue Omar Ibn-Elkhattab, 6029 Gabès (Tunisie)
*(marwalahouioui@yahoo.fr)

Résumé - Ce projet vise à déterminer la faisabilité technique de l'introduction de déchets de palmier à l'état brut et après traitement chimique dans du ciment afin d'élaborer un nouvel éco-composite de construction qui soit léger, bon isolant thermique et acoustique. Dans les composites, l'augmentation de la fraction massique de fibres induit une diminution progressive de la conductivité et la diffusivité thermique et s'accompagne d'une perte des propriétés mécaniques et d'une diminution de la densité. Le dégraissage des fibres améliore les propriétés mécaniques, les composites obtenus sont moins fragiles que ceux obtenus à partir de fibres brutes.

Nomenclature :

a	diffusivité thermique, $m^2.s^{-1}$
k	conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
e	épaisseur de l'échantillon, mm
m	masse, g
M	variation relative de masse
S	coefficient de sorption, g/g
D	coefficient de diffusion de l'eau, $mm^2.s^{-1}$
P	perméabilité , $mm^2.s^{-1}$
Symboles grecs	
ρ	masse volumique, $kg.m^{-3}$
Indices et exposants	
t	temps s
0	temps initial
∞	temps long

1. Introduction

Dans le cadre du développement durable, les nouvelles réglementations en matière d'isolation thermique dans le domaine de la construction incitent à la mise au point de nouveaux matériaux à base de fibres végétales pour construire des bâtiments économes en énergie tout en assurant le confort de l'habitat.

Les fibres lignocellulosiques présentent de nombreux avantages car elles sont abondantes, peu couteuses et possèdent des propriétés thermiques spécifiques intéressantes. De nos jours, certains pays ont une production de déchets agricoles qui ne sont pas bien valorisés. La Tunisie est l'un des pays d'Afrique du Nord qui dispose d'une grande de quantité de déchet de palmiers non valorisés.

Le but de cette recherche est d'étudier la faisabilité de l'introduction de ces déchets dans les matériaux de construction tels que le ciment afin d'améliorer ses propriétés thermiques. Le problème est la perte de résistance mécanique du ciment dès qu'on augmente la quantité de fibres [1]. Afin d'améliorer la compatibilité du ciment avec les fibres de bois de palmier, deux traitements chimiques ont été testés.

2. Fabrication des échantillons

Les déchets utilisés sont issus de l'oasis de Gabès (Tunisie). Les fibres sont extraites du pétiole de palmier. Après séchage et broyage des tiges, les fibres subissent deux traitements chimiques différents successifs : un prétraitement alcoolique suivi ou non d'un traitement alcalin. La poudre de pétiole a ensuite été mélangée avec du ciment portland II 32.5 N de la société de ciment de Gabès, du sable et de l'eau. Le pourcentage massique de fibres est compris entre 0 et 30% (0%, 5%, 10%, 20% et 30%)

Figure 1 : *Pétiole de bois de palmier broyé (a) Fibres Brutes (b) Fibres Traitées*

L'analyse Granulometrique de Fibres traité et non traitées ont été fait par un Granulometre Lazer Matsizer 3000.

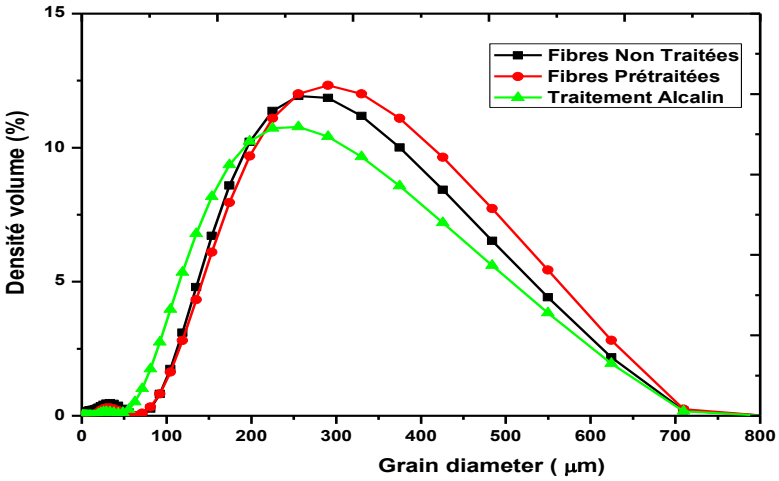

Figure 2 : *Analyse graunometrique des fibres sans et avec traitement*

La distribution en taille des fibres naturelles broyées et non traitées présente une double distribution. Le pic principal débute à 65 µm et finit à 700 µm, le maximum du pic se situe à 256 µm. Les fibres prétraitées ont un maximum du pic de l'ordre de 276 µm et pour le traitement alcalin le maximum du pic est à 239 µm. Le traitement alcalin a donc légèrement fait diminuer la taille des charges. Le second pic de faible intensité et centré à environ 30 µm voit son amplitude diminuer avec les traitements.

Enfin le mélange obtenu (fibres-sable-ciment) a été placé dans des moules de dimensions (44*44*10 mm^3). Les échantillons de ciment ont ensuite été placés dans des conditions humides pendant 28 jours.

3. Méthodes de caractérisation

Les observations en microscope électronique à balayage ont été réalisées pour des fibres végétales traitées et non traitées. Cette étude a permis de connaître la forme des charges

utilisées. Le dispositif utilisé pour l'observation de la microstructure est un microscope électronique à balayage JEOL 6301 F.

La composition des fibres a été déterminée en spectroscopie IR en mode ATR (spectromètre IRTF, Frontier, Perkin Elmer). Les spectres ont été enregistrés en réflexion dans une région variant de 600 à 4000 cm^{-1} avec 32 scans dans chaque cas, à une résolution de 4 cm^{-1}. Les tests ont été fait à 23°C avec une humidité relative de 52%.

Les mesures de sorption d'eau et la mesure de la densité des échantillons ont été réalisées grâce à un montage simple composé d'une balance placée au-dessus d'un bain d'eau thermostatée à 25°C dans lequel trempe un échantillon. Le poids de l'échantillon mis dans l'eau après séchage dans l'étuve à 50°C a été enregistré en fonction du temps. Le coefficient de diffusion de l'eau, la sorption, la perméabilité et la densité ont ensuite été calculés.

Les propriétés thermophysiques des poudres ont été déterminées avec un Hot Disk (TPS 2500 S). Pour les composites à base de ciment la conductivité thermique k et la diffusivité thermique a ont été mesurées en utilisant le dispositif de mesures DICO à 23°C avec une humidité relative de 52% et à pression atmosphérique. Cette technique de mesure thermique a été développée au CERTES. Le principe de mesure est basé sur l'excitation thermique périodique d'un bloc comprenant un échantillon pris en sandwich entre deux plaques métalliques. Une mesure de la température est effectuée sur les plaques avant et arrière et à l'aide de thermocouples. À partir de ces deux mesures, la fonction de transfert thermique du matériau est calculée. Pour retrouver les paramètres thermo-physiques des échantillons, nous procédons à l'identification simultanée de la diffusivité et de la conductivité thermiques à partir de la minimisation de l'écart quadratique entre les deux fonctions de transfert thermiques (expérimentales et théoriques) en utilisant la méthode de Levenberg-Marquardt. Ce dispositif est décrit en détail dans la référence [2].

4. Résultats et discussion

4.1 Imagerie MEB

La microscopie électronique à balayage est un outil important pour suivre la modification de structure et de morphologie des fibres naturelles et traitées. La figure 3a présente une image typique de la surface externe du xylème présent dans le pétiole de la plante. C'est la partie lignifiée de la plante ce qui lui donne une plus grande rigidité que les autres parties principalement composées de cellulose et d'hémicellulose (parenchyme et phloème). Le xylème est creux et sert au transport des fluides entre les racines et les feuilles. Il possède une structure très complexe avec une multitude de trous. Le xylème peut être annelé, spiralé, rayé, réticulé, celui-ci est ponctué. Les trous visibles sur la figure 3 ont un diamètre moyen de 10µm. Ils sont remplis par des cristaux de Silicium (SiO_2). Le parenchyme est lui aussi poreux mais moins résistant mécaniquement il est visible dans la poudre. Cette porosité importante explique la faible masse volumique de cette partie du palmier et ses bonnes propriétés isolantes.

Des images MEB des fibres de pétiole traitées sont présentées dans les figures 3b et 3c. Sur cette figure, les particules principalement composées de silicium présentes dans les trous semblent avoir été éliminées par le lessivage alcoolique (prétraitement) cependant on retrouve la présence de ces particules sur d'autres images.

Les fibres dites traitées, obtenues à la suite du prétraitement alcoolique et du traitement alcalin (NaOH), sont pour leur part beaucoup moins régulières, la matière est globalement présente sous forme d'amas de microfibriles destructurées. Le traitement alcalin a en effet pu enlever une partie de l'hémicellulose présente dans les fibres. Globalement les traitements chimiques ont modifié la composition, la rugosité et l'hydrophobicité de la surface des fibres.

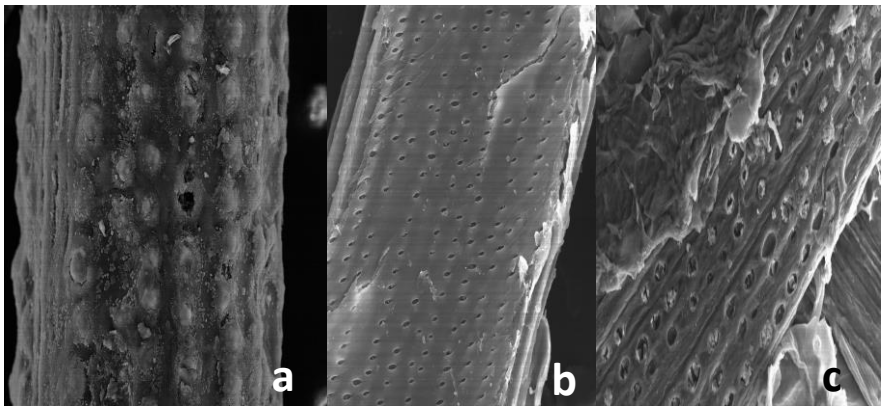

Figure 3 : *Images MEB de fibres de pétiole de palmier d'environ 160 µm de diamètre*

(a) Fibre brute (b) Fibre prétraitée (c) Fibre traitée

4.2 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR)

Les spectres obtenus en infrarouge en mode ATR des fibres brutes, prétraitées par simple lavage alcoolique et traitées ensuite à la soude sont présentés dans la figure 4. Les fibres végétales dites lignocellulosiques sont principalement composées de cellulose, avec de quantités variables de lignine et d'hémicelluloses. D'autres composants sont minoritaires, tels que l'eau, les cires et les composés inorganiques. Les pics situés autour de 3400-3300 cm^{-1} et de 1640 cm^{-1} sont attribués à l'étirement et à la vibration des groupements OH de la cellulose [3]. D'autre part, la vibration des cycles aromatiques observée à 1606 et 1515 cm^{-1} peuvent être associées la lignine [4]. Enfin, les pics observés à 1028-1161 cm^{-1} ont été attribués à la vibration et l'étirement des liaisons C-O et C-H. L'analyse par FTIR nous a renseigné sur la composition chimique de ces trois types de poudres qui présentent des spectres identiques.

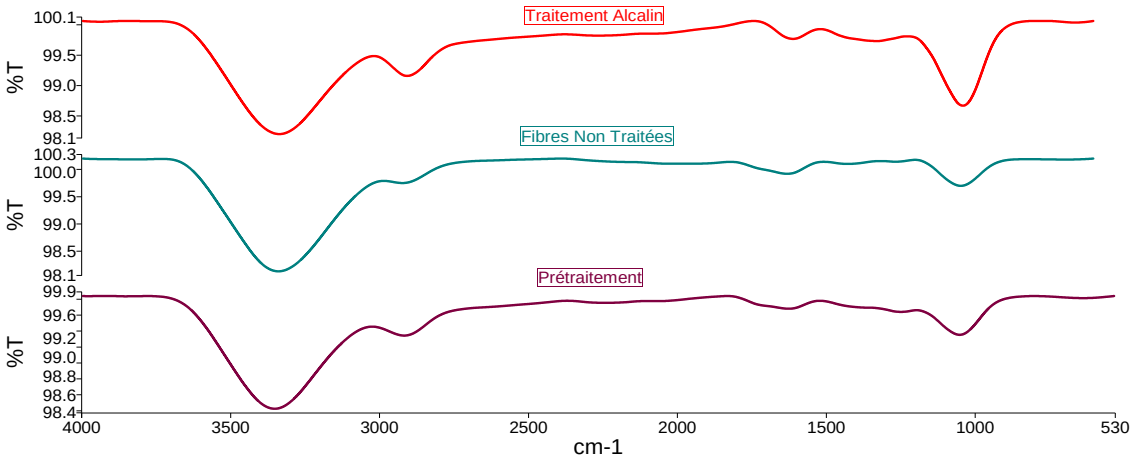

Figure 4 : *Spectre ATR des fibres non traitées, prétraitées et traitées*

4.3 Propriétés Thermophysiques des Poudres

Le tableau 1 présente les différentes propriétés thermiques des poudres de palmier naturelles et traitées. Les 3 types de poudres présentent une conductivité thermique très faible par rapport au ciment (1,4 $W.m^{-1}.K^{-1}$). Le traitement chimique des fibres influence légèrement les propriétés thermiques des poudres. On peut constater que le bois de palmier sous forme de poudre est un bon candidat pour la réalisation de nouveaux matériaux isolants car il présente une conductivité thermique et une masse volumique faibles [9]–[13]. Par comparaison, la laine de chanvre possède une conductivité thermique variant entre 0,039 et 0,045 $W.m^{-1}.K^{-1}$.

	Conductivité thermique $W.m^{-1}K^{-1}$	Diffusivité thermique mm^2s^{-1}	Capacité thermique $MJ.m^{-3}.K^{-1}$
Fibres Non Traitées	0,0868	0,2706	0,3184
Fibres prétraitées	0,0793	0,3924	0,2021
Fibres traitées	0,0929	0,3817	0,2434

Tableau 1 : *Propriétés thermophysiques des poudres de palmier non traité et traité obtenues avec le Hot Disk à 23°C et 52% d'humidité relative.*

4.4 Mesures de Masse volumique

Il est important de mesurer la masse volumique des composites afin de savoir si l'on a bien obtenu des ciments « légers ». La figure 5 montre l'effet du pourcentage de fibres sur la masse volumique. L'augmentation du pourcentage de fibres réduit progressivement la masse volumique. La masse volumique des composites réalisés avec des fibres traitées est plus faible que celle des composites réalisés avec fibres non traitées pour des faibles pourcentages massiques de fibres, cela peut être expliqué par l'élimination des impuretés par le traitement.

La distribution de taille et la chimie de surface des fibres traitées étant différente de celle des fibres non traitées la prise du ciment a pu être modifiée. Globalement la porosité du ciment peut être différente en fonction de la quantité d'eau disponible et de la présence de particules de très petite taille. On obtient les mêmes densités pour les composites contenant les fibres ayant subi un prétraitement et les fibres ayant subi en plus le traitement alcalin.

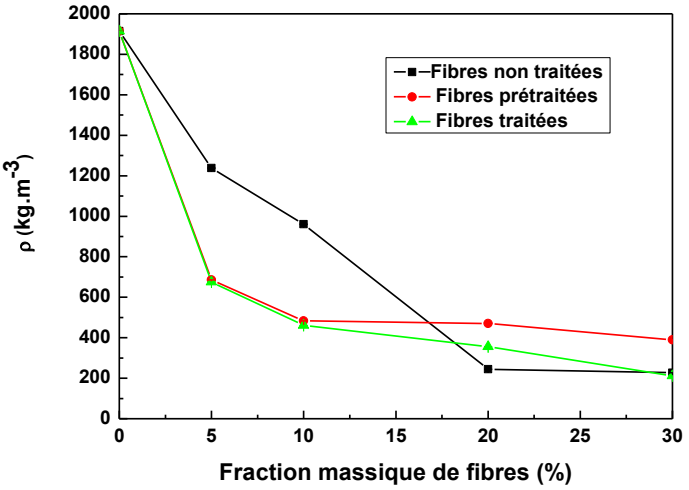

Figure 5 : *Variation de la masse volumique en fonction du pourcentage massique de fibres*

4.5 Cinétique de sorption de l'eau

La fraction d'eau absorbée M_t au temps t a été calculée de la manière suivante :

$$M_t = \frac{m_t - m_o}{m_o} \qquad (1)$$

Où m_o est le poids initial de l'échantillon sec et m_t est le poids de l'échantillon hydraté au temps t. La fraction d'eau absorbée exprimée en pourcent a été tracée en fonction de la racine carrée du temps divisée par l'épaisseur de l'échantillon. Les courbes de sorption d'eau sont présentées sur figure 6 pour des composites ne contenant que 10% de fibres. L'absorption d'eau des composites fibre/ciment présente bien un comportement Fickien avec une partie initiale linéaire et un plateau à l'équilibre. A partir des courbes la valeur du coefficient de diffusion peut être calculée en utilisant l'équation [13], [14] :

$$D = \pi \left(\frac{\theta}{4M_\infty} \right)^2 \quad (2)$$

Où θ est la pente de la partie linéaire des courbes de sorption, M_∞ la fraction d'eau absorbée à l'état d'équilibre. Les valeurs du coefficient de diffusion sont données dans le tableau 2. Le coefficient de diffusion est plus important pour les fibres traitées, prétraitées enfin pour les fibres non traitées.

Le coefficient de sorption est calculé en utilisant l'équation suivante :

$$S = \frac{m_\infty - m_o}{m_o} = M_\infty \quad (3)$$

Où m_o est la masse initiale de l'échantillon. Les valeurs des coefficients de sorption sont présentées dans le tableau 2. Les composites renforcés par les fibres absorbent plus d'eau que le béton seul. Cela peut s'expliquer d'une part, par le caractère hydrophile des fibres végétales et d'autre part, par le taux élevé des pores, leur structure et leur distribution dans le composite [5]. On observe également que les composites réalisés avec les fibres traitées à la soude absorbent plus d'eau que les composites réalisés avec les fibres non traitées ; le composite qui absorbe le moins d'eau correspond aux fibres ayant subies le prétaitement alcoolique.

Finalement, la perméabilité P des composites aux molécules d'eau (liquide) peut être considérée comme l'effet combiné de la sorption et de la diffusion [13], [14].

$$P = D.S \quad (4)$$

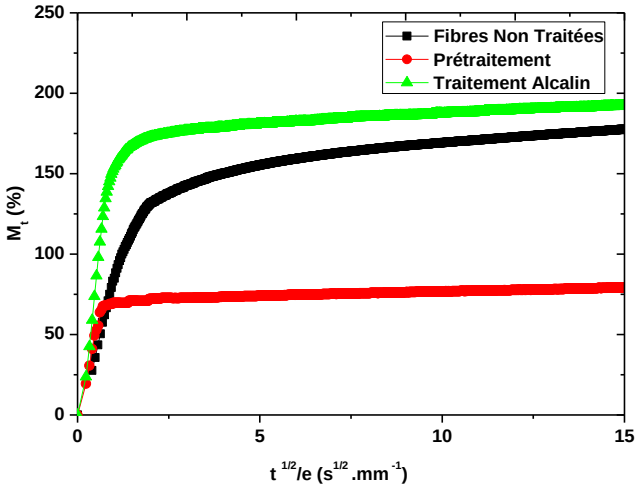

Figure 6 : *Courbes de sorption d'eau par les composites contenant 10 % de fibres.*

	D ($mm^2.s^{-1}$)	**S** (g/g)	**P** ($mm^2.s^{-1}$)
Fibres Non Traitées	$8{,}90.10^{-3}$	1,98	0,0176
Fibres prétraitées	$1{,}76.10^{-2}$	0,78	0,0137
Fibres traitées	$1{,}90.10^{-2}$	2,14	0,0407

Tableau 2 : *Coefficient de diffusion, coefficient de sorption et perméabilité de composites contenant 10% de fibres*

Les valeurs de la perméabilité sont données dans le tableau 2. La perméabilité des composites à base de fibres ayant subi le traitement alcalin est plus grande que celle des fibres

non traitées, alors que la perméabilité des composites à base de fibres non traitées est deux fois plus grande que celle des fibres n'ayant subies que le prétraitement. Les échantillons les plus perméables doivent probablement posséder la porosité ouverte la plus importante. Cette variation n'est pas identique à celle attendue en considérant la densité des échantillons puisque les échantillons obtenus à partir des fibres non traitées sont deux fois plus denses que les échantillons obtenus à partir des fibres prétraitées et traitées. L'influence du traitement sur la porosité de la poudre de palmier reste à déterminer. L'interaction entre le ciment et le bois de palmier peut également avoir été modifiée par le traitement. En effet, dans des composites fibre de lin/époxy la diminution de la perméabilité est considérée comme étant une bonne indication de l'amélioration de l'adhésion fibre/matrice [6].

4.3 Propriétés thermophysiques :

Les figures 7 et 8 présentent l'évolution de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique en fonction du pourcentage massique de fibres traitées et non traitées. On remarque que l'ajout de ces fibres diminue brutalement et simultanément la conductivité thermique et la diffusivité des composites. La conductivité thermique du béton passe de 1,4 $W.m^{-1}.K^{-1}$ à 0,31 $W.m^{-1}.K^{-1}$ pour 5% en masse de fibre et 0,11 $W.m^{-1}.K^{-1}$ pour 30% de fibres. Les composites sont donc bien plus isolants dès l'ajout de 5% de fibres. D. Taoukil *et al* [7] qui ont étudié l'effet de l'ajout de copeaux de bois et de laine de bois sur les propriétés thermiques des bétons ont également conclu que l'ajout de fibres naturelles améliore les caractéristiques d'isolation des bétons.

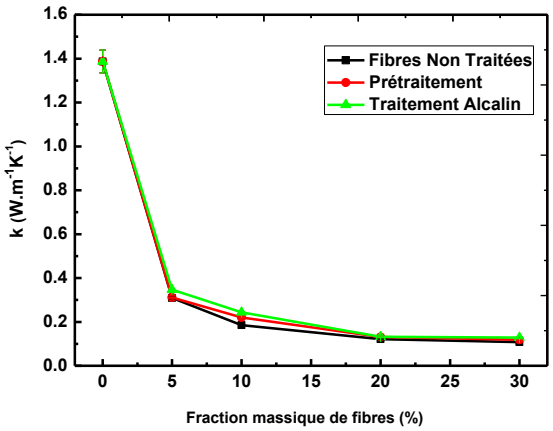

Figure 7 : *Conductivité thermique des composites*

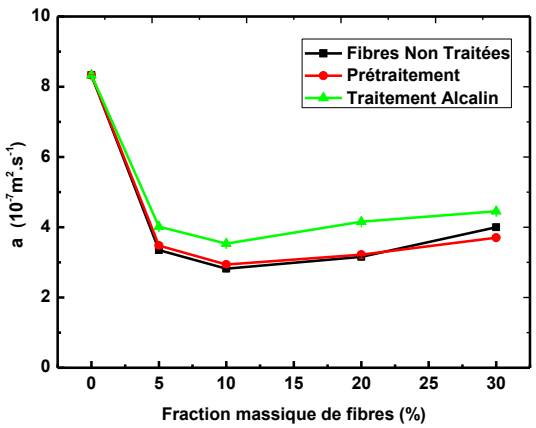

Figure 8 *: Diffusivité thermique des composites*

La réduction de la conductivité était prévisible, à cause du caractère poreux des fibres qui possèdent une conductivité thermique plus faible que celle du ciment mais également à cause de l'augmentation de la porosité du ciment lors de l'ajout des fibres. La réduction de la masse volumique peut être considérée comme l'un des avantages de l'utilisation de fibres naturelles mélangées au ciment, en effet les ciments obtenus sont beaucoup plus légers. Cet effet a déjà été noté par Aouadja *et al.* [8] sur le béton renforcé par des résidus de bois. Le traitement alcalin des fibres augmente principalement la diffusivité thermique des composites. Les propriétés mécaniques seront mesurées par la suite pour voir s'il existe des différences entre les deux traitements.

5. Conclusion

Dans le domaine du bâtiment, les matériaux utilisés doivent répondre à différentes contraintes, ils doivent en particulier posséder certaines propriétés thermiques pour limiter les pertes de chaleur et réduire la consommation d'énergie. Dans ce contexte énergétique et économique, il est intéressant d'envisager des formulations de bétons possédant de bonnes propriétés thermiques et l'ajout de poudre de pétiole de palmier qui est un déchet isolant semble

être une bonne solution. Cependant l'ajout d'une poudre dans un ciment dégrade ses propriétés mécaniques. Une étude préalable a montré que le prétraitement des fibres pouvait améliorer les propriétés mécaniques des composites obtenus. L'objet de ce travail était de comparer le prétraitement par lessivage alcoolique à un traitement à la soude. Des observations au MEB, des mesures en spectroscopie infrarouge, des mesures de densité et de diffusion d'eau ont complété les mesures des propriétés thermophysiques des composites. Une étude des propriétés mécaniques devrait permettre de savoir si le traitement à la soude améliore également les propriétés mécaniques.

Références

[1] A**.** Alawar AM. Hamed, k. Al-Kaabi, Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, Composites Part B: Engineering, 40 (2009), 601-606.

[2] A. Boudenne, L. Ibos, E. Géhin, Y. Candau, A simultaneous characterization of thermal conductivity and diffusivity of polymer material by a periodic method, J. Phys. D: Appl. Phys., 37 (2004), 132-139.

[3] H.Kargarzadeh, I.Ahmad, I.Abdullah, A.Dufresne, S.Y.Zainudin, & R.M .Sheltami, Effects of hydrolysis conditions on the morphology, crystallinity, and thermal stability of cellulose nanocrystals extracted from kenaf best fibers Cellulose, Springer, 2012, 19, 855-866

[4] L.Ludueña, D.Fasce, V. A. Alvarez, & P. M. Stefani Nano cellulose from rice husk following alkaline treatment To remove silica Bio Resources, 2011, 6, 1440-1453

[5] D.Taoukil , A. Elbouardi, T Ajzoul, and H. Ezbakhe; Effect of the Incorporation of Wood Wool on Thermo Physical Proprieties of Sand Mortars; Springer ,2012, 16,1003-1010

[6] Z. Cherif, C. Poilane, T. Falher, A. Vivet, N. Ouail, B. Ben Doudou, J. Chen, Polymer composites, 34 (2013), 1761-1773.

[7] D. Taoukil, A. Albouardi, T. ajzoul, and H. ezbakhe, "Caractérisation mécanique et Hydrique d'un béton allège avec les résidus de bois," revue internationale d'héliotechnique, n° 43 (2011), 1-7.

[8] F. Z. Aouadja, M. Mimoune, and and M. Laquerbe, "Etude expérimentale sur les bétons à Base de résidus de bois," *Revue Algérie-Equipement*, (1995) 24-27.

[9] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, and A. Kareche, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy Build.*, vol. 81, pp. 98–104, 2014.

[10] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, "Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation," *Energy Build.*, vol. 66, pp. 267–273, 2013.

[11] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce building heat loss : Characterization of date palm wood," vol. 43, pp. 491–497, 2011.

[12] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, and M. Fois, "Caractérisation thermophysique du bois de palmier dattier en vue de son utilisation en isolation thermique dans l ' habitat."

[13] P. A. Sreekumar, S. P. Thomas, J. marc Saiter, K. Joseph, G. Unnikrishnan, and S. Thomas, "Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 40, no. 11, pp. 1777–1784, 2009.

[14] Z. E. Cherif, C. Poilâne, T. Falher, A. Vivet, N. Ouail, B. Ben Doudou, and J. Chen, "Influence of textile treatment on mechanical and sorption properties of flax/epoxy composites," *Polym. Compos.*, vol. 34, no. 10, pp. 1761–1773, 2013.

Remerciements :

Les auteurs remercient Mr Patrick Ausset, ingénieur de recherche au LISA, pour avoir effectué les observations des fibres avec le MEB.