

Performances hygrothermiques d'un composite en plâtre et fibres de *Furcraea Foetida* (choca vert)

Hygrothermal performance of a gypsum and *Furcraea Foetida* (green choca) fiber composite

Hélène CAILLET^{*1,2}, Laurent IBOS³, Nicolas DUJARDIN³, Chadi MAALOUF⁴, Christophe BLIARD⁵, Lénéaïc MALHERBE², Julie BASCAULES^{2,6}, Laetitia ADELARD^{1,2}, Olivier MARC^{1,2}

¹IUT de Saint-Pierre, 40 Avenue De Soweto, Saint-Pierre 97410, La Réunion

²Laboratoire Physique et Ingénierie Mathématique pour l'Energie, l'environnement et le bâtiment (PIMENT). IUT de Saint-Pierre, 40 Avenue De Soweto, Saint-Pierre 97410, La Réunion

³Centre d'études et de recherche en thermique, environnement et systèmes (CERTES), Université Paris Est Créteil, OSU Efluve, 61 av. du Général de Gaulle, 94010 Créteil Cedex, France

⁴Institut de Thermique, Mécanique, Matériaux (ITheMM), UFR Sciences Exactes et Naturelles, Campus du Moulin de la Housse -Université de Reims Champagne Ardenne

⁵Institut de Chimie Moléculaire de Reims (ICMR) CNRS UMR7312, UFR Sciences Exactes et Naturelles, Campus du Moulin de la Housse -Université de Reims Champagne Ardenne

⁶Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME), 20 Av. du Grésillé, 49004 Angers

*(auteur correspondant : helene.caillet@univ-reunion.fr)

Résumé - Des matériaux ont été formulés à partir des fibres de choca et de plâtre industriel. Cinq échantillons ont été fabriqués : un échantillon en plâtre seul avec un rapport eau/plâtre de 0,6, un échantillon contenant des fibres en vrac avec une densité de 0,035, et trois échantillons composites de plâtre et fibres, avec des pourcentages massiques de fibres de 0,33 %, 0,59 % et 1 % respectivement. Les propriétés hygrothermiques des échantillons sont étudiées avec la réalisation des isothermes de sorption/désorption et la mesure de la conductivité thermique avec la méthode Hot-Disk.

Abstract - Materials were formulated from choca fibers and industrial gypsum. Five samples were produced: one gypsum sample with a water/gypsum ratio of 0.6, one sample containing loose fibers with a density of 0.035, and three composite samples of gypsum and fibers, with fiber mass percentages of 0.33%, 0.59% and 1% respectively. The hygrothermal properties of the samples are studied by performing sorption/desorption isotherms and measuring thermal conductivity using the Hot-Disk method.

Nomenclature

a_w	activité de l'eau	HR	humidité relative, %
C	constante de Guggenheim reliant la monocouche à la chaleur de sorption	RSS	somme des carrés des résidus
C_p	capacité thermique massique, $J.K^{-1}.kg^{-1}$	T	température, °C ou °K
GAB	Guggenheim-Anderson-De Boer	u_i	poids des données expérimentales
K	facteur de correction des propriétés des molécules des multicouches	w	teneur massique en eau
N	nombre de points expérimentaux	w_m	teneur en eau moyenne
R^2	coefficient de corrélation	$w_{max,exp}$	teneur en eau à l'équilibre expérimentale

$w_{\max,calc}$	teneur en eau à l'équilibre prédite	Symboles grecs	
$w_{\max,calc}$	teneur en eau moyenne prédite	φ	activité de l'eau
w_i	valeurs de teneur en eau observées	λ	conductivité thermique, $W.m^{-1}.K$
$\overline{w_i}$	valeurs de teneur en eau prédites	α	diffusivité thermique, $m^2.s^{-1}$
		ρ	masse volumique, $kg.m^{-3}$

1. Introduction

Le *Furcraea Foetida*, aussi connu sous le nom de choca vert, est une espèce envahissante présente sur le territoire de La Réunion. Cette plante a été initialement importée sur l'île pour la fabrication de cordage en raison de caractéristiques mécaniques de ses fibres. Aujourd'hui, le choca vert est inexploité et représente une menace pour la flore locale. Les premiers travaux menés sur l'évaluation de la conductivité thermique des fibres de choca en vrac ont montré des propriétés intéressantes en tant qu'isolant thermique [1,2]. En tant que territoire insulaire, La Réunion rencontre des problématiques majeures en matière de gestion et de traitement des déchets, ainsi qu'une forte dépendance aux importations, notamment dans le domaine de la construction. Chaque année, 4 000 tonnes de déchets de plâtre sont produites à La Réunion, dont 2 500 tonnes sont actuellement valorisées localement par la société Sud Traitement Services (STS) qui assure le tri et le broyage des déchets de plâtre sur le territoire [3]. La poudre fine obtenue est actuellement non valorisée et présente un potentiel intéressant pour le développement d'un matériau recyclé.

Dans la littérature, le mélange fibres de *Furcraea foetida* et plâtre n'a jamais été réalisé. Un composite plâtre renforcé par des fibres végétales a été développé dans une étude privée de 2023 [4]. Dans cette étude, les auteurs ont choisi d'utiliser un gâchage eau/plâtre de 0,8 puis de mélanger le plâtre formé avec 1% en volume de fibres. Une autre étude [5] a développé un composite à base de ciment avec des fibres de *Furcraea cabuya*. Des tests ont été effectués avec un ratio de fibres de 0 à 4% en masse. D'autres ajouts ont été faits sur ce composite, comme par exemple de l'amiante.

L'objet de cette étude est donc de formuler et caractériser des matériaux formulés à base de fibres de choca et de plâtre industriel. A terme, des matériaux en plâtre recyclé et fibres de choca pourront être développés, cette solution présentant un intérêt pour le territoire [3]. L'intégration de fibres végétales ayant un impact sur le comportement hygrothermique des matériaux [6], nous nous concentrons dans ce travail sur l'évaluation des isothermes de sorption et de désorption et de la conductivité thermique.

2. Matériels et méthodes

2.1. Préparation des échantillons

Les fibres de choca sont extraites manuellement directement à partir des feuilles fraîches de choca [7], puis coupées en tronçons de 3 cm.

Quatre échantillons de dimensions 27 x 27 x 4 cm sont réalisés [8]. Le premier échantillon, appelé plâtre, est réalisé avec du plâtre industriel et un rapport eau/plâtre de 0,6. Les trois autres échantillons, dénommés par leur teneur massique en fibres, sont constitués d'un mélange plâtre-fibres avec un rapport eau/plâtre de 0,6 et des pourcentages massiques respectifs de 0,33%, 0,59% et 1%.

Dans un premier temps, nous mélangeons les fibres avec la poudre de plâtre. Des agglomérats de fibres se créant facilement, nous avons bien séparé les amas de fibres dans le mélange. Puis nous avons ajouté ce mélange dans un volume d'eau tel que le ratio eau/plâtre soit de 0,6. Les étapes de préparation des échantillons de matériaux en plâtre et fibres de choca sont présentées en Figure 1.

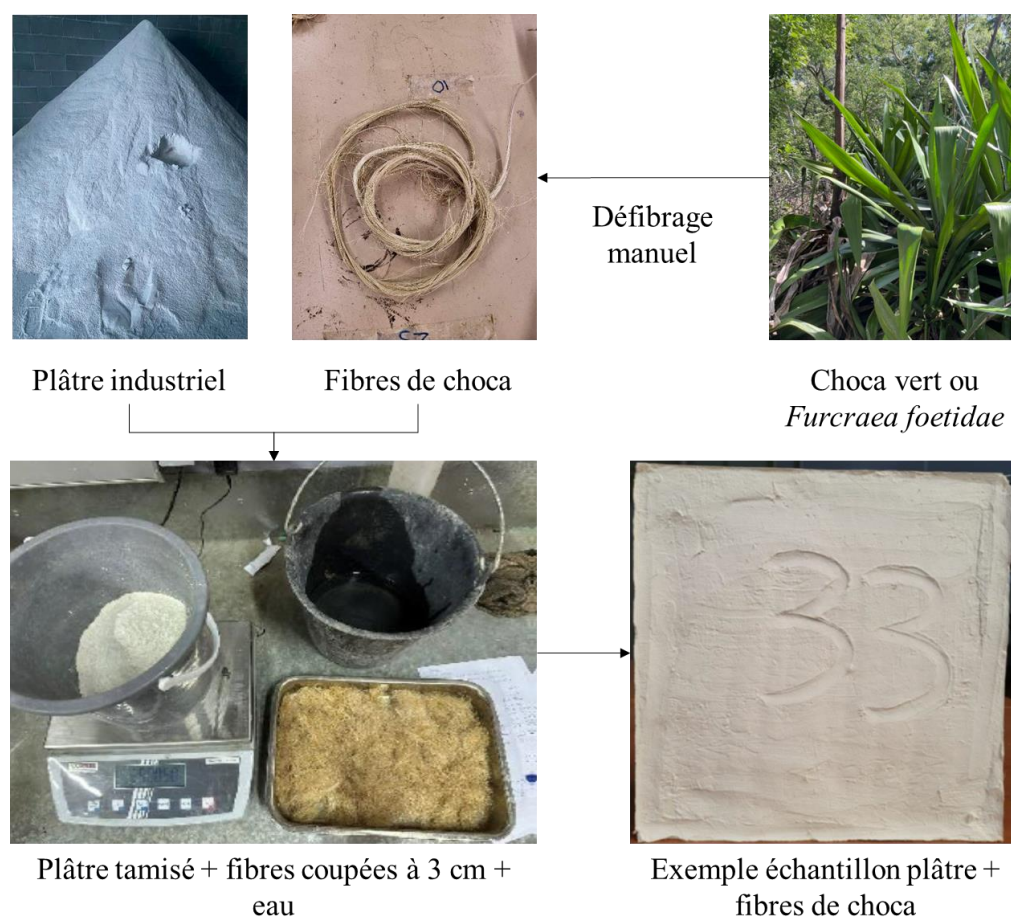


Figure 1 : Préparation des échantillons

2.2. Isothermes de sorption et de désorption

Pour caractériser les isothermes complètes d'adsorption et de désorption, la méthode de Sorption de Vapeur Dynamique (DVS) a été utilisée. L'appareil employé est un V_{sorp} Plus (DVS multi-échantillons, voir Figure 2) de ProUmid, relié à un système d'air comprimé sec (Classe 1 : ISO 8573-1:2010). La résolution de l'appareil est de 10 μg jusqu'à 110 g. Cet équipement permet de contrôler la température, allant de 15 °C à 40 °C, ainsi que l'humidité relative, de 0 % à 90 %, autour des échantillons, lesquels étaient placés sur un carrousel.

Les échantillons, mesurant 2 cm de longueur, 2 cm de largeur et 1 cm d'épaisseur, sont pesés à intervalles réguliers, toutes les 10 minutes. Les courbes de sorption présentées sont moyennées sur deux échantillons. La température était maintenue constante à 23 °C. L'humidité relative était augmentée puis diminuée de 0 % à 90 % par palier de 10 %. Un palier était considéré comme terminé lorsque la variation de masse ne dépassait pas 0,0005 % par minute.



Figure 2 : Carrousel multi-échantillon du $V_{sorp plus}$

Les résultats sont analysés à l'aide du modèle de GAB [9] :

$$w = \frac{w_m CK \phi}{(1 - K \phi)(1 - K \phi + CK \phi)} \quad (1)$$

Pour déterminer les valeurs des coefficients, nous avons utilisé une méthode de régression non linéaire basée sur l'approche des moindres carrés. Pour évaluer la qualité de l'ajustement, deux paramètres statistiques ont été pris en compte : le coefficient de corrélation et le RSS. Ce dernier mesure l'ampleur des résidus, qui représentent les différences entre les valeurs observées de la variable dépendante et les valeurs prédites par le modèle de régression. Les expressions pour chacun de ces paramètres statistiques sont les suivantes :

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^N (w_{\max, \exp, i} - w_{\max, \text{calc}, i})^2}{\sum_{i=1}^N (w_{\max, \exp, i} - \overline{w_{\max, \exp, i}})^2} \quad (2)$$

$$RSS = \sum_{i=1}^N u_i |w_i - \overline{w_i}|^2 \quad (3)$$

Plus la valeur du RSS est faible, meilleur est l'ajustement de l'équation.

2.3. Caractérisation thermique

Les caractérisations thermiques ont été réalisées en utilisant la méthode du Hot-Disk [10]. Le principe de cette méthode repose sur l'utilisation de sondes résistives en Nickel déposées sur des films souples en Kapton qui servent à la fois d'élément chauffant et de capteur de température. La sonde est placée entre deux échantillons du matériau à caractériser. Une puissance constante, choisie en fonction du diamètre de la sonde et des propriétés présumées du matériau est appliquée pendant une durée fixée à l'avance. La durée de mesure et la puissance de chauffage doivent parfois être modifiées pour s'adapter au mieux aux propriétés du matériau. La température de la sonde est enregistrée en fonction du temps. Cette méthode transitoire permet l'estimation de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique, ou bien du produit de la masse volumique et de la capacité thermique massique par calage d'un modèle de transfert thermique sur les données expérimentales. Selon le constructeur, l'incertitude sur la conductivité thermique est de l'ordre de 5 % lorsque les paramètres expérimentaux sont choisis de manière optimale.

Les mesures ont été effectuées en utilisant les paramètres suivants : une sonde Kapton 4922 (rayon de 14,61 mm), une puissance de 300 mW et une durée de mesure de 640 s. Une sonde de diamètre assez élevé a été choisie en raison de la présence de fibres dans les échantillons. En effet, ceci permet de sonder un volume plus important du matériau et ainsi de réduire l'influence de non-homogénéités locales de composition. Compte tenu de l'épaisseur des échantillons, il n'était pas possible d'utiliser une sonde de diamètre plus élevé. Pour chaque matériau, trois caractérisations ont été effectuées pour trois zones différentes pour chaque échantillon. Les mesures ont été effectuées dans une ambiance à 20°C et environ 50% d'humidité relative.

Le modèle utilisé est le modèle " bulk standard" du hot-disk dans lequel on considère que le matériau est semi-infini et de propriétés isotropes et en moyennant sur neuf mesures. Le fait qu'il y ait de la diffusion 2D est pris en compte par ce modèle puisque le transfert est modélisé en 2D avec une symétrie radiale.

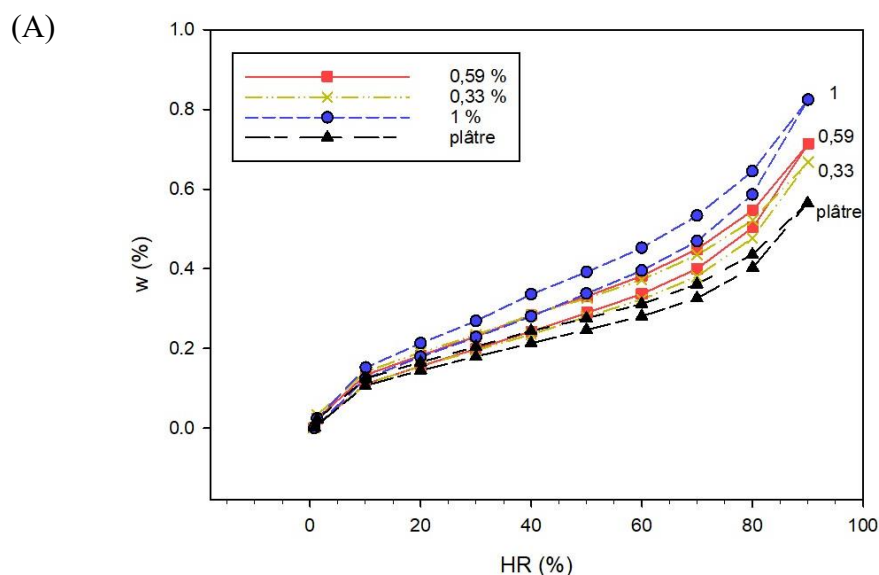
3. Résultats et discussions

3.1. Isothermes de sorption et de désorption

La Figure 3 présente les courbes de sorption et désorption pour les quatre échantillons ainsi que l'ajustement du modèle de GAB.

Nous observons une hystérésis entre les courbes d'adsorption et de désorption. Compte tenu de l'allure des courbes, le matériau forme des agrégats et la condensation capillaire s'effectue dans une texture non rigide. D'après la classification des isothermes de l'IUPAC, les isothermes sont de type-II. Elles se caractérisent par une adsorption multicouche [11]. L'échantillon de plâtre industriel est le matériau le moins sensible à l'eau. La quantité d'eau adsorbée par les matériaux augmente lorsque la proportion de fibres augmente. Dans le cas d'une application dans le domaine du bâtiment, l'adsorption de l'eau par le matériau a pour effet l'augmentation de sa conductivité thermique et augmente les risques de développement de moisissures. Il sera donc important de caractériser les performances des matériaux biosourcés en conditions réelles.

Les paramètres utilisés pour le modèle de GAB sont indiqués dans le Tableau 1 et nous constatons une corrélation supérieure à 0,99 et une valeur maximale de RSS de 0,0011 pour l'ensemble des échantillons.



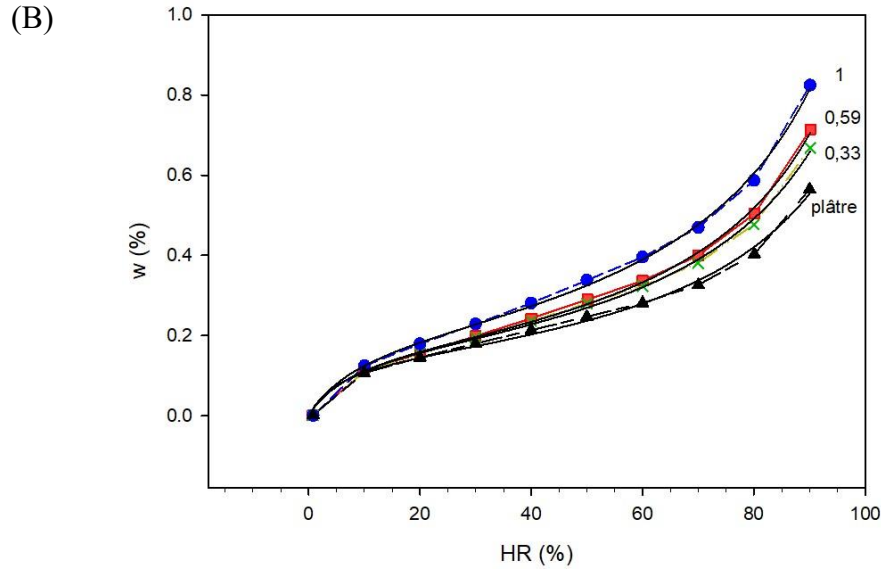


Figure 3 : (A) Courbe de sorption/désorption expérimentale sur les échantillons de plâtre/choca ;
(B) Ajustement du modèle de GAB aux courbes de sorptions expérimentales

Echantillons	Plâtre	0,33	0,59	1
w_m	$0,1498 \pm 0,0077$	$0,1717 \pm 0,0070$	$0,1765 \pm 0,0070$	$0,2106 \pm 0,0083$
C	$21,4833 \pm 7,2812$	$16,0599 \pm 3,7811$	$14,8597 \pm 3,3322$	$13,0000 \pm 2,6073$
K	$0,8158 \pm 0,0171$	$0,8273 \pm 0,0126$	$0,8384 \pm 0,0115$	$0,8312 \pm 0,0115$
R^2	0,9952	0,9976	0,9979	0,9981
RSS	0,0011	0,0008	0,0008	0,0010

Tableau 1: Paramètres du modèle GAB appliqué à la sorption des échantillons à base de choca

3.2. Caractérisation thermique

Un exemple de courbe expérimentale et des résidus d'estimation est présenté sur la Figure 4. L'élévation de température est légèrement inférieure à 5°C, ce qui est la valeur recommandée pour ce type d'expérience. Il est par ailleurs important d'obtenir des résidus non signés et de valeur de l'ordre de $\pm 0,1$ mK en moyenne.

Une synthèse des résultats obtenus pour les différents matériaux est présentée sur la Figure 5. Les valeurs reportées correspondent aux valeurs moyennes obtenues sur chaque échantillon. Les barres d'erreur correspondent aux incertitudes calculées en prenant en compte l'incertitude sur les estimations de propriétés (5%) et les écarts-types pour chaque matériau.

La conductivité thermique de l'échantillon en plâtre industriel est cohérente avec une valeur de $0,427 \pm 0,022 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Selon la norme EN 13279-1, la conductivité thermique du plâtre industriel est de $0,34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour une masse volumique de 1000 kg.m^{-3} . Dans notre cas, notre échantillon a une masse volumique de 1067 kg.m^{-3} . La conductivité thermique des matériaux plâtre-fibres de choca est comprise entre $0,397 \pm 0,021 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0,452 \pm$

0,023 W.m⁻¹.K⁻¹ et la diffusivité thermique entre 0,307 ± 0,058 mm².s⁻¹ et 0,377 ± 0,033 mm².s⁻¹. Les échantillons 0,33, 0,59 et le plâtre pur ont respectivement des masses volumiques de 1205 kg.m⁻³, 1119 kg.m⁻³ et 989 kg.m⁻³. L'ajout de fibres a pour effet de diminuer la masse volumique de l'échantillon. Pour les trois premiers matériaux, compte tenu des incertitudes, on ne note pas de variation significative de conductivité ni de diffusivité thermique. Une légère tendance à la diminution de la conductivité et de la diffusivité thermique semble apparaître pour le matériau contenant le plus de fibres. Ces résultats devront être complétés pour des matériaux contenant un pourcentage de fibres plus important afin d'évaluer l'impact de l'ajout de fibres sur la conductivité thermique du matériau.

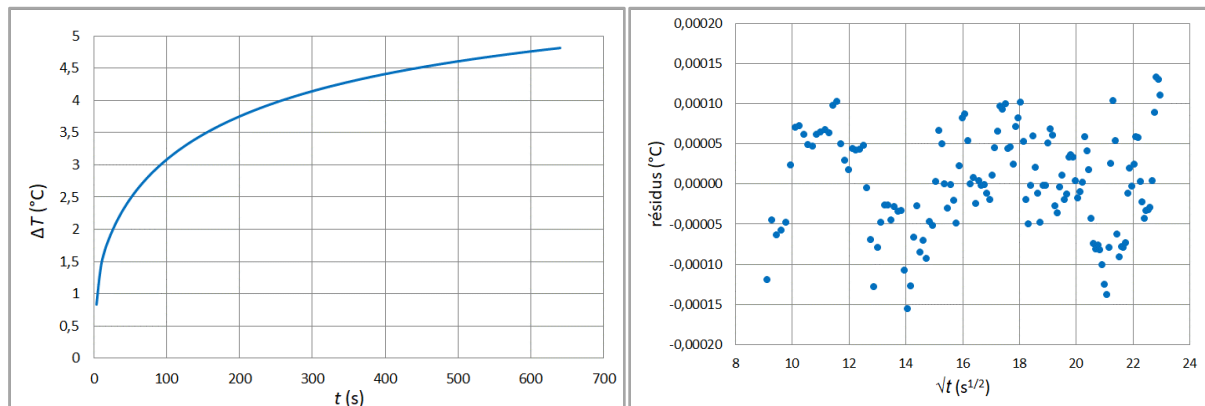


Figure 4 : (à gauche) Elévation de température obtenue lors de l'un des essais de caractérisation thermique ; (à droite) Résidus après calage du modèle de transfert thermique sur les données expérimentales

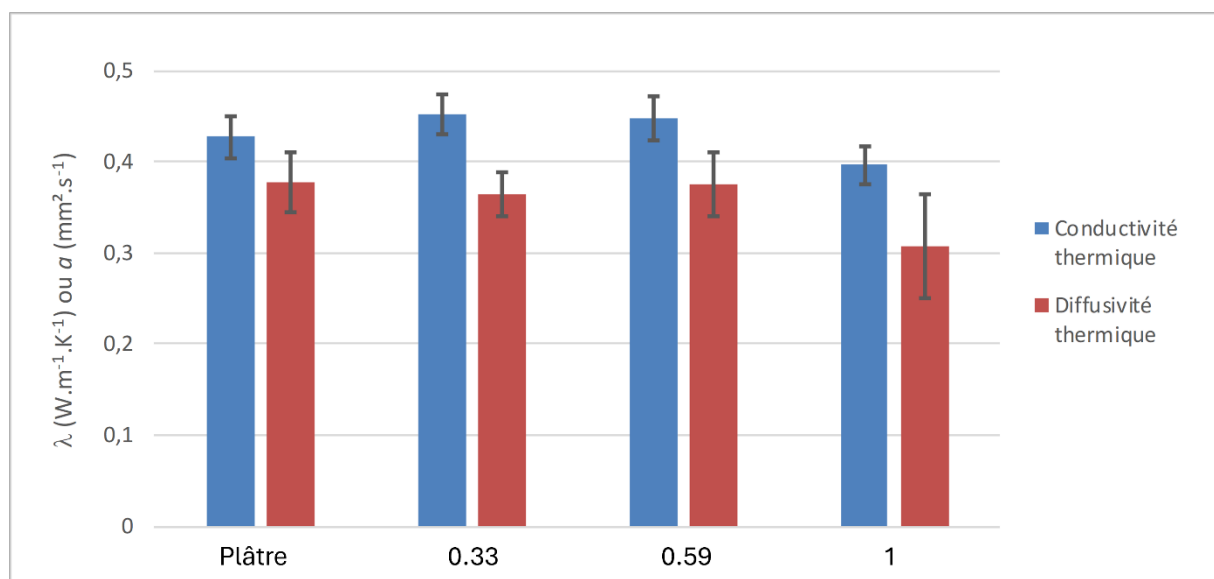


Figure 5 : Valeurs de conductivité et diffusivité thermique obtenues pour les différents matériaux (valeurs moyennes et incertitudes)

4. Conclusion

Trois matériaux constitués de plâtre industriel et de fibres de choca ont été formulés. Un matériau en plâtre industriel sans fibre a également été réalisé afin de comparer ces résultats. Les performances hygrothermiques de ces matériaux ont été évaluées avec les isothermes de sorption et désorption, la conductivité et la diffusivité thermique. L'ajout de fibres n'a pas

d'influence significative sur la conductivité thermique du matériau. Elle est comprise entre $0,397 \pm 0,021 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0,452 \pm 0,023 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Il sera nécessaire de formuler des échantillons avec une proportion plus importante de fibres de choca. Cependant, le comportement hygroscopique des matériaux est impacté par la proportion de fibres présentes dans le matériau. Nous constatons que le plâtre industriel est le matériau le moins sensible à l'eau. Les matériaux contenant le plus de fibres sont les plus sensibles à l'eau. Ce paramètre ayant un impact sur la conductivité thermique du matériau en conditions réelles, il est important d'évaluer l'impact de la teneur en eau d'un matériau contenant des fibres sur la conductivité thermique. Les isothermes ont été réalisées à une température de 23 °C, il sera intéressant d'effectuer des essais à une température de 27 °C, température proposée par la norme EN ISO 12571 pour les pays tropicaux.

Références

- [1] H. Caillet, J. Bascaules, Y. Mahaman, P. Rousset, J-F. Martin, L. Adelard, and O. Marc, Characterization and thermal performance of *Furcraea Foetida* fibers and pineapple mash as loose-fill insulating material, *Entropie thermodynamique – énergie – environnement – économie* 4 (Numéro 3 spécial SFT Prix Biot-Fourier), (2023), DOI : 10.21494/ISTE.OP.2023.1017 7.
- [2] H. Caillet, J. Bascaules, Y. Mahaman, P. Rousset, J-F. Martin, L. Adelard, and O. Marc, Caractérisation et performances thermiques des fibres de *Furcraea Foetida* et de broyat d'ananas en tant que matériau isolant en vrac, SFT, (Reims, 30 mai – 2 juin 2023)
- [3] J. Bascaules, O. Marc, L. Adelard, C. Maalouf, and H. Caillet, IBPSA, (La Rochelle Oléron, 13-17 mai 2024).
- [4] A. Désiré Omgba Betené, F. Martoïa, PJJ. Dumont, F. Ebanda Betené, and A. Ateba, Gypsum plaster composites reinforced with tropical fibre bundles extracted from *Rhectophyllum camerunense* and *Ananas comosus* plants: Microstructure and mechanical performance, *Constr. Build. Mater.*, 392, (2023), 131815.
- [5] S. Delvasto, EF. Toro, F. Perdomo, and RM. De Gutiérrez, An appropriate vacuum technology for manufacture of corrugated fique fiber reinforced cementitious sheets, *Constr. Build. Mater.*, 24(2), (2010), 187-92.
- [6] D. Taoukil, A. El bouardi, F. Sick A. Mimet, H. Ezbakhe, and T. Ajzoul, Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite physical and mechanical properties of Cameroonian *Ananas comosus* leaf fibers, *Constr. Build. Mater.*, 48, (2013), 104-115.
- [7] J. Bascaules, H. Caillet, C. Maalouf, O. Marc, and L. Adelard. March 2024, Préparation des fibres de *Furcraea Foetida* pour une utilisation en tant qu'isolant thermique, Congrès National de la Recherche des IUT, (Mulhouse, 27-28 mars 2024).
- [8] J. Bascaules, L. Malherbe, L. Adelard, H. Caillet, C. Maalouf, and O. Marc, Évaluation de la conductivité thermique de composites à base de fibres de *Furcraea foetida* et de plâtre, SFT, (Strasbourg, 4-7 juin 2024).
- [9] C. Van den Berg, D. Simatos & J.L. Multon, Martinus Nijhoff, Dordrecht, Development of B.E.T. like models for sorption of water on foods; theory and relevance, *Properties of Water in Foods*, (1985), (eds) p. 119.
- [10] T. Salem, N. Dujardin, V. Feuillet, M. Fois, L. Ibos, Comparaison de deux méthodes de mesure de conductivité thermique sur des matériaux isolants ou conducteurs, SFT 2019.
- [11] M. M. Rahman, M. Muttakin, A. Pal, A. Z. Shafiullah, and B. B. Saha, A statistical approach to determine optimal models for IUPAC-classified adsorption isotherms, *Energies*, 12(23), (2019), 4565.