

Analyse thermogravimétrique appliquée aux matériaux isolants fibreux.

Fouzia ACHCHAQ^{1*}, Karim DJELLAB², Laurent MARMORET¹, Hassen BEJI¹

¹Laboratoire des Technologies Innovantes
Avenue des Facultés-Le Bailly – 80025 Amiens Cedex 1

²Plate-forme microscopique de l'Université de Picardie Jules Verne
33, rue Saint Leu – 80039 Amiens Cedex

* (auteur correspondant : fouzia.achchaq@u-picardie.fr)

Résumé - La présente communication consiste en une première approche de caractérisation structurale d'isolants fibreux par une méthode thermique qui est l'analyse thermogravimétrique (ATG). Il apparaît que les informations recueillies à l'aide de cette technique, couplées à celles obtenues grâce au microscope électronique à balayage (MEB), permettent une comparaison rapide et sûre des matériaux entre eux pouvant conduire à un processus de sélection appropriée pour leurs concepteurs.

1. Introduction

Le marché de l'isolation thermique est en pleine expansion du fait de l'explosion des coûts énergétiques. C'est dans ce contexte que de nouveaux matériaux isolants issus pour l'essentiel de l'industrie agricole (laine de mouton, lin, chanvre, ...) apparaissent sur le marché. Les concepteurs et les utilisateurs disposent de peu de recul sur le comportement dans le temps des matériaux fibreux d'origine végétale ou animale. Et il n'existe pas, à ce jour, d'un matériau modèle comme point de référence pour les propriétés des matériaux étudiés. La thermogravimétrie qui permet de surveiller la stabilité thermique du matériau et le gain ou la perte d'éléments (eau, composés chimiques issus des liants ou des fibres, ...) peut répondre à cette attente.

Sous l'effet de la température, les matériaux subissent des changements pouvant être d'ordre physique (liquéfaction, sublimation), structurel (amorphisme, cristallisation) ou encore mécanique (passage d'un état fragile à ductile).

Parmi l'ensemble des méthodes développées pour la quantification de ces changements comme l'analyse calorimétrique à compensation de puissance (DSC), l'analyse mécanique dynamique (AMD) ou encore l'analyse thermomécanique (ATM), la thermogravimétrie (TG) est retenue car elle semble, avec l'AMD, être privilégiée par le milieu industriel désireux d'étudier les caractéristiques de leurs matériaux [1].

Ainsi, le travail suivant consiste à observer des isolants de natures minérale (L1 et L2) et végétale (L3) au Microscope à Balayage Electronique puis d'apporter, en utilisant la thermogravimétrie, des éléments de quantification des changements provoqués par une augmentation constante de la température dans un domaine allant de 50 à 1200°C.

2. Présentation des matériaux fibreux à l'échelle microscopique

La Microscopie à Balayage Electronique (MEB), de la plateforme microscopique de l'Université de Picardie (UPJV), met en évidence l'aspect tout à fait hétérogène et la

distribution aléatoire des fibres de deux laines minérales (L1 et L2) et d'une laine végétale (L3), quelque soit le lieu de prélèvement des échantillons. L'hétérogénéité concerne également la géométrie des fibres puisque leur longueur et leur diamètre sont variables (Figure 1). En outre, à minima trois types de fibres, référencées 1, 2 et 3 sur la figure 2, composent la laine de chanvre.

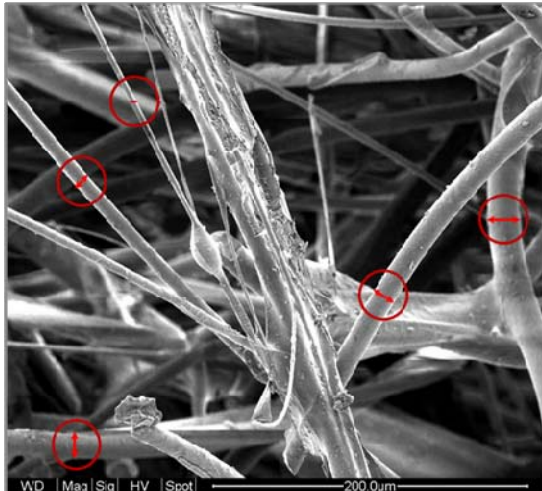


Figure 1 : Mise en évidence de l'hétérogénéité de la géométrie des fibres minérales (L1)

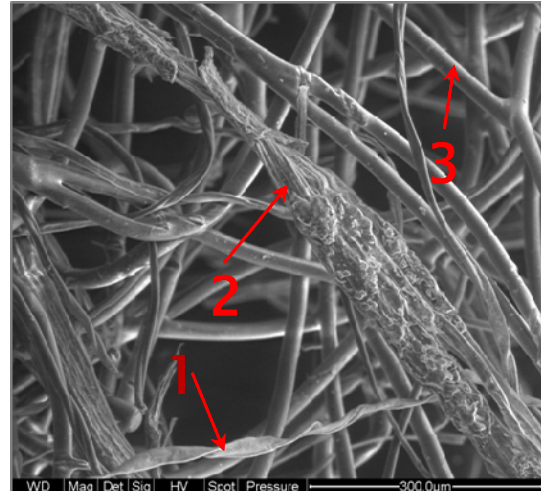


Figure 2 : Mise en évidence de trois types de fibres composant la laine végétale (L3)

L'analyse microscopique de plusieurs échantillons prélevés sur les laines minérales montre que les liants sont plus présents (sous forme de gouttelettes et d'amas) dans la laine L1 (Figure 1) que dans la laine L2. Par ailleurs, ils apparaissent avec une épaisseur relativement régulière sur le contour des fibres. On parle alors de fibres ensimées (Figure 3). Sur les échantillons de l'isolant végétal, la présence de liant est mise en évidence sur deux des trois types de fibres référencées 1 et 3 sur la figure 2 ; l'ensimage leur conférant un aspect lisse.

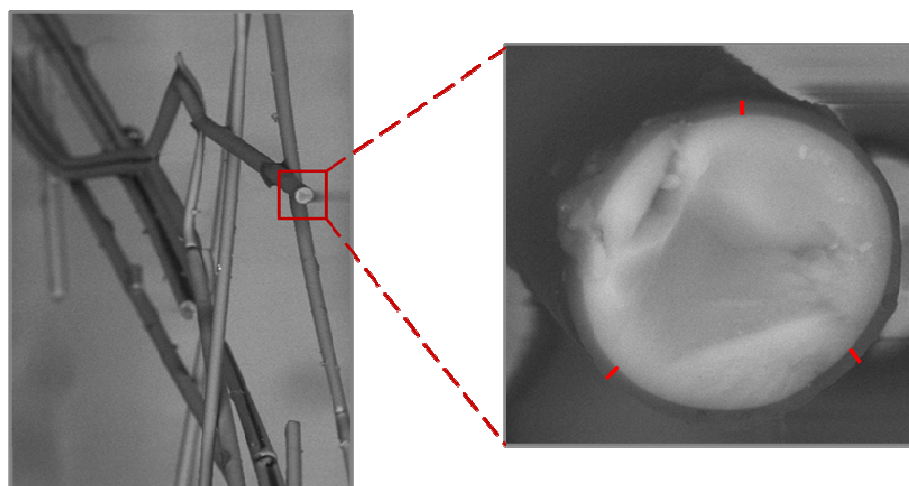


Figure 3 : Grossissement de la section d'une fibre minérale – Mise en évidence de l'ensimage de la fibre (L1)

3. Principe de l'analyse par thermogravimétrie (ATG)

La technique de la thermogravimétrie repose sur les variations de masse d'un matériau soumis soit à une loi de chauffe définie par des paliers de température en fonction du temps (mode isotherme) soit à une loi déterminée par élévation constante de la vitesse de chauffe [1,3].

Le dispositif constitué d'une microbalance et d'un système de chauffage mesure les gains ou pertes enregistrées, ensuite, par un système d'acquisition. La thermogravimétrie permet, ainsi, d'obtenir une quantification de la perte d'éléments constituant les matériaux (polymères, huiles, plastifiants...) et de surveiller leurs stabilités thermiques.

La thermogravimétrie est appliquée, ici, sur des échantillons de laines minérales (L1 ; L2) et végétale (L3) placés dans des ambiances hygrothermiques différentes. Dans un premier temps, ceux-ci sont mis en équilibre thermique avec une température ambiante de $20 \pm 1^\circ\text{C}$ et une humidité relative $73 \pm 2\%$. Dans un second temps, les échantillons étudiés sont immergés dans l'eau en phase liquide pendant 24h.

4. Résultats expérimentaux et discussion

Lors des essais, chacun des échantillons subit une élévation de température de 50 à 1200°C par pas de $10^\circ\text{C}/\text{mn}$. Les thermographes suivants présentent les résultats obtenus pour les échantillons maintenus sans précaution particulière dans la pièce d'expérimentation.

4.1. Cas des échantillons mis en équilibre avec l'ambiance régnant dans la pièce d'expérimentation

L'analyse par thermogravimétrie montre que la quantité d'eau adsorbée par les deux laines minérales, dans les conditions d'humidité relative égale à $73 \pm 2\%$ et pour une température de $20 \pm 1^\circ\text{C}$, est trop insuffisante pour être estimée précisément. En effet, même en ayant dépassé la température de 100°C , le plateau reste stable jusque 250°C .

Sur la figure 4, une diminution de la masse des deux échantillons se dessine à partir de 250°C jusqu'à environ 600°C . La diminution est attribuée à une décomposition totale des liants servant à ensimer les fibres de verre. Un dégagement de l'eau constitutive du verre, c'est-à-dire de l'eau arrachée aux liaisons Si-OH, est envisageable mais cette méthode ne permet pas de s'en assurer [2].

La présence d'une plus importante quantité de liant dans la laine L1 observée à partir des nombreuses microphotographies non présentées ici et obtenues à l'aide du MEB, est confirmée par une perte de liant de presque 2% plus importante que L2 (Figure 4).

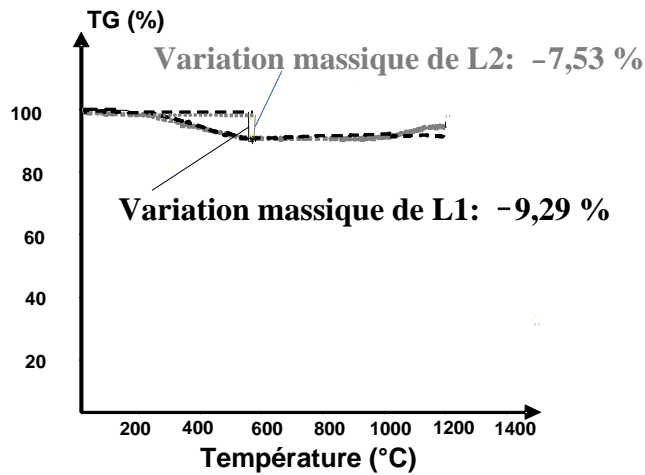


Figure 4 : *Thermogrammes des laines minérales L1 et L2 en équilibre hygrothermique avec l'ambiance de la pièce (75% - 20°C)*

Dans le cas de la laine de chanvre L3, des résultats nettement différents apparaissent sur le thermogramme obtenu (Figure 5). La quantité d'eau adsorbée par la laine végétale étant plus grande que celle des laines minérales, elle est évaluée à environ 3%. Puis, la masse de l'échantillon chute brutalement avec la montée de température de 200 à 500°C. Cette variation massique se fait en trois étapes traduites par trois points d'inflexion en $T_1 \approx 332^\circ\text{C}$, $T_2 \approx 380^\circ\text{C}$ et $T_3 \approx 421^\circ\text{C}$ (Figure 5).

Chaque étape correspond à une dégradation selon la nature (et non la quantité comme on pourrait le supposer au premier abord) de la fibre constituant la laine L3. Par conséquent, comme cela a été pressenti sur les microphotographies observées (Figure 2) il y a bien trois types de fibres différentes. Sans pouvoir préciser quelle est la part revenant à chaque fibre, la thermogravimétrie permet néanmoins d'affirmer qu'un type d'entre elles représente 50% du matériau, les deux autres intervenant pour chacune à 25% dans sa composition. Contrairement aux laines minérales, la dégradation du liant est passée inaperçue.

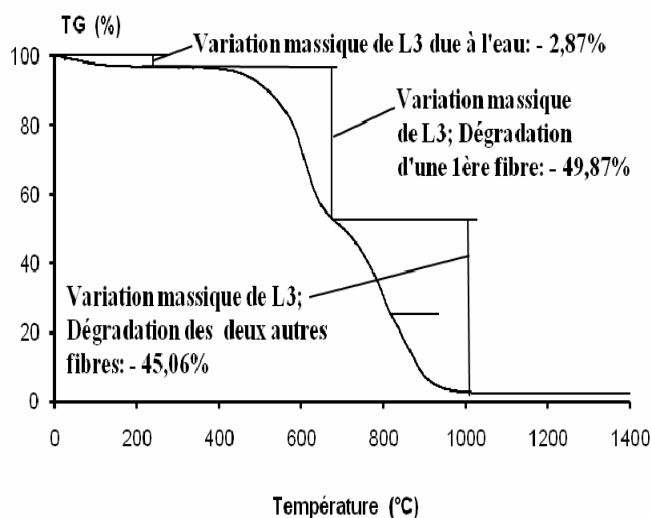


Figure 5 : *Thermogramme de la laine végétale L3 en équilibre hygrothermique avec l'ambiance de la pièce (75% - 20°C)*

4.2. Cas des échantillons immergés dans l'eau liquide

Après seulement 24h d'immersion complète dans l'eau liquide, les laines minérales L1 et L2 ont adsorbé respectivement environ 64 et 70% d'eau. Or, la teneur en vide e de L1 s'élève à 34% contre presque 21% pour L2. Par conséquent, l'échantillon L1 aurait dû adsorber une plus grande quantité d'eau que L2.

L'explication à cette apparente contradiction se manifeste grâce au domaine de température 190 – 600°C. En effet, il a été vu dans la figure 4 que la variation massique dans ce domaine correspond à la dégradation des liants. Dans la figure 6, la diminution subsiste mais de manière bien moins remarquable. Ainsi, les liants se seraient d'abord dilués dans l'eau avec laquelle ils s'évaporent. La quantité restante, minimale (moins de 4% pour L1 et 1% pour L2), subit la pyrolyse. De ce fait, le liant utilisé pour l'ensimage des fibres de L2 est le plus hydrophile.

D'une manière plus générale, cet essai met en évidence l'origine principale de l'adsorption d'eau par les laines minérales et donc, l'origine de la première cause de vieillissement ; à savoir leurs liants. L'altération du verre constituant les fibres ne venant que bien plus tard.

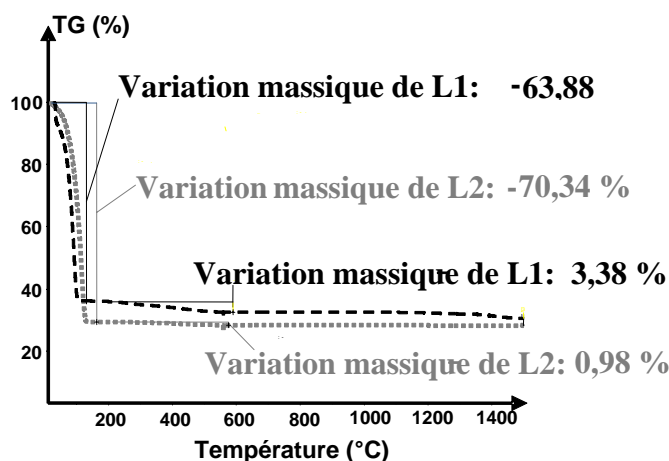


Figure 6 : Thermogrammes des laines minérales L1 et L2 immergées dans l'eau pendant 24h

La figure 7 ci-dessous montre le thermographe de l'échantillon de laine végétale L3 immergé.

La laine végétale adsorbe dans les conditions décrites un tiers de sa masse en eau. Les points d'inflexion, correspondant aux dégradations des trois types de fibres composant l'isolant, sont relevés aux mêmes températures que pour l'échantillon mis en équilibre hygrothermique avec l'ambiance de la pièce d'expérimentation (Figure 5). Ainsi, bien que les fibres végétales soient le siège non seulement de l'adsorption mais aussi de l'absorption (gonflement) en raison de leur nature même, la totalité de l'eau, constitutive ou non, s'évapore n'influençant ainsi en aucune manière le processus de dégradation des fibres.

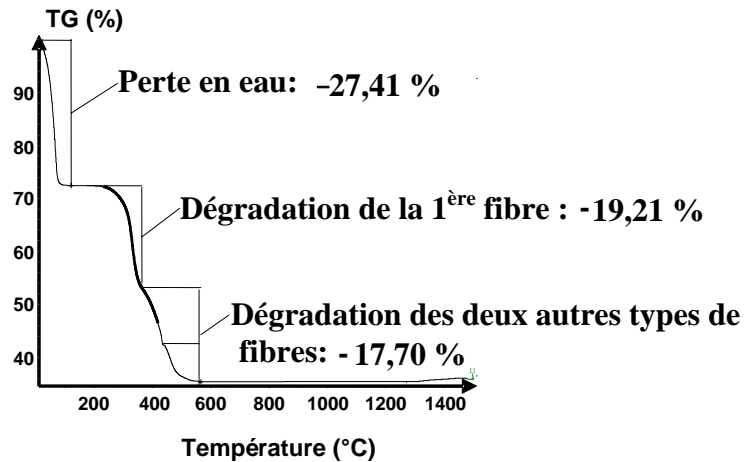


Figure 7 : Thermographe de la laine végétale L3 immergée dans l'eau pendant 24h

5. Conclusion

Il apparaît que l'analyse thermogravimétrique est un outil rapide et efficacement complémentaire à l'utilisation du microscope électronique à balayage. Ainsi, il a été montré que les liants sont les principaux responsables de l'altération par l'eau du matériau, bien que minoritairement présents dans l'isolant minéral (à peine 10% du matériau global). Par ailleurs, si le MEB a mis en évidence la distribution aléatoire des fibres et leur inhomogénéité géométrique, la technique thermogravimétrique a permis de déterminer plus sûrement le nombre de types de fibres d'origines différentes intervenant dans la composition de l'isolant végétal.

Cette étude est actuellement poursuivie avec d'autres essais thermiques, comme la l'analyse calorimétrique à flux de chaleur (DSC) ou encore la méthode du disque chaud (TPS) notamment, afin de caractériser de manière plus quantitative les matériaux fibreux étudiés, aussi bien structurellement que thermiquement.

Références

- [1] A. H. Delgado, P. Mukhopadhyaya, N. Normandin, R.M. Paroli, Caractéristiques des membranes d'étanchéité et des matériaux isolants utilisés dans les toitures à faibles pentes, *CNRC-NRC 48180f.* (septembre 2005).
- [2] A. Ledieu, Altération par l'eau des verres borosilicatés : Expériences, modélisation et simulations Monte-Carlo, Thèse (2004).
- [3] S. Gutierrez, Introduction aux méthodes d'analyses thermiques, [http:// www.imsi.usherb.ca/fr/services/ccm/LCG/pdf/analyse_thermique.pdf](http://www.imsi.usherb.ca/fr/services/ccm/LCG/pdf/analyse_thermique.pdf) (2007).