



HAL
open science

Etude expérimentale et modélisation physique des transferts couplés chaleur-humidité dans un isolant bio-sourcé.

Mohammad Aghahadi

► **To cite this version:**

Mohammad Aghahadi. Etude expérimentale et modélisation physique des transferts couplés chaleur-humidité dans un isolant bio-sourcé.. Thermique [physics.class-ph]. Université Bourgogne Franche-Comté, 2019. Français. NNT : 2019UBFCA007 . tel-02192796

HAL Id: tel-02192796

<https://theses.hal.science/tel-02192796>

Submitted on 24 Jul 2019

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.

THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE

Université de Technologie Belfort-Montbéliard

Ecole doctorale n°37

Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques

Doctorat en Sciences pour l'Ingénieur

Par

Mohammad AGHAHADI

Etude expérimentale et modélisation physique des transferts couplés chaleur-humidité
dans un isolant bio-sourcé.

Présentée Le 29 mai 2019

Devant le Jury :

Laurent ROYON	Président	Professeur des Universités, Université Paris Diderot
Zoulikha MAACHE-REZZOUG	Rapporteur	MCF (HDR), Université de La Rochelle
Jean Félix DURASTANTI	Rapporteur	Professeur des Universités, Université Paris-Est Créteil
Saïd ABBOUDI	Directeur de thèse	Professeur des Universités, Universités Bourgogne Franche-Comté
Essolé PADAYODI	Codirecteur de thèse	EC, Université Bourgogne Franche-Comté
S. Amir BAHRANI	Codirecteur de thèse	MCF, Institut Mines-Télécom, Université de Lille

Titre : Etude expérimentale et modélisation physique des transferts couplés chaleur-humidité dans un isolant bio-sourcé.

Mots clés : *Métrologie thermique, plan chaud, transfert couplé, isotherme d'adsorption, isolant bio-sourcé*

Résumé : Le caractère fortement hydrophile des isolants thermiques bio-sourcés, a montré que les modèles classiques de transfert thermique ne sont pas suffisamment adaptés pour leur caractérisation thermique. Ce travail de thèse vise à répondre à cette problématique par des approches expérimentale et théorique des transferts couplés chaleur-humidité. Dans l'approche expérimentale, un isolant thermique en Feutre de Fibres de Lin (FFL) a été développé puis caractérisé, dans différents états hygrométriques, au moyen d'un dispositif Plan Chaud asymétrique. Des isothermes d'adsorption de l'humidité corrélés aux modèles théoriques GAB, GDW et Park ont permis une caractérisation hydrique de cet isolant.

Dans l'approche théorique, un modèle physique de transfert couplé chaleur-humidité au sein de l'isolant FFL humide, est proposé. Il est résolu numériquement, en configuration 3D transitoire, par la méthode de éléments finis sous COMSOL Multiphysics® et par la méthode des différences finies, en configuration 1D transitoire, sous MATLAB®. La méthode de Levenberg-Marquardt couplée avec le modèle direct 1D transitoire et les températures mesurées a permis d'estimer la conductivité thermique apparente de l'échantillon étudié avec une erreur relative inférieure à 6% par rapport aux mesures expérimentales, validant ainsi les modèles théoriques.

Title: Experimental study and physical modeling of heat and moisture transfer in wet bio-sourced insulating materials

Keywords: *Thermal metrology, hot plate device, coupled transfer, adsorption isotherm, bio-sourced insulating*

Abstract: The conventional heat transfer models are not sufficiently suitable for thermal characterization of biosourced thermal insulating materials due to their strongly hydrophilic nature. The proposed work in this PhD thesis aims to answer this problem with experimental and theoretical approaches of coupled heat-moisture transfers. In the experimental approach, a thermal insulating material based on Flax Fiber Felt (FFF) is developed and then characterized at different hygrometric conditions with an asymmetric hot plate device. The humidity diffusion characterization of the samples is done using the GAB, GDW and Park theoretical moisture adsorption isotherm models.

In the theoretical approach, a physical model of heat and mass transfer is proposed. It is solved numerically, in transient 3D configuration, by the finite element method under COMSOL Multiphysics® and, in transient 1D configuration, by the finite difference method under MATLAB®.

The Levenberg-Marquardt method coupled with the 1D transient direct model and the measured temperatures made it possible to estimate the apparent thermal conductivity of the studied sample with a relative error of less than 6% compared to the experimental measurements, thus validating the theoretical models.

A mes parents,

A ma femme

Et à tous ceux qui m'ont soutenu pendant ces années.

Remerciements

Je dois l'aboutissement de cette thèse au concours de mon directeur de thèse, des co-encadrants, des équipes de recherche qui m'ont accueilli, des membres du jury, de mon épouse et de toute ma famille. Je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à chacun d'eux.

Je tiens en particulier à remercier Monsieur Saïd ABBOUDI, directeur de thèse, pour avoir dirigé mes travaux de thèse et m'avoir permis de réaliser l'ensemble de ces recherches et aussi pour ses conseils et son suivi au cours de ma thèse.

Je remercie particulièrement Messieurs Essolé PADAYODI et Seyed Amir BAHRANI pour avoir co-dirigé ces travaux et pour m'avoir fait bénéficier de leur savoir et de leur rigueur méthodologique dans l'avancement d'un projet scientifique.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance à Monsieur Jean Félix DURASTANTI et à Madame Zoulikha MAACHE-REZZOUG, qui m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de cette thèse. Je remercie également Monsieur Laurent ROYON d'avoir accepté de présider le jury de thèse. Je leur exprime ma gratitude pour s'être rendus disponibles en dépit de leurs occupations.

Mes remerciements les plus sincères à Monsieur Jean-Claude SAGOT pour son soutien sans faille à ce travail.

Mes remerciements vont également à tous les membres du pôle ERCOS du laboratoire ELLIADD et du département CO2M de l'Institut Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, pour m'avoir accueilli dans leurs structures de recherche.

Je remercie également les techniciens et les secrétaires qui ont participé directement ou indirectement au bon déroulement de ces travaux de recherche et à leur aboutissement.

Je remercie tout naturellement et très chaleureusement mes parents pour leur patience, leur soutien, leurs encouragements et leurs aides précieuses tout au long de ma vie. Sans eux je n'en serai pas arrivé là.

Je ne saurai terminer sans dire un Grand Merci tout particulier à mon épouse Mahsa qui, à tout moment, même très difficile, a su m'apporter réconfort et amour durant toutes ces années de thèse. Je ne peux pas oublier également toute ma famille, ma sœur, Nahid, mes frères, Hamid, Majid et Mahdi et mon oncle, Pr. Seyed Reza GHAZI, pour leur précieux soutien et leur encouragement sans cesse.

Respectueusement

Mohammad

Sommaire

NOMENCLATURE.....	VI
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1	5
CHAPITRE 2	55
CHAPITRE 3	83
CHAPITRE 4	107
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	145

Nomenclature

Symboles latins :

e : Epaisseur (m)

S : Section droite de l'échantillon (m²)

S_L : Surface latérale (m²)

V : Volume (m³)

t : Temps (s)

T_i : Température initiale (°C)

h : Coefficient de transfert convectif (W.m⁻².K⁻¹)

C_p : Capacité calorifique du milieu poreux par unité de masse du solide sec (J.kg⁻¹.K⁻¹)

n : Densité de flux massique (kg.m⁻².s⁻¹)

W : Teneur en eau

\dot{m} : Masse de vapeur par unité de temps et de volume (kg.m⁻³.s⁻¹)

L_v : Chaleur latente de vaporisation (J.kg⁻¹)

D^* : Diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air (m².s⁻¹)

D_w^l : Diffusivité massique isotherme en phase liquide (m².s⁻¹)

D_T^l : Diffusivité massique non-isotherme en phase liquide (m².s⁻¹.K⁻¹)

D_w^v : Diffusivité massique isotherme en phase vapeur (m².s⁻¹)

D_T^v : Diffusivité massique non-isotherme en phase vapeur (m².s⁻¹.K⁻¹)

R : Résistance électrique (Ω)

U : Tension (V)

a_w : Activité de l'eau

w_m : Quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche

C : Constante de Langmuir

K : Constante cinétique d'adsorption multicouche (modèle GAB)

w : Rapport des molécules d'eau adsorbées sur les sites primaires convertis en sites de sorption secondaires (modèle GDW)

k : Constante cinétique de sorption secondaire (modèle GDW)

k_H : Coefficient de solubilité de loi de Henry (modèle Park)

K_a : Constante d'équilibre de concentration (modèle Park)

n : Nombre moyen de molécules d'eau par cluster (modèle Park)

S_m : Surface d'une molécule d'eau (m^2)

N_m : Nombre de molécules adsorbées par gramme du solide sec

N_A : Nombre d'Avogadro

MCS : Taille moyenne d'un cluster d'eau

x_v : Fraction massique de la vapeur d'eau

P : Pression gazeuse totale (Pa)

p_v : Pression partielle (Pa)

p_{vs} : Pression de saturation (Pa)

R : Constante des gaz parfaits ($J \cdot mole^{-1} \cdot K^{-1}$)

M : Masse molaire ($kg \cdot mole^{-1}$)

HR : Humidité relative

E : Effusivité thermique ($J \cdot K^{-1} \cdot m^{-2} \cdot s^{-1/2}$)

Symboles grecs :

θ : Température relative ($\theta = T - T_i$)

φ : Flux de chaleur (W)

λ : Conductivité thermique ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)

ρ : masse volumique ($kg \cdot m^{-3}$)

ρ_0 : Masse volumique du milieu sec ($kg \cdot m^{-3}$)

α : Diffusivité thermique ($m^2 \cdot s^{-1}$)

σ : Surface spécifique ($m^2 \cdot g^{-1}$)

Indice/exposant :

v : vapeur

l : liquide

a : air

i : initial

app : apparente

eff : effective

alu : aluminium

eq : équilibre

Introduction générale

Selon le "*Service de la donnée et des études statistiques*" (SDES)¹ du ministère de la "*Transition écologique et solidaire*", en 2017, environ 40% de l'énergie produite a été consommée dans le secteur *résidentiel et tertiaire* en produisant plus de 17% des émissions de gaz à effet de serre (GES) dont une importante part imputée au chauffage du bâtiment. Avec la loi relative à la transition énergétique visant les objectifs de la COP 21², la France s'est fixée le double objectif de réduire ses émissions de GES de 40% d'ici à 2030 et de 75% d'ici à 2050, par rapport au niveau des émissions en 1990.

La réduction de l'énergie de chauffage de l'habitat devient dès-lors l'un des axes prioritaires de baisse de la consommation énergétique. Ces nouvelles exigences conduisent les fabricants de matériaux d'isolation thermique des bâtiments à mettre au point des isolants de plus en plus performants. Parmi ceux-ci, les matériaux bio-sourcés occupent une place de choix pour leur double intérêt en termes de performance d'isolation thermique et de faible bilan carbone allié à leur biodégradabilité, comparés aux isolants thermiques minéraux tels que la laine de verre et la laine de roche qui sont fabriquées à plus de 1500 °C et ne sont pas biodégradables. Ces matériaux bio-sourcés sont souvent utilisés comme béton de chanvre ou comme isolants thermiques. Dans les constructions durables en particulier, ils peuvent contribuer à atteindre l'objectif de « bâtiment basse consommation ».

Cependant, les isolants thermiques bio-sourcés présentent un inconvénient majeur lié à leur comportement vis-à-vis de l'humidité de l'air ambiant en raison de leur caractère hydrophile. En effet, les fibres végétales peuvent absorber l'humidité ambiante en se gonflant et leurs performances d'isolation thermique s'en trouvent modifiées.

A l'état humide, la mesure des propriétés thermo-physiques d'un isolant bio-sourcé, en particulier sa conductivité thermique apparente, pose un problème de fiabilité de la mesure à l'aide des méthodes classiques. En effet, au transfert de la chaleur se superpose un transfert d'humidité qui contribue lui-même au transfert de la chaleur. De ce fait, les modèles mathématiques classiques de transfert de chaleur et les techniques de mesure classiques ne sont pas adaptés pour la mesure des propriétés thermo-physiques de ce type d'isolants à l'état humide ou en environnement humide. Outre le problème que pose la présence de l'humidité, la forte porosité et l'hétérogénéité des isolants thermiques fibreux rajoute une contrainte supplémentaire à leur caractérisation thermo-physique.

Compte tenu de ce qui précède, les méthodes classiques de métrologie thermique telles que la plaque chaude gardée ou la méthode flash ainsi que les appareils de type conductimètre ont montré leurs limites pour la caractérisation des isolants thermiques bio-sourcés.

¹ www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr

² 21^{ème} Conférence des Parties, Paris, 2015

L'objectif de la thèse est de monter un dispositif expérimental adapté à mesure de la conductivité thermique de matériaux isolants bio-sourcés et de développer un modèle mathématique, prenant en compte les effets de couplage entre le transfert de chaleur et le transfert d'humidité et de mettre au point un isolant thermique performant à base de fibres végétales de type lin, susceptible de concurrencer les isolants thermiques actuellement utilisés.

A cet effet, la présente étude est conduite en menant d'une part, une approche expérimentale portant sur la mesure de la conductivité thermique de l'isolant bio-sourcé à différentes hygrométries et sur l'étude de l'adsorption de l'humidité de cet isolant, et d'autre part, une approche théorique portant sur la simulation des transferts couplés chaleur-humidité. Ces approches seront conduites notamment sur l'isolant thermique en fibres de lin qui sera mis au point.

Dans l'approche expérimentale, la méthode du plan chaud en régime permanent s'est présentée comme une méthode polyvalente capable de caractériser différents types de matériaux, notamment les isolants bio-sourcés à forte porosité. Cependant, peu de travaux ont été menés sur la mesure de la conductivité thermique des isolants thermiques humides dans une atmosphère ambiante à une forte humidité relative. Par conséquent, une étude de mesure de conductivité thermique en milieu hygrométrique a été menée puis complétée par une étude expérimentale de l'adsorption d'humidité de l'isolant bio-sourcé afin d'établir d'une part une isotherme d'adsorption d'humidité de l'isolant et de déterminer d'autre part les paramètres de transfert d'humidité tels que la diffusivité massique isotherme et la diffusivité massique non-isotherme.

Dans l'approche théorique, les équations de transfert de chaleur et de transfert d'humidité ont été couplées puis discrétisées par la méthode des différences finies et résolues en $1D$ avec le code MATLAB®. Ce modèle a été corrélé à la méthode plan chaud permanent afin d'estimer théoriquement la conductivité thermique apparente de l'isolant thermique à différentes hygrométries. Une étude de sensibilité et la comparaison des mesures expérimentales et des valeurs théoriques de la conductivité thermique ont permis de valider le modèle $1D$ des transferts couplés chaleur-humidité.

Le manuscrit s'organise ainsi en quatre chapitres :

- Le premier chapitre dresse une synthèse bibliographique sur les isolants thermiques bio-sourcés et sur les méthodes de métrologie thermique en relevant leurs avantages et inconvénients. Cette synthèse a permis en particulier, de définir la méthode adéquate de mesure de la conductivité thermique de l'isolant développé. Elle expose la microstructure d'une fibre végétale en général, et celle de la fibre de lin, qui présente un potentiel tant par son pouvoir isolant que par sa disponibilité de la ressource en France, indispensable à la compréhension du mécanisme d'adsorption d'humidité.

Quelques théories d'adsorption d'humidité ont été exposées pour identifier les modèles les mieux adaptés à l'adsorption d'humidité des fibres végétales en vue de leur mise en œuvre dans l'approche expérimentale des transferts couplés chaleur-humidité.

- Le second chapitre est consacré au développement de l'isolant thermique en feutre de fibres de lin (FFL) ainsi que le montage et la mise en œuvre du dispositif expérimental du plan chaud asymétrique, méthode adaptée à la mesure de la conductivité thermique d'un isolant thermique fibreux hydrophile en atmosphère humide. Le dispositif expérimental a été validé en comparant les valeurs de la conductivité thermique apparente mesurées au moyen de ce dispositif et celles mesurées au moyen d'un conductimètre étalonné de type Plaque chaude gardée.

Ce volet décrit également les méthodes et protocoles de caractérisation expérimentale des propriétés thermo-physiques et hydriques de l'isolant, notamment celles requises dans la simulation numérique.

- La modélisation des transferts simultanés de chaleur et d'humidité fait l'objet du troisième chapitre.

Ici, le modèle *1D* résultant de la discrétisation par un schéma de différence finie des équations de transfert couplé chaleur-humidité a été associé à un modèle *3D* de simulation par éléments finis. Ce dernier a permis de valider des hypothèses posées pour utiliser la méthode du plan chaud asymétrique et de générer des thermogrammes servant de valeurs d'entrées au modèle mathématique *1D* pour l'estimation de la conductivité thermique apparente.

- Le dernier chapitre présente les résultats expérimentaux en confrontant l'approche numérique à l'approche expérimentale des transferts couplés chaleur-humidité.

Les modèles théoriques *1D* et *3D* seront validés en comparant leurs résultats respectifs aux mesures expérimentales comme évoqué.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

Table des matières

TABLE DES FIGURES	6
LISTE DES TABLEAUX	6
1. INTRODUCTION	7
2. LES ISOLANTS BIO-SOURCES	7
2.1 GENERALITES.....	7
2.2 STRUCTURE ET CONSTITUANTS D'UNE FIBRE VEGETALE.....	8
A. <i>Structure d'une fibre de lin</i>	8
B. <i>Principaux constituants d'une fibre végétale</i>	10
2.3 PRESENTATION DE QUELQUES ISOLANTS EN FIBRES VEGETALES	11
A. <i>Isolants en fibres de bois</i>	11
B. <i>Isolants en liège</i>	13
C. <i>Isolants en chanvre</i>	14
D. <i>Isolants en lin</i>	16
3. LES METHODES DE METROLOGIE THERMIQUE	18
3.1 LA METHODE « PLAQUE CHAUDE GARDEE ».....	20
A. <i>Principe de la méthode</i>	20
B. <i>Estimation de la conductivité thermique</i>	20
C. <i>Avantages et inconvénients</i>	21
D. <i>Etat de l'art</i>	21
3.2 LA METHODE DU « FIL CHAUD ».....	22
A. <i>Principe de la méthode</i>	22
B. <i>Estimation de la conductivité thermique</i>	22
C. <i>Avantages et inconvénients</i>	23
D. <i>Etat de l'art</i>	23
3.3 LA METHODE DU « PLAN CHAUD ».....	24
A. <i>Principe de la méthode</i>	24
B. <i>Estimation des propriétés thermo-physiques</i>	25
C. <i>Avantages et inconvénients</i>	26
D. <i>Etat de l'art</i>	27
3.4 LA METHODE DU « RUBAN CHAUD ».....	27
A. <i>Principe de la méthode</i>	27
B. <i>Estimation des propriétés thermo-physiques</i>	28
C. <i>Avantages et inconvénients</i>	28
D. <i>Etat de l'art</i>	28
3.5 LA METHODE DU « HOT DISC »	29
A. <i>Principe de la méthode</i>	29
B. <i>Estimation des propriétés thermo-physiques</i>	29
C. <i>Avantages et inconvénients</i>	30
D. <i>Etat de l'art</i>	30
3.6 LA METHODE FLASH.....	30
A. <i>Principe de la méthode</i>	30
B. <i>Estimation de la diffusivité thermique</i>	31

C. Avantages et inconvénients	32
D. Etat de l'art.....	32
3.7 LA METHODE DU « TRI-COUCHE »	32
A. Principe de la méthode	32
B. Estimation des propriétés thermo-physiques	34
C. Avantages et inconvénients	35
D. Etat de l'art.....	35
3.8 CHOIX DE LA METHODE DE CARACTERISATION	35
4. PHENOMENE DE TRANSFERT COUPLE CHALEUR-HUMIDITE	37
4.1 TRANSFERT COUPLE CHALEUR-HUMIDITE DANS LES MATERIAUX BIO-SOURCES	38
4.2 LE PHENOMENE D'ADSORPTION	38
4.3 LES THEORIES D'ADSORPTION	41
A. Théorie de Langmuir	41
B. Théorie BET	42
C. Théorie GAB	42
D. Théorie GDW.....	43
E. Théorie Park	44
5. CONCLUSION	45
6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	46

Table des Figures

Figure 1.1 – Structure de la fibre de lin, de la tige aux micro-fibrilles de cellulose [Chilali 2017].	9
Figure 1.2 – Exemple d'isolants en fibres de bois : panneaux de fibres de bois (a) et laine de fibres (b)	12
Figure 1.3 – Isolant de liège en vrac (a) et en panneau de liège expansé (b)	13
Figure 1.4 – Panneau d'isolation en fibres de chanvre (a) et isolant en vrac (b)	15
Figure 1.5 – Régimes de mesure des propriétés thermo-physiques.....	19
Figure 1.6 – Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée	21
Figure 1.7 – Schéma de principe de la méthode du « fil chaud »	22
Figure 1.8 – Profil de l'évolution de la température du fil chaud	23
Figure 1.9 – Schéma de principe du dispositif plan chaud symétrique (a) et asymétrique (b).....	24
Figure 1.10 – Profil de l'évolution de la température $T_c(\sqrt{t})$ du plan chaud	26
Figure 1.11 – Schéma de principe du dispositif du ruban chaud	28
Figure 1.12 – Schéma de principe de la méthode du hot disc	29
Figure 1.13 – Schéma de principe de la méthode flash	30
Figure 1.14 – Thermogramme aux temps partiels	31
Figure 1.15 – Dispositif expérimental du tri-couche plan	33
Figure 1.16 – Schéma de principe de la méthode du tri-couche cylindrique.....	34
Figure 1.17 – Isotherme d'adsorption.....	40
Figure 1.18 – Représentation des cinq types d'isothermes d'adsorption physique selon Brunauer et le type VI (Isotherme à marche)	41

Liste des Tableaux

Tableau 1.1 – Caractéristiques principales de fibres de bois [Oliva et Courgey, 2010]	12
Tableau 1.2 – Quelques caractéristiques des isolants en liège [Oliva et Courgey, 2010]	13
Tableau 1.3 – Tableau récapitulatif des méthodes de mesure en métrologie thermique	36

1. Introduction

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique d'une part sur les matériaux bio-sourcés utilisés comme isolants thermiques dans le bâtiment et d'autre part sur la métrologie thermique et les échanges de chaleur et d'humidité au sein d'un isolant hydrophile.

Le premier volet fait un état de l'art des isolants bio-sourcés les plus utilisés en donnant leurs caractéristiques thermiques usuelles. Afin de comprendre la structure qui confère à la fibre végétale ses propriétés isolantes ainsi que le phénomène d'absorption d'humidité des isolants en fibres végétales, en lien avec l'objet de la présente thèse, une étude détaillée de la structure et des constituants d'une fibre végétale est présentée. Cette étude a porté en particulier sur la fibre de lin étant donné que celle-ci a été retenue pour l'élaboration d'un échantillon d'isolant thermique sur lequel ont été menées les différentes caractérisations thermiques et physiques. Le choix de la fibre de lin dans la présente thèse est en partie justifié par la disponibilité de cette matière première. En effet, la France est le premier pays producteur de lin au monde et produit à elle seule plus de 68% de la production européenne, suivie de loin par la Belgique.

Le deuxième volet expose les différentes méthodes de métrologie thermique. Le principe et les inconvénients et avantages de chaque méthode sont exposés ainsi que d'éventuelles limites spécifiques à la caractérisation des isolants bio-sourcés. L'analyse de ces avantages et limites conduira au choix d'une méthode mise en œuvre d'une part pour la caractérisation de l'isolant bio-sourcé développé et d'autre part pour l'étude expérimentale des transferts couplés chaleur-humidité.

Un état de l'art des travaux sur les transferts couplés chaleur-humidité fera l'objet d'un dernier volet. Celui-ci exposera quelques modèles théoriques de l'adsorption d'humidité, un phénomène indissociable de celui des transferts couplés chaleur-humidité.

2. Les isolants bio-sourcés

2.1 Généralités

Les fortes contraintes sur le respect de l'environnement sont un moteur à l'essor des matériaux dits bio-sourcés. Un matériau bio-sourcé désigne un matériau issu de la biomasse d'origine végétale (chanvre, lin, kénaf, coton, jute, paille, ramie, fibres de coco, sisal, bagasse, etc.) ou animale (laine, plumes, soie d'araignée, cuir, etc.). Ce sont des matières premières renouvelables et une ressource largement disponible dans le monde. Les déchets agricoles et forestiers et les autres types de biomasses végétales sont considérés comme des matières premières bio-sourcées. Parmi ces matières renouvelables, les fibres végétales occupent une place importante dans l'isolation thermique et présentent un taux d'utilisation en croissance rapide (+40% depuis 2012) grâce à leurs caractéristiques intéressantes. Les plus utilisées en isolation thermique sont les fibres de bois, de lin, de chanvre, le liège, etc. Ces isolants, représenteraient 13% du marché global de l'isolation thermique en 2030.

L'intérêt et la performance des matériaux bio-sourcés en isolation thermique reposent sur trois principaux avantages :

- Leur utilisation ne présente aucun risque sanitaire majeur contrairement aux isolants synthétiques comme la laine de verre qui présente plusieurs risques de santé lors de son utilisation (allergies cutanées et respiratoires),
- Leur empreinte environnementale réduite du fait qu'ils sont recyclables et renouvelables. La plupart des fibres végétales ont un cycle de renouvellement annuel. Du point de vue de leur bilan carbone, les isolants bio-sourcés sont meilleurs par rapport aux isolants conventionnels avec une empreinte carbone neutre voire négative,
- Leur pouvoir d'isolation thermique est optimal grâce à la structure poreuse de la fibre. Ils présentent de ce fait une faible conductivité thermique.

De nombreux travaux sont cités dans la littérature portant sur le développement de matériaux bio-sourcés à des fins d'isolation thermique. On trouve globalement deux catégories de matériaux : ceux utilisant directement des fibres végétales comme isolant thermique [Cetiner et Shea, 2018 ; Sova et al., 2018 ; Vololonirina et al., 2014] et des matériaux de construction dans lesquels les fibres végétales sont incorporées afin d'améliorer leur performance d'isolation thermique [Benmansour et al., 2014 ; Chanhoun et al., 2018].

Parmi ces travaux, certains auteurs se sont intéressés à l'influence de l'humidité sur le comportement de ces matériaux [Qin et al., 2009 ; Bourdot et al., 2016 ; Boukhattem et al., 2017, D'Alessandro et al., 2018] afin d'évaluer leur performance d'isolation thermique une fois dans l'enveloppe du bâtiment. En outre, ces matériaux équilibrent l'humidité à l'intérieur d'un habitat grâce à leur capacité d'adsorber, de stocker et de libérer la vapeur d'eau dans l'air. Néanmoins, l'humidité adsorbée contribue à diminuer la durée de vie d'un isolant bio-sourcé et augmenter sa conductivité thermique au cours du temps [Vololonirina et al., 2014 ; D'Alessandro et al., 2018].

2.2 Structure et constituants d'une fibre végétale

A. Structure d'une fibre de lin

Le lin, *Linum usitatissimum*, est une plante annuelle constituée d'une tige non ramifiée dont la hauteur peut atteindre 1,20 m pour un diamètre de 1 à 3 mm. Les fibres de lin sont extraites de l'enveloppe externe de la plante par rouissage, pour éliminer l'écorce, suivi du teillage, pour extraire les morceaux de bois du xylème contenus dans la tige, puis par peignage, pour aligner les faisceaux de fibres en les divisant en fibres individuelles [Chilali 2017].

La fibre de lin est destinée à des applications variées et innovantes allant du textile aux applications dans l'automobile et l'aéronautique, en passant par l'isolation thermique. Elle est produite dans différents pays tels que la Chine, la Russie, la Pologne, la Lituanie et notamment en France. La production mondiale annuelle du lin dépasse 200.000 tonnes, dont les deux tiers en Europe sur plus de 110.000 hectares, et notamment en France avec plus de 75.000 hectares, soit près de 68% des exploitations en Europe [Chilali 2017 ; Dittenber et GangaRao 2012].

La structure d'une fibre végétale est complexe, comme l'illustre schématiquement la **Figure 1.1** [Chilali 2017]. Une fois extraite de la plante, la fibre, dite fibre technique, est un faisceau

de fibres élémentaires. Celles-ci sont solidement soudées entre elles par la lamelle mitoyenne, une interface composée principalement de pectines. La fibre élémentaire présente généralement une forme hexagonale. Elle est pourvue d'une partie centrale creuse, le lumen, dont la taille dépend de l'épaisseur de la paroi de la fibre, elle-même étant liée à la croissance et à la maturité des fibres. Cette paroi est constituée de trois couches concentriques de structure composite :

- La paroi externe appelée paroi primaire (référence P de la **Figure 1.1**) : elle possède une faible épaisseur d'environ $0,2 \mu m$ [Bos et Donald, 1999]. Elle est majoritairement constituée de pectines [Brett et Waldron 1996 ; Morvan et al., 2003] et contient aussi quelques micro-fibrilles de cellulose (de 8 à 14%) [Baley 2005, 2013] orientées de façon aléatoire [Nilsson et Gustafsson, 2007]. Très élastique, elle peut se déformer lors de la phase de croissance de la fibre élémentaire de lin [Baley 2013].
- La paroi interne appelée paroi secondaire : elle représente la majeure partie de la fibre avec une épaisseur de 5 à $15 \mu m$ et constitue le volume le plus important de la fibre. Elle est constituée d'un empilement de trois sous-couches notées S1, S2 et S3 et qui se distinguent par leurs épaisseurs et leur organisation interne [Preston 1974].
- Chacune de ces sous-couches comporte des micro-fibrilles de cellulose prises dans une matrice de polysaccharides amorphes non cellulosiques constituées de pectines. Les micro-fibrilles sont liées à cette matrice par une interface constituée d'hémicelluloses.
- La sous-couche S2 étant la plus épaisse des sous-couches, elle conditionne le comportement de la fibre de lin [Baley et al., 2005]. Elle est constituée de fibrilles de cellulose qui sont orientées en hélice suivant un angle appelé angle micro-fibrillaire.

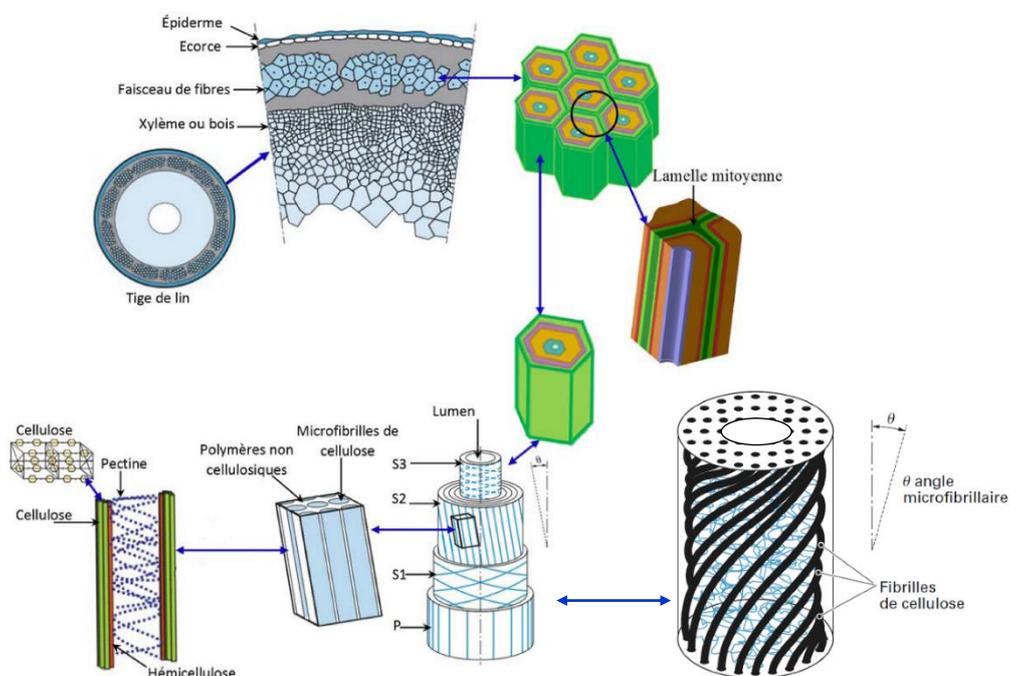


Figure 1.1 – Structure de la fibre de lin, de la tige aux micro-fibrilles de cellulose [Chilali 2017].

B. Principaux constituants d'une fibre végétale

La connaissance des constituants d'une fibre végétale permet de comprendre le comportement des matériaux qui en sont fabriqués, principalement vis-à-vis de l'humidité ambiante qui est un facteur dont tiennent compte le formulateur et les utilisateurs des matériaux bio-sourcés. On parle généralement de la *Capacité Hygroscopique* de ces matériaux. Ce facteur caractérise la faculté du matériau à absorber le surplus de vapeur d'eau quand l'air est trop humide et à le restituer lorsqu'il s'assèche.

Les principaux constituants d'une fibre végétale sont :

- La cellulose : principal constituant des micro-fibrilles, elle confère à la fibre sa résistance. La fibre de lin contient une forte proportion de cellulose, soit 75% de la masse de la fibre. Ce qui en fait un renfort pour les structures composites, une de ses principales applications aujourd'hui. Dans la cellulose, de formule brute $[(C_6H_{10}O_5)_2]_n$, grâce aux interactions faibles sous forme de liaisons hydrogène, les chaînes macromoléculaires peuvent s'associer entre elles pour former une phase cristalline. Il existe aussi des zones amorphes où la cellulose ne possède pas une structure cristalline. Les zones cristallines sont alternées de zones amorphes où la cellulose peut absorber l'humidité ambiante de l'air en altérant certaines propriétés de la fibre.
- Les hémicelluloses : ce sont des polysaccharides constitués principalement de xyloses et autres glucides [Regazzi, 2013]. Les hémicelluloses possèdent des propriétés hydrophiles qui provoquent des gonflements hygroscopiques importants des fibres végétales lorsqu'elles sont exposées à des atmosphères humides puis des retraits importants en milieu sec [Faruk et al., 2012]. Les travaux de Cousins [1976] montrent par exemple que les hémicelluloses possèdent une capacité de sorption d'eau pouvant atteindre 21%.
- La lignine : c'est un polymère hydrocarboné et le troisième principal constituant de la fibre végétale après la cellulose. Dans la fibre de lin, la lignine est constituée par le *guaiacyl*, le *syringyl* et l'*acide ferulique* [Akin et al., 1996].
- Les pectines : ces matières qui assurent la cohésion entre les fibres élémentaires par l'intermédiaire des lamelles mitoyennes sont des polymères polysaccharides acides. Elles constituent aussi une matrice enrobant les micro-fibrilles de cellulose dans la paroi secondaire de la fibre. La capacité de sorption d'eau des pectines est élevée. Cette prise d'humidité est fonction de la température et augmente avec celle-ci.

Ceci a sans doute une influence sur la performance d'isolation thermique des fibres végétales en atmosphère humide. Ce point mérite d'être abordé dans la présente thèse. Il est évident que les travaux de recherche sur les fibres végétales sont encore émergents, motivés par les enjeux environnementaux actuels. A notre connaissance par exemple, il n'y a à ce jour aucune ou très peu d'informations dans la littérature concernant la sorption d'eau des pectines extraites des fibres de lin.

- L'humidité : dans des conditions habituelles de stockage, une fibre végétale contient une certaine quantité d'humidité. Cette capacité de la fibre à absorber l'humidité de

l'air ambiant est appelée reprise d'humidité et est exprimée en pourcent de l'humidité absorbée par rapport à la masse anhydre de la fibre. Dans les conditions normales de température et d'humidité, les fibres de lin présentent une reprise d'humidité de 5% à 10 % [Baley et al., 2005 ; Bourmaud et al., 2010 ; Van de Velde et Baetens, 2001].

En fonction de l'affinité que les constituants des parois végétales peuvent avoir avec l'humidité, on distingue deux principaux types d'eaux dans une fibre végétale :

- L'eau liée : c'est la fraction d'eau directement liée aux groupements hydroxyles (–OH) des polysaccharides au sein des parois végétales.
- L'eau libre : par opposition à la première, c'est la fraction d'eau non liée et la plus importante.

Une analyse thermique DSC (Calorimétrie différentielle à balayage) et l'analyse par spectroscopie IR permettent respectivement de quantifier ces deux types d'eau dans une fibre végétale [Nakamura et al., 1981] et d'identifier les zones de sorption de l'eau [Célineo et al., 2014]. Mais de façon générale, l'humidité contenue dans un matériau est quantifiée expérimentalement par pesée de l'échantillon à l'état humide et à l'état sec, comme nous procéderons lors des tests de sorption et de désorption qui seront conduits sur les échantillons bio-sourcés à base de fibres de lin.

2.3 Présentation de quelques isolants en fibres végétales

A. Isolants en fibres de bois

Les isolants en fibres de bois relèvent de la norme NF EN 13171-A1 ("*Produits isolants thermiques pour le bâtiment - Produits manufacturés en fibres de bois (WF) - Spécification*").

Les fibres de bois sont extraites par défibrage du bois ou des chutes de bois résineux et l'isolant en fibres de bois est ensuite fabriqué par voie humide ou sèche via un processus industriel. Ces isolants thermiques se composent d'au moins 80% en masse de fibres de bois agglomérées avec ou sans liant. On les trouve sous différentes formes : panneaux rigides ou semi-rigides, feutres ou panneaux souples (**Figure 1.2a**), en vrac (laine de fibres) (**Figure 1.2b**).

Le **Tableau 1.1** donne quelques caractéristiques des isolants en fibres de bois. Leur conductivité thermique est comprise entre 0,038 et 0,055 W.m⁻¹. K⁻¹ contre une conductivité thermique comprise entre 0,029 et 0,038 W.m⁻¹.K⁻¹ pour les isolants synthétiques (polystyrène expansé ou extrudé, polyuréthane) et entre 0,032 et 0,06 W.m⁻¹. K⁻¹ pour les isolants minéraux (laine de verre, de roche, verre cellulaire, perlite expansée, etc.). Mais seuls les isolants bio-sourcés présentent un bilan carbone ou bilan CO₂ négatif. Celui-ci exprime la contribution à l'effet de serre de l'isolant et est la différence entre la production et le stockage ou la prévention d'émission de gaz à effet de serre liée à la fabrication, à l'utilisation et à la gestion des déchets de l'isolant en fin de vie. Il est exprimé en "*kg de CO₂ équivalent*" ou "*kg CO₂ eq.*", c'est-à-dire la masse de CO₂ occasionnant un effet de serre équivalent.

Ce bilan des isolants en fibres végétales est vertueux, contrairement à celui des isolants synthétiques et minéraux, grâce à leur caractère renouvelable et biodégradable ou recyclable. En contrepartie, les isolants bio-sourcés subissent souvent des traitements ignifuges afin

d'améliorer leur tenue au feu et des traitements insecticides et fongicides afin d'assurer leur résistance aux insectes, aux moisissures et aux champignons [Oliva et Courgey, 2010].

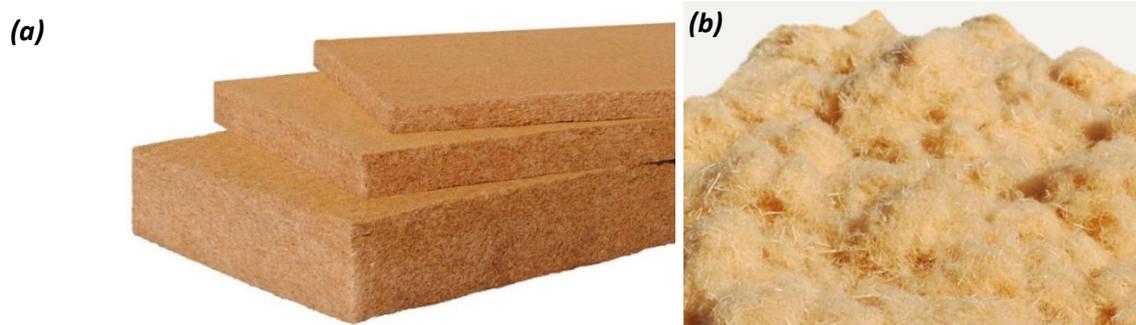


Figure 1.2 – Exemple d'isolants en fibres de bois : (a) panneaux de fibres de bois et (b) laine de fibres

Tableau 1.1 – Caractéristiques principales de fibres de bois [Oliva et Courgey, 2010]

Type	Masse volumique ρ ($kg \cdot m^{-3}$)	Conductivité thermique λ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	Bilan CO ₂ : (kg CO ₂ équivalent)
Fibres de bois en vrac	38 à 45	0,038 à 0,042	-1,46
Panneau rigide forte densité	140 à 280	0,038 à 0,055	-18,56

Parmi les principaux travaux de recherche identifiés dans la littérature sur les isolants en fibres de bois, on peut citer les travaux de :

- [Cetiner et Shea \[2018\]](#) qui portent sur l'influence de l'humidité sur des isolants en fibres de bois. L'étude a été menée sur un isolant constitué de fibres de bois de 1 à 4 mm de long. L'isolant constitué de fibres en vrac et sans liant est enfermé dans un mur en bois. L'emploi de l'isolant en vrac a pour avantage de faciliter l'application des fibres issues de différents processus d'une part et d'économiser l'énergie d'autre part, l'énergie et le liant que consommerait la mise en forme des fibres sous la forme de panneaux.

Dans cette étude, la méthode dite "plaque chaude gardée" a été mise en œuvre pour déterminer en particulier la conductivité thermique des échantillons à l'état sec et des échantillons à l'état humide. Pour une densité donnée, la conductivité thermique augmente de $0,0528 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ à l'état sec à $0,0568 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ à l'état humide, soit un accroissement de 8%.

- [Bianco et al. \[2017\]](#) ont mené une étude comparative de la performance d'isolation thermique d'un isolant bio-sourcé en fibres de bois et d'un isolant synthétique en panneaux de polystyrène (XPS). Cette étude menée sur l'isolation thermique d'un toit de logement dans différentes conditions climatiques réelles, montre qu'en période hivernale, les deux types de matériaux ont une performance d'isolation comparable.

En revanche, pendant la période estivale, la fibre de bois régule mieux la température d'intérieur mais elle est très sensible aux variations d'humidité.

B. Isolants en liège

Le liège est un matériau bio-sourcé connu pour ses propriétés anti-acoustiques et est principalement utilisé pour l'isolation acoustique. Il trouve aussi des applications dans l'isolation thermique. Le liège destiné à l'isolation thermique est généralement produit à partir du chêne-liège ou issu du recyclage. Il est alors utilisé en vrac ou aggloméré en panneaux, généralement sous la forme de liège expansé (**Figure 1.3b**) pour obtenir une résistance thermique suffisante.

La conductivité thermique des isolants en liège varie entre 0,038 à 0,043 $W.m^{-1}.K^{-1}$ en fonction de leur masse volumique (**Tableau 1.2**). Les isolants en liège peuvent répondre à l'isolation des murs, des combles, des planchers et de la toiture. Ils offrent un confort thermique l'été comme les isolants en fibres de bois mais par rapport à ceux-ci, ils présentent une meilleure stabilité en présence de l'humidité et sont naturellement imputrescibles. Sur le plan environnemental, ils contribuent deux fois moins au réchauffement climatique par rapport aux isolants en fibres de bois comme le montrent leurs bilans CO_2 (**Tableau 1.1** et **Tableau 1.2**). L'insuffisance de leur ressource et leur coût élevé sont deux de leurs principaux inconvénients.



Figure 1.3 – Isolant de liège en vrac (a) et en panneau de liège expansé (b)

Tableau 1.2 – Quelques caractéristiques des isolants en liège [Oliva et Courgey, 2010]

Type	Masse volumique ρ ($kg.m^{-3}$)	Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Bilan CO_2 : (kg CO_2 équivalent)
Vrac expansé	70	0,038	-22
Panneau expansé	120	0,043	-27

Parmi les travaux de recherche sur les isolants en liège, on peut citer ceux de :

- [Fino et al. \[2018\]](#) qui ont étudié l'isolation thermique des murs couverts de panneaux de liège expansé de densité moyenne. Ils ont mené une simulation comparante, d'une part, du comportement de l'isolant en conditions hivernales et en conditions estivales, et d'autre part, de son comportement en milieu sec et en milieu humide (ou période pluvieuse) afin de relever l'influence de l'humidité dans le transfert de chaleur à travers la paroi de liège. Les résultats ont montré clairement que pendant

la période pluvieuse, l'absorption de l'humidité est limitée aux couches superficielles et, n'affecte pas significativement la performance de l'isolation thermique du liège.

- [Limam et al. \[2016\]](#) qui ont étudié l'influence de l'humidité sur la conductivité thermique d'un multicouche de liège-bois. Celui-ci est constitué de deux panneaux de bois de 2 cm d'épaisseur entre lesquels est inséré un panneau de liège de 4 cm d'épaisseur. L'étude a été menée sur trois échantillons de différentes masses volumiques (322, 212 et 267 kg.m⁻³) obtenues en faisant varier la densité du panneau de bois et celle du panneau de liège. Il en résulte que la conductivité thermique du bois (0,14 ~ 0,18 W.m⁻¹.K⁻¹) et celle du liège (0,036 ~ 0,037 W.m⁻¹.K⁻¹) et par conséquent celle du multicouche, augmentent avec l'humidité. Ainsi, les conductivités thermiques équivalentes des trois échantillons multicouches sont respectivement de 0,068 W.m⁻¹.K⁻¹; 0,063 W.m⁻¹.K⁻¹ et 0,065 W.m⁻¹.K⁻¹.
- Dans l'étude menée par [Cherki et al. \[2014\]](#), l'isolant est une structure composite liège-gypse. Cette structure sert à fabriquer une brique avec un pouvoir isolant amélioré comme le cas des briques en béton de chanvre. Cette étude montre clairement que l'incorporation des broyats du liège dans la structure en gypse permet de réduire de plus de 60% la conductivité thermique effective de ce dernier. En effet, la conductivité thermique moyenne du gypse est d'environ 0,3 W.m⁻¹.K⁻¹ tandis que la conductivité thermique moyenne du composite est d'environ 0,11 W.m⁻¹.K⁻¹.

Les mesures expérimentales des propriétés thermiques de cette structure composite sont effectuées au moyen d'un dispositif optimisé dit "plan chaud asymétrique" et qui sera mis en œuvre dans les études expérimentales de la présente thèse mais en milieu hygrothermique sévère. L'étude montre en outre que la conductivité thermique mesurée est inférieure à celle des modèles Maxwell et Hamilton classiquement utilisés [[Cherki et al., 2014](#)].

- [Mounir et al. \[2016\]](#) ont également mis en œuvre la méthode "plan chaud" pour caractériser une structure composite d'argile-liège, en comparaison avec la méthode dite "flash". L'incorporation du liège dans la structure en argile réduit la conductivité thermique de celle-ci de 0,406 W.m⁻¹.K⁻¹ à 0,23 W.m⁻¹.K⁻¹.

C. Isolants en chanvre

Grâce au développement des matériaux bio-sourcés, le chanvre connaît un regain d'intérêt au cours des dernières décennies. Cette plante qui appartient à la famille des cannabacées produit des fibres, provenant de la partie cortex, et la chènevotte, provenant de la partie bois. La chènevotte présente une structure poreuse tubulaire avec un diamètre variant de 10 à 15 μm . Elle est utilisée dans les agro-matériaux et comme litières animales. Les fibres de chanvre sont obtenues par un défibrage mécanique. Elles sont utilisées pour la pâte à papier, le textile, le cordage, l'isolation thermique de bâtiment, etc. Les isolants en fibres de chanvre sont fabriqués à partir de la laine de fibres. En ajoutant un liant à base polystyrène, les fibres sont mises en forme sous forme d'un matelas fibreux et souple (**Figure 1.4**). Comme les autres isolants bio-sourcés, l'isolant en fibres de chanvre est conditionné sous la forme de rouleaux, de panneaux semi-rigides ou en vrac. En fonction de sa masse volumique, sa conductivité

thermique varie entre 0,039 à 0,042 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Les isolants en fibres de chanvre peuvent être utilisés pour l'isolation des murs, des toitures et des planchers.

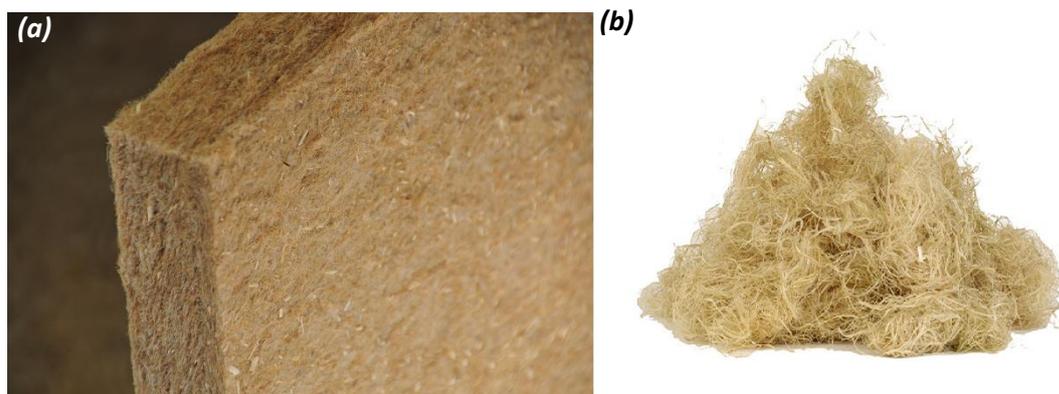


Figure 1.4 – Panneau d'isolation en fibres de chanvre (a) et isolant en vrac (b)

Parmi les travaux de recherche identifiés sur les isolants thermiques en fibres de chanvre, on peut citer ceux de :

- [Maalouf et al. \[2018\]](#) qui ont conduit une étude numérique sur le comportement hygrothermique d'un mur isolé thermiquement par trois matériaux différents : un premier mur en béton de chanvre, un deuxième en béton de chanvre recouvert d'une couche de briques (briques en terre cuite) et un troisième mur constitué d'une paroi en PET (*polyéthylène-téréphtalate*) recyclé. Le comportement hygrothermique de chaque mur est étudié dans les conditions climatiques réelles de trois villes différentes : Nancy (Lorraine, 54), Carpentras (Vaucluse, 84) et Pérouse (région Ombrie en Italie). Dans les conditions climatiques de chacune de ces villes, l'étude relève en particulier la consommation énergétique annuelle nécessaire au chauffage et à la climatisation d'un habitat fait de chacun des trois murs ainsi que l'empreinte carbone qui en résulte. On note ainsi une baisse de la consommation énergétique entre 7 à 24% suivant la ville. Par ailleurs, le pouvoir isolant du béton de chanvre est proche de celui du PET recyclé même dans les climats froids et présente en outre un impact CO_2 bien plus faible que ce dernier du fait que le chanvre est une ressource renouvelable et biodégradable.
- [Mazhoud et al. \[2016\]](#) qui ont mené une étude comparative des propriétés thermiques et des propriétés hydriques de deux plâtres de chanvre qui diffèrent l'un de l'autre par la taille des fibres de chanvre dont ils sont fabriqués. Compte tenu de la porosité élevée d'un plâtre, ce matériau est très hygroscopique et présente une perméabilité élevée à la vapeur d'eau. Ce qui en fait un bon régulateur d'humidité. De plus, ce matériau présente une conductivité thermique d'environ $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, bien plus faible que celle du gypse ($0,48$ à $0,80 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Ainsi, cette étude montre que les plâtres de chanvre peuvent améliorer les performances hydriques et thermiques des murs, afin de réduire la consommation d'énergie et d'améliorer le confort hydrique et thermique de l'habitat.
- [Latif et al. \[2018\]](#) qui ont mené une étude expérimentale en régime transitoire et en régime stationnaire pour évaluer le comportement des isolants de chanvre et de

laine de roche soumis à un flux de chaleur et d'humidité. Ils ont observé que le chanvre répond lentement à la variation de l'humidité tandis que la réponse de la laine de roche est instantanée. Il a été également observé que le chanvre peut maintenir une humidité relative interne constante. Cette capacité des isolants en chanvre à réguler l'humidité et leur bilan carbone négatif peuvent permettre leur utilisation dans la construction durable à faible consommation d'énergie. En présence d'humidité, la conductivité thermique effective de la laine de roche ou celle de l'isolant en chanvre est vraisemblablement régie par le débit d'enthalpie et le changement de phase pendant la condensation tandis que la conductivité thermique équivalente augmente en fonction de l'augmentation de la teneur en humidité adsorbée.

D. Isolants en lin

Bien que les fibres de lin présentent des propriétés d'isolation thermique intéressantes, elles trouvent leur principale application dans le développement des matériaux composites et sont peu utilisées en isolation thermique, probablement dû à leurs propriétés mécaniques intéressantes et à leur coût relativement élevé par rapport aux fibres de chanvre ou de bois. Le mélange des fibres de lin et des fibres de chanvre permet de produire des isolants thermiques de haute performance à coût maîtrisé. Quelques travaux de recherche traitent de ce type d'isolants :

- [Page et al. \[2017\]](#) ont étudié un isolant constitué d'agrégats de fibres de lin et de fibres de chanvre enrobées dans un liant à base de la chaux. Les fibres de lin étant des fibres longues et présentant une meilleure résistance que les fibres de chanvre, elles assurent la rigidité et la bonne tenue mécanique de cette structure. En effet, les fibres de lin offrent une contrainte de rupture pouvant atteindre 2000 MPa contre 900 MPa maximum pour les fibres de chanvre et présentent un module d'élasticité longitudinal atteignant 80 GPa contre 30 GPa pour le chanvre [[Padayodi 2001](#)].

Des tests d'absorption d'humidité en milieu aqueux conduits sur ces deux types de fibres végétales montrent que la fibre de lin présente un taux d'absorption d'humidité deux fois plus faible que la fibre de chanvre après 48 heures d'immersion dans l'eau soit respectivement 215% et 450% en masse. La résistance de la fibre de lin et son absorption d'humidité réduite par rapport au chanvre en font une fibre de choix pour le renfort du béton de fibres végétales en concurrence au béton de chanvre actuellement utilisé dans le bâtiment. Un autre avantage de l'association des fibres de lin et des fibres de chanvre tient au fait que la structure en chaux renforcée de ces deux types de fibres présente une conductivité thermique plus faible que celle du béton de chanvre classique qui est constitué d'une structure en ciment renforcée de fibres de chanvre. L'incorporation de 10% de fibres de lin dans la structure en chaux donne une conductivité thermique située entre 0,069 à 0,097 $W.m^{-1}.K^{-1}$.

- [Korjenic et al. \[2016\]](#) ont mené un travail de recherche sur les isolants bio-sourcés issus de matières secondaires, notamment des déchets industriels, utilisables dans

la fabrication de matériaux isolants. Dans leur étude, ils ont utilisé le lin, le chanvre et la jute comme matière première, celle-ci étant plus favorable économiquement et écologiquement par rapport aux matériaux isolants synthétiques (laine minérale, polystyrène expansé et polyuréthane). Ces matériaux bio-sourcés sont donc étudiés pour l'isolation des structures de bâtiments modernes, notamment la façade verte dans la construction écologique. Ces auteurs ont également étudié le comportement hygrothermique de ces matériaux. En ce qui concerne leur caractérisation thermo-physique, plusieurs mélanges ayant des masses volumiques différentes ont été préparés. L'étude montre que la masse volumique pour obtenir des propriétés optimales, notamment la conductivité thermique, est d'environ 70 à 80 kg.m⁻³. L'étude donne en outre une conductivité thermique du lin de 0,044 W.m⁻¹.K⁻¹.

- [Hajj et al. \[2011\]](#) ont étudié l'influence de la longueur de la fibre de lin sur les propriétés mécaniques, thermiques, hydriques et acoustiques d'une étoupe de lin. Ils ont ainsi montré que la taille de la fibre a une influence directe sur la conductivité thermique de l'isolant. En effet, la conductivité thermique de l'isolant croît lorsque la taille des fibres augmente. Les isolants thermiques en fibres de lin présentés dans cette étude offrent des performances thermiques intéressantes, notamment une conductivité thermique allant de 0,06 à 0,09 W.m⁻¹.K⁻¹. De plus, la rigidité que confère la fibre de lin à ces panneaux isolants permet de les intégrer dans l'enveloppe énergétique du bâtiment.

3. Les méthodes de métrologie thermique

La métrologie thermique ou la caractérisation des propriétés thermiques d'un matériau se base sur l'investigation des réponses reçues de la part de celui-ci lorsqu'il subit une perturbation thermique. Cette perturbation peut être sous la forme d'un flux de chaleur ou sous la forme d'un ou plusieurs températures imposées. Par l'exploitation expérimentale de la réponse à cette perturbation thermique (flux ou température), les propriétés thermo-physiques (conductivité thermique λ , diffusivité thermique α , etc.) du matériau sont estimées. La diffusivité thermique par exemple est estimée dans le régime transitoire de la perturbation et la conductivité thermique est estimée dans le régime permanent ou transitoire [Forero-Sandoval et al., 2018 ; Guo et al., 2018 ; Cetiner et Shea, 2018; Shafkat Bin Hoque et al., 2018 ; Nabil et Khodadai, 2017 ; Azarfar et al., 2016 ; Asdrubali et al., 2016 ; Kobari et al., 2015 ; Jannot et al., 2009 ; Ladevie et al., 2000 ; Gustafsson 1991 ; Degiovanni et Laurent 1986 ; Gustafsson et Karawacki, 1983].

En pratique, il existe deux approches principales d'estimation des propriétés thermo-physiques : soit une estimation par une méthode classique à partir d'une seule valeur pertinente telle qu'un maximum, un état d'équilibre ou une pente, etc., et cette méthode donne généralement la conductivité thermique, soit une estimation par une méthode moderne à partir d'inversion d'un modèle analytique ou numérique et qui permet d'estimer plusieurs propriétés simultanément.

En métrologie thermique, le comportement thermique d'un matériau peut être plus ou moins influencé par des facteurs liés à l'environnement de mesure, tels que les pertes thermiques, par la sensibilité des dispositifs et instruments de mesure ou par la résistance de contact et autres sources d'erreurs. Ces facteurs sont souvent difficiles à contrôler. Ce qui conduit souvent à plusieurs hypothèses simplificatrices lors d'une modélisation par exemple. Parmi ces hypothèses, celle d'un transfert thermique en milieu semi-infini et celle d'un transfert thermique unidirectionnel sont les plus utilisées [Jannot et al., 2017 ; Bahrani et al., 2014].

Les principales sources d'erreur influant sur la mesure ou l'estimation des propriétés thermo-physiques sont [Felix 2011]:

- Les erreurs de modélisation liées aux hypothèses simplificatrices lors de la mise en équation des phénomènes de transfert thermique,
- Le bruit de mesure lié aux perturbations thermiques,
- L'erreur liée à l'étalonnage des capteurs de mesure et de la chaîne d'acquisition de données,
- L'incertitude sur les propriétés utilisées lors d'une modélisation.

En pratique, il n'existe aucune méthode de mesure parfaite car toutes ces erreurs sont inévitables. Néanmoins, selon les conditions d'étude et la nature du matériau, certaines d'entre elles sont plus ou moins minimisées.

Afin de choisir la méthode de mesure des propriétés thermo-physiques la plus adaptée à un matériau donné, les méthodes de mesure peuvent être classées selon quatre critères [Felix 2011]:

- Le premier critère concerne le régime de mesure (transitoire, quasi-stationnaire ou permanent). En effet, en fonction de la phase temporelle pendant laquelle la réponse du système est exploitée, le régime de mesure change :
 - Si la mesure est effectuée au début du test en considérant l'instant initial, le régime est dit transitoire. La diffusivité thermique α est la principale propriété thermo-physique estimée dans le régime transitoire, cependant, la conductivité thermique λ peut également être estimée (**Figure 1.5**). La méthode tri-couche et la méthode flash utilisées pour la mesure de la conductivité thermique sont des méthodes purement transitoires.
 - Si la mesure est effectuée à des temps plus longs, excluant néanmoins l'instant final, et sans prendre en compte la variation temporelle de la température durant la phase transitoire, le régime est quasi-établi et la méthode de mesure est effectuée en régime quasi-stationnaire. C'est le cas de la méthode dite du « fil chaud » et de la méthode du plan chaud [De Pont et Klarsfeld 2002]. Ces méthodes sont également capables d'estimer à la fois la conductivité thermique et la diffusivité thermique.
 - Si la mesure est effectuée à l'instant final aux temps longs où il n'y a plus de variation temporelle de la température, le régime de mesure est permanent (**Figure 1.5**). C'est le cas de la méthode « plaque chaude gardée » [De Pont et Klarsfeld 2002]. La conductivité thermique est la seule propriété mesurable dans cette phase.

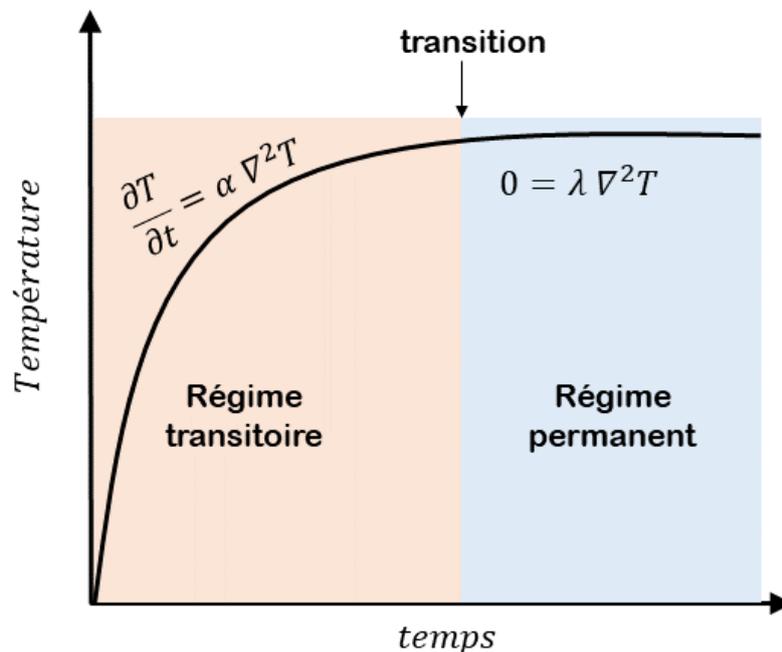


Figure 1.5 – Régimes de mesure des propriétés thermo-physiques

- Le second critère est la forme de la perturbation. En effet, selon la méthode de mesure, le type de perturbation utilisé varie : le flux de chaleur de type échelon est utilisé pour la méthode plan chaud et la méthode « fil chaud », ou de type Dirac comme pour la méthode flash, etc. [Degiovanni 1994].

- Le troisième critère est la représentation géométrique du problème. On utilise couramment trois formes géométriques : plane, cylindrique et sphérique. En pratique, la géométrie du problème est choisie en fonction des hypothèses considérées lors de la modélisation et une méthode peut avoir plusieurs configurations géométriques.
- Le quatrième critère concerne la grandeur mesurée. Les méthodes de mesure peuvent être classées en fonction des grandeurs mesurées. Il est possible de mesurer une ou plusieurs températures à la fois, un flux de chaleur, une température et un flux de chaleur, etc.

Le paragraphe qui suit présente les principales méthodes de mesure des propriétés thermiques.

3.1 La méthode « Plaque chaude gardée »

A. Principe de la méthode

La méthode « plaque chaude gardée » (**Figure 1.6**), qui permet de mesurer uniquement la conductivité thermique λ , est basée sur la norme ISO 8302 [De Pont et Klarsfeld 2002 ; Felix 2011]. Elle consiste à créer, à partir d'un élément chauffant, un transfert de chaleur unidirectionnel à travers deux échantillons sous forme de plaques infinies disposées de part et d'autre de l'élément chauffant. L'ensemble est pris en sandwich entre deux plaques isothermes, constituant une source froide. Ce qui crée un flux thermique uniforme et unidirectionnel. A cet effet, quelques précautions importantes sont à prendre :

- L'échantillon doit présenter de grandes dimensions par rapport à son épaisseur. Pour éviter les effets de bord, la zone de mesure est située au centre de l'élément chauffant, la partie extérieure servant de zone de garde étant séparée de la zone de mesure par un joint. Pour éviter les pertes thermiques latérales du flux thermique de la zone de mesure, la température de la zone de garde est régulée par un flux thermique supplémentaire φ' de sorte que les deux flux soient constamment égaux pendant toute la durée de la mesure.
- Dans le cas d'un appareillage symétrique, symétrie du montage par rapport à l'élément chauffant, le flux de chaleur total généré par la plaque chaude doit se répartir de façon égale entre les deux échantillons grâce aux deux plaques froides prenant les échantillons en sandwich. Ces plaques ont une température constante et inférieure à celle de la source chaude que représente l'élément chauffant.

B. Estimation de la conductivité thermique

Les écarts de température entre la face chauffée de l'échantillon et celle en contact avec la plaque froide sont mesurés à l'aide de thermocouples fins. En régime permanent, en considérant un transfert thermique unidirectionnel, comme expliqué ci-dessus, l'expression du flux net φ qui traverse la face d'aire S de l'échantillon d'épaisseur e s'exprime comme suit :

$$\varphi = -\lambda S \frac{dT}{dx} \quad (1.1)$$

D'où l'expression de la conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{e \varphi_1}{S \Delta T_1} = \frac{e \varphi_2}{S \Delta T_2} \quad (1.2)$$

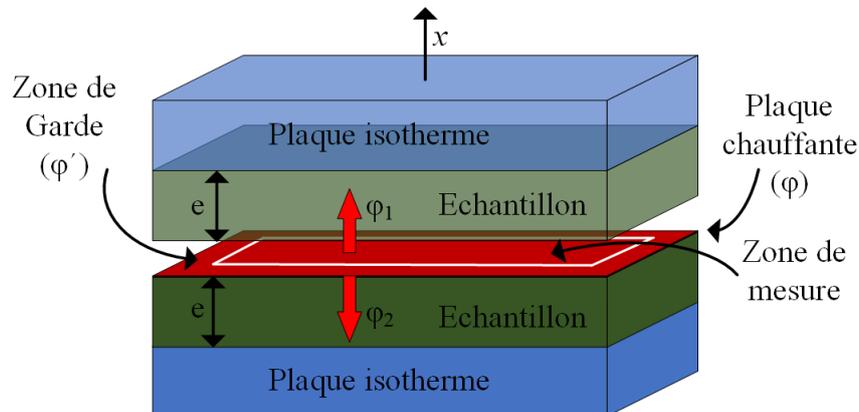


Figure 1.6 – Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée

C. Avantages et inconvénients

La méthode de la plaque chaude gardée est adaptée pour la mesure de la conductivité thermique des matériaux denses et peu poreux pour lesquels la résistance de contact est faible. Cette méthode permanente donne des valeurs de λ avec une bonne précision. Ce qui justifie son application très répandue dans l'industrie. En revanche, les dispositifs de mesure de la plaque chaude gardée requièrent des échantillons de grande taille (300 mm x 300 mm au moins) et des durées de mesure relativement longues par rapport aux autres méthodes.

D. Etat de l'art

Bien que la méthode de la plaque chaude gardée convienne pour des mesures sur des matériaux denses et peu poreux, des études montrent son application à des matériaux isolants bio-sourcés qui sont généralement poreux.

[Cetiner et Shea \[2018\]](#) par exemple ont mis en œuvre la méthode de la plaque chaude gardée pour caractériser les propriétés thermiques d'une couche de particules de bois. Ces particules contenues dans un cadre et non agglomérées par un liant. La couche de particules présente ainsi une porosité interstitielle qui, à priori, rendrait l'emploi de la méthode de la plaque chaude inadaptée mais le cadre a permis son utilisation. La conductivité thermique mesurée était d'environ $0,05 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, une valeur de conductivité cohérente et proche de celle des fibres de bois ou des ballots de paille. Pour le matériau étudié, la contrainte principale relevée est l'affaissement des particules sous leur propre poids conduisant à une perte de rendement de l'isolant.

De même, [Asdrubali et al. \[2016\]](#) utilisent la méthode de la plaque chaude gardée sur un isolant thermique bio-sourcé en roseaux servant également de barrière acoustique. Les

mesures sont effectuées sur l'isolant dans différentes configurations des panneaux de roseaux : différentes orientations du peigne, combinaison de différentes géométries du peigne, variation de l'épaisseur et de la densité des panneaux et variation de la teneur en eau des roseaux. Les valeurs de conductivité thermique mesurées varient de 0,055 à 0,065 W. m⁻¹.K⁻¹, selon les configurations.

Dans l'étude conduite par [Rahim et al. \[2016\]](#), la méthode de la plaque chaude gardée est mise en œuvre pour mesurer la conductivité thermique d'un béton de lin, d'un béton de paille et d'un béton de chanvre. Comparés à la brique et au béton standards, ces matériaux présentent une densité plus faible et une porosité plus importante. Les mesures expérimentales confirment bien qu'ils présentent une conductivité thermique plus faible que ceux-ci, corroborant en partie la cohérence des mesures effectuées avec la méthode de la plaque chaude gardée.

3.2 La méthode du « Fil chaud »

A. Principe de la méthode

La méthode du « fil chaud » (**Figure 1.7**), qui est l'une des méthodes les plus utilisées dans le régime transitoire, est une méthode normalisée (ISO-8894-1 et 2) [[De Pont et Klarsfeld 2002](#)]. Son principe est basé sur la distribution radiale du flux de chaleur autour d'un fil chauffant. A cet effet, le fil chauffant est coincé entre deux échantillons identiques. Les dimensions de l'échantillon sont choisies de sorte que l'hypothèse d'un milieu semi-infini soit satisfait et reste valable pendant un temps suffisamment long.

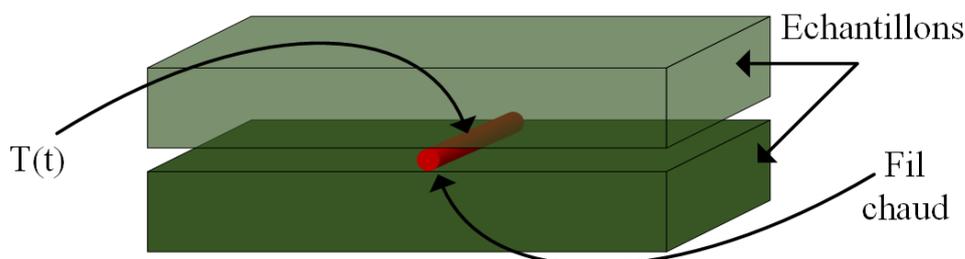


Figure 1.7 – Schéma de principe de la méthode du « fil chaud »

La mesure de la conductivité thermique par cette méthode est simple. Un flux de chaleur radial et constant φ est créé par le fil chauffant. L'évolution de la température du fil $T(t)$ est relevée soit par un thermocouple soudé au milieu du fil, soit estimée à partir de la résistance électrique du fil.

B. Estimation de la conductivité thermique

En considérant les hypothèses d'un transfert thermique radial dans un milieu semi-infini, la valeur de la température du fil de longueur l peut être approchée par l'expression :

$$T(t) \approx \frac{\varphi}{4\pi l \lambda} \ln(t) \quad (1.3)$$

En traçant $T(t)$ en fonction de $\ln(t)$ (**Figure 1.8**), la pente α de la partie linéaire de la courbe permet de calculer la conductivité thermique comme suit :

$$\lambda = \frac{\varphi}{4\pi l \alpha} \quad (1.4)$$

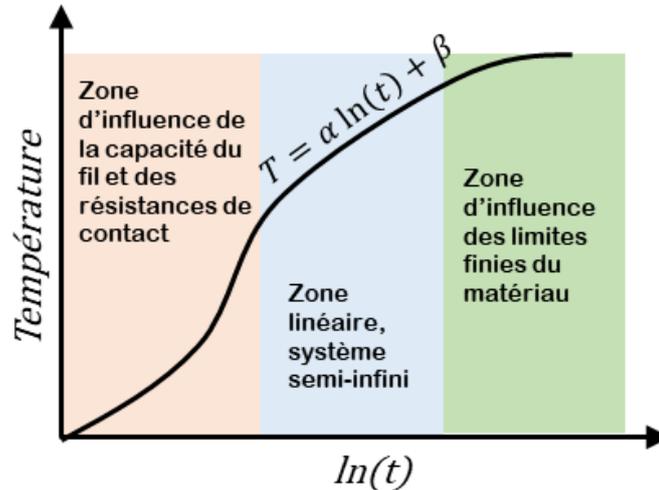


Figure 1.8 – Profil de l'évolution de la température du fil chaud

C. Avantages et inconvénients

Cette méthode a plusieurs avantages notamment sa simplicité de mise en œuvre et des mesures effectuées de façon rapide. En effet, étant donné que c'est une méthode transitoire, la durée de mesure est par conséquent très courte. Cette méthode est aussi applicable aux liquides et aux solides.

Sa principale contrainte est la nécessité de respecter l'hypothèse d'un milieu semi-infini. A cet effet, l'échantillon doit présenter une taille relativement importante par rapport à la longueur du fil chauffant. Dans le cas des isolants bio-sourcés, l'hétérogénéité du matériau requiert une taille de l'échantillon bien plus importante, et par conséquent, une longueur du fil chauffant plus importante aussi. Il en résulte une inertie thermique non négligeable du fil chauffant avec pour conséquence un raccourcissement de la zone linéaire de la courbe (**Figure 1.8**) et donc de la zone dans laquelle la conductivité thermique est estimée (**Equation 1.4**).

D. Etat de l'art

Quelques études mettant en œuvre la méthode du fil chaud ont été identifiées. [Franco \[2007\]](#) par exemple, utilise la méthode du fil chaud pour caractériser différents matériaux non métalliques de conductivité thermique située entre 0,2 et 1,5 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et destinés à la construction. [Coquard et al. \[2006\]](#) ont adapté cette méthode aux matériaux à faible masse volumique. Ils ont effectué, par une approche théorique et une approche expérimentale, une adaptation de cette méthode sur des mousses EPS basse densité. [Azarfar et al. \[2016\]](#) et [Guo et al. \[2018\]](#) ont mis en œuvre la méthode du fil chaud pour la caractérisation des liquides. Ils ont communiqué une erreur inférieure à 1,5% sur leurs mesures ; montrant ainsi une bonne adaptation de cette méthode à ce type de mesure. [Shafkat Bin Hoque et al. \[2018\]](#) et [Nabil et](#)

Khodadai [2017] ont utilisé le fil chaud pour caractériser les matériaux à changement de phase.

3.3 La méthode du « Plan chaud »

A. Principe de la méthode

La méthode du plan chaud est l'extension de la méthode du fil chaud, en passant d'un élément chauffant filaire à un élément chauffant plan, comme le schématise la **Figure 1.9** [De Pont et Klarsfeld 2002 ; Felix 2011]. En effet, dans la méthode du fil chaud, la morphologie du fil chauffant et l'hypothèse du milieu semi-infini supposent que les pertes thermiques aux extrémités du fil sont négligeables. Ce qui n'est pas toujours vrai et peut induire des erreurs de mesure. En remplaçant le fil chauffant par un élément chauffant plan, le flux thermique uniforme généré par l'élément chauffant crée un transfert unidirectionnel au centre de ce dernier en minimisant les pertes thermiques latérales.

Le dispositif expérimental de la méthode du plan chaud (**Figure 1.9**) est constitué de l'élément chauffant plan coincé entre deux échantillons dont les faces sont de même surface que l'élément chauffant. L'ensemble est pris en sandwich entre deux blocs d'aluminium sous une pression réglable. L'élément chauffant génère un flux de chaleur qui traverse l'une des faces de chaque échantillon. Un thermocouple de type K constitué de deux fils fins ($\phi \sim 15 \mu\text{m}$) et fixé par un contact direct au centre de l'interface entre l'élément chauffant et l'échantillon, enregistre l'évolution de la température $T_c(t)$. Pour respecter l'hypothèse du milieu semi-infini, la température est relevée durant un intervalle de temps pendant lequel le flux thermique n'a pas encore atteint la face opposée de l'échantillon [Jannot et al., 2010].

Il existe deux configurations possibles de montage du dispositif du plan chaud : le montage symétrique (**Figure 1.9a**) dans lequel les deux échantillons situés de part et d'autre de l'élément chauffant sont identiques et le montage asymétrique (**Figure 1.9b**) dans lequel l'un des échantillons est le matériau à caractériser tandis que l'autre est fait d'un matériau dont les propriétés thermiques sont connues (échantillon de référence). Le montage symétrique convient pour les échantillons homogènes et isotropes et le montage asymétrique pour les matériaux anisotropes et hétérogènes pour lesquels il est difficile d'obtenir deux échantillons identiques [Jannot et al., 2010 ; Laaroussi et al., 2014]. La méthode du plan chaud peut être mise en œuvre en régime permanent pour mesurer la conductivité thermique ou en régime transitoire pour mesurer l'effusivité thermique.

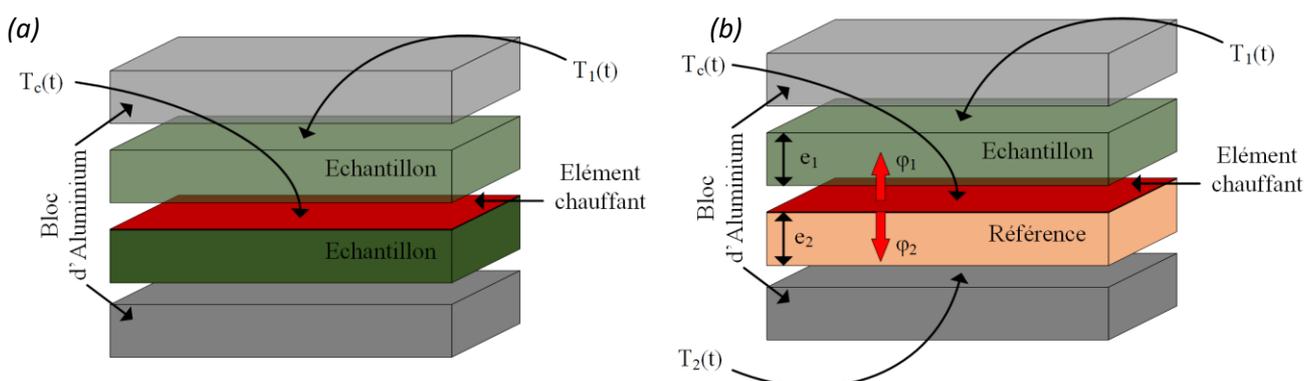


Figure 1.9 – Schéma de principe du dispositif plan chaud symétrique (a) et asymétrique (b)

Compte tenu de la morphologie plane du dispositif et de son montage, les hypothèses suivantes peuvent être faites :

- Le transfert de la chaleur au centre de l'élément chauffant est unidirectionnel et s'effectue dans l'épaisseur de l'échantillon suivant la normale à la surface de l'élément chauffant,
- Les résistances de contact aux interfaces et avec le thermocouple sont négligeables étant donné que l'ensemble du dispositif est soumis à une pression constante tout au long de la manipulation,
- La résistance thermique de l'élément chauffant est négligeable compte tenu de sa faible épaisseur ($\sim 150 \mu\text{m}$).
- L'aluminium étant un bon conducteur de chaleur, les faces libres des blocs d'aluminium sont sensiblement à la température ambiante.
- A l'instant initial, le système est en équilibre thermique.

A l'aide d'un générateur de puissance, une tension U est appliquée aux bornes de l'élément chauffant et celui-ci génère un flux de chaleur ϕ dont les composantes ϕ_1 et ϕ_2 traversent chacun l'un des deux échantillons. Les températures $T_c(t)$, $T_1(t)$ et $T_2(t)$ sont alors enregistrées pendant toute la durée de l'essai. Celle-ci est suffisamment longue pour permettre aux échanges thermiques d'atteindre le régime stationnaire.

B. Estimation des propriétés thermo-physiques

Comme déjà expliqué, la méthode du plan chaud permet d'estimer à la fois la conductivité thermique et l'effusivité thermique respectivement en régime permanent et en régime transitoire :

- Estimation de la conductivité thermique

En négligeant les pertes latérales du flux thermique comme précédemment expliqué, le flux total ϕ dégagé par l'élément chauffant est égal à la somme des flux ϕ_1 et ϕ_2 traversant chacun l'un des deux échantillons :

$$\phi = \phi_1 + \phi_2 \quad (1.5)$$

avec :

$$\phi = \frac{U^2}{R S} \quad (1.6)$$

S et R étant respectivement la surface et la résistance électrique de l'élément chauffant et U la tension appliquée à ses bornes.

En régime stationnaire, la loi de Fourier permet d'écrire :

$$\begin{cases} \phi_1 = \frac{\lambda_1}{e_1} (T_c - T_1) \\ \phi_2 = \frac{\lambda_2}{e_2} (T_c - T_2) \end{cases} \quad (1.7)$$

On en déduit alors la conductivité thermique λ_1 de l'échantillon à caractériser en fonction des températures (correspondant à leurs valeurs en régime permanent) suivant le type de montage plan chaud comme suit :

- En montage asymétrique, λ_1 est exprimé en fonction de la conductivité thermique λ_2 de l'échantillon de référence, λ_2 étant connu:

$$\lambda_1 = \frac{e_1}{T_c - T_1} \left[\frac{U^2}{R S} - \frac{\lambda_2}{e_2} (T_c - T_2) \right] \quad (1.8)$$

- En montage symétrique, $\phi_1 = \phi_2 = \phi/2$ et on obtient :

$$\lambda_1 = \frac{e_1}{T_c - T_1} \times \frac{U^2}{2R S} \quad (1.9)$$

- Estimation de l'effusivité thermique

La température moyenne de l'élément chauffant aux temps longs dans un milieu semi-infini s'écrit [De Pont et Klarsfeld 2002 ; Felix 2011] :

$$T_c(t) = \frac{\phi}{2SE\sqrt{\pi}} \sqrt{t} + cte \quad (1.10)$$

En traçant $T_c(t)$ en fonction de \sqrt{t} (**Figure 1.10**), la pente α de la partie linéaire de la courbe (en régime transitoire) permet de déduire l'effusivité thermique E , soit :

$$E = \frac{\phi}{2\alpha S \sqrt{\pi}} \quad (1.11)$$

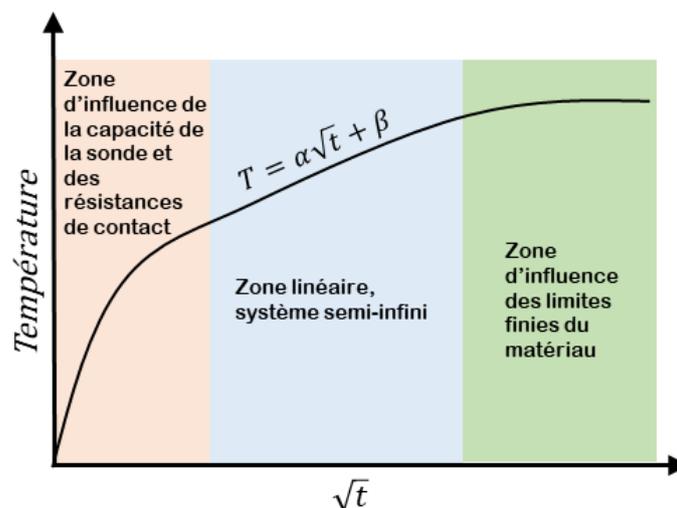


Figure 1.10 – Profil de l'évolution de la température $T_c(\sqrt{t})$ du plan chaud

C. Avantages et inconvénients

La précision, la rapidité et la simplicité de mise en œuvre sont les principaux avantages de la méthode du plan chaud. Le transfert unidirectionnel simplifie également le calcul de la

conductivité thermique. Dans un milieu humide, la méthode n'est pas sensible à l'humidité et donne des valeurs précises. Le principal inconvénient de cette méthode est lié au fait que l'on néglige les pertes latérales. Ce qui diminue la précision de l'estimation des propriétés des isolants légers.

D. Etat de l'art

Zhang et Degiovanni [1993] ont utilisé une sonde thermique plate pour mesurer l'effusivité thermique d'un matériau solide homogène dont la morphologie est très proche de celle du plan chaud. Ladevie et al. [2000] ont proposé un dispositif plan chaud qui est une approche complémentaire de la méthode du fil chaud. Ils ont utilisé le dispositif en régime transitoire pour estimer les propriétés thermo-physiques telles que la conductivité thermique et l'effusivité thermique.

Jannot et al. [2010] ont utilisé le plan chaud en régime permanent pour estimer la conductivité thermique des matériaux d'isolation minces et le régime transitoire pour estimer l'effusivité thermique. Ils ont spécialement étudié les propriétés thermo-physiques des matériaux en PVC, des isolants de faible densité et des super-isolants. Une bonne reproductibilité est rapportée (environ 1%) pour ces matériaux. De plus, ils ont étudié le modèle de transfert de chaleur 3D et ont montré que le flux de chaleur est unidirectionnel, au centre du dispositif de mesure.

Laaroussi et al. [2014] et Lamrani et al. [2017] ont utilisé cette méthode pour caractériser les isolants bio-sourcés. Ils ont utilisé un transfert de chaleur permanent pour estimer la conductivité thermique. Cependant, dans les deux études, l'effet de l'humidité est évité en séchant les échantillons.

Bal et al. [2013] et Damfeu et al. [2016] ont étudié l'influence de la teneur en eau dans les briques composites humides en utilisant l'approche asymétrique et un modèle de transfert de chaleur 1D. Ils ont montré une augmentation nette de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau des échantillons. Néanmoins, ils n'ont proposé aucun modèle théorique de transfert simultané de chaleur et d'humidité.

3.4 La méthode du « ruban chaud »

A. Principe de la méthode

La méthode du ruban chaud est une méthode intermédiaire entre la méthode du plan chaud et la méthode du fil chaud [Krapez 2007]: l'élément chauffant est un ruban plan dont la largeur est plus petite que celle des échantillons à caractériser contrairement au plan chaud où l'élément chauffant et l'échantillon ont la même surface. Ce ruban est coincé entre deux échantillons à caractériser (**Figure 1.11**). L'évolution de la température du ruban est enregistrée soit par un thermocouple fixé au centre du ruban soit par la mesure de la résistance électrique. Cette dernière donne la température moyenne du ruban. Aux temps courts où le transfert est unidirectionnel, les mesures permettent d'estimer l'effusivité thermique et aux temps longs où le transfert est bidirectionnel, elles permettent d'estimer la diffusivité thermique.

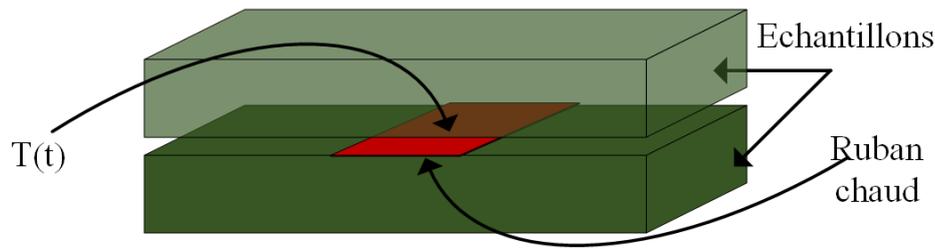


Figure 1.11 – Schéma de principe du dispositif du ruban chaud

Les contraintes de cette méthode sont le choix des dimensions du ruban et des échantillons et l'isotropie de ceux-ci. La longueur de l'échantillon peut influencer les pertes thermiques latérales. L'objectif de cette méthode est de créer une condition intermédiaire entre la méthode du fil chaud et celle du plan chaud pour bénéficier des avantages de ces deux méthodes.

B. Estimation des propriétés thermo-physiques

La méthode du ruban chaud est le plus souvent utilisée pour l'estimation de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique par minimisation des erreurs quadratiques entre la température $T(t)$ mesurée au centre du ruban et les valeurs de température calculées par un modèle analytique [Jannot et al., 2004].

C. Avantages et inconvénients

Cette méthode possède les avantages des méthodes du fil chaud et du plan chaud. De plus, elle est très utilisée dans la caractérisation des matériaux anisotropes. En effet, l'orientation du ruban chaud est modifiable pour effectuer les mesures suivant différentes directions [Jannot et al., 2011]. Il est par exemple possible d'estimer la conductivité thermique suivant la direction normale au ruban en pivotant celui-ci de 90° , c'est-à-dire en le positionnant suivant la longueur de l'échantillon.

D. Etat de l'art

Dans l'étude conduite par Gustafsson et Karawacki [1983], la méthode du ruban chaud transitoire est mise en œuvre pour caractériser un isolant solide bio-sourcé et un isolant liquide. Ils mesurent en particulier la conductivité thermique et la diffusivité thermique d'un échantillon compact de bois humide. De même, plusieurs auteurs ont utilisé cette méthode pour caractériser les isolants classiques [Hu et al., 2018 ; Bippus et al., 2014 ; Velve Casquillas et al., 2007].

Jannot et al. [2011] appliquent la méthode du ruban chaud pour caractériser un échantillon anisotrope. Ils ont mesuré l'évolution de la température au centre du ruban chauffant dans deux directions différentes et en appliquant la méthode de Levenberg-Marquart pour la minimisation des erreurs quadratiques entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques, ils ont estimé la conductivité thermique et l'effusivité thermique.

3.5 La méthode du « Hot Disc »

A. Principe de la méthode

La méthode du « hot disc », initialement nommée "source plane instationnaire" (Transient Plane Source), a été proposée par S.E. Gustafsson [Gustafsson 1991] en s'inspirant des développements effectués sur la méthode du ruban chaud (Figure 1.12).

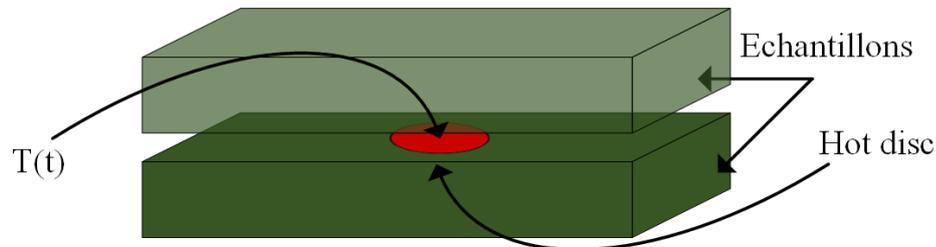


Figure 1.12 – Schéma de principe de la méthode du hot disc

Le dispositif de mesure associé à cette méthode est constitué d'un élément chauffant circulaire coincé entre deux échantillons. Comme la méthode du ruban chaud, la taille de l'échantillon est choisie de sorte que l'hypothèse du milieu semi-infini soit valable.

B. Estimation des propriétés thermo-physiques

En négligeant l'inertie thermique de l'élément chauffant et les résistances de contact, la température moyenne de la sonde est exprimée par [Gustafsson 1991] :

$$T(t) = \frac{\varphi}{\pi^{3/2} r_s \lambda} D_n(\tau) \quad (1.12)$$

avec :

$$D_n(\tau) = \frac{1}{\tau [n(n+1)]^2} \int_0^\tau d\sigma \sigma^{-2} \times \left[\sum_{l=1}^n \sum_{k=1}^n k \exp\left(-\frac{l^2 + k^2}{4n^2 \sigma^2}\right) I_0\left(\frac{lk}{2n^2 \sigma^2}\right) \right] \quad (1.13)$$

φ désignant le flux de chaleur généré par l'élément chauffant, $\tau = \sqrt{\frac{at}{r_s^2}}$; r_s le rayon de l'élément chauffant, λ et a étant respectivement la conductivité thermique et la diffusivité thermique de l'échantillon à caractériser, I_0 est la fonction de Bessel modifiée d'ordre 0, et n le nombre de spires que fait le fil électrique spiral de l'élément chauffant circulaire.

L'estimation de la diffusivité thermique et de la conductivité thermique se fait par une minimisation non-linéaire de cette équation.

C. Avantages et inconvénients

L'avantage de cette méthode par rapport aux autres méthodes est lié au fait que l'élément chauffant est coincé entre deux échantillons de plus grande taille en rendant donc négligeables les effets de bord. La température de l'élément chauffant est calculée à partir de la résistance électrique du fil électrique spiral, donc une mesure non destructive de la température (par opposition à une mesure par thermocouple) qui diminue la résistance de contact. Néanmoins, la température moyenne de l'élément chauffant est assez difficile à évaluer avec précision et nécessite de connaître parfaitement les propriétés de l'élément chauffant. L'autre inconvénient est lié aux perturbations générées par la connexion filaire de l'élément chauffant.

D. Etat de l'art

A travers la littérature, la méthode du hot disc est utilisée pour caractériser à la fois les solides et les liquides. [Warzoha et al. \[2014\]](#) par exemple ont appliqué cette méthode à plusieurs liquides en mesurant des conductivités thermiques de 0,258 à 0,623 W.m⁻¹.K⁻¹ avec une erreur inférieure à 5%. [Dai et al. \[2018\]](#) mettent également en œuvre la méthode du hot disc pour caractériser des composites d'aérogel de silice. Ils caractérisent d'abord l'aérogel de silice pur, puis la conductivité effective du composite est déduite en appliquant le modèle de Maxwell modifié.

3.6 La méthode Flash

A. Principe de la méthode

Le principe de la méthode flash consiste à faire absorber un flux de chaleur impulsionnel $\phi(t)$ de courte durée par une face de l'échantillon et à relever l'évolution de la température pendant ce même laps de temps en un ou plusieurs points de la face opposée de l'échantillon (**Figure 1.13**). Cette méthode proposée par [Parker \[1961\]](#) permet de mesurer la diffusivité thermique des matériaux isotropes et homogènes [[Hay et al., 2004](#)]. Il existe plusieurs montages du dispositif flash, y compris les dispositifs dits "flash face arrière", "flash face avant" ou "flash à deux températures" [[Hay et al., 2004](#)].

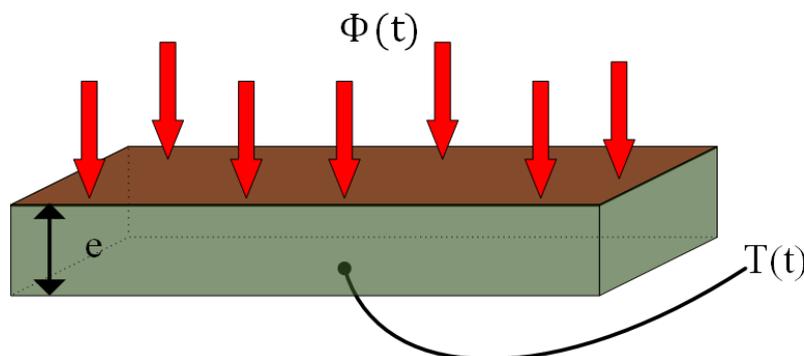


Figure 1.13 – Schéma de principe de la méthode flash

B. Estimation de la diffusivité thermique

Il existe trois méthodes principales d'estimation des propriétés par la méthode flash [Hay et al., 2004] :

- La méthode des temps partiels ou la méthode de Parker dans laquelle le flash est une impulsion de type Dirac et les pertes thermiques sont négligées. Dans ce cas, la diffusivité thermique est calculée par :

$$\alpha = \frac{1,38e^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (1.14)$$

où e est l'épaisseur de l'échantillon et $t_{1/2}$ est le temps nécessaire pour que la température $T(t)$ atteigne la moitié de sa valeur maximale comme le montre le thermogramme de la **Figure 1.14**.

Pour prendre en compte les pertes latérales, la méthode considère 3 autres points supplémentaires sur le thermogramme, $t_{1/3}$, $t_{2/3}$ et $t_{5/6}$ correspondant respectivement aux temps partiels où la température $T(t)$ atteint $1/3$, $2/3$ et $5/6$ de sa valeur maximale (**Figure 1.14**). Trois valeurs de diffusivité thermique sont alors calculées par les expressions suivantes puis moyennées :

$$a = \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(1,131 - 1,222 \frac{t_{2/3}}{t_{5/6}} \right) \quad (1.15)$$

$$a = \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(0,954 - 1,581 \frac{t_{1/2}}{t_{5/6}} + 0,558 \left(\frac{t_{1/2}}{t_{5/6}} \right)^2 \right) \quad (1.16)$$

$$a = \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(0,818 - 1,708 \frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} + 0,885 \left(\frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} \right)^2 \right) \quad (1.17)$$

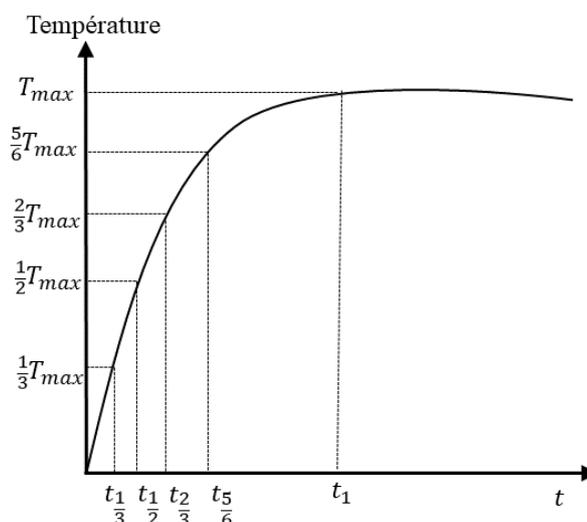


Figure 1.14 – Thermogramme aux temps partiels

- La méthode des moments temporels partiels qui prend en compte les pertes latérales. Elle augmente davantage le nombre de points par rapport à la précédente méthode et est plus précise mais cette précision reste tributaire de la précision sur la valeur de la température maximale.
- La méthode de minimisation qui consiste à minimiser l'écart quadratique entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques de la température. Pour cela, une modélisation de la température moyenne prenant en compte toutes les pertes thermiques sur les deux faces de l'échantillon permet de calculer les valeurs théoriques.

C. Avantages et inconvénients

La méthode flash est plus adaptée à l'estimation de la diffusivité thermique des matériaux conducteurs et aux isolants isotropes lourds. Ainsi, la connaissance de la capacité thermique est indispensable pour le calcul de la conductivité thermique. Pour les matériaux anisotropes et bio-sourcés, cette méthode n'est pas très précise. En effet, la surface rugueuse de ces matériaux perturbe l'absorption surfacique du flux.

D. Etat de l'art

Bien que la méthode flash soit souvent utilisée dans la littérature pour estimer la diffusivité thermique de plusieurs types de matériaux, elle ne peut être utilisée pour les matériaux bio-sourcés. [Kleiner et al. \[2017\]](#) ont mis en œuvre la méthode flash pour caractériser les hydrates de sel destinés au stockage d'énergie. Ils ont montré que la méthode flash est aussi adaptée pour la caractérisation des sels compactés (NaCl) et pour les hydrates de sel (MgSO₄). [Lee et Kim \[2017\]](#) ont utilisé cette méthode pour estimer la diffusivité thermique des couches minces. [Deng et al. \[2018\]](#) ont mesuré par cette méthode la diffusivité thermique du charbon entre 303 à 573 K en proposant un modèle de prédiction de la diffusion de l'azote dans l'air.

3.7 La méthode du « Tri-couche »

A. Principe de la méthode

La méthode du Tri-couche permet de mesurer les propriétés thermo-physiques des matériaux en régime transitoire. A partir de la mesure de la température moyenne de deux plaques de laiton entre lesquelles l'échantillon est coincé, la méthode du tri-couche est capable de mesurer la conductivité thermique λ et la diffusivité thermique α des isolants et des supers isolants thermiques, même sur des échantillons de surface réduite et de faible épaisseur [[Jannot et al., 2009](#) ; [Jannot et Degiovanni, 2013](#) ; [Bahrani et al., 2014](#)].

Dans la littérature, il existe deux différents montages de ce dispositif, à savoir le dispositif du tri-couche plan pour mesurer la conductivité thermique des solides et le dispositif du tri-couche cylindrique pour mesurer celle des poudres.

- **Méthode du tri-couche plan**

Le dispositif expérimental associé à cette méthode est constitué de deux plaques de laiton de rayon R présentant chacune une épaisseur $e_b = 1\text{mm}$. Un échantillon solide d'épaisseur e et

de même rayon que les plaques en laiton est coincé entre celles-ci (**Figure 1.15**). Deux thermocouples de type K sont soudés par la méthode du « contact séparé » sur les faces extérieures des plaques de laiton en gardant un écartement de 5 mm entre deux fils [Jannot et al., 2009]. Un élément chauffant plan de rayon R est placé en contact direct avec la plaque de laiton inférieure. L'ensemble de ce système est placé sur un bloc isolant. La plaque supérieure (non chauffée) est maintenue sous pression avec une surface de contact très faible. Cette plaque de laiton échange la chaleur par convection naturelle et par rayonnement avec l'air et le milieu ambiants.

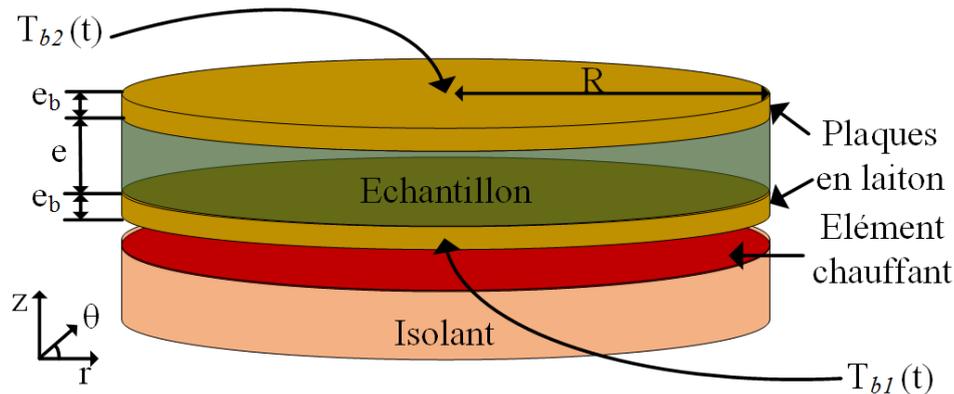


Figure 1.15 – Dispositif expérimental du tri-couche plan

Un flux de chaleur d'une durée de quelques secondes est généré par l'élément chauffant dans le système et l'on enregistre l'évolution des températures $T_{b1}(t)$ et $T_{b2}(t)$ sur les faces extérieures des plaques de laiton. La conductivité thermique de l'échantillon est alors estimée en minimisant l'écart quadratique entre le thermogramme expérimental et le thermogramme théorique.

- **Méthode du tri-couche cylindre**

De nombreux matériaux, notamment des isolants thermiques en vrac, sont utilisés sous forme pulvérulente ou granulaire et il est indispensable de développer des méthodes adaptées pour déterminer leurs propriétés thermo-physiques. La méthode du fil chaud et la méthode du hot disc sont capables de mesurer ces propriétés moyennant quelques modifications mais elles présentent plusieurs inconvénients majeurs :

- Le nombre limité de points de contact entre l'élément chauffant et les particules du matériau granulaire,
- La faible précision sur des mesures effectuées sur des particules légères,
- La durée limitée du temps de mesure en vue de respecter l'hypothèse d'un milieu semi-infini.

Pour pallier ces inconvénients majeurs des méthodes du fil chaud et du hot disc, Jannot et Degiovanni [2013] ont proposé la méthode du tri-couche cylindrique.

Le dispositif expérimental associé à cette méthode (**Figure 1.16**) est constitué de deux tubes coaxiaux entre lesquels est rempli l'échantillon pulvérulent. Le diamètre du tube intérieur (en

inox) doit être assez grand pour créer plusieurs points de contact entre les particules de l'échantillon et les surfaces des tubes. Le tube extérieur (en laiton) est entouré par un élément chauffant flexible générant un flux de chaleur radial uniforme. Deux thermocouples sont fixés à mi-hauteur, l'un, sur la face extérieure du tube extérieur et l'autre sur la face intérieure du tube intérieur, et mesurent les températures respectives. Deux disques isolants maintiennent l'échantillon dans le cylindre et évitent le transfert de chaleur vers l'extérieur.

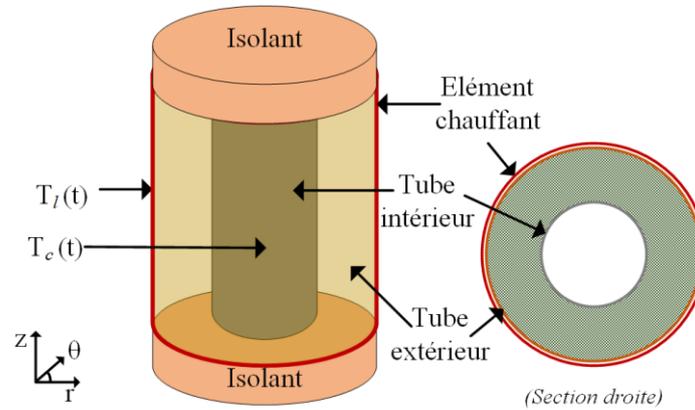


Figure 1.16 – Schéma de principe de la méthode du tri-couche cylindrique

L'élément chauffant crée un flux de chaleur qui est transmis au tube extérieur. Les thermocouples enregistrent les températures $T_i(t)$ et $T_c(t)$. Connaissant les températures et le flux de chaleur, on peut alors en déduire la diffusivité thermique α et la capacité calorifique volumique ρC_p de l'échantillon.

B. Estimation des propriétés thermo-physiques

Compte tenu de ce qui précède, la méthode du tri-couche permet d'estimer la conductivité thermique, la diffusivité thermique et la capacité calorifique volumique d'un échantillon. Dans le cas de la géométrie plane (**Figure 1.15**), en coordonnées cylindriques, l'équation de la chaleur s'écrit [Jannot et al., 2009] :

$$\frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \bar{T}}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial z^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial \bar{T}}{\partial t} \quad (1.18)$$

avec $\bar{T} = T(r, z, t) - T_i$ et T_i désigne la température initiale du système.

En considérant une température uniforme sur les plaques de laiton et la convection naturelle autour du dispositif, la solution de ce système est le résultat du produit de convolution de la transformée de Laplace inverse de la fonction de transfert avec la température $T_{b1}(t)$ [Jannot et al., 2009]:

$$T_{b2}(t) = T_{b1}(t) * \mathcal{L}^{-1}[H(p)] \quad (1.19)$$

avec $H(p)$, la fonction de transfert définie par :

$$H(p) = \frac{\theta(e, p)}{\theta(0, p)} \quad (1.20)$$

En utilisant une méthode de minimisation des erreurs quadratiques entre les températures expérimentales et théoriques, on estime les propriétés thermo-physiques du matériau à caractériser.

C. Avantages et inconvénients

L'avantage principal de la méthode du tri-couche est sa rapidité de mesure sur des échantillons de taille réduite. Pour les isolants légers, la précision de mesure est remarquable pourtant, la modélisation et l'estimation des paramètres restent assez compliquées par rapport à la méthode du plan chaud par exemple.

D. Etat de l'art

Jannot et al. [2009] ont proposé la méthode du tri-couche pour mesurer la conductivité thermique des isolants à faible densité avec des échantillons de taille réduite et présentant de faibles surfaces de contact. Ils expriment la fonction de transfert 3D du système en appliquant une méthode inverse et calculent la température de la face non-chauffée à partir d'un produit de convolution. Cette méthode donne une précision satisfaisante pour l'estimation de la conductivité thermique (erreur < 5%). En outre, ils procèdent à l'estimation de la diffusivité thermique par la minimisation des erreurs quadratiques.

Jannot et Degiovanni [2013] ont ensuite proposé la méthode du tri-couche cylindrique pour mesurer les propriétés thermiques des matériaux secs en vrac tels que les poudres et les granulés. Cette méthode mesure à la fois la conductivité thermique λ et la capacité calorifique volumique ρC_p des matériaux isolants en vrac ($\lambda < 0,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) avec une précision supérieure à 5%. Les auteurs précisent néanmoins que cette méthode ne convient pas à la caractérisation thermique des matériaux humides en vrac comme toute méthode transitoire.

Bahrani et al. [2014] ont proposé deux améliorations de cette méthode qui permet de mesurer la conductivité thermique des isolants et super-isolants thermiques. Ils démontrent dans leur étude que l'épaisseur optimale de chaque plaque de laiton est de 1 mm. Cette épaisseur assure une homogénéité satisfaisante de la température de la plaque. L'étude démontre ensuite que l'effet des pertes thermiques latérales pouvait être représenté par une simple résistance thermique parallèle à l'échantillon, notamment dans le cas des super-isolants.

3.8 Choix de la méthode de caractérisation

Le présent volet de la synthèse bibliographique a permis d'exposer les méthodes usuelles de la métrologie thermique. Celles-ci peuvent être classées en méthodes classiques (Plaque Chaude Gardée, Flash, Ruban chaud, Hot disc, ...) et en méthodes modernes (tri-couche et Plan chaud) [Felix 2011], ces dernières étant une amélioration des premières. Le **Tableau 1.3**, résume leurs principaux avantages et inconvénients.

Les inconvénients et limites des méthodes classiques montrent qu'elles sont peu adaptées à la caractérisation des isolants thermiques bio-sourcés, soit à cause des modèles physiques qu'elles implémentent soit à cause de la morphologie de l'isolant biosourcé.

En revanche, les méthodes modernes sont plus adaptées pour la caractérisation de ce type d'isolants thermiques, en partie, à cause de la taille réduite de l'échantillon et de son caractère hydrophile. La précision et la simplicité de mise en œuvre de ces méthodes nous ont conduit à choisir la méthode Plan chaud pour la suite de ce travail.

Tableau 1.3 – Tableau récapitulatif des méthodes de mesure en métrologie thermique

Type	Régime de mesure	Avantages	Inconvénients	Adéquation avec les isolants bio-sourcés
Plaque Chaude Gardée	Permanent	Bonne précision	Matériaux denses, taille de l'échantillon, durée de la mesure	Non
Fil chaud	Transitoire	Simplicité, rapidité	Taille de l'échantillon augmentant avec l'hétérogénéité de l'échantillon	Non
Ruban chaud	Transitoire	Matériaux anisotropes	Complexité de mise en œuvre	Oui
Hot disc	Transitoire	Pas de pertes thermiques latérales	Complexité de la mesure	Non
Flash	Transitoire	Rapidité	Matériaux denses, peu adaptés aux isolants poreux	Non
Tri-couche	Transitoire	Bonne précision, rapidité, matériaux légers	Complexité de la mesure	Oui
Plan chaud	Transitoire Permanent	Précision, Rapidité, Simplicité, Taille réduite	Pertes latérales thermiques pour les isolants légers	Oui

4. Phénomène de transfert couplé chaleur-humidité

Lorsqu'un milieu poreux est soumis à une source de chaleur, deux phénomènes de transfert ont lieu simultanément : le transfert de la chaleur et celui de l'humidité. Le transfert de l'humidité dans un milieu poreux peut être décrit par plusieurs potentiels, notamment la teneur en eau, la pression de vapeur, la pression totale et la pression capillaire. Différents modèles mathématiques décrivant la migration de l'humidité dans les milieux poreux sont proposés dans la littérature. Dans certaines études, l'humidité est prise en compte sous forme liquide et la présence de vapeur d'eau est négligée [Sarce Thomann et al., 2015] et à l'inverse, d'autres auteurs considèrent seulement la diffusion de la vapeur d'eau et négligent ainsi la phase liquide [Funk et Ghazi Wakili, 2008].

La différence entre les modèles rencontrés dans la littérature se situe principalement au niveau des hypothèses et au niveau des approches de modélisation du transfert couplé chaleur-humidité. En effet, certains auteurs ont mené une approche numérique dans laquelle ce phénomène est induit par des gradients de concentration d'humidité et de température, notamment dans un procédé induisant la condensation de la vapeur d'eau [Bahrani et al., 2014] et au cours d'un processus de séchage d'un matériau poreux [Moyné et Perre, 1991]. D'autres auteurs ont abordé une approche analytique de calcul des équations de transfert couplé chaleur-humidité [Qin et al., 2005]. Néanmoins, selon Funk et Ghazi Wakili [2008], les différentes sortes de formulations mathématiques du transfert d'humidité sont équivalentes mais le problème devient plus complexe dans le domaine des faibles teneurs en eau où la phase vapeur et la phase liquide peuvent coexister, notamment au cours d'un processus de séchage par exemple [Pezalski et Laurent, 2000].

Ainsi, les modèles de transferts couplés chaleur-humidité proposés à travers la littérature peuvent se distinguer en deux différentes catégories :

- La première catégorie concerne les modèles dans lesquels la teneur en eau et/ou la température sont les acteurs principaux. Pour cette catégorie, on peut citer les modèles proposés par Philip et De Vries [1957]. Ils ont montré que le transport de la vapeur d'eau au sein d'un milieu poreux se produit selon la loi de Fick et le transfert de liquides se fait selon la loi de Darcy. À partir de la thermodynamique des milieux continus, le modèle de De Vries a été justifié par Whitaker [1977] et plus récemment à partir de la thermodynamique des processus irréversibles par Benet [1981].
- La deuxième catégorie concerne les modèles dont le terme de pression n'est pas négligé. En utilisant les équations de conservation de la masse (loi de Fick), de l'énergie (loi de Fourier) et de la quantité de mouvement (loi de Darcy), Luikov [1966] a proposé un modèle mathématique pour le transfert couplé de la chaleur et d'humidité pour les matériaux de construction poreux. En effet, il a rajouté le terme de pression dans son modèle en supposant que pendant la période de séchage, un gradient de pression totale peut apparaître. Plusieurs auteurs se sont inspirés de ce modèle. Lewis et Fegusun [1993] ont justifié le gradient de pression dans les modèles de transfert couplé chaleur-humidité par une infiltration de vapeur et d'eau liquide au sein d'un matériau poreux. Ce terme a été également pris en compte par Fengzhi et al. [2004] dans une étude numérique du transfert au sein d'un milieu poreux.

Abahri et al. [2011] ont étudié l'influence de ce terme sur la modélisation du comportement hygrothermique d'un échantillon en bois humide.

4.1 Transfert couplé chaleur-humidité dans les matériaux bio-sourcés

Compte tenu de la complexité des transferts couplés à basse température et à faible humidité relative, la plupart des travaux effectués sont basés sur des approches expérimentales et des approches numériques [Bahrani et al., 2014 ; Abahri et al., 2011 ; Qin et al., 2006 ; Perre et Moyne, 1991]. De plus, parmi ces travaux, plusieurs sont traités en une dimension (1D) [Abahri et al., 2011 ; Qin et al., 2006 ; Moyne et Perre, 1991].

Moyne et Martin [1982] ont mené une étude expérimentale sur le transfert couplé chaleur-humidité au cours du séchage de bois résineux. Perre et Degiovanni [1990] ont proposé une approche numérique en volume fini du transfert couplé appliqué au séchage du bois. Moyne et Perre [1991] ont présenté un modèle analytique de transfert couplé chaleur-humidité basé sur le séchage. Ils ont pris en compte la phase gazeuse, un mélange de la vapeur d'eau et de l'air, ainsi que l'eau liquide. Ce modèle a été également validé par une approche numérique [Perre et Moyne 1991]. Osanyintola et al. [2006] ont étudié l'influence de l'humidité sur la consommation d'énergie d'un bâtiment isolé en bois. Qin et al. [2006] ont proposé une solution analytique dans le régime transitoire pour le transfert couplé chaleur-humidité dans un matériau isolant fibreux. Abahri et al. [2011] ont comparé les résultats expérimentaux avec une solution analytique et une solution numérique du système couplé monodimensionnel.

En s'inspirant de tous ces travaux, une modélisation du transfert couplé chaleur-humidité s'opérant dans un échantillon humide en cours de caractérisation dans le dispositif plan chaud, sera décrite au **chapitre 3**.

4.2 Le phénomène d'adsorption

L'adsorption est un phénomène qui décrit les interactions qui existent entre la surface d'un solide (adsorbant) et les molécules en phase gazeuse ou liquide (adsorbat ou adsorbable). La quantité de gaz retenue à la surface d'un adsorbant dépend entre autres de l'étendue de l'interface adsorbant-adsorbat, de la pression du gaz et de la température.

A l'inverse, la désorption est la libération des gaz ou vapeurs retenus par adsorption à la surface d'un solide.

L'adsorption de molécules d'eau a fait l'objet de nombreuses recherches, en présence d'un environnement riche en humidité, ce phénomène est, pour la plupart des cas, omniprésent [Gregg S.J et al., 1982 ; Rouquerol et al., 2003]. Des études ont été menées sur différents produits notamment les produits alimentaires [Furmaniak et al., 2007 ; Téllez-Pérez et al., 2014], et les matériaux bio-sourcés [Colinart et al., 2017 ; Abdulla et al., 2009], afin de comprendre le mécanisme d'adsorption ainsi que l'influence de l'eau sur les propriétés physico-chimiques.

Deux types de forces sont responsables des interactions qui peuvent s'établir entre le solide adsorbant et le fluide adsorbable, induisant chacune un type d'adsorption [Sun et al., 2016]:

- L'adsorption physique ou physisorption qui se caractérise comme suit :
 - Une interaction de faible énergie (liaison de Van der Waals),
 - La physisorption est un phénomène réversible car n'occasionnant pas un changement de la nature chimique,
 - L'adsorption physique résulte des forces intermoléculaires d'attraction entre les molécules du solide et celles de la substance adsorbée.
- L'adsorption chimique ou chimisorption qui se caractérise comme suit :
 - Une liaison de type covalente,
 - La chimisorption qui est un phénomène irréversible,
 - L'adsorption chimique qui résulte d'une interaction chimique et qui se traduit par un transfert d'électrons entre le solide et l'adsorbat,
 - Un changement de la nature chimique des molécules,
 - L'énergie d'interaction qui est très élevée par rapport de la physisorption.

A une température donnée, la courbe donnant les quantités de molécules adsorbées (W_{eq} , teneur en adsorbable à l'équilibre) en fonction de la pression d'équilibre de l'adsorbable (gaz) (humidité relative HR) est appelée isotherme d'adsorption. Celle-ci permet d'obtenir des caractéristiques structurales (porosité, surface spécifique) de l'adsorbant qui peut être par exemple un matériau étudié.

L'isotherme d'adsorption est décrite habituellement par une courbe rapportant la teneur en eau d'équilibre W_{eq} du produit à étudier en fonction de l'humidité relative HR, pour une température constante [Sun et al., 2016]. Ceci peut se traduire par l'expression suivante :

$$W_{eq} = f(HR) \quad (1.21)$$

Si la température d'analyse est inférieure à la température critique de l'adsorbable on exprime alors la pression d'équilibre du soluté par sa pression relative d'équilibre. La pression relative d'équilibre (activité de l'eau a_w) est définie comme le rapport de la pression partielle de l'adsorbable P sur la pression de vapeur saturante de l'adsorbable P^{sat} à la même température [Sun et al., 2016], soit :

$$a_w = \frac{P}{P^{sat}} \quad (1.22)$$

Les isothermes d'adsorption-désorption présentent en général trois zones (**Figure 1.17**). En effet, chaque zone correspondant à un mode de fixation particulier de l'adsorbat sur l'adsorbant :

- La première zone représente une monocouche moléculaire à la surface de l'adsorbant. En effet, elle est caractéristique de l'action des forces Van der Waals entre l'adsorbant et l'adsorbat. L'adsorption de la monocouche se fait progressivement jusqu'au moment où toute la surface externe des pores de l'adsorbant est couverte.

- La deuxième zone représente les molécules adsorbées sur la monocouche initiale. Dans cette partie l'adsorbat est dans un état intermédiaire entre vapeur et liquide et l'isotherme d'adsorption est linéaire.
- La troisième zone représente l'adsorbat liquide dans les pores.

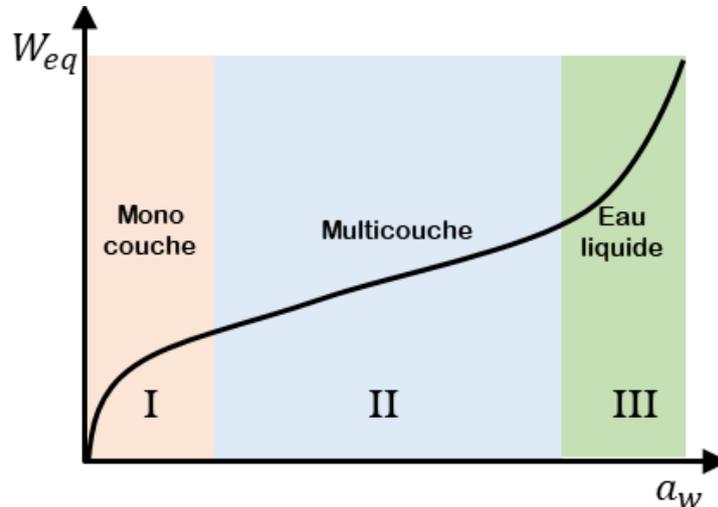


Figure 1.17 – Isotherme d'adsorption

Les travaux de Brunauer et al., en 1940, couramment appelés classification **BDDT**, établissent cinq différents types d'isothermes d'adsorption correspondant chacune à un type d'interaction et de porosité (**Figure 1.18**) :

- Les isothermes de type I correspondent à des solides non poreux ou entièrement microporeux, c'est-à-dire possédant des pores de diamètres inférieurs à 20 Å. En effet, cette isotherme est caractéristique d'une adsorption en monocouche ou d'un remplissage des micropores avec saturation une fois le volume disponible est entièrement rempli.
- Les isothermes de type II et de type III correspondent à des solides possédant des pores de diamètres supérieurs à 500 Å (macropores). Ces courbes peuvent faire état d'une adsorption multicouche sur des surfaces ouvertes.
- Les isothermes de type IV et de type V correspondent à des solides possédant des pores de diamètres compris entre 20 et 500 Å (mésopores).
- L'isotherme de type VI rajoutée en 1952, représente une adsorption multicouche sur une surface non poreuse (à chaque marche correspond l'édification d'une couche).

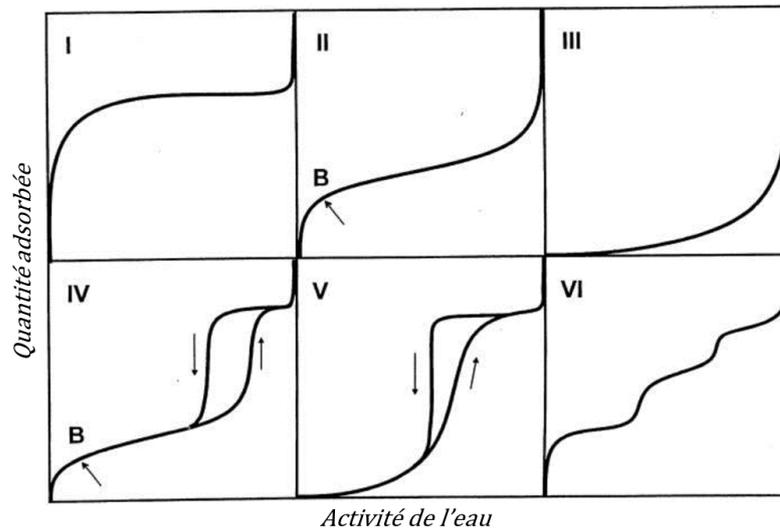


Figure 1.18 – Représentation des cinq types d'isothermes d'adsorption physique selon Brunauer et le type VI (Isotherme à marche)

Il existe trois paramètres physiques pour déterminer une isotherme d'adsorption : la pression, la masse de l'échantillon et le flux de gaz. Chacun de ces paramètres donne lieu à une classe de techniques d'analyse, soient les techniques manométriques, gravimétriques et de mesure de flux. Nous présenterons la technique gravimétrique pour la mesure de l'isotherme d'adsorption de la vapeur d'eau [Keller J.U et al., 2003].

4.3 Les théories d'adsorption

A. Théorie de Langmuir

Cette théorie a été établie par Langmuir en 1918 pour décrire l'adsorption limitée à une couche (monocouche) décrivant l'isotherme d'adsorption de type I.

Les hypothèses sont les suivantes :

- Adsorption limitée à une couche, valable que dans la première zone de l'isotherme (**Figure 1.17**)
- La quantité de molécules adsorbées a tendance à tendre vers une limite lorsque les pressions de l'adsorbable (gaz) augmentent,
- Dans la couche adsorbée, les molécules n'ont ni liaison ni interaction avec leurs voisines, puisque la surface du solide est homogène et chaque site ne peut être occupé que par une seule molécule,
- C'est une base théorique applicable pour l'adsorption physique et chimique.

L'équation de Langmuir s'écrit sous la forme suivante :

$$W_{eq} = \frac{w_m C a_w}{1 + C a_w} \quad (1.23)$$

avec W_{eq} , la teneur en eau à l'équilibre, w_m , la quantité maximale adsorbée en monocouche, a_w , l'activité de l'eau et C , la constante de Langmuir (adsorption monocouche) qui dépend de la température selon l'équation de van't Hoff [Furmaniak et al., 2007] :

$$C = C_0 \exp\left(\frac{q_C}{RT}\right) \quad (1.24)$$

avec q_C , l'énergie de sorption liée à la constante C et R , la constante des gaz parfaits.

B. Théorie BET

Cette théorie a été proposée par **Brunauer, Emmett et Teller** en 1938 pour le calcul de la surface spécifique par le traitement analytique de l'isotherme d'adsorption.

Les hypothèses de base du modèle BET sont :

- Une surface homogène,
- Un modèle à plusieurs couches d'adsorption (multicouche),
- Une nième couche peut se déposer avant que le remplissage de la première ne soit terminé,
- La chaleur de sorption pour la première couche de molécules adsorbées sur le solide est constante et égale à la somme de la chaleur de vaporisation des molécules adsorbées et de la chaleur due aux interactions avec les sites d'adsorption,
- La chaleur de sorption pour toutes les couches de molécules adsorbées au-delà de la monocouche est égale à la chaleur de vaporisation des molécules adsorbées.

L'équation de Brunauer, Emmett et Teller s'écrit sous la forme [Furmaniak et al., 2007] :

$$W_{eq} = \frac{w_m C a_w}{(1 - a_w)[1 + (C - 1)a_w]} \quad (1.25)$$

avec W_{eq} , la teneur en eau à l'équilibre, w_m , la quantité maximale adsorbée en monocouche, a_w , l'activité de l'eau et C , la constante cinétique caractéristique de l'adsorption de monocouche qui s'écrit :

$$C = C_0 e^{\frac{E_1 - E_L}{RT}} \quad (1.26)$$

avec E_1 , la chaleur différentielle d'adsorption des molécules à la surface du solide, E_L , la chaleur latente de liquéfaction de la vapeur à la température considérée, R , la constante des gaz parfaits et T , la température absolue.

C. Théorie GAB

Cette théorie a été proposée par **Guggenheim** (1966), **Andersen** (1946) et **de Boer** (1953) qui ont individuellement amélioré la théorie BET. En effet, cette théorie est basée sur les hypothèses du modèle BET et fait l'objet de plusieurs études dans différents domaines [Abdulla et al., 2009 ; Blahovec et Yanniotis 2010 ; Andrade et al., 2011 ; Staudt et al., 2013 ;

Téllez-Pérez et al., 2014 ; Colinart et Glouannec, 2017 ; Colinart et al., 2017]. Ce modèle considère que l'état des molécules adsorbées dans la deuxième couche est identique à celui des couches supérieures. Pourtant, il est différent de l'état liquide.

Ce modèle partage ses deux constantes avec le modèle BET (w_m , la quantité maximale adsorbée en monocouche et C , la constante cinétique caractéristique de l'adsorption de monocouche). De plus, ce modèle possède une troisième constante K qui caractérise la différence de potentiel chimique entre les molécules de la seconde couche et celles de l'état liquide pur. Ainsi, ce modèle couvre presque la totalité du diagramme de sorption illustré sur la **Figure 1.17** ($0,05 \leq a_w \leq 0,9$) [Andrade et al., 2011]. Néanmoins, pour les valeurs d'activité de l'eau supérieures à 0,9, une sous-estimation des valeurs expérimentales est signalée [Blahovec et Yanniotis 2010 ; Andrade et al., 2011]. Cet écart montre qu'aux plus fortes activités de l'eau, la quantité d'adsorbat adsorbée par l'adsorbant est plus importante que celle prévue par le modèle GAB car le mécanisme prédominant devient la condensation capillaire.

L'équation de Guggenheim, Andersen et de Boer (GAB) s'écrit sous la forme suivante [Furmaniak et al., 2007] :

$$W_{eq} = \frac{w_m C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)} \quad (1.27)$$

avec W_{eq} , la teneur en eau à l'équilibre, w_m , la quantité maximale adsorbée en monocouche, a_w , l'activité de l'eau, C , la constante cinétique caractéristique de l'adsorption de monocouche et K , la constante cinétique d'adsorption multicouche.

En prenant la constante $K = 1$, l'équation GAB se simplifie à l'équation BET.

D. Théorie GDW

La théorie GDW (Generalised D'Arcy and Watt) a été proposée par Furmaniak et al. [Furmaniak et al., 2005 ; Furmaniak et al., 2007]. Dans cette théorie, toutes les hypothèses irréalistes du modèle BET sont supprimées. Par conséquent, la théorie GDW suppose des sites d'adsorption primaires (de type Langmuir) sur la surface solide qui ne peuvent adsorber qu'une seule molécule d'eau. Ces molécules d'eau adsorbées forment les sites secondaires d'adsorption des molécules suivantes. Le processus d'adsorption continue selon le scénario d'adsorption proposé par Dubinin et Serpinsky (1981), Dubinin, Zaverina et Serpinsky (1955) et D'Arcy et Watt (1970) [Furmaniak et al., 2007].

La principale différence de cette théorie est l'hypothèse que toutes les molécules d'eau adsorbées sur les sites primaires ne peuvent pas être les centres secondaires. De plus, c'est possible qu'une molécule d'eau attachée au site primaire crée plus d'un site d'adsorption secondaire.

L'équation du modèle GDW s'écrit sous la forme [Furmaniak et al., 2007] :

$$W_{eq} = \frac{w_m K a_w}{1 + K a_w} \cdot \frac{1 - k(1 - w) a_w}{1 - k a_w} \quad (1.28)$$

avec W_{eq} , la teneur en eau à l'équilibre, w_m , la concentration des sites primaires de surface actifs, a_w , l'activité de l'eau, w , le rapport des molécules d'eau adsorbées sur les sites primaires convertis en sites de sorption secondaires, K et k sont les constantes cinétiques liées à la sorption sur les sites de sorption primaires et secondaires, respectivement.

D'après ces significations physiques, il est évident que les paramètres w et w_m ne dépendent pas de la température. En revanche, les autres constantes cinétiques varient en fonction de la température selon **l'équation 1.24**.

Ce modèle peut être réduit au modèle GAB si la constante w est égale à l'unité. Cela veut dire que toutes les molécules adsorbées sur les sites primaires deviennent un site secondaire. Ainsi, entre les constantes des modèles GAB et GDW, il existe une analogie qui s'écrit [Furmaniak et al., 2009] :

$$w_{m_{GAB}} = w_{m_{GDW}} \frac{K_{GDW}}{K_{GDW} + k_{GDW}} \quad (1.29)$$

$$C_{GAB} = 1 + \frac{K_{GDW}}{k_{GDW}} \quad (1.30)$$

$$K_{GAB} = k_{GDW} \quad (1.31)$$

E. Théorie Park

Cette théorie proposée par Park [1986] est basée sur trois différents mécanismes physiques de sorption interprétant la forme d'une courbe d'isotherme de sorption : les phénomènes de Langmuir, de Henry et de concentration de molécules d'eau [Broudin et al., 2015]. Cette théorie montre en particulier que pour les matériaux hydrophiles, comme la fibre de lin, aux valeurs élevées de l'activité de l'eau, la concentration de molécules d'eau dans le matériau (formant des clusters d'eau) devient suffisamment importante et provoque la relaxation des vides préexistants. Il en résulte un gonflement du matériau [Bessadok et al., 2007].

L'équation de Park s'écrit sous la forme suivante [Gouanvé et al., 2005] :

$$W_{eq} = \frac{w_m C a_w}{1 + C a_w} + k_H a_w + K_a a_w^n \quad (1.32)$$

avec w_m , la constante de Langmuir traduisant la quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche, C , la constante d'affinité de Langmuir, k_H , coefficient de solubilité de la loi de Henry, K_a , la constante d'équilibre de concentration (clusters de molécules d'eau) et n , le nombre moyen de molécules d'eau par cluster.

Grâce au mode multi-sorption de cette théorie (sorption de Langmuir, loi de Henry et cluster d'eau), plusieurs auteurs ont mis en œuvre ce modèle dans la caractérisation des fibres végétales où une partie des molécules d'eau sont adsorbées sur les sites Langmuir, d'autres sont adsorbées selon la loi de Henry et les molécules d'eau forment des clusters d'eau [Gouanvé et al., 2005 ; Gouanvé et al., 2007 ; Bessadok et al., 2007 ; Bessadok et al., 2008 ; Alix et al., 2009 ; Broudin et al., 2015]. Cette polyvalence a notamment lieu aux valeurs élevées de l'activité de l'eau.

5. Conclusion

Cette étude bibliographique a révélé l'intérêt que porte la recherche sur les isolants thermiques bio-sourcés ainsi que le potentiel que ceux-ci présentent en termes d'alternative aux isolants thermiques synthétiques pour leur nocivité ou minéraux dont l'impact environnemental est bien souvent non négligeable compte tenu de l'énergie requise pour leur fabrication. Elle confirme la performance potentielle de la fibre de lin dont la forte production en France et la disponibilité justifient que l'on s'y intéresse en tant que fibre candidate pouvant contribuer au vaste programme de transition énergétique entrepris par les pouvoirs publics.

Pour répondre au besoin de l'étude des transferts simultanés de la chaleur et de l'humidité dans un isolant en fibres de lin, plusieurs méthodes de métrologie thermique présentées dans ce chapitre ne sont pas adaptées, notamment la plupart des méthodes en régime transitoire en raison de l'humidité de l'échantillon et les méthodes ne pouvant s'affranchir de l'hétérogénéité et de la porosité du matériau telles que la méthode flash et la méthode de la plaque chaude gardée. En revanche, de nombreuses méthodes en régime permanent sont largement mises en œuvre pour la caractérisation des propriétés thermo-physiques des matériaux bio-sourcés. Parmi ces méthodes, la méthode du plan chaud asymétrique présente de nombreux atouts pour la caractérisation d'un isolant bio-sourcé humide en fibres de lin. Cette méthode s'affranchit, en effet, des contraintes évoquées (porosité et hétérogénéité de l'échantillon, influence de l'humidité en régime transitoire) et autorise des éprouvettes de faibles dimensions.

Enfin, cette étude bibliographique a permis d'identifier les modèles théoriques d'adsorption d'humidité susceptibles de contribuer à l'étude des transferts couplés chaleur-humidité au sein des matériaux bio-sourcés. Elle a en particulier permis de relever les phénomènes dont la compréhension est indispensable à la mise en équation de ces transferts, notamment l'adsorption isotherme d'humidité et la formation associée de clusters de molécules d'eau, la diffusion Fickienne, etc., ainsi que les hypothèses simplificatrices applicables à la modélisation du transfert couplé chaleur-humidité (**chapitre 3**).

6. Références bibliographiques

- Abahri, K.,** Belarbi, R., & Trabelsi, A. (2011). Contribution to analytical and numerical study of combined heat and moisture transfers in porous building materials. *Building and Environment*, 46(7), 1354–1360.
- Abdulla, G.,** Belghit, A., & Allaf, K. (2009). Impact of instant controlled pressure drop treatment on moisture adsorption isotherm of cork granules. *Drying Technology*, 27(2), 237–247.
- Akin, D. E.,** Gamble, G. R., Morrison III, W. H., Rigsby, L. L., & Dodd, R. B. (1996). Chemical and Structural Analysis of Fibre and Core Tissues from Flax. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 72(2), 155–165.
- Alix, S.,** Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., & Marais, S. (2009). Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology*, 100(20), 4742–4749.
- Andrade, R. D.,** R. Lemus, & Pérez, C. (2011). Models of sorption isotherms for food. *Vitae*, 18, 325–334.
- Asdrubali, F.,** Bianchi, F., Cotana, F., D’Alessandro, F., Pertosa, M., Pisello, A. L., & Schiavoni, S. (2016). Experimental thermo-acoustic characterization of innovative common reed bio-based panels for building envelope. *Building and Environment*, 102, 217–229.
- Azarfar, S.,** Movahedirad, S., Sarbanha, A. A., Norouzbeigi, R., & Beigzadeh, B. (2016). Low cost and new design of transient hot-wire technique for the thermal conductivity measurement of fluids. *Applied Thermal Engineering*, 105, 142–150.
- Bahrani, S. A.,** Jannot, Y., & Degiovanni, A. (2014). Extension and optimization of a three-layer method for the estimation of thermal conductivity of super-insulating materials. *Journal of Applied Physics*, 116(14).
- Bahrani, S. A.,** Monteau, J. Y., Rezzoug, S. A., Loisel, C., & Maache-Rezzoug, Z. (2014). Physics-based modeling of simultaneous heat and mass transfer intensification during vacuum steaming processes of starchy material. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 85, 216–226.
- Bal, H.,** Jannot, Y., Quenette, N., Chenu, A., & Gaye, S. (2012). Water content dependence of the porosity, density and thermal capacity of laterite based bricks with millet waste additive. *Construction & Building Materials*, 31, 144–150.
- Bal, H.,** Jannot, Y., Gaye, S., & Demeurie, F. (2013). Measurement and modelisation of the thermal conductivity of a wet composite porous medium: Laterite based bricks with millet waste additive. *Construction and Building Materials*, 41, 586–593.
- Benet, J. C. (1981).** Contribution à l'étude thermodynamique des milieux poreux non saturés avec changement de phase. (Thèse de doctorat), l'Université de Montpellier 2.
- Benmansour, N.,** Agoudjil, B., Gherabli, A., Kareche, A., & Boudenne, A. (2014). Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building. *Energy and Buildings*, 81, 98–104.
- Bessadok, A.,** Marais, S., Gouanvé, F., Colasse, L., Zimmerlin, I., Roudesli, S., & Métayer, M. (2007). Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties. *Composites Science and Technology*, 67(3–4), 685–697.

- Bessadok, A., Marais, S., Roudesli, S., Lixon, C., & Métayer, M. (2008).** Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(1), 29–45.
- Bianco, L., Pollo, R., & Serra, V. (2017).** Wood Fiber vs Synthetic Thermal Insulation for Roofs Energy Retrofit: A Case Study in Turin, Italy. *Energy Procedia*, 111(September 2016), 347–356.
- Bippus, L., Jaber, M., Lebeau, B., Schleich, D., & Scudeller, Y. (2014).** Thermal conductivity of heat treated mesoporous silica particles. *Microporous and Mesoporous Materials*, 190, 109–116.
- Blahovec, J., & Yanniotis, S. (2010).** “Gab” generalised equation as a basis for sorption spectral analysis. *Czech Journal of Food Sciences*, 28(5), 345–354.
- Bos, H. L., & Donald, A. M. (1999).** In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres. *Journal of materials science*, 34(13), 3029-3034.
- Boukhattem, L., Boumhaout, M., Hamdi, H., Benhamou, B., & Ait Nouh, F. (2017).** Moisture content influence on the thermal conductivity of insulating building materials made from date palm fibers mesh. *Construction and Building Materials*, 148, 811–823.
- Bourdot, A., Promis, G., Tran Le, A. D., Douzane, O., Benazzouk, A., Rosquoët, F., & Langlet, T. (2016).** Hygrothermal properties of blocks based on eco-aggregates: Experimental and numerical study. *Construction and Building Materials*, 125(2016), 279–289.
- Bourmaud, A., Morvan, C., & Baley, C., (2010).** Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Ind. Crops Prod.* 32, 662–667.
- Brett, C. T., & Waldron, K. W. (1996).** Physiology and biochemistry of plant cell walls (Vol. 2). *Springer Science & Business Media*.
- Broudin, M., Le Saux, V., Le Gac, P. Y., Champy, C., Robert, G., Charrier, P., & Marco, Y. (2015).** Moisture sorption in polyamide 6.6: Experimental investigation and comparison to four physical-based models. *Polymer Testing*, 43, 10–20.
- Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. E., & Teller, E. (1940).** On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases. *Journal of the American Chemical Society*, 62(7), 1723–1732.
- Céline, A., Gonçalves, O., Jacquemin, F., & Fréour, S. (2014).** Qualitative and quantitative assessment of water sorption in natural fibres using ATR-FTIR spectroscopy. *Carbohydrate polymers*, 101, 163-170.
- Cetiner, I., & Shea, A. D. (2018).** Wood waste as an alternative thermal insulation for buildings. *Energy and Buildings*, 168, 374–384.
- Chanhoun, M., Padonou, S., Adjovi, E. C., Olodo, E., & Doko, V. (2018).** Study of the implementation of waste wood, plastics and polystyrenes for various applications in the building industry. *Construction and Building Materials*, 167, 936–941.
- Cherki, A. B., Remy, B., Khabbazi, A., Jannot, Y., & Baillis, D. (2014).** Experimental thermal properties characterization of insulating cork-gypsum composite. *Construction and Building Materials*, 54, 202–209.
- Chilali, A. (2017).** Etude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibre de lin. (Thèse de doctorat), Université de Reims.

- Chilali, A., Assarar, M., Zouari, W., Kebir, H., & Ayad, R. (2017).** Effect of geometric dimensions and fibre orientation on 3D moisture diffusion in flax fibre reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *95*, 75–86.
- Colinart, T., & Glouannec, P. (2017).** Temperature dependence of sorption isotherm of hygroscopic building materials. Part 1: Experimental evidence and modeling. *Energy and Buildings*, *139*, 360–370.
- Colinart, T., Glouannec, P., Bendouma, M., & Chauvelon, P. (2017).** Temperature dependence of sorption isotherm of hygroscopic building materials. Part 2: Influence on hygrothermal behavior of hemp concrete. *Energy and Buildings*, *152*, 42–51.
- Coquard, R., Baillis, D., & Quenard, D. (2006).** Experimental and theoretical study of the hot-wire method applied to low-density thermal insulators. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, *49*(23–24), 4511–4524.
- Cousins, W. J. (1976).** Elastic modulus of lignin as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, *10*(1), 9–17.
- D'Alessandro, F., Baldinelli, G., Bianchi, F., Sambuco, S., & Rufini, A. (2018).** Experimental assessment of the water content influence on thermo-acoustic performance of building insulation materials. *Construction and Building Materials*, *158*, 264–274.
- Dai, Y. J., Tang, Y. Q., Fang, W. Z., Zhang, H., & Tao, W. Q. (2018).** A theoretical model for the effective thermal conductivity of silica aerogel composites. *Applied Thermal Engineering*, *128*, 1634–1645.
- Damfeu, J. C., Meukam, P., Jannot, Y., & Wati, E. (2017).** Modelling and experimental determination of thermal properties of local wet building materials. *Energy and Buildings*, *135*, 109–118.
- Degiovanni, A. (1994).** Conductivité et diffusivité thermique des solides. *Techniques de l'ingénieur*, *33*(0), 16.
- Degiovanni, A., & Laurent, M. (1986).** Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique pour la méthode « flash ». *Revue de Physique Appliquée*, *21*(3), 229–237.
- Deng, J., Li, Q. W., Xiao, Y., Wang, C. P., & Shu, C. M. (2018).** Thermal diffusivity of coal and its predictive model in nitrogen and air atmospheres. *Applied Thermal Engineering*, *130*, 1233–1245.
- Dittenber, D. B., & Gangarao, H. V. S. (2012).** Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *43*(8), 1419–1429.
- Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2012).** Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in polymer science*, *37*(11), 1552–1596.
- Félix, V. (2011).** Caractérisation thermique de matériaux isolants légers. Application à des aérogels de faible poids moléculaire (Thèse de doctorat), Université de Lorraine.
- Fino, R., Tadeu, A., & Simões, N. (2018).** Influence of a period of wet weather on the heat transfer across a wall covered with uncoated medium density expanded cork. *Energy and Buildings*, *165*, 118–131.
- Forero-Sandoval, I. Y., Pech-May, N. W., & Alvarado-Gil, J. J. (2018).** Measurement of the thermal transport properties of liquids using the front-face flash method. *Infrared Physics and Technology*, *93*(July), 9–15.

- Franco, A. (2007).** An apparatus for the routine measurement of thermal conductivity of materials for building application based on a transient hot-wire method. *Applied Thermal Engineering*, 27(14–15), 2495–2504.
- Funk, M., & Wakili, K. G. (2008).** Driving potentials of heat and mass transport in porous building materials: a comparison between general linear, thermodynamic and micromechanical derivation schemes. *Transport in porous media*, 72(3), 273-294.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gauden, P. A., & Rychlicki, G. (2005).** Parameterization of the corrected Dubinin-Serpinsky adsorption isotherm equation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 291(2), 600–605.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gauden, P. A., & Rychlicki, G. (2007).** Applicability of the generalised D'Arcy and Watt model to description of water sorption on pineapple and other foodstuffs. *Journal of Food Engineering*, 79(2), 718–723.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gołembiewski, R., Gauden, P. A., & Czepirski, L. (2009).** Searching the most optimal model of water sorption on foodstuffs in the whole range of relative humidity. *Food Research International*, 42(8), 1203–1214.
- Furmaniak, S. (2012).** The Alternative Model of Water Vapour Sorption in Porous Building Materials. *Transport in Porous Media*, 95(1), 21–23.
- Gouanvé, F., Marais, S., Bessadok, A., Langevin, D., Morvan, C., & Métayer, M. (2006).** Study of water sorption in modified flax fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 101(6), 4281–4289.
- Gouanvé, F., Marais, S., Bessadok, A., Langevin, D., & Métayer, M. (2007).** Kinetics of water sorption in flax and PET fibers. *European Polymer Journal*, 43(2), 586–598.
- Gregg, S. J. et Sing, K. S. W. (1982).** Adsorption, Surface Area and Porosity. *New York: Academic Press*.
- Guo, W., Li, G., Zheng, Y., & Dong, C. (2018).** Measurement of the thermal conductivity of SiO₂nanofluids with an optimized transient hot wire method. *Thermochimica Acta*, 661(January), 84–97.
- Gustafsson, S. E., & Karawacki, E. (1983).** Transient hot-strip probe for measuring thermal properties of insulating solids and liquids. *Review of Scientific Instruments*, 54(6), 744–747.
- Gustafsson, S. E. (1991).** Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials. *Review of scientific instruments*, 62(3), 797-804.
- Hajj, N. El, Mboumba-Mamboundou, B., Dheilly, R. M., Aboura, Z., Benzeggagh, M., & Queneudec, M. (2011).** Development of thermal insulating and sound absorbing agro-sourced materials from auto linked flax-tows. *Industrial Crops and Products*, 34(1), 921–928.
- Hay, B., Filtz, J.-R., & Batsale, J.-C. (2004).** Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash. *Techniques de l'ingénieur*, 33(0), R 2 995.
- Bin Hoque, M. S., Ansari, N., & Khodadadi, J. M. (2018).** Explaining the “anomalous” transient hot wire-based thermal conductivity measurements near solid-liquid phase change in terms of solid-solid transition. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 125, 210–217.
- Hu, R., Ma, A., & Li, Y. (2018).** Transient hot strip measures thermal conductivity of organic foam thermal insulation materials. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 91(June 2017), 443–450.

Jannot, Y., & Meukam, P. (2004). Simplified estimation method for the determination of the thermal effusivity and thermal conductivity using a low cost hot strip. *Measurement Science and Technology*, 15, 1932–1938.

Jannot, Y., Degiovanni, A., & Payet, G. (2009). Thermal conductivity measurement of insulating materials with a three layers device. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52(5–6), 1105–1111.

Jannot, Y., Felix, V., & Degiovanni, A. (2010). A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials. *Measurement Science and Technology*, 21(3), 035106.

Jannot, Y., Degiovanni, A., Félix, V., & Bal, H. (2011). Measurement of the thermal conductivity of thin insulating anisotropic material with a stationary hot strip method. *Measurement Science and Technology*, 22(3), 035705.

Jannot, Y., & Degiovanni, A. (2013). Thermal properties measurement of dry bulk materials with a cylindrical three layers device. *Review of Scientific Instruments*, 84(9).

Jannot, Y., Degiovanni, A., Grigorova-Moutiers, V., & Godefroy, J. (2017). A passive guard for low thermal conductivity measurement of small samples by the hot plate method. *Measurement Science and Technology*, 28(1), 15008.

Keller, J. U., & Robens, E. (2003). A note on sorption measuring instruments. *Journal Of Thermal Analysis*, 71, 37–45.

Klarsfeld, S., & Ponte, F. D. E. (2002). Conductivité thermique des isolants. *Techniques de l'ingénieur*, R 2930(0).

Kleiner, F., Posern, K., & Osburg, A. (2017). Thermal conductivity of selected salt hydrates for thermochemical solar heat storage applications measured by the light flash method. *Applied Thermal Engineering*, 113, 1189–1193.

Kobari, T., Okajima, J., Komiya, A., & Maruyama, S. (2015). Development of guarded hot plate apparatus utilizing Peltier module for precise thermal conductivity measurement of insulation materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 91, 1157–1166.

Korjenic, A., Zach, J., & Hroudová, J. (2016). The use of insulating materials based on natural fibers in combination with plant facades in building constructions. *Energy and Buildings*, 116, 45–58.

Krapez, J.-C. (2007). Mesure de l'effusivité thermique Méthodes par contact. *Techniques de l'ingénieur*, 33(0), 1–22.

Fengzhi, L., Yi, L. Yingxi L., & Zhongxuan, L. (2004). Numerical simulation of coupled heat and mass transfer in hygroscopic porous materials considering the influence of atmospheric pressure. *Fundamentals: An International Journal of Computation and Methodology*, 45(3), pp.249.

Laaroussi, N., Lauriat, G., Garoum, M., Cherki, A., & Jannot, Y. (2014). Measurement of thermal properties of brick materials based on clay mixtures. *Construction and Building Materials*, 70, 351–361.

Ladevie, B., Fudym, O., & Batsale, J. C. (2000). A new simple device to estimate thermophysical properties of insulating materials. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 27(4), 473–484.

- Lamrani, M., Laaroussi, N., Khabbazi, A., Khalfaoui, M., Garoum, M., & Feiz, A. (2017).** Experimental study of thermal properties of a new ecological building material based on peanut shells and plaster. *Case Studies in Construction Materials*, 7(September), 294–304.
- Latif, E., Lawrence, R. M. H., Shea, A. D., & Walker, P. (2018).** An experimental investigation into the comparative hygrothermal performance of wall panels incorporating wood fibre, mineral wool and hemp-lime. *Energy and Buildings*, 165, 76–91.
- Lee, S., & Kim, D. (2017).** The evaluation of cross-plane/in-plane thermal diffusivity using laser flash apparatus. *Thermochimica Acta*, 653(April), 126–132.
- Lewis, R. W., & Ferguson, W. J. (1993).** A partially nonlinear finite element analysis of heat and mass transfer in a capillary-porous body under the influence of a pressure gradient. *Applied mathematical modelling*, 17(1), 15-24.
- Limam, A., Zerizer, A., Quenard, D., Sallee, H., & Chenak, A. (2016).** Experimental thermal characterization of bio-based materials (Aleppo Pine wood, cork and their composites) for building insulation. *Energy and Buildings*, 116, 89–95.
- Luikov, A. V. (1966).** Application of irreversible thermodynamics methods to investigation of heat and mass transfer. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 9(2), 139-152.
- Maalouf, C., Ingrao, C., Scrucca, F., Moussa, T., Bourdot, A., Tricase, C., ... Asdrubali, F. (2018).** An energy and carbon footprint assessment upon the usage of hemp-lime concrete and recycled-PET façades for office facilities in France and Italy. *Journal of Cleaner Production*, 170, 1640–1653.
- Mazhoud, B., Collet, F., Pretot, S., & Chamoin, J. (2016).** Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters. *Building and Environment*, 96, 206–216.
- Morvan, C., Andème-Onzighi, C., Girault, R., Himmelsbach, D. S., Driouich, A., & Akin, D. E. (2003).** Building flax fibres: more than one brick in the walls. *Plant physiology and biochemistry*, 41(11-12), 935-944.
- Mounir, S., Maaloufa, Y., Cherki, A. B., & Khabbazi, A. (2014).** Thermal properties of the composite material clay/granular cork. *Construction and Building Materials*, 70, 183–190.
- Moyne, C., & Martin, M. (1982).** Étude expérimentale du transfert simultané de chaleur et de masse au cours du séchage par contact sous vide d'un bois résineux. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 25(12), 1839-1848.
- Moyne, C., & Perre, P. (1991).** Processes Related To Drying: Part I, Theoretical Model. *Drying Technology*, 9(5), 1135–1152.
- Nabil, M., & Khodadadi, J. M. (2017).** Computational/analytical study of the transient hot wire-based thermal conductivity measurements near phase transition. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 111, 895–907.
- Nakamura, K., Hatakeyama, T., & Hatakeyama, H. (1981).** Studies on bound water of cellulose by differential scanning calorimetry. *Textile research journal*, 51(9), 607-613.
- Nilsson, T., & Gustafsson, P. J. (2007).** Influence of dislocations and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(7), 1722-1728.
- Oliva, J. P., & Courgey, S. (2010).** L'isolation thermique écologique : conception, matériaux, mise en oeuvre : neuf et réhabilitation. *Terre vivante*.

- Osanyintola, O. F., & Simonson, C. J. (2006).** Moisture buffering capacity of hygroscopic building materials: Experimental facilities and energy impact. *Energy and Buildings*, 38(10), 1270-1282.
- Padayodi, E. (2001).** Contribution à l'élaboration des matériaux de construction à base de produits naturels : caractérisation thermomécanique et physico-chimique des argiles et des fibres naturelles cellulosiques (Thèse de doctorat), Université de Franche-Comte.
- Page, J., Sonebi, M., & Amziane, S. (2017).** Design and multi-physical properties of a new hybrid hemp-flax composite material. *Construction and Building Materials*, 139, 502–512.
- Park, G. S. (1986).** Transport Principles—Solution, Diffusion and Permeation in Polymer Membranes. In *Synthetic Membranes: Science, Engineering and Applications* (pp. 57–107).
- Parker, W. J., Jenkins, R. J., Butler, C. P., & Abbott, G. L. (1961).** Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of applied physics*, 32(9), 1679-1684.
- Peczalski, R. (2016).** Transferts dans les aliments solides Modèles physiques et mathématiques. *Techniques de l'Ingénieur*, 33(0), 1–18.
- Perré, P., & Degiovanni, A. (1990).** Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieux poreux anisotropes : séchage du bois à basse et à haute température. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 33(11), 2463-2478.
- Perre, P., & Moyne, C. (1991).** Processes related to drying: part II use of the same model to solve transfers both in saturated and unsaturated porous media. *Drying Technology*, 9(5), 1153-1179.
- Philip, J. R., & De Vries, D. A. (1957).** Moisture movement in porous materials under temperature gradients. *Eos, Transactions American Geophysical Union*, 38(2), 222-232.
- Preston, R. D. (1974).** The physical biology of plant cell walls. *London: Chapman & Hall*.
- Qin, M., Belarbi, R., Aït-Mokhtar, A., & Nilsson, L. O. (2009).** Coupled heat and moisture transfer in multi-layer building materials. *Construction and Building Materials*, 23(2), 967–975.
- Qin, M., Belarbi, R., Aït-Mokhtar, A., & Seigneurin, A. (2006).** An analytical method to calculate the coupled heat and moisture transfer in building materials. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 33(1), 39-48.
- Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A. D., & Langlet, T. (2016).** Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials. *Construction and Building Materials*, 111, 119–127.
- Regazzi, A. (2013).** Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposite PLA/lin (Thèse de doctorat), Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Rouquerol, F., Luciani, L., Llewellyn, P., Denoyel, R., & Rouquerol, J. (2003).** Texture des matériaux pulvérulents ou poreux. *Techniques de l'Ingénieur*, P1050(0), 1–24
- Sova, D., Porojan, M., Bedeleian, B., & Humnic, G. (2018).** Effective thermal conductivity models applied to wood briquettes. *International Journal of Thermal Sciences*, 124(September 2017), 1–12.
- Staudt, P. B., Tessaro, I. C., Marczak, L. D. F., Soares, R. D. P., & Cardozo, N. S. M. (2013).** A new method for predicting sorption isotherms at different temperatures: Extension to the GAB model. *Journal of Food Engineering*, 118(3), 247–255.

- Sun, L.-M., & Meunier, F. (2003).** Adsorption - Aspects théoriques. *Techniques de l'ingénieur*, 33(0).
- Téllez-Pérez, C., Sobolik, V., Montejano-Gaitán, J. G., Abdulla, G., & Allaf, K. (2015).** Impact of Swell-Drying Process on Water Activity and Drying Kinetics of Moroccan Pepper (*Capsicum annum*). *Drying Technology*, 33(2), 131–142.
- Thomann, F. S., Hall, M. R., Sangchoom, W., & Mokaya, R. (2015).** A hygrothermal modelling approach to water vapour sorption isotherm design for mesoporous humidity buffers. *Microporous and Mesoporous Materials*, 211, 113-123.
- Van de Velde, K., & Baetens, E. (2001).** Thermal and mechanical properties of flax fibres as potential composite reinforcement. *Macromolecular Materials and Engineering*, 286(6), 342-349.
- Velve Casquillas, G., Le Berre, M., Peroz, C., Chen, Y., & Greffet, J. J. (2007).** Microlitre hot strip devices for thermal characterization of nanofluids. *Microelectronic Engineering*, 84(5–8), 1194–1197.
- Vololonirina, O., Coutand, M., & Perrin, B. (2014).** Characterization of hygrothermal properties of wood-based products – Impact of moisture content and temperature. *Construction and Building Materials*, 63, 223–233.
- Warzoha, R. J., & Fleischer, A. S. (2014).** Determining the thermal conductivity of liquids using the transient hot disk method. Part I: Establishing transient thermal-fluid constraints. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 71, 779–789.
- Whitaker, S. (1977).** Toward a Diffusion Theory of Drying. *Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals*, 16(4), 408–414.
- Zhang, X., & Degiovanni, A. (1993).** Mesure de l'effusivité thermique de matériaux solides et homogènes par une méthode de "sonde" plane. *Journal de Physique III*, 3(6), 1243–1265

Chapitre 2

Etude expérimentale

Table des matières

TABLE DES FIGURES	56
LISTE DES TABLEAUX	56
1. INTRODUCTION	57
2. ELABORATION DES ECHANTILLONS	57
2.1 FRACTIONNEMENT ET HOMOGENEISATION DES FIBRES DE LIN	57
2.2 PREPARATION DU LIANT	58
2.3 MISE EN FORME DE L'ECHANTILLON	59
3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL	63
3.1 DISPOSITIF « PLAN CHAUD CENTRE ASYMETRIQUE »	63
3.2 MESURE EN ATMOSPHERE CONTROLEE	66
3.3 VALIDATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL	67
4. GRANDEURS MESURABLES	69
4.1 MASSE VOLUMIQUE	70
A. <i>Masse volumique apparente</i>	<i>70</i>
B. <i>Masse volumique réelle</i>	<i>70</i>
4.2 POROSITE	70
4.3 SURFACE SPECIFIQUE	71
4.4 CONDUCTIVITE THERMIQUE	72
4.5 CHALEUR SPECIFIQUE	73
A. <i>Principe d'une calorimétrie différentielle à balayage</i>	<i>73</i>
B. <i>Mesure de la chaleur spécifique</i>	<i>73</i>
4.6 DIFFUSIVITE THERMIQUE	74
4.7 DIFFUSIVITE MASSIQUE	75
A. <i>Diffusivité massique par la « méthode du dessiccateur »</i>	<i>76</i>
B. <i>Diffusivité massique par la méthode de « l'enceinte climatique »</i>	<i>77</i>
C. <i>Mesure in situ de la diffusivité massique</i>	<i>77</i>
4.8 ISOTHERME D'ADSORPTION	77
5. CONCLUSION	79
6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	80

Table des Figures

Figure 2.1 – Observation des Fibres de Lin de Haute Qualité FLHQ au microscope	58
Figure 2.2 – Différentes étapes de fractionnement des fibres : nappe FLHQ prédécoupée (a), coupée en bandes (b), fibres broyées (c), broyats homogénéisés dans un lit fluidisé (d)	58
Figure 2.3 – Evolution de la viscosité dynamique du liant à base d’amidon de maïs modifié en fonction de la température de cuisson (a) et Solution du liant à base d’amidon de maïs modifié, à une viscosité de 65 mPa.s, prête à l’emploi (b)	59
Figure 2.4 – Portion de fibres d’une éprouvette dans l’empreinte du moule (a) et tassement de la portion suivant l’épaisseur de l’éprouvette (b), matière avant la compression (c) et éprouvette sec après la thermocompression (d)	60
Figure 2.5 – Chaîne de fabrication de l’échantillon FFL	61
Figure 2.6 – Texture des éprouvettes 50×50×4,5 des échantillons FFL ₁ (341 kg.m ⁻³), FFL ₂ (425 kg.m ⁻³), FFL ₃ (597 kg.m ⁻³) et FFL ₄ (766 kg.m ⁻³)	61
Figure 2.7 – Observation de l’échantillon FFL au microscope.....	62
Figure 2.8 – Observation au MEB de l’échantillon FFL ₁ de masse volumique 341 kg.m ⁻³ (a) et de l’échantillon FFL ₄ de masse volumique 766 kg.m ⁻³ (b)	63
Figure 2.9 – Schéma du dispositif "plan chaud centré asymétrique" et son instrumentation en thermocouples	64
Figure 2.10 – Fixation des thermocouples sur l’élément chauffant (a) et sur le bloc en aluminium (b)	65
Figure 2.11 – Mise en place des échantillons dans le dispositif expérimental « plan chaud centré asymétrique »	66
Figure 2.12 – Ensemble dispositif de mesure et chaîne d’acquisition et d’alimentation	66
Figure 2.13 – Dispositif plan chaud centré asymétrique disposé dans l’enceinte climatique	67
Figure 2.14 – Echantillon LFB (a) et matériau à changement de phase MCP (b)	67
Figure 2.15 – Angle de contact d’une goutte d’eau sur un échantillon du LFB (a) et un échantillon du MCP (b)	68
Figure 2.16 – Variation de la conductivité thermique de l’isolant thermique LFB en fonction de la température et à différentes humidités.	68
Figure 2.17 – Observation au MEB de la surface de l’échantillon FFL montrant la structure des pores interstitiels	71
Figure 2.18 – Monocouche de molécules d’eau adsorbées sur une surface poreuse	72
Figure 2.19 – Schéma de principe d’un calorimètre DSC	73
Figure 2.20 – Schéma de principe du test d’adsorption d’humidité dans un dessiccateur	78

Liste des tableaux

Tableau 2.1 – Conductivité thermique du matériau MCP à 10 °C et 15 °C pour des humidités relatives ambiantes de 30% et 90%	69
Tableau 2.2 – Activités de l’eau générées par les solutions salines saturées à 30°C	77

1. Introduction

Ce chapitre présente les procédures d'élaboration d'échantillons d'isolant thermique en **Feutre de Fibres de Lin (FFL)**, la mise en œuvre du dispositif expérimental du plan chaud servant à la mesure de la conductivité thermique et les méthodes et protocoles de caractérisation thermo-physique et hydrique utilisés dans la présente étude.

L'élaboration de l'isolant FFL repose sur deux étapes principales conditionnant les caractéristiques de l'échantillon : le fractionnement de la fibre de lin et la calibration des particules garantissant une homogénéisation des broyats. Cette étape met en œuvre un mélange de broyats en lit fluidisé afin de s'affranchir des inconvénients de la forte hétérogénéité de la matière fractionnée sur les résultats des mesures faites sur les échantillons qui en résultent. L'étape de mise en forme par thermocompression s'est attelée à la définition des paramètres de fabrication (température, durée de cuisson, pression) conférant à l'éprouvette une compacité suffisante pour lier les fibres entre elles sans dégrader son pouvoir isolant. A cet effet, quatre types d'échantillons FFL aux densités différentes sont élaborés et caractérisés. Une étape intermédiaire concernera la préparation d'un liant naturel servant à lier les fibres de lin entre elles.

La deuxième partie du chapitre présente le dispositif plan chaud centré asymétrique et son montage ainsi que le protocole de mesure en atmosphère hygrothermique permettant d'aborder l'approche expérimentale du transfert simultané de la chaleur et de l'humidité, objet de la présente étude. La validation expérimentale du dispositif plan chaud à l'aide des mesures de conductivité thermique au moyen d'un appareil de laboratoire étalonné est également abordée. Dans la dernière partie, sont exposés les protocoles de mesure expérimentale des propriétés thermo-physiques et hydriques de l'échantillon. Une attention est portée à la mesure de la diffusivité massique. Celle-ci est mesurée par trois méthodes complémentaires plus ou moins normalisées et réadaptées pour répondre aux conditions particulières de l'étude in situ des transferts couplés chaleur-humidité.

2. Elaboration des échantillons

L'échantillon d'isolant thermique utilisé dans le cadre de cette étude se présente sous la forme d'un Feutre de Fibres de Lin (FFL), lesdites fibres de lin ayant préalablement été fractionnées puis agglomérées par un liant naturel à base d'amidon de maïs modifié. Cet échantillon sera nommé « isolant FFL » dans la suite du texte.

2.1 Fractionnement et homogénéisation des fibres de lin

La fibre de lin utilisée pour la fabrication des échantillons FFL est approvisionnée par la société EcoTechnilin SAS sous la forme d'un rouleau de fibres. La fibre est fournie déjà transformée et mise sous la forme d'un textile constitué de fils chaînes non tissés. Chaque fil chaîne est un faisceau de fibres techniques unitaires maintenues par une couture croisée dont le seul rôle est leur maintien (**Figure 2.2a**). Ce conditionnement est initialement destiné pour la fabrication de matériaux composites bio-sourcés. A cet effet, la fibre fournie est une "Fibre de Lin de Haute Qualité" (FLHQ) dont les fibres techniques présentent un diamètre moyen compris entre 10 et 30 μm (**Figure 2.1**).

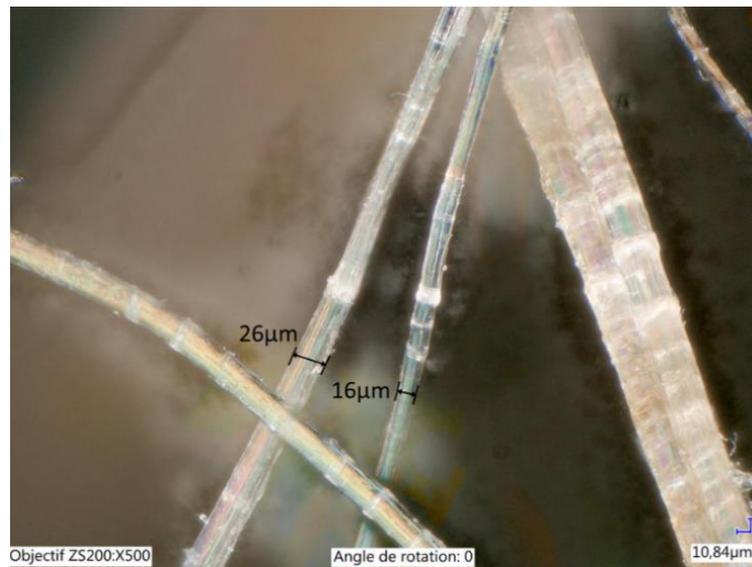


Figure 2.1 – Observation des Fibres de Lin de Haute Qualité FLHQ au microscope optique

Le textile de fibres de lin est préalablement découpé en nappes de 20 cm x 20 cm (**Figure 2.2a**), puis en bandes de 2 cm de largeur (**Figure 2.2b**). Celles-ci sont broyées au moyen d'un broyeur à couteaux « Universal cutting mill pulverisette 19 » (FRITSCH).

Les fibres étant légères, celles-ci séjournent plus ou moins longtemps dans la trémie du broyeur et le résultat de deux broyages consécutifs peuvent être plus ou moins différents, notamment l'enroulement des fibres broyées (**Figure 2.2c**). Afin d'assurer une bonne homogénéité de l'ensemble des broyats, toutes les portions broyées ont été mélangées dans un réservoir semi-fermé à l'aide d'un lit fluidisé généré par un jet d'air comprimé. Le lit fluidisé provoque le brassage cyclonique de toutes les portions de broyats en assurant une bonne homogénéité de la matière (**Figure 2.2d**). L'objectif est de fabriquer des échantillons homogènes afin d'obtenir une répétabilité de l'ensemble des mesures qui seront conduites en nous affranchissant des effets de la grande hétérogénéité de la matière sur la dispersion sur les mesures ou en minimisant celle-ci.

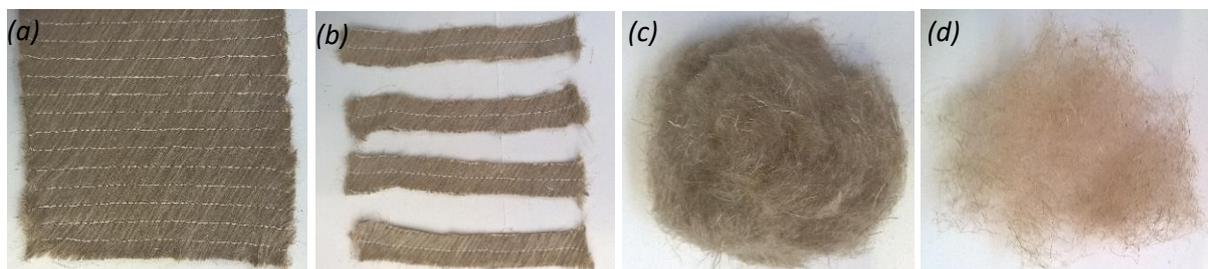


Figure 2.2 – Différentes étapes de fractionnement des fibres : (a) nappe FLHQ prédécoupée, (b) coupée en bandes, (c) fibres broyées, (d) broyats homogénéisés dans un lit fluidisé

2.2 Préparation du liant

L'amidon utilisé pour la préparation du liant servant à la fabrication des éprouvettes de l'isolant FFL est l'amidon de maïs standard modifié « BATCH - E9879 » fourni par la société

Roquette Frères. Une suspension aqueuse d'amidon modifié est préparée en mélangeant à froid de l'eau distillée et de l'amidon de maïs. La proportion de l'amidon est fixée à 3,5% de la masse d'eau. Cette concentration massique est choisie de sorte qu'une fois chauffée, la suspension présente une viscosité convenable pour être pulvérisée sur les fibres au moyen d'un pistolet à peinture.

La suspension aqueuse est ensuite chauffée au moyen d'un agitateur magnétique chauffant de 25°C à 96°C avec une vitesse de chauffe de 1,5°C/min suivi d'un plateau de 10 min à 96°C, puis d'un refroidissement jusqu'à 70°C avec la même vitesse, soit -1,5°C/min [Bahrani, 2013] (**Figure 2.3**). La solution aqueuse est simultanément agitée lors du chauffage à l'aide d'un barreau magnétique afin d'éviter la sédimentation des particules d'amidon au fond du bécher. L'agitation est suspendue par moment pour mesurer la viscosité de la solution. L'évolution de la viscosité apparente est enregistrée par le viscosimètre DV-I Prime (Brookfield). La **Figure 2.3a** montre son évolution durant le processus de préparation du liant et la **Figure 2.3b** illustre la solution d'amidon à une viscosité d'environ 65 mPa.s, prête à l'emploi.

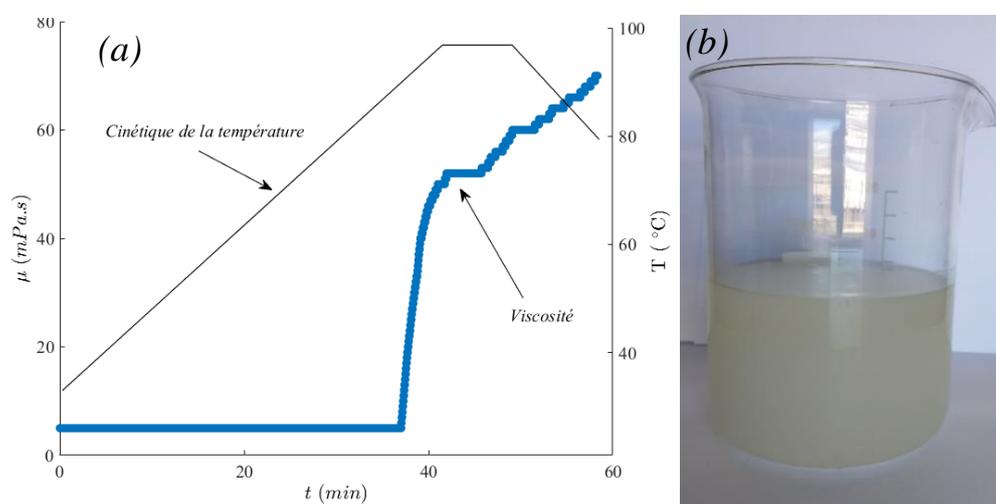


Figure 2.3 – Evolution de la viscosité apparente du liant à base d'amidon de maïs modifié en fonction de la température de cuisson (a) et Solution du liant à base d'amidon de maïs modifié, à une viscosité de 65 mPa.s, prête à l'emploi (b)

2.3 Mise en forme de l'échantillon

La troisième étape de la fabrication de l'échantillon est sa mise en forme par thermocompression. Au moyen d'un pistolet à peinture, la solution du liant à base d'amidon de maïs modifié est vaporisée en faible proportion (< 4% en masse) sur une portion de fibres de lin broyées. La mise en forme s'effectue dans un moule en aluminium de surface d'empreinte 50×50 mm² et de hauteur suffisante pour contenir toute la portion de fibres d'une éprouvette (**Figure 2.4a** et **Figure 2.4b**). Une hauteur de moule insuffisante conduit à tasser la portion d'une éprouvette en plusieurs fois en stratifiant ainsi cette dernière. Ses propriétés s'en trouveraient modifiées suivant son épaisseur. Une fois le moule fermé, l'empreinte présente une hauteur de 4 mm correspondant à l'épaisseur de l'éprouvette fabriquée. Néanmoins, une fois démoulées, les éprouvettes présentent une épaisseur d'environ 4,5 mm en raison de la détente du matériau. Les éprouvettes présentant une

épaisseur sensiblement constante, pour fabriquer un échantillon à une densité souhaitée, on introduit dans le moule la masse de fibres nécessaire.

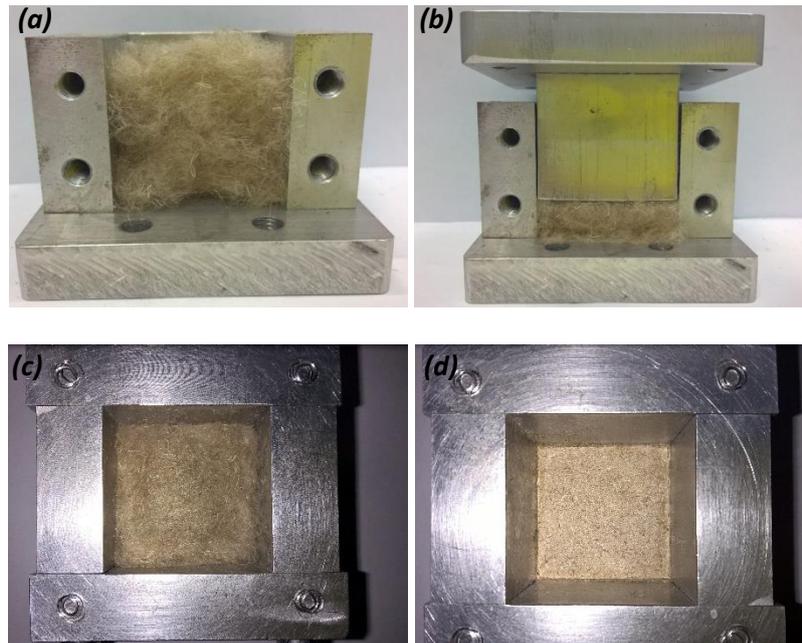


Figure 2.4 – Portion de fibres d’une éprouvette dans l’empreinte du moule (a) et tassement de la portion suivant l’épaisseur de l’éprouvette (b), matière avant la compression (c) et éprouvette sec après la thermocompression (d)

La masse volumique, la température et la durée de cuisson sont les principaux paramètres d’élaboration du matériau.

- Le moule contenant la matière est mis sous pression sur une machine thermo-presse (Scamex) jusqu’à la fermeture complète du moule,
- Le moule est maintenu sous pression à une température de 105°C pendant 15 min (**Figure 2.5**) pour permettre au liant de se sécher en établissant des liaisons aux points de contact entre les fibres. De ce fait, l’éprouvette doit se sécher complètement avant son démoulage afin d’éviter la décohésion des liaisons entre fibres. Au terme de ce cycle de cuisson, l’éprouvette est sèche (**Figure 2.4d**) et peut être démoulée.

La **Figure 2.5** illustre la chaîne de fabrication des échantillons FFL. Les échantillons sont élaborés suivant quatre masses volumiques apparentes à l’état sec. On distingue donc quatre types d’échantillons FFL suivant leur masse volumique anhydre :

- Les échantillons FFL₁ à 341 kg.m⁻³,
- Les échantillons FFL₂ à 425 kg.m⁻³,
- Les échantillons FFL₃ à 597 kg.m⁻³,
- Les échantillons FFL₄ à 766 kg.m⁻³.

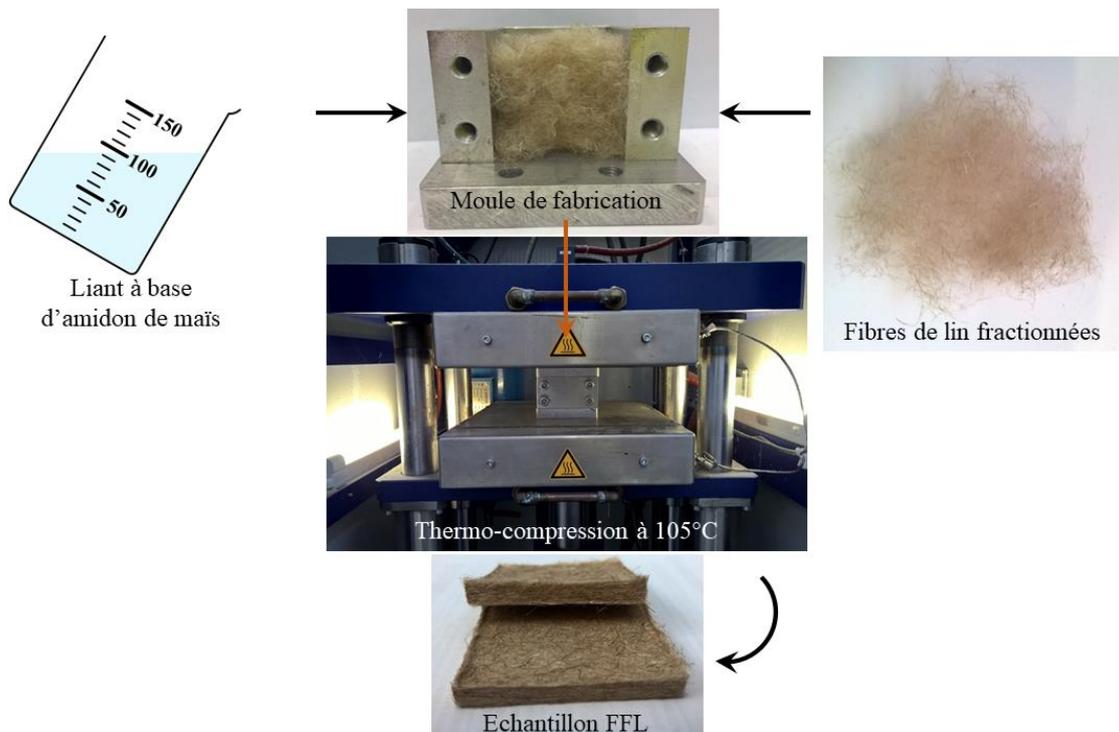


Figure 2.5 – Chaîne de fabrication de l'échantillon FFL

La **Figure 2.6** montre les quatre échantillons FFL de différentes masses volumiques et de texture hétérogène.

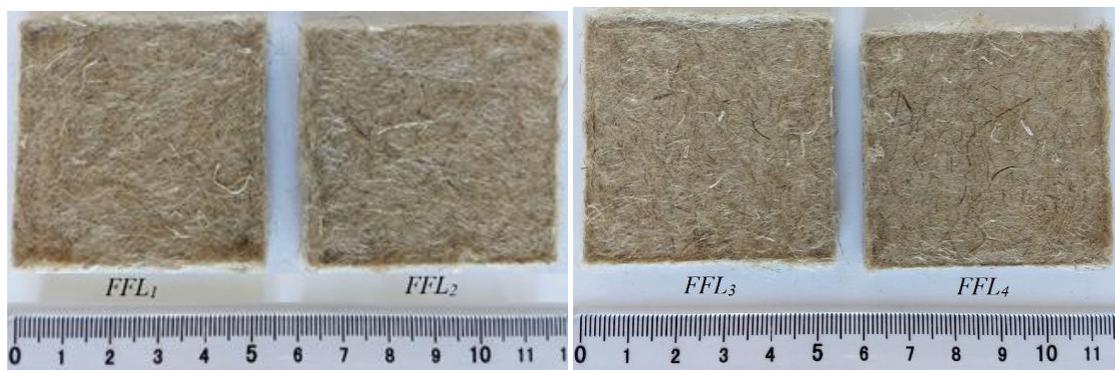


Figure 2.6 – Texture des éprouvettes 50×50×4,5 des échantillons FFL₁ (341 kg.m⁻³), FFL₂ (425 kg.m⁻³), FFL₃ (597 kg.m⁻³) et FFL₄ (766 kg.m⁻³)

La morphologie de l'échantillon est caractérisée au moyen d'un microscope optique (Nikon Multizoom AZ100, AZ Plan 4X) et ensuite analysée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB), (Jeol JSM 7800F Field Emission Gun Scanning Electron Microscope, FEG-SEM).

La **Figure 2.7** et la **Figure 2.8** montrent respectivement l'observation au microscope optique et l'analyse au MEB de l'échantillon FFL après sa mise en forme. L'échantillon fabriqué se présente sous la forme d'un Feutre de Fibres de Lin (FFL) liées par une faible quantité de liant à base d'amidon de maïs. On remarque en particulier l'arrangement aléatoire des fibres dans les plans normaux au sens de compression de mise en forme. Les espaces entre les fibres forment des pores interstitiels de taille et forme variables. Comme la matière brute, les fibres

de lin restent un mélange de fibres techniques et de faisceaux de fibres de l'ordre d'une centaine de microns de largeur (*flèches n°1*) après les différentes transformations en particulier après le fractionnement. On peut en outre remarquer la présence de particules de liant séché (*flèches n°2*) enrobant quelques fibres.

Les **Figure 2.8a** et **Figure 2.8b** comparent les observations au MEB de l'échantillon FFL₁ fabriqué à une masse volumique apparente de 341 kg.m⁻³ et de l'échantillon FFL₄ fabriqué à une masse volumique apparente de 766 kg.m⁻³. On peut remarquer que la distribution des fibres en surface n'est pas très différente entre ces échantillons. C'est normalement suivant l'épaisseur, que cette distribution est plus importante dans le cas de l'échantillon de plus grande masse volumique. L'augmentation de la masse volumique doit sans doute réduire la porosité de l'échantillon tout en augmentant la tortuosité de ses interstices, sa résistivité au passage de l'air statique, sa perméabilité thermique statique, etc.

Certains auteurs [[Nabovati et al., 2009](#) ; [Woudberg, 2017](#) ; [Kok et al., 2018](#)] relèvent l'influence de la perméabilité sur les transferts de masse dans un milieu fibreux poreux.

D'autres auteurs [[Alongi et al., 2015](#) ; [Merioua et al., 2017](#) ; [Xu et al., 2018](#)] montrent l'influence de la tortuosité sur le transfert d'humidité ou de la chaleur dans un milieu fibreux.

En considérant deux points de l'échantillon, la tortuosité exprime le rapport entre la distance séparant les deux points et la distance parcourue par le fluide entre ces deux points [[Merioua et al., 2017](#)].

La perméabilité et la tortuosité de l'échantillon ne seront pas mesurées dans la présente étude. En effet, ces caractéristiques contribuent à la diffusion massique et à la diffusion thermique dont les coefficients seront mesurés expérimentalement sur les différents échantillons FFL.

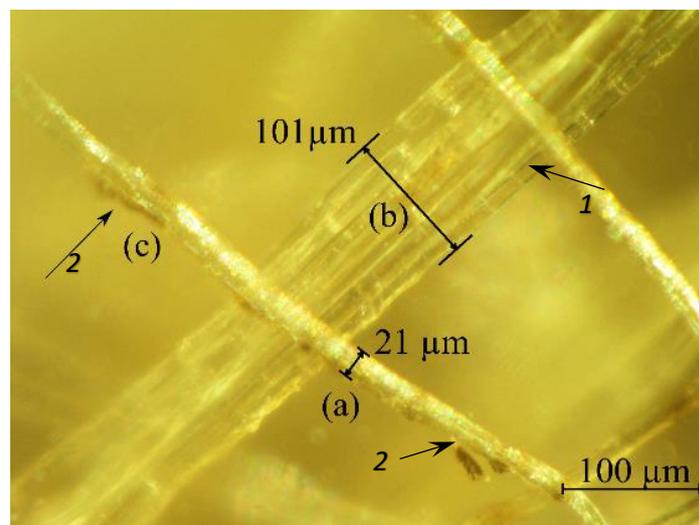


Figure 2.7 – Observation de l'échantillon FFL au microscope optique

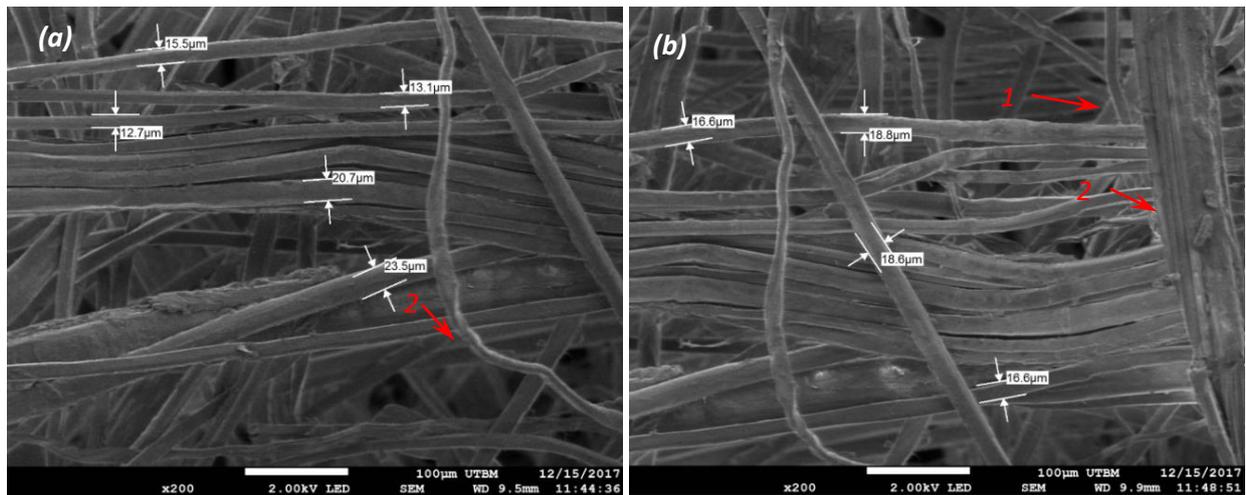


Figure 2.8 – Observation MEB de : (a) l'échantillon FFL₁ de masse volumique 341 kg.m⁻³, (b) de l'échantillon FFL₄ de masse volumique 766 kg.m⁻³

3. Dispositif expérimental

3.1 Dispositif « plan chaud centré asymétrique »

Le dispositif expérimental mis en œuvre dans le cadre de la thèse pour la mesure de la conductivité thermique des échantillons FFL est de type "plan chaud centré asymétrique" [Zhang et Degiovanni, 1993 ; Ladevie et al. 2000 ; Jannot et al. 2010 ; Laroussi et al. 2014 ; Jannot et al. 2017 ; Aghahadi et al. 2018]. La **Figure 2.9** montre le schéma du dispositif et l'emplacement des thermocouples relevant les températures sur les faces des échantillons.

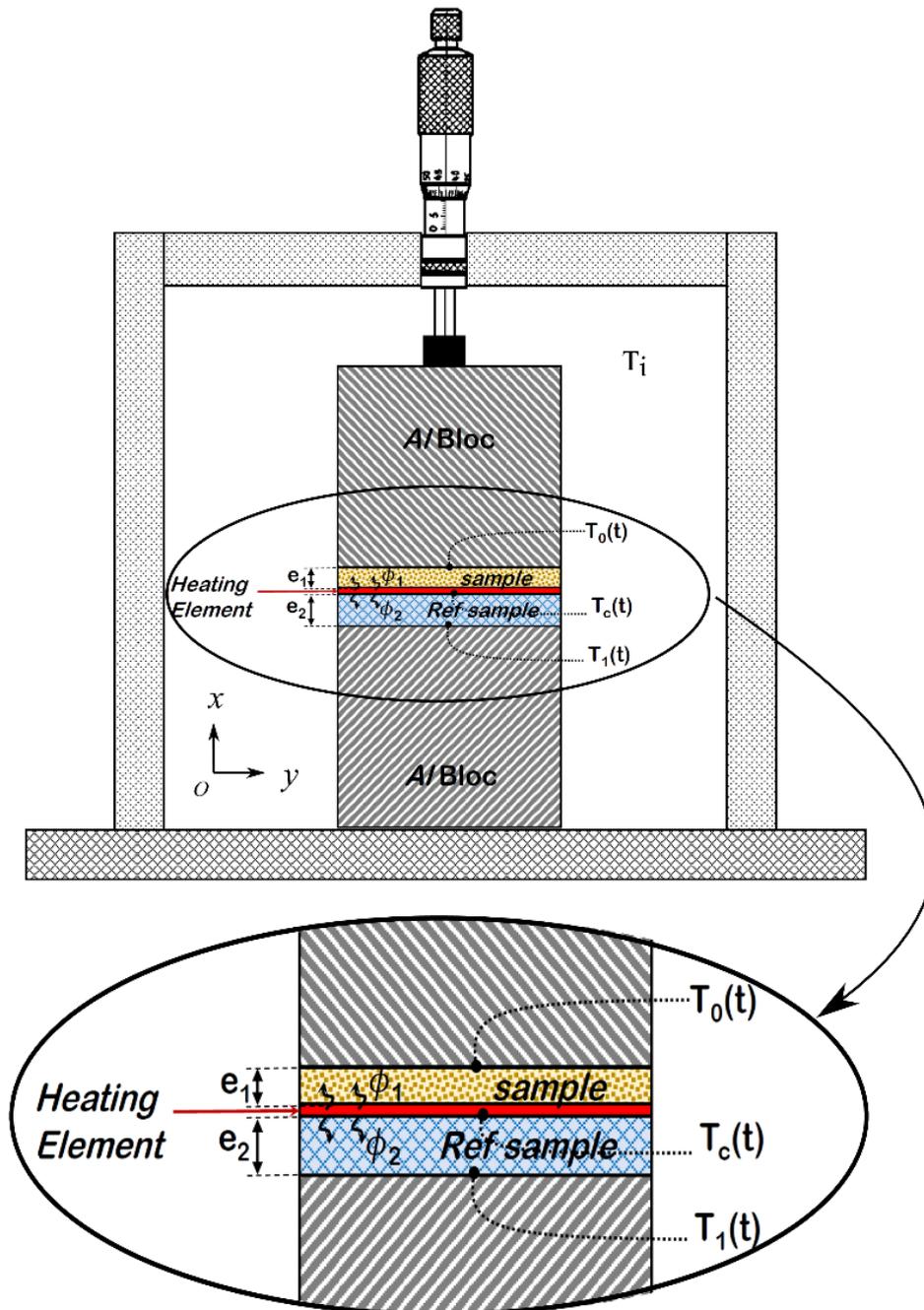


Figure 2.9 – Schéma du dispositif "plan chaud centré asymétrique" et son instrumentation en thermocouples

Le dispositif expérimental comporte un élément chauffant plat de $46 \times 46 \text{ mm}^2$ et de $0,15 \text{ mm}$ d'épaisseur (Omega®, KHLV-202/10-P, Royaume Uni) auquel est intégré une résistance électrique d'environ $21 \text{ } \Omega$. L'élément chauffant est pris en sandwich entre une éprouvette de l'échantillon à caractériser et un échantillon de référence de conductivité thermique connue. L'échantillon de référence utilisé est un polystyrène de conductivité thermique $\lambda_2 = 0,069 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. L'ensemble élément chauffant et éprouvettes est également pris en sandwich entre deux blocs d'aluminium identiques. Des thermocouples de type K enregistrent l'évolution des températures $T_c(t)$, $T_0(t)$ et $T_1(t)$ aux différentes interfaces comme le montre la **Figure 2.9**. Afin de diminuer la résistance de contact entre les différents substrats et d'assurer la répétabilité de la mesure, une pression constante est appliquée sur l'ensemble au moyen d'un système à

vis millimétrique. L'élément chauffant est relié à un générateur de puissance (Aim-TTi®, PLH250-P, Royaume Uni) et les thermocouples sont reliés à un système d'acquisition (Omega®, TC-08).

En outre, le dispositif requiert une fixation adéquate des thermocouples pour limiter la résistance de contact. A cet effet, des rubans adhésifs en aluminium ont été utilisés pour coller les thermocouples. L'adhésif en aluminium étant conducteur, celui-ci ne perturbe pas les flux thermiques dans la zone de collage. Par ailleurs, compte tenu de la porosité de surface de l'échantillon, le thermocouple devant relever la température $T_c(t)$ à l'interface entre l'élément chauffant et l'échantillon n'est pas collé sur ce dernier mais sur l'élément chauffant afin de minimiser la résistance thermique due à la porosité. De même, les thermocouples enregistrant respectivement les températures $T_0(t)$ et $T_1(t)$ à l'interface entre chaque échantillon et chaque bloc d'aluminium sont plutôt collés sur la face du bloc d'aluminium. La **Figure 2.10** montre la fixation des thermocouples au centre de la face de l'élément chauffant et au centre de la face du bloc en aluminium. Comme nous l'avons déjà souligné dans le chapitre précédent, les différentes températures doivent être relevées au centre de la face de l'échantillon où le flux thermique est supposé être unidirectionnel, en traversant l'échantillon d'une face à l'autre.

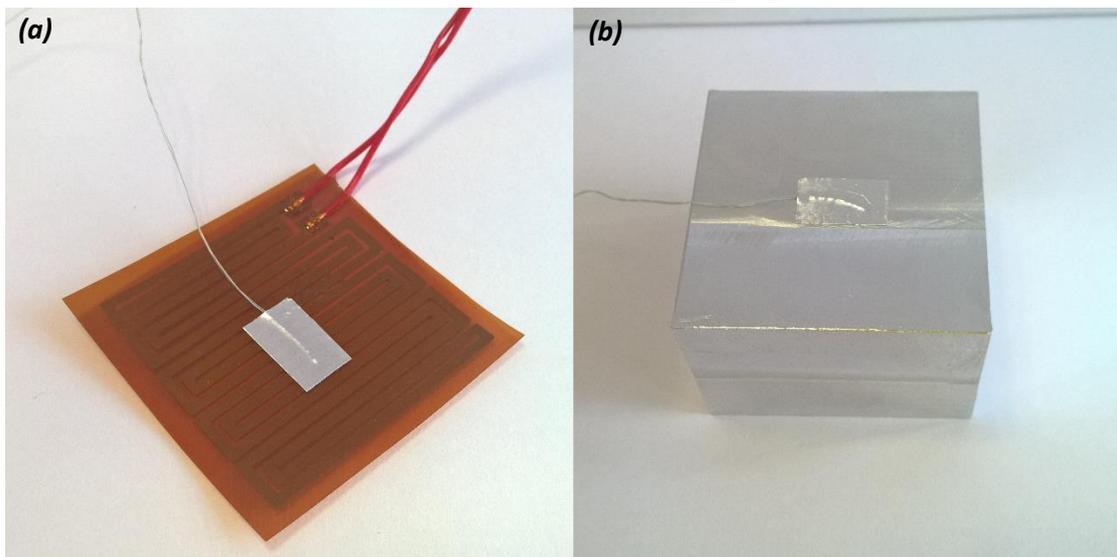


Figure 2.10 – Fixation des thermocouples sur l'élément chauffant (a) et sur le bloc en aluminium (b)

A cet effet, les mesures sont effectuées sur des échantillons FFL de faible épaisseur ($e_1 \approx 4,5$ mm) par rapport à leurs dimensions latérales (50 x 50 mm), permettant de garantir un transfert de chaleur unidirectionnel au sein de l'échantillon, de l'une de ses faces à l'autre, et de minimiser les pertes de chaleur latérales. La **Figure 2.11** illustre le montage des échantillons et de l'élément chauffant entre les blocs en aluminium et la **Figure 2.12** montre l'ensemble du dispositif expérimental de mesure.

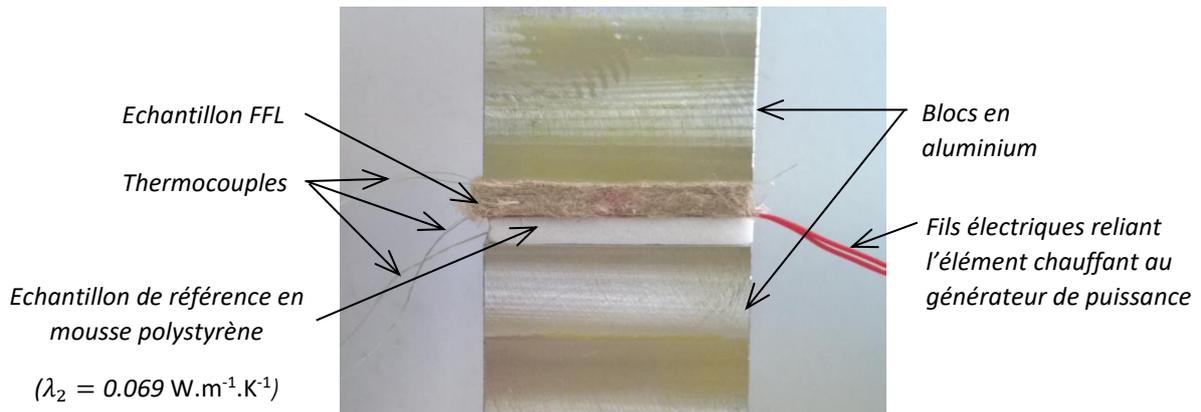


Figure 2.11 – Mise en place des échantillons dans le dispositif expérimental « plan chaud centré asymétrique »

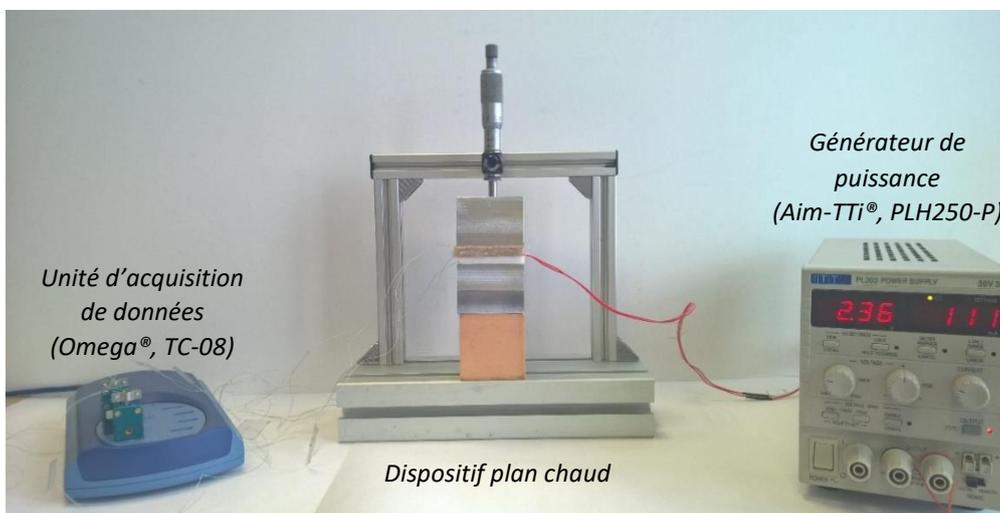


Figure 2.12 – Ensemble dispositif de mesure et chaîne d'acquisition et d'alimentation

3.2 Mesure en atmosphère contrôlée

Pour étudier l'influence de l'humidité dans les transferts couplés chaleur-humidité dans l'échantillon hydrophile FFL, le dispositif plan chaud est implanté dans une enceinte climatique (Dycometal®, CCK 480) pour réguler à la fois l'humidité et la température pendant toute la durée de l'enregistrement des températures (**Figure 2.13**).

A cet effet, la température de l'enceinte climatique est fixée à 30°C et les mesures de la conductivité thermique sont effectuées en fixant l'humidité relative (HR) de l'enceinte à 30%, 50%, 70% et 90% HR. Pour chaque condition hygrothermique, trois essais de mesure ont été conduits sur trois échantillons FFL. Les données des mesures des températures $T_c(t)$, $T_0(t)$ et $T_1(t)$ obtenues ont ensuite permis d'effectuer une estimation des propriétés thermiques de l'échantillon, notamment de sa conductivité thermique.

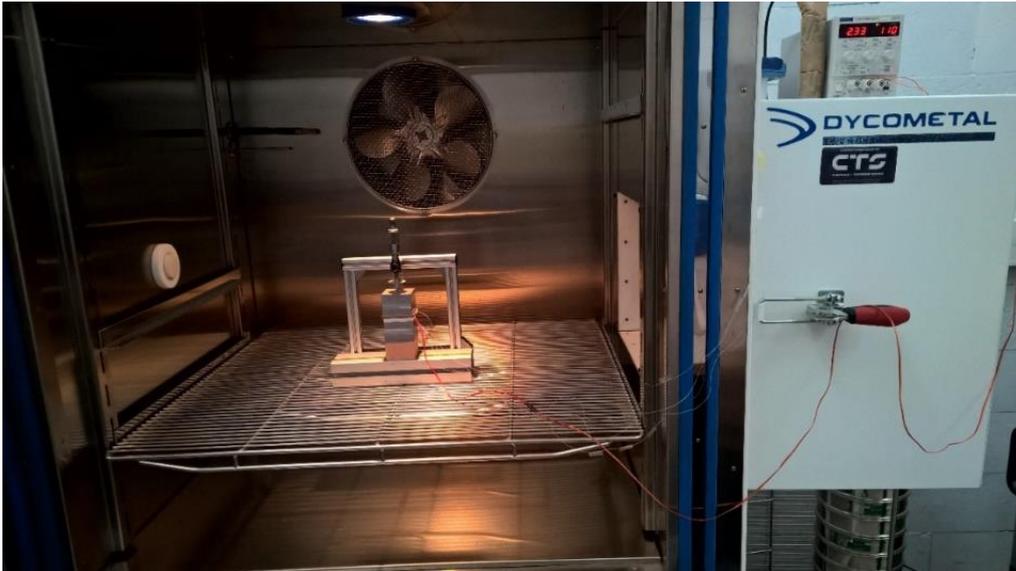


Figure 2.13 – Dispositif plan chaud centré asymétrique disposé dans l'enceinte climatique

3.3 Validation du dispositif expérimental

Le dispositif de mesure plan chaud a fait l'objet d'une validation expérimentale [Aghahadi et al., 2017]. Cette étude a permis de comparer les valeurs de la conductivité thermique mesurées par le dispositif plan chaud et celles mesurées au moyen d'un conductimètre commercial (*TA Instrument*[®], *DTC 300*, *Etats-Unis*). La distinction hydrophile / hydrophobe est prise en compte afin de valider le transfert thermique et le transfert couplé chaleur-humidité.

Les mesures expérimentales portent ainsi d'une part sur un matériau hydrophile à forte porosité prélevé dans le commerce et de type "fibres de bois" (LFB) et d'autre part sur un matériau hydrophobe, un polymère à changement de phase (MCP) (paraffine *Rubitherm*[®]) présentant une température de solidification d'environ 27 °C (**Figure 2.14**).

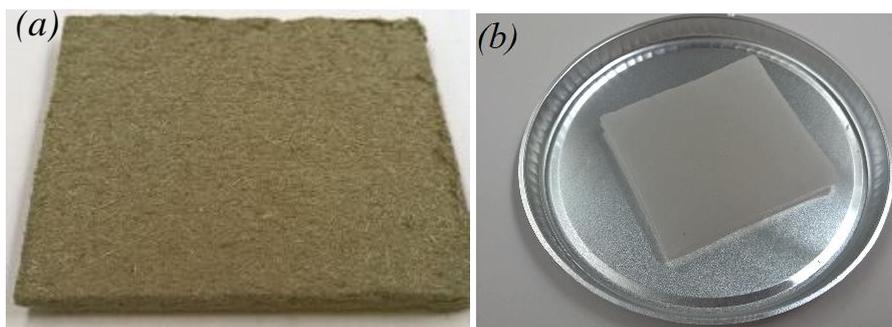


Figure 2.14 – Echantillon LFB (a) et matériau à changement de phase MCP (b)

L'hydrophilie ou l'hydrophobicité d'un matériau est ici caractérisée par l'angle de contact d'une goutte d'eau de volume constant déposée sur l'échantillon au moyen d'une caméra CCD (*Imagine Sources*).

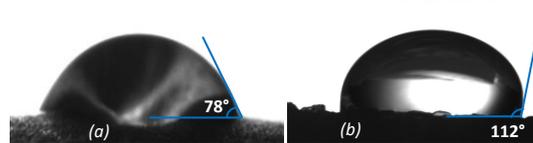


Figure 2.15 – Angle de contact d’une goutte d’eau sur un échantillon du LFB (a) et un échantillon du MCP (b)

Les angles de contact $\theta_{\text{ifb}}=78^{\circ}\pm 2^{\circ}$ et $\theta_{\text{mcp}}=112^{\circ}\pm 2^{\circ}$ (**Figure 2.15**) sont mesurés respectivement sur les substrats du LFB et du MCP. Les résultats confirment bien que le LFB est hydrophile (mouillable car $\theta_{\text{ifb}} < 90^{\circ}$) et le MCP est hydrophobe (non mouillable car $\theta_{\text{mcp}} > 90^{\circ}$).

Cette étude étant conduite sur la mesure des échanges thermiques en milieu hydrophile, les échantillons LFB et MCP subissent préalablement un séjour d’environ 2 heures dans une enceinte climatique (*Dycometal*[®], *CCK 480*, *Espagne*) à hygrométrie et température contrôlées en vue d’atteindre l’équilibre hygrothermique. Le dispositif plan chaud, pourvu de l’échantillon, est ensuite disposé dans l’enceinte climatique en réglant l’atmosphère de celle-ci à une température et une humidité données pendant toute la durée de la mesure.

Sur l’échantillon LFB, les mesures sont ainsi effectuées à des humidités relatives HR de 30%, 50%, 70% et 90% pour chacune des températures de 20 °C, 30 °C, 40 °C et 50 °C.

En ce qui concerne le MCP, les mesures sont effectuées à des HR extrêmes de 30% et 90% et à des températures inférieures à sa température de changement de phase (27°C), soit à 10 °C et 15°C.

La **Figure 2.16** et le **Tableau 2.1** donnent les valeurs expérimentales de la conductivité thermique du LFB et du MCP, mesurées à différentes températures et humidités relatives au moyen du dispositif plan chaud. Les résultats du tableau montrent que les mesures effectuées au moyen de l’appareil commercial *DTC 300* (*TA Instrument*[®], *Etats-Unis*) présentent un faible écart (< 2%) avec celles mesurées au moyen du dispositif plan chaud.

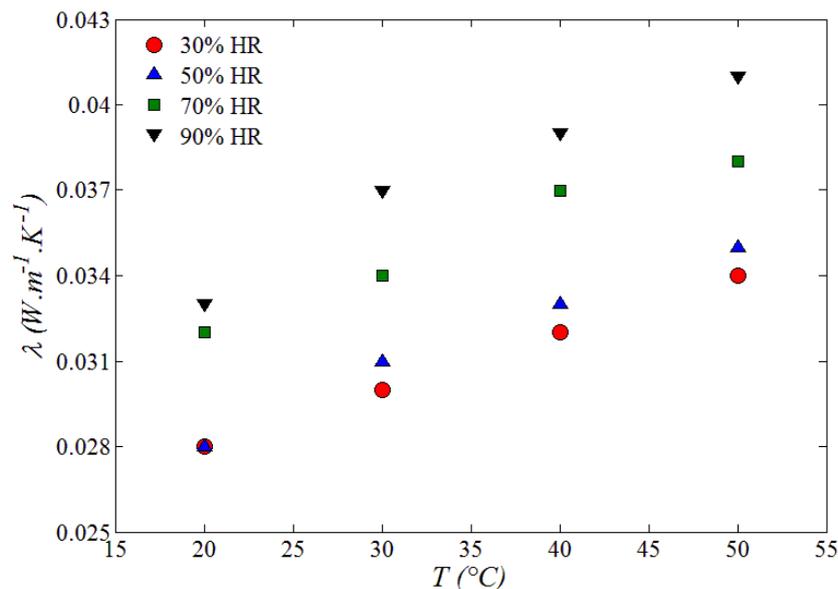


Figure 2.16 – Variation de la conductivité thermique de l’isolant thermique LFB en fonction de la température et à différentes humidités.

Les courbes de la **Figure 2.16** montrent que la conductivité thermique du matériau hydrophile LFB croît avec la température et l'humidité, on observe :

- une augmentation de +22% quand la température croît de 20°C à 50°C soit une conductivité thermique de $0,028 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 20 °C et de $0,034 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 50 °C pour une humidité relative ambiante de 30% HR.
- de même, une augmentation de +20% quand l'humidité relative croît de 30% à 90% HR soit une conductivité thermique de $0,028 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 30% HR et de $0,033 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 90% HR lorsque la température est fixée à 20 °C.

En ce qui concerne le matériau hydrophobe MCP :

- la conductivité thermique de celui-ci augmente avec la température de $0,198 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 10 °C à $0,219 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 15°C dans une atmosphère à 30% HR, soit une hausse de la conductivité thermique de +10%,
- en revanche, elle n'augmente presque pas entre deux valeurs extrêmes de l'humidité, soient 30% HR et 90% HR, confirmant ainsi que l'humidité est sans effet sur ce matériau hydrophobe.

Ces résultats confirment la nécessité de prendre en compte le transfert couplé chaleur-humidité dans le cas d'un matériau hydrophile en environnement hygroscopique.

Tableau 2.1 – Conductivité thermique du matériau MCP à 10 °C et 15 °C pour des humidités relatives ambiantes de 30% et 90%

Température	Conductivité thermique (λ_{MCP}) $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1} [\pm 10^{-3}]$		Conductivité thermique (λ_{MCP}) $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1} [\pm 10^{-3}]$
	Plan chaud		DTC 300
	30% HR	90% HR	50% HR
10 °C	0,198	0,201	0,201
15 °C	0,219	0,217	0,216

Dans cette étude, ces résultats montrent d'une part que l'humidité influe sur la conductivité thermique d'un matériau hydrophile alors qu'elle n'impacte presque pas celle d'un matériau hydrophobe. D'autre part, le faible écart observé entre les valeurs de la conductivité thermique de MCP mesurées au moyen du dispositif plan chaud et au moyen du conductimètre DTC-300 nous a permis de valider le dispositif expérimental plan chaud.

4. Grandeurs mesurables

La modélisation des transferts couplés chaleur-humidité repose sur une bonne connaissance des principales propriétés thermo-physiques des échantillons et sur les spécifications géométriques et les conditions aux limites imposées aux échantillons. Dans le présent paragraphe, nous allons passer en revue les propriétés thermo-physiques requises pour la modélisation des transferts thermiques et hydriques ainsi que les protocoles expérimentaux permettant de les mesurer.

4.1 Masse volumique

Le modèle mathématique qui sera développé requiert la masse volumique apparente ρ_{app} et la masse volumique absolue ou masse volumique réelle ρ_0 de l'échantillon.

A. Masse volumique apparente

La masse volumique apparente représente le rapport entre la masse de l'échantillon FFL et son volume global sous des conditions hygrothermiques établies. Ainsi, la masse de l'échantillon est à la fois sa masse sèche et la masse d'humidité adsorbée. La masse volumique apparente est calculée par :

$$\rho_{app} = \frac{m_s + m_h}{V_s + V_h + V_a} \quad (2.1)$$

où m_s est la masse de la fibre sèche, m_h est la masse de l'humidité adsorbée, V_s est le volume occupé par la fibre sèche, V_h est le volume occupé par l'humidité adsorbée, V_a est le volume occupé par l'air.

B. Masse volumique réelle

La masse volumique réelle de l'échantillon FFL représente la masse volumique de la fibre végétale dont il est fabriqué. Il ne tient donc pas compte du volume des pores et interstices remplis d'air. La masse volumique réelle est obtenue par une pesée hydrostatique à l'éthanol au moyen d'une balance précise au dix-millième près (Ohaus®, PA-64). Elle est calculée à partir de la relation :

$$\rho_0 = \frac{A}{A - B} (\rho_{éth} - \rho_{air}) + \rho_{air} \quad (2.2)$$

où A désigne la masse de l'échantillon mesurée hors de l'éthanol, donc dans l'air; B , la masse de l'échantillon dans l'éthanol; $\rho_{éth}$, la masse volumique de l'éthanol ($0,99707 \text{ g.cm}^{-3}$ à 25°C) et ρ_{air} , la masse volumique de l'air ($0,0012 \text{ g.cm}^{-3}$ à 25°C).

La pesée est effectuée à température ambiante de 25°C et la masse volumique réelle est moyennée sur dix mesures consécutives effectuées sur dix différents échantillons FFL.

4.2 Porosité

Un pore est défini comme des cavités dans un matériau. Si celles-ci ne débouchent pas en surface, il s'agit d'une porosité fermée. A l'inverse, si les pores débouchent en surface, on parle d'une porosité ouverte. La porosité ouverte augmente la surface spécifique d'un matériau. Lorsque les pores sont reliés entre eux, on parle de pores interconnectés. D'une manière générale, les propriétés d'un matériau poreux dépendent fortement de sa porosité, de la géométrie et de la taille des pores ainsi que de leur distribution. Selon leur taille, il existe trois types de pores [Rouquerol et al., 2003]:

- Les macropores : ce sont des pores de taille supérieure à 50 nm,
- Les mésopores : ce sont des pores dont la taille est comprise entre 2 et 50 nm,

- Les micropores : ce sont des pores de taille inférieure à 2 nm.

Comme le montre l'observation au MEB de l'échantillon FFL (**Figure 2.17**), ses pores sont essentiellement constitués par les interstices entre les fibres de lin. Ils présentent des tailles moyennes pouvant dépasser 200 μm . Ce sont des pores ouverts et interconnectés, favorisant ainsi le transfert d'humidité à l'intérieur de l'échantillon.

La porosité d'un matériau représente le rapport entre le volume des pores et le volume global de l'échantillon. La porosité de l'échantillon FFL est déterminée à partir de sa masse volumique apparente ρ_{app} et de sa masse volumique réelle ρ_0 en utilisant la relation proposée par l'IUPAC³ en 1994 :

$$p = 1 - \frac{\rho_{app}}{\rho_0} \quad (2.3)$$

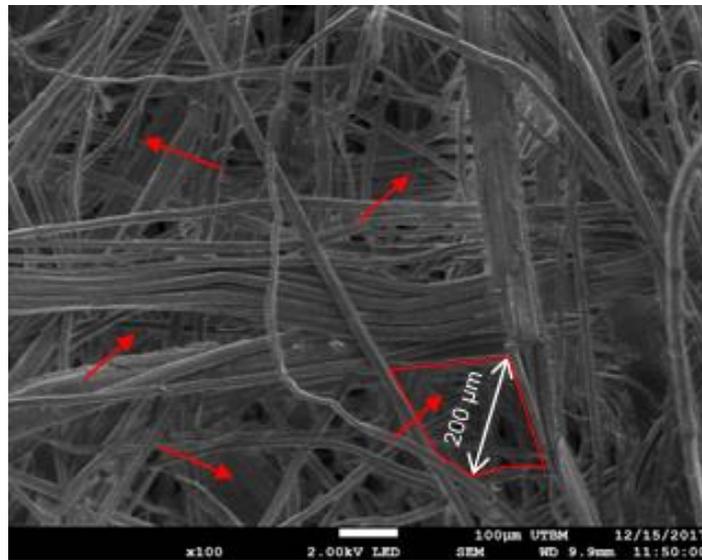


Figure 2.17 – Observation MEB de la surface de l'échantillon FFL montrant la structure des pores interstitiels

4.3 Surface spécifique

La surface spécifique σ d'un matériau poreux est évaluée par la mesure de l'aire de l'interface solide-gaz par unité de masse de l'échantillon ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$). Elle est mesurée par l'adsorption d'un gaz, l'adsorbat, par l'échantillon à caractériser (méthode BET).

L'adsorbat est généralement de l'azote mais l'adsorption d'eau peut permettre d'effectuer une mesure approximative de la surface spécifique. Lorsque la surface d'un gramme du solide sec, y compris la surface à l'intérieur de ses pores internes et externes, est entièrement recouverte d'une monocouche de molécules d'eau, l'aire de l'interface solide-adsorbat peut se calculer à partir de la surface S_m occupée par une molécule d'eau et le nombre N_m de molécules adsorbées par gramme du solide sec [Fagerlund 1973]. Cette aire correspond à la surface spécifique σ et s'exprime par :

³ International Union of Pure and Applied Chemistry

$$\sigma = S_m N_m \quad (2.4)$$

et

$$N_m = w_m \frac{N_A}{M} \quad (2.5)$$

où w_m est la quantité maximale d'adsorbat adsorbée en monocouche, N_A est le nombre d'Avogadro et M est la masse molaire de l'adsorbat.

Cette méthode suppose que les molécules d'eau adsorbées en monocouche sont sphériques, compactes et alignées (**Figure 2.18**).

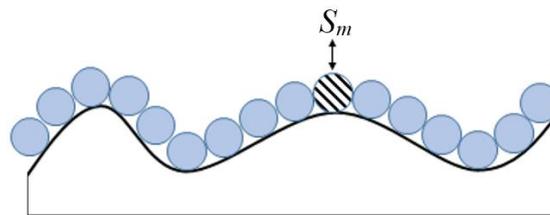


Figure 2.18 – Monocouche de molécules d'eau adsorbées sur une surface poreuse

Ainsi, la surface S_m occupée par une molécule d'eau adsorbée en monocouche est donnée par l'expression [[Fagerlund 1973](#) ; [Rouquerol et al., 2003](#)] :

$$S_m = f \left(\frac{M}{\rho_l N_A} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2.6)$$

où f est le facteur qui tient compte de l'arrangement des molécules dans la couche moléculaire et ρ_l est la masse volumique de l'adsorbat à l'état liquide.

La valeur de f dépend de l'arrangement supposé des molécules d'eau. Dans le cas d'un arrangement hexagonal compact, il vaut 1,091 [[Rouquerol et al., 2003](#)].

Dans le cas de l'eau, les différentes grandeurs étant connues, l'expression de la surface spécifique devient :

$$\sigma = 3516 w_m \quad (2.7)$$

Dans le cas de l'isolant thermique FFL, la quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche w_m sera déterminée à partir des mesures expérimentales des isothermes d'adsorption et des modèles théoriques d'adsorption isotherme (**section 2.1 du chapitre 4**) et l'on déterminera la surface spécifique de ce matériau.

4.4 Conductivité thermique

Dans un matériau, le flux de chaleur φ transféré par conduction est proportionnel au gradient de la température. Selon la loi de Fourier, le coefficient de proportionnalité représente la conductivité thermique λ du matériau, soit :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}T} \quad (2.8)$$

La conductivité thermique s'exprime en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et représente la puissance thermique surfacique transférée par unité de longueur du matériau et la différence de température.

4.5 Chaleur spécifique

La chaleur spécifique d'un matériau est la quantité d'énergie thermique nécessaire pour augmenter de 1 K la température d'une unité de masse (1 Kg) de ce matériau. Elle s'exprime en $\text{J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cette grandeur peut être caractérisée à volume constant, C_v , ou à pression constante, C_p . La méthode la plus utilisée pour déterminer la chaleur spécifique est basée sur la calorimétrie différentielle à balayage ou DSC (*Differential Scanning Calorimetry*).

A.Principe d'une calorimétrie différentielle à balayage

La **Figure 2.19** donne le schéma de principe d'un calorimètre DSC. La cellule de mesure DSC est un four comportant deux creusets ou capsules identiques reliés à un ordinateur par des thermocouples. L'un des creusets reçoit un échantillon et l'autre, vide, est le creuset de référence. Les thermocouples permettent d'enregistrer la différence de température entre l'échantillon et la référence.

Du fait de la chaleur spécifique du matériau de l'échantillon, le creuset de référence chauffe plus vite que le creuset contenant l'échantillon lorsque l'on chauffe la cellule DSC. On peut donc déterminer le flux de chaleur supplémentaire à fournir à l'échantillon pour atteindre la température du creuset vide.

De façon générale, à partir de ces mesures, le comportement du matériau est analysé au cours des phases de chauffage ou de refroidissement, fournissant ainsi des informations qualitatives et quantitatives sur les transformations physiques et chimiques entraînant des échanges de chaleur endothermiques ou exothermiques, ou des variations de chaleur spécifique.

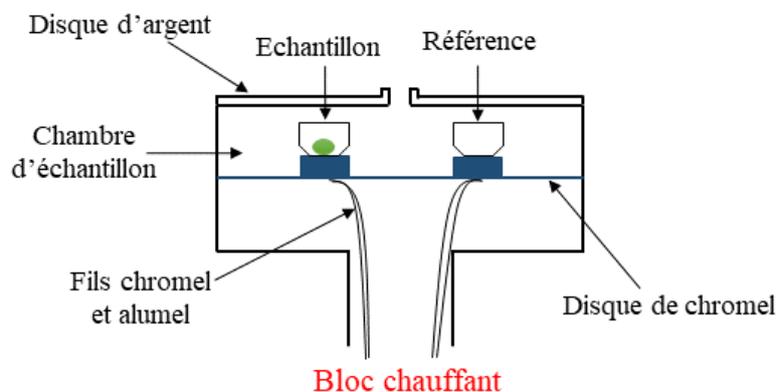


Figure 2.19 – Schéma de principe d'un calorimètre DSC

B.Mesure de la chaleur spécifique

La chaleur spécifique de l'échantillon FFL est mesurée au moyen du calorimètre DSC-Q20 (TA Instrument). Les évolutions des températures et des flux de chaleur au sein de l'échantillon

sont mesurées dans un four balayé par l'air comprimé et l'azote à 50 ml/min. Les mesures sont effectuées sur des échantillons d'environ 4,3 mg, insérés dans un creuset en aluminium, sur une plage de température allant de 5 à 50 °C et avec une vitesse de chauffe de 0,5 °C.min⁻¹.

La chaleur spécifique est mesurée par la méthode de programmation de la température continue [Legendre 2006]. Celle-ci est basée sur les mesures de trois flux thermiques réalisées dans des conditions expérimentales identiques :

- ϕ_e , le flux thermique mesuré sur l'échantillon à caractériser et de masse m_e ,
- ϕ_r , le flux thermique mesuré sur un échantillon de référence de masse m_r (eau distillée dans la présente mesure),
- ϕ_b , le flux thermique mesuré à blanc, c'est-à-dire lorsque les deux creusets sont vides.

La chaleur spécifique de l'échantillon C_p est alors calculée à partir de la relation suivante :

$$C_p(T) = C_{p_r}(T) \frac{\phi_e - \phi_b}{\phi_r - \phi_b} \frac{m_r}{m_e} \quad (2.9)$$

avec C_{p_r} , la chaleur spécifique de l'échantillon de référence (eau distillée).

Par ailleurs, dans le cas de l'échantillon FFL, différentes phases sont présentes dans l'échantillon lorsque celui-ci se trouve dans l'enceinte climatique à une humidité relative donnée : la fibre de lin et l'amidon de maïs qui constituent l'échantillon et l'air et l'humidité contenus dans les pores de l'échantillon. Par conséquent, la chaleur spécifique qui sera utilisée dans les différentes modélisations des transferts couplés chaleur-humidité qui ont lieu dans le matériau est la chaleur spécifique apparente $C_{p_{app}}$ qui est une combinaison des chaleurs spécifiques de chacune des phases en présence. Ainsi, la chaleur spécifique apparente de l'échantillon FFL en atmosphère humide est calculée par la loi des mélanges comme suit :

$$C_{p_{app}} = x_f C_{p_f} + x_v C_{p_v} + x_a C_{p_a} + x_s C_{p_s} \quad (2.10)$$

où x_i et C_{p_i} sont respectivement la fraction massique et la chaleur spécifique, selon le cas, de la fibre ($i = f$), de la vapeur d'eau ($i = v$), de l'air ($i = a$) et de l'amidon de maïs ($i = s$).

4.6 Diffusivité thermique

La diffusivité thermique α , qui s'exprime en m².s⁻¹, caractérise la capacité d'un matériau à diffuser la chaleur en régime transitoire. En effet, ce paramètre qui relie la conductivité thermique λ à la chaleur spécifique volumique ρC_p , caractérise l'inertie de la température d'un matériau suite à une variation du flux de chaleur. La diffusivité thermique s'écrit :

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (2.11)$$

4.7 Diffusivité massique

Comme la diffusion thermique, la diffusivité massique (ou le coefficient de diffusion) D_{AB} , qui s'exprime aussi en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$, caractérise la capacité d'un fluide A à diffuser dans un fluide ou un milieu B par un mouvement aléatoire des molécules. **Adolf Eugene Fick** a montré en 1855 l'analogie qui existe entre la diffusion thermique et la diffusion massique. En adoptant l'équation de conduction thermique [Fourier, 1822], il propose deux lois phénoménologiques sur la diffusion massique connues sous le nom de lois de Fick. La première caractérise le transfert de la masse sous forme d'un flux massique suite à une variation de la concentration du fluide A, soit :

$$J_A = -D_{AB} \overrightarrow{\text{grad}} W_A \quad (2.12)$$

avec :

- J_A : Flux massique de diffusion du fluide A en $\text{mol}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1}$
- W_A : Concentration du fluide A en $\text{mol}.\text{m}^{-3}$
- D_{AB} : Coefficient de diffusion du fluide A dans le fluide ou milieu B en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$

Le signe négatif dans l'expression de l'équation précédente montre que la diffusion moléculaire se fait dans le sens suivant lequel la concentration diminue. En effet, le coefficient de diffusion qui est une propriété de la physique de l'interaction A-B dépend de la température, de la pression, de la concentration et de la phase du fluide (liquide, gaz ou solide).

Dans la littérature, il existe plusieurs méthodes d'estimation du coefficient de diffusion massique [Alix et al., 2009 ; Dhakal et al. 2007 ; Ghazanfari et al. 2006 ; Stamboulis et al. 2000]. Certaines de ces méthodes sont basées sur la résolution de l'équation de la diffusion massique définissant la deuxième loi de Fick :

$$\frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(D_{eff} \frac{\partial W}{\partial z} \right) \quad (2.13)$$

Dans l'équation ci-dessus, le coefficient de diffusion D_{eff} , appelée diffusion effective, couvre différents phénomènes physiques. Les plus remarquables sont la diffusion de l'eau sous forme liquide ou vapeur, la vaporisation et la condensation.

Dans la plupart des travaux de recherche conduits sur les fibres végétales [Stamboulis et al., 2000 ; Dhakal et al., 2007 ; Ghazanfari et al., 2006], le coefficient de diffusion effective D_{eff} est estimé à partir d'une solution de l'équation 2.13, proposée par Crank [1975]. En supposant que la teneur en eau initiale W_0 est uniforme et constante sur les faces latérales d'une plaque rectangulaire d'épaisseur $2l$, cette solution s'écrit :

$$\begin{aligned} & \frac{W(z, t) - W_{eq}}{W_0 - W_{eq}} \\ &= \frac{4}{\pi} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)} \cos\left(\frac{(2i+1)\pi}{2l} z\right) \exp\left(\frac{-(2i+1)^2 \pi^2 D_{eff}}{4l^2} t\right) \end{aligned} \quad (2.14)$$

W_0 désignant la teneur en eau initiale et W_{eq} , la teneur en eau d'équilibre.

Cette équation montre que la teneur en eau $W(z, t)$ en un point de la plaque rectangulaire dépend à la fois de la durée de diffusion et aussi de la position du point.

A partir de l'expression de $W(z, t)$, la proportion d'humidité ou teneur en eau moyenne $\bar{W}(t)$ adsorbée à un instant t par la plaque, ou l'échantillon FFL dans le cas de la présente étude, est obtenue par intégration de $W(z, t)$ sur toute l'épaisseur de la plaque ou de l'échantillon, soit :

$$\bar{W}(t) = \frac{1}{2l} \int_{-l}^l W(z, t) dz \quad (2.15)$$

soit :

$$\frac{\bar{W}(t) - W_{eq}}{W_0 - W_{eq}} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i + 1)^2} \exp\left(\frac{-(2i + 1)^2 \pi^2 D_{eff} t}{4l^2}\right) \quad (2.16)$$

où W_0 , $\bar{W}(t)$ et W_{eq} sont respectivement la teneur en eau moyenne à l'instant initial, à l'instant t et à l'instant final et l , la demi-épaisseur de la plaque étudiée.

Les trois grandeurs W_0 , $\bar{W}(t)$ et W_{eq} étant mesurables expérimentalement, il est donc possible d'estimer D_{eff} par un calcul itératif simple avec une bonne précision à partir d'un certain nombre de termes de la somme de l'expression précédente, lesdits termes décroissants exponentiellement.

Dans le cas de la présente étude, l'on analyse le transfert d'humidité et de chaleur à l'intérieur de l'échantillon en forme de plaque, de l'une de ses faces à l'autre, comme dans le cas des hypothèses de la solution proposée par Crank [1975]. Cette solution est donc adoptée pour l'estimation de la diffusivité massique de l'échantillon FFL.

Trois protocoles de mesure de la diffusivité massique effective sont exposés ci-après. La norme NF EN ISO 12571 donne deux méthodes gravimétriques de mesure de la conductivité massique isotherme : la « méthode du dessiccateur » et la « méthode de la chambre climatique ». Nous essayerons dans la mesure du possible de nous en approcher au mieux.

A. Diffusivité massique par la « méthode du dessiccateur »

Des échantillons sont préalablement séchés à 60°C pendant 24 heures. Ils séjournent ensuite dans une atmosphère à une humidité relative fixée jusqu'à l'équilibre hygroscopique. L'évolution de la masse de chaque échantillon est relevée par pesée au moyen de la balance au dix-millième près (Ohaus®, PA-64). Pour les échantillons FFL étudiés, la masse est relevée toutes les deux heures pendant la première journée, puis deux fois le deuxième jour et une fois par jour à partir du 3^{ème} jour jusqu'au moment où l'accroissement de la masse entre deux mesures consécutives ne dépasse pas 1 mg.

La diffusivité massique est ensuite estimée en appliquant un algorithme de moindre au carré à l'équation 2.16. L'humidité est générée dans le dessiccateur par une solution saline saturée (voir section 4.8).

B. Diffusivité massique par la méthode de « l'enceinte climatique »

Etant donné que les échantillons subissent une l'humidification préalable dans l'enceinte climatique la diffusivité massique de l'isolant thermique FFL est également déterminée à partir des mesures de l'adsorption d'humidité dans l'enceinte climatique. Compte tenu de la ventilation dans l'enceinte climatique, à humidités relatives égales, la vitesse d'adsorption de l'humidité y est plus élevée que dans le dessiccateur.

L'étuvage préalable des échantillons est effectué comme précédemment. Les échantillons secs étant placés dans l'enceinte climatique, l'évolution de la teneur en eau de chaque échantillon est enregistrée par pesée toutes les 15 minutes jusqu'à l'équilibre hygroscopique. L'enregistrement est interrompu lorsque l'accroissement de la masse de l'échantillon entre deux mesures consécutives ne dépasse pas 1 mg. Les mesures sont conduites dans des atmosphères à 30°C et à des humidités relatives respectives de 30%, 50%, 70% et 90%.

L'estimation de la diffusivité massique est réalisée comme dans le précédent cas.

C. Mesure in situ de la diffusivité massique

L'étude du transfert couplé chaleur-humidité est conduite sur un échantillon humide placé dans le dispositif plan chaud, celui-ci étant disposé dans l'atmosphère humide de l'enceinte climatique. Outre ces conditions expérimentales, le flux de chaleur généré par l'élément chauffant provoque la perte de masse de l'échantillon par séchage. Il est par conséquent indispensable de mesurer la diffusivité massique in situ, lorsque les échanges de chaleur et d'humidité s'opèrent durant la mesure expérimentale de la conductivité thermique. A cet effet, le dispositif plan chaud est disposé dans l'enceinte climatique sur une balance et l'on enregistre la perte de masse de l'échantillon toutes les minutes durant 3 heures au moins. L'enregistrement est interrompu lorsque la condition précédente d'équilibre hygroscopique est atteinte, soit une variation de masse inférieure à 1 mg. L'estimation de la diffusivité massique in situ est alors effectuée comme précédemment.

4.8 Isotherme d'adsorption

Les isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL sont déterminées par la méthode gravimétrique. Cette méthode est basée sur l'utilisation d'une solution saturée de six différents sels minéraux qui génèrent chacun une activité de l'eau définie. **Le Tableau 2.2** donne les différents sels utilisés, la masse de sel soluble jusqu'à saturation dans 100 g d'eau distillée et l'activité de l'eau que chaque sel génère à 30°C [Greenspan 1977].

Tableau 2.2 – Activités de l'eau générées par les solutions salines saturées à 30°C

Sel	a_w	Masse du solvant (g H ₂ O)	Masse de sel soluble (g Sel)
KOH	0,0738	100	56,10
MgCl ₂	0,3244	100	36,20
NaBr	0,5603	100	49,60
NaNO ₃	0,7314	100	48,80
KCl	0,8362	100	27,04
K ₂ SO ₄	0,9700	100	11,4

Les essais sont conduits sur les échantillons de plus faible et de plus haute masse volumique, soient l'échantillon FFL₁ de 341 kg.m⁻³ et l'échantillon FFL₄ de 766 kg.m⁻³ de masse volumique, afin de relever l'influence de la masse volumique sur la capacité d'adsorption de l'humidité de l'échantillon. Pour chaque essai d'absorption, trois éprouvettes du même échantillon sont testés. Les essais sont conduits comme suit :

- Les échantillons sont préalablement séchés dans une étuve pendant 24 heures à 60°C et l'on relève la masse sèche de l'échantillon. En parallèle, un dessiccateur contenant la solution saline souhaitée est aussi préalablement disposé pendant 24 heures dans un four à 30°C afin d'atteindre l'équilibre thermique (dessiccateur et solution saline),
- Les échantillons étuvés sont ensuite disposés dans le dessiccateur de sorte qu'ils présentent le maximum possible de surface d'échange avec l'atmosphère ambiante à l'intérieur du dessiccateur, celui-ci étant hermétiquement fermé,
- La masse de l'humidité absorbée par chaque échantillon est relevée tous les deux jours par pesée au moyen d'une balance présentant une précision au dix-millième.
- La teneur en eau de l'échantillon est calculée par l'équation 2.17.

$$W = \frac{m_h - m_{db}}{m_{db}} \quad (2.17)$$

où m_h est la masse humide de l'échantillon et m_{db} est la masse sèche.

- Le relevé de la masse de l'échantillon est interrompu lorsque sa variation est inférieure à 1 mg. L'échantillon se trouve presque dans un état d'équilibre hygroscopique avec l'atmosphère du dessiccateur et la masse de l'humidité absorbée est quasi nulle. La teneur en eau de l'échantillon correspond à sa teneur en eau d'équilibre W_{eq} .

La Figure 2.20 illustre le schéma de principe du test d'adsorption de l'humidité.

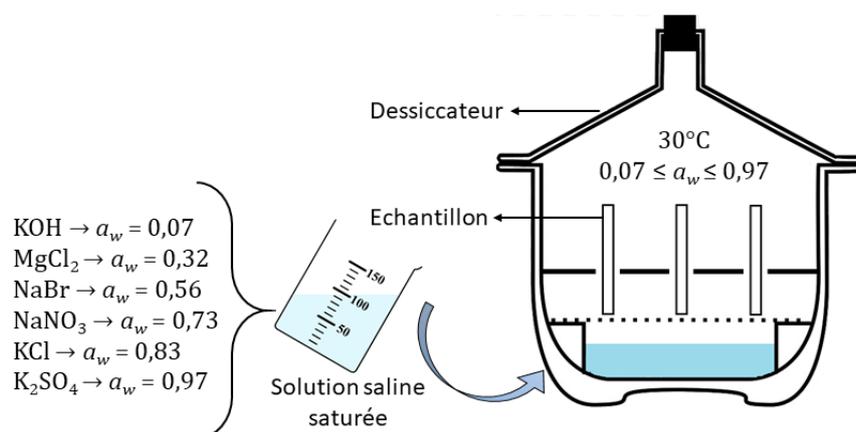


Figure 2.20 – Schéma de principe du test d'adsorption d'humidité dans un dessiccateur

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le processus de fabrication de l'échantillon FFL. Due à la structure fibreuse de l'échantillon thermique FFL, une attention est portée à son analyse au MEB. En effet, la répétabilité des mesures dépend fortement de l'homogénéité des échantillons fabriqués. Un dispositif expérimental de mesure de la conductivité thermique a été monté et le protocole expérimental associé est défini. Ce dispositif plan chaud a été validé par une comparaison des résultats de la mesure de la conductivité thermique avec ceux obtenus à l'aide d'un appareil de laboratoire étalonné. En effet, nous avons enregistré un écart d'au plus 2% entre les résultats de ces deux appareils, notamment sur un échantillon hydrophobe en matériau à changement de phase.

En outre, les protocoles de mesure expérimentale des propriétés thermo-physiques et hydriques intervenant dans la modélisation numérique des transferts couplés chaleur-humidité sont présentés. Les principaux protocoles concernent notamment la mesure de la porosité, de la masse volumique, de la surface spécifique, de la chaleur spécifique, de la diffusivité thermique et de la diffusivité massique isotherme. Trois méthodes sont mises en œuvre pour l'estimation de la diffusivité thermique isotherme dont une mesure in situ afin de se placer dans les conditions réelles des transferts de chaleur et d'humidité. L'objectif est de fournir des propriétés le plus près possible de la réalité et d'obtenir une meilleure adéquation entre les approches expérimentale et théorique.

6. Références bibliographiques

- Abderrahmene**, M., Abdelillah, B., & Fouad, G. (2017). Electrical prediction of tortuosity in porous media. *Energy Procedia*, 139, 718–724.
- Aghahadi**, M., Padayodi, E., Abboudi, S., Royon L. & Bahrani, S. A. (2017). Métrologie thermique dans un milieu hydrophile et hydrophobe : Approche expérimentale et approche numérique, *XIII^{ème} Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois, CIFQ 2017, LUSAC, Saint-Lô, France*
- Aghahadi**, M., Padayodi, E., Abboudi, S., & Bahrani, S. A. (2018). Physical modeling of heat and moisture transfer in wet bio-sourced insulating materials. *Review of Scientific Instruments*, 89(10).
- Alix**, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., & Marais, S. (2009). Bioresource Technology Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology*, 100(20), 4742–4749.
- Alongi**, A., & Mazzarella, L. (2015). Characterization of fibrous insulating materials in their application in Dynamic Insulation technology. *Energy Procedia*, 78, 537–542.
- Bahrani**, S.A., (2013) Thèse de doctorat, Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hygrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse.
- Brunauer**, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society*, 60(2), 309-319.
- Crank**, J. (1975). *The Mathematics of Diffusion*: second Ed. Clarendon Press.
- Dhakal**, H. N., Zhang, Z. Y., & Richardson, M. O. W. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 67(7–8), 1674–1683.
- Fagerlund**, G. (1973). Determination of specific surface by the BET method. *Matériaux et Construction*, 6(3), 239-245.
- Ghazanfari**, A., Emami, S., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2006). Thin-layer drying of flax fiber: I. Analysis of modeling using Fick's second law of diffusion. *Drying Technology*, 24(12), 1631–1635.
- Greenspan**, L. (1977). Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. *Journal of research of the national bureau of standards*, 81(1), 89-96.
- Jannot**, Y., Degiovanni, A., Grigorova-Moutiers, V., & Godefroy, J. (2017). A passive guard for low thermal conductivity measurement of small samples by the hot plate method. *Measurement Science and Technology*, 28(1), 15008.
- Jannot**, Y., Felix, V., & Degiovanni, A. (2010). A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials. *Measurement Science and Technology*, 21(3), 035106.
- Juszczak**, L., Fortuna, T., & Wodnicka, K. (2002). Characteristics of cereal starch granules surface using nitrogen adsorption. *Journal of Food Engineering*, 54(2), 103–110.

Kok, M. D. R., Jervis, R., Tranter, T. G., Sadeghi, M. A., Brett, D. J. L., Shearing, P. R., & Gostick, J. T. (2018). Mass transfer in fibrous media with varying anisotropy for flow battery electrodes: Direct numerical simulations with 3D X-ray computed tomography. *Chemical Engineering Science*, Article in press

Laaroussi, N., Lauriat, G., Garoum, M., Cherki, A., & Jannot, Y. (2014). Measurement of thermal properties of brick materials based on clay mixtures. *Construction and Building Materials*, 70, 351–361.

Ladevie, B., Fudym, O., & Batsale, J. C. (2000). A new simple device to estimate thermophysical properties of insulating materials. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 27(4), 473–484.

Legendre, B., Girolamo, D., Le Parlouer, P., & Hay, B. (2006). Détermination des capacités thermiques en fonction de la température par calorimétrie de chute. *Revue Française de Métrologie*, 1, 23–30.

Nabovati, A., Llewellyn, E. W., & Sousa, A. C. M. (2009). A general model for the permeability of fibrous porous media based on fluid flow simulations using the lattice Boltzmann method. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(6–7), 860–869.

Rouquerol, F., Luciani, L., Llewellyn, P., Denoyel, R., & Rouquerol, J. (2003). Texture des matériaux pulvérulents ou poreux. *Techniques de l'Ingénieur*, P1050(0), 1–24

Stamboulis, A., Baillie, C. A., Garkhail, S. K., Van Melick, H. G. H., & Peijs, T. (2000). Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix. *Applied Composite Materials*, 7(5–6), 273–294.

Woudberg, S. (2017). Permeability prediction of an analytical pore-scale model for layered and isotropic fibrous porous media. *Chemical Engineering Science*, 164, 232–245.

Xu, W., Jia, M., & Gong, Z. (2018). Thermal conductivity and tortuosity of porous composites considering percolation of porous network: From spherical to polyhedral pores. *Composites Science and Technology*, 167(July), 134–140.

Zhang, X., & Degiovanni, A. (1993). Mesure de l'effusivité thermique de matériaux solides et homogènes par une méthode de "sonde" plane. *Journal de Physique III*, 3(6), 1243–1265.

Chapitre 3

Problème physique et modélisation mathématique

Table des matières

TABLE DES FIGURES	84
LISTE DES TABLEAUX	84
1. INTRODUCTION	85
2. MODELISATION PHYSIQUE DES TRANSFERTS COUPLES CHALEUR-HUMIDITE	85
2.1 TRANSFERT DE CHALEUR.....	86
2.2 TRANSFERT DE MASSE	86
2.3 TRANSFERT COUPLE CHALEUR-HUMIDITE	87
A. <i>Hypothèses simplificatrices</i>	<i>87</i>
B. <i>Conditions aux limites et initiales</i>	<i>89</i>
3. RESOLUTION NUMERIQUE	90
3.1 DISCRETISATION DES EQUATIONS DE TRANSFERTS DE CHALEUR ET D'HUMIDITE	90
A. <i>Discrétisation des équations du transfert couplé</i>	<i>90</i>
B. <i>Conditions initiales et aux limites</i>	<i>92</i>
3.2 SIMULATION NUMERIQUE DU TRANSFERT COUPLE.....	92
A. <i>Simulation sous COMSOL Multiphysics®</i>	<i>92</i>
B. <i>Résultats de la simulation sous COMSOL Multiphysics®</i>	<i>94</i>
C. <i>Résultats de la simulation sous MATLAB</i>	<i>98</i>
3.3 ESTIMATION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE.....	99
3.4 VALIDATION DU MODELE NUMERIQUE 1D	101
3.5 SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE A LA VARIATION DES PROPRIETES HYGROTHERMIQUES DE L'ECHANTILLON FFL	103
4. CONCLUSION	104
5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	105

Table des Figures

Figure 3.1 – Détail du dispositif plan chaud (a), conditions aux limites appliquées sur l'échantillon FFL (b)	90
Figure 3.2 – Schéma de discrétisation axiale (1D) suivant l'épaisseur de l'échantillon	91
Figure 3.3 – Géométrie 3D schématisant la moitié du dispositif plan chaud modélisé sous COMSOL®	94
Figure 3.4 – Température dans l'échantillon et le bloc d'aluminium : (a) Isothermes dans une section droite verticale (O, x, y) à l'instant final ($t=10800$ s), (b) Evolution des profils de température le long de l'axe Ox à différents instants.....	95
Figure 3.5 – Courbes isothermes (à gauche) et Profils de température (à droite) à l'interface échantillon-élément chauffant ($x = 0$), dans une section droite à mi-épaisseur de l'échantillon ($x = e_1/2$) et à l'interface échantillon-bloc d'aluminium ($x = e_1$).	96
Figure 3.6 – Variation des composantes des flux de chaleur surfaciques suivant Ox, Oy et Oz au centre de l'échantillon	97
Figure 3.7 – Evolution des températures $T_c(t)$ et $T_0(t)$ au centre des faces de l'échantillon en contact respectivement avec l'élément chauffant et le bloc d'aluminium et de la température au milieu de l'échantillon.	98
Figure 3.8 – Teneur en eau de l'échantillon (en kg_{H_2O}/kg_{db} soit kg d'eau par kg de matière sèche) après 300 secondes de transfert hygrothermique	98
Figure 3.9 – Evolution expérimentale et numérique de la température $T_0(t)$ sur la face arrière de l'échantillon pour différentes valeurs de λ_0	99
Figure 3.10 – Thermogrammes minimisés pour deux valeurs de λ_0 relativement éloignées	101
Figure 3.11 – Températures expérimentales et calculées par le modèle 1D pour quelques itérations du processus d'estimation de la conductivité thermique	101
Figure 3.12 – Comparaison des températures relatives $\theta(t) = T_0(t)-T_i$: données expérimentales vs modèle 1D et données du modèle 3D (COMSOL) vs modèle 1D	102

Liste des tableaux

Tableau 3.1 – Paramètres numériques utilisés dans la modélisation par EF sous COMSOL®	94
Tableau 3.2 – Influence de la valeur initiale de λ_0 sur la valeur estimée de $\lambda_{app, e}$ et comparaison avec la valeur réelle.....	100
Tableau 3.3 – Conductivité thermique estimée par le modèle 1D avec $T_c(t)$ de COMSOL et Expérimentale	102
Tableau 3.4 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL ₁	103
Tableau 3.5 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL ₂	103
Tableau 3.6 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL ₃	104
Tableau 3.7 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL ₄	104

1. Introduction

Le présent chapitre aborde l'approche théorique des transferts couplés chaleur-humidité au sein d'un matériau hydrophile. En effet, le transfert d'humidité a une interaction plus ou moins forte avec le transfert de chaleur, en influant de ce fait sur les propriétés thermo-physiques de celui-ci, notamment sur sa conductivité thermique. Ainsi, le gradient d'humidité influe sur le gradient de température et vice versa. Par conséquent, la modélisation du transfert de la chaleur au sein d'un matériau hydrophile en environnement humide s'accompagne nécessairement une modélisation simultanée du transfert d'humidité.

A cet effet, dans le présent chapitre, la modélisation des transferts simultanés de la chaleur et de l'humidité au sein des matériaux bio-sourcés étudiés (en Feutre de Fibres de Lin (FFL)) est effectuée grâce à un couplage entre les équations de transfert de la chaleur d'humidité. Ce couplage est qualifié de fort si un transfert influence l'autre et vice versa. Dans le cas où cette influence est unilatérale, le couplage est dit faible.

Le modèle développé ici sera appliqué à des isolants FFL présentant des hygrométries variables sous l'action d'un flux de chaleur provoqué à l'intérieur du dispositif plan chaud. L'analogie entre les conditions expérimentales et numériques permettra une meilleure comparaison des valeurs de la conductivité thermique résultant des deux approches. Pour l'estimation théorique de la conductivité thermique, les équations couplées *1D* transitoires seront discrétisées par différences finies et résolues avec le code MATLAB®.

Une analyse de sensibilité du modèle aux propriétés hygrothermiques de l'échantillon FFL sera effectuée par la méthode de calcul des sensibilités réduites de Beck et Arnold [1977] en vue d'établir une modélisation inverse pour l'estimation de la conductivité thermique.

Enfin, une analyse complète tridimensionnelle du modèle de transfert simultané de la chaleur et de l'humidité sera également proposée sous *COMSOL Multiphysics*® pour une corrélation avec le modèle *1D* développé. Une comparaison des données théoriques avec les résultats expérimentaux obtenus avec le dispositif plan chaud permettra de valider ces deux modèles.

2. Modélisation physique des transferts couplés chaleur-humidité

Compte tenu de la complexité de la morphologie de la fibre de lin et de la multiplicité des phases en présence dans l'isolant FFL, les phénomènes des transferts couplés chaleur-humidité au sein de cet échantillon sont ici modélisés à l'échelle macroscopique. A cette échelle, ce matériau est supposé homogène et possédant des propriétés effectives résultant des propriétés intrinsèques de chacune des phases en présence dans l'isolant thermique. D'autres simplifications sont également considérées : étant donné que la phase solide est immobile et indéformable, seule les phases liquide et gazeuse sont considérées dans le bilan massique. Pour la phase gazeuse, la fraction d'air sec peut également être considérée comme immobile [Moyné et Perre, 1991]. Ainsi, dans le bilan massique, on ne considère que la vapeur d'eau.

A l'échelle macroscopique, le flux de chaleur généré par l'élément chauffant vaporise l'humidité adsorbée au sein de l'isolant FFL. Compte tenu de la grande taille des pores de l'échantillon FFL et des conditions hygroscopiques expérimentales, la diffusion capillaire peut être négligée et le transport de la vapeur d'eau s'effectue principalement par la diffusion

Fickienne au sein de l'isolant FFL. Pour cette raison, on introduit la chaleur latente de vaporisation de l'eau dans le modèle simulant le transfert de masse et de chaleur et on se basera sur les modèles proposés dans la littérature pour simuler le séchage des matériaux bio-sourcés [Moyne et Martin, 1982 ; Perre et Degiovanni, 1990 ; Moyne et Perre, 1991 ; Qin et al., 2006 ; Abahri et al., 2011].

2.1 Transfert de chaleur

La description des phénomènes de transfert de chaleur au sein d'un matériau poreux peut directement s'inspirer des modèles classiques de transfert de chaleur en milieu continu basés sur la conduction, la convection et le rayonnement thermique.

Compte tenu de la complexité de la géométrie des pores et des contraintes que cela induit, un changement d'échelle (par homogénéisation ou par prise de moyenne volumique) s'avère essentiel pour la mise en œuvre des considérations posées ci-dessus. Ainsi, les équations macroscopiques sont obtenues à partir d'une approche microscopique sur un volume élémentaire représentatif (VER) du milieu poreux, notamment par prise de moyenne volumique. Néanmoins, la taille micrométrique des pores fait que la conduction thermique est le mode de transfert de la chaleur le plus dominant au sein d'un matériau poreux. En effet, la convection et le rayonnement dans la masse du matériau poreux peuvent être évalués à travers un coefficient de conductivité thermique global ou "apparent" λ_{app} et un terme de changement de phase $\dot{m} L_v$. L'expression du flux de chaleur $\vec{\varphi}$ s'écrit alors comme suit :

$$\vec{\varphi} = -\lambda_{app} \vec{\nabla} T - \dot{m} L_v \quad (3.1)$$

où L_v est la chaleur latente de vaporisation, \dot{m} est la quantité d'eau évaporée par unité de volume et par unité de temps.

2.2 Transfert de masse

Le transfert de masse au sein d'un milieu poreux non réactif s'effectue selon trois phases distinctes : la phase liquide, la vapeur d'eau et l'air [Moyne et Perre, 1991]. En se basant sur l'équation de conservation de la masse sans le terme de la source interne, le flux massique total passant à travers le milieu poreux est la somme des flux massiques de ces trois phases.

Ainsi, à une échelle macroscopique, le bilan massique s'écrit pour chaque phase :

- liquide :

$$\rho_0 \frac{\partial W_l}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{n}_l - \dot{m} \quad (3.2)$$

- vapeur d'eau :

$$\rho_0 \frac{\partial W_v}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{n}_v + \dot{m} \quad (3.3)$$

- air :

$$\rho_0 \frac{\partial W_a}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{n}_a \quad (3.4)$$

où :

- W_l, W_v et W_a sont respectivement la fraction massique de la phase liquide, de la vapeur d'eau et de l'air, par unité de masse du solide sec.
- n_l, n_v et n_a sont respectivement les flux massiques de la phase liquide, de la vapeur d'eau et de l'air.
- \dot{m} est la quantité d'eau évaporée par unité de volume et par unité de temps.
- ρ_0 est la masse volumique réelle du solide à l'état sec.

Remarquons que les signes devant la grandeur \dot{m} dans les **équations 3.2** et **3.3** traduisent respectivement la perte de la phase liquide par évaporation et l'accroissement corrélative de la phase vapeur.

2.3 Transfert couplé chaleur-humidité

A. Hypothèses simplificatrices

Le modèle de transfert couplé chaleur-humidité proposé est basé sur les hypothèses suivantes :

- Le modèle est développé à l'échelle macroscopique,
- Les transferts de chaleur et d'humidité sont supposés unidirectionnels,
- A l'échelle macroscopique, le milieu poreux est supposé homogène, indéformable et non réactif,
- L'air est supposé immobile grâce à l'hypothèse de la faible dimension des pores,
- La diffusion capillaire est négligeable devant la diffusion Fickienne,
- Il n'y a pas d'accumulation de l'humidité au sein du milieu poreux,
- Le coefficient de diffusion effective est supposé constant ; l'écart des températures considérées dans le modèle est relativement faible.

Sur la base de ces hypothèses, le bilan massique de la phase liquide et vapeur d'eau s'écrit :

$$\rho_0 \frac{\partial W_v}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[\rho_0 \left(D_w^v \frac{\partial W_v}{\partial x} + D_T^v \frac{\partial T}{\partial x} \right) \right] + \dot{m} \quad (3.5)$$

avec D_w^v , la diffusivité massique isotherme en phase vapeur ($m^2 \cdot s^{-1}$) et D_T^v , la diffusivité massique non-isotherme en phase vapeur ($m^2 \cdot s^{-1} \cdot K^{-1}$).

En supposant que le terme d'accumulation de la vapeur d'eau au sein de l'isolant FFL est négligeable devant le terme de transport, la quantité d'eau évaporée par unité de volume du milieu poreux et par unité de temps s'écrit :

$$\dot{m} = - \frac{\partial}{\partial x} \left[\rho_0 \left(D_w^v \frac{\partial W_v}{\partial x} + D_T^v \frac{\partial T}{\partial x} \right) \right] \quad (3.6)$$

Ce terme peut encore être simplifié en se basant sur l'hypothèse que la variation de la température n'influe pas sur la diffusion massique. C'est-à-dire que le coefficient de diffusion massique non-isotherme en phase vapeur est très faible par rapport au coefficient de diffusion massique isotherme en phase vapeur, soit $D_T^v \ll D_w^v$, une hypothèse qui sera confirmée par les résultats du chapitre suivant (**Tableau 4.4**).

Ainsi, l'expression de la quantité d'eau évaporée par unité de volume du milieu poreux et par unité de temps devient :

$$\dot{m} = -\frac{\partial}{\partial x} \left(\rho_0 D_w^v \frac{\partial W_v}{\partial x} \right) \quad (3.7)$$

A une échelle macroscopique, en négligeant l'énergie cinétique et en faisant l'hypothèse que l'eau adsorbée dans les pores ne forme pas une phase distincte, l'équation du bilan d'énergie s'écrit :

$$\rho_0 C_{p_{app}} \frac{\partial T}{\partial t} = -\lambda_{app} \vec{\nabla} T - \dot{m} L_v \quad (3.8)$$

où :

- ρ_0 est la masse volumique réelle du milieu poreux à l'état sec,
- L_v est la chaleur latente de vaporisation,
- λ_{app} est la conductivité thermique apparente du milieu poreux,
- $C_{p_{app}}$ est la chaleur spécifique apparente du milieu poreux par unité de masse du solide sec.

La chaleur spécifique apparente $C_{p_{app}}$ est calculée par la loi des mélanges à partir des chaleurs spécifiques des différentes phases en présence dans le milieu poreux (**Equation 2.10** du **chapitre 2**).

Ainsi, le bilan thermique, en transfert unidirectionnel transitoire, s'écrit :

$$\rho_0 C_{p_{app}} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[\lambda_{app} \frac{\partial T}{\partial x} \right] - \dot{m} L_v \quad (3.9)$$

En tenant compte de l'expression de la quantité d'eau évaporée par unité de volume du milieu poreux et par unité de temps \dot{m} (**Equation 3.7**), le bilan thermique s'écrit :

$$\rho_0 C_{p_{app}} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[\lambda_{app} \frac{\partial T}{\partial x} + \rho_0 D_w^v L_v \frac{\partial W_v}{\partial x} \right] \quad (3.10)$$

Les **équations 3.7** et **3.10** montrent que le couplage dans le modèle étudié est un couplage faible puisque le gradient thermique a peu d'influence sur la quantité d'eau évaporée alors que le gradient d'humidité affecte la température.

B. Conditions aux limites et initiales

Comme décrit au **chapitre 2**, la mesure de la conductivité thermique apparente s'effectue sur des échantillons ayant préalablement séjourné pendant 2 heures dans une atmosphère à 30°C et à des humidités relatives de 30%, 50%, 70% et 90%. L'échantillon adsorbe ainsi l'humidité ambiante et présente une teneur en eau donnée W , dépendant de l'humidité ambiante. La valeur de W atteinte au bout de 2 heures d'adsorption en atmosphère hygrométrique, qui correspond aussi à la teneur en eau de l'échantillon dès le démarrage du test de mesure de la conductivité thermique apparente, est la teneur en eau initiale W_i . Le dispositif de mesure étant disposé dans l'enceinte climatique dans les mêmes conditions hygrothermiques ambiantes, il apparaît que les faces libres de l'échantillon (ses cotés latéraux) sont soumises aux mêmes conditions pendant tout le test.

Comme illustré sur la **Figure 3.1**, les conditions initiales et aux limites associées à l'échantillon et au dispositif plan chaud sont définies comme suit :

- A l'instant initial, l'isolant FFL présente une teneur en eau W_i et température T_i , soit :

$$\text{à } t = 0 \rightarrow \begin{cases} W = W_i \\ T = T_i \end{cases} \quad (3.11)$$

- A l'interface entre l'échantillon et l'élément chauffant, soit $x = 0$, on admet que le transfert de masse est très faible et que seul le flux de chaleur généré par l'élément chauffant est transmis à l'échantillon FFL, soit :

$$\text{à } t > 0 \text{ et } x = 0 \rightarrow \begin{cases} \frac{\partial W_v}{\partial x} = 0 \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = \varphi \end{cases} \quad (3.12)$$

- A l'interface entre l'échantillon et le bloc d'aluminium, soit $x = e_1$, on admet également que le transfert de masse est très faible et que la température de l'échantillon est égale à la température T_{alu} du bloc d'aluminium, soit :

$$\text{à } t > 0 \text{ et } x = e_1 \rightarrow \begin{cases} \frac{\partial W_v}{\partial x} = 0 \\ T = T_{alu} \end{cases} \quad (3.13)$$

D'un point de vue pratique, la température T_{alu} du bloc d'aluminium peut être assimilée à la température ambiante T_i au sein de l'enceinte climatique. Néanmoins, la température $T_0(t)$ relevée par le thermocouple placé au centre de l'interface échantillon-bloc d'aluminium est légèrement supérieure à la température initiale T_i . En effet, au voisinage de l'interface échantillon-bloc d'aluminium, la température T_{alu} est d'environ 2°C supérieure à la température initiale T_i , d'après les relevés expérimentaux (résultats confirmés numériquement sous COMSOL ($\Delta T \sim +2,2^\circ\text{C}$; **Figure 3.4b**)).

Dans le modèle développé sous MATLAB, pour simuler au mieux les conditions expérimentales et corréliser au mieux les valeurs théoriques et les mesures expérimentales de $T_0(t)$, un terme de convection thermique a été rajouté à l'expression de l'**équation 3.10**. En effet, les côtés

latéraux libres de l'échantillon sont en réalité soumis à des échanges convectifs. En désignant respectivement par h , S_l et V le coefficient de convection, l'aire totale des côtés libres de l'échantillon et le volume de celui-ci, le flux convectif $hS_l\Delta T/V$ sera considéré comme un terme source dans l'équation 3.10:

$$\rho_0 C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[\lambda_{app} \frac{\partial T}{\partial x} + \rho_0 D_w^v L_v \frac{\partial W_v}{\partial x} \right] - \frac{hS_l\Delta T}{V} \quad (3.14)$$

Dans la sous-section A de la section 3.2, nous présenterons l'influence de ce terme convectif sur la température du bloc d'aluminium au voisinage de l'échantillon.

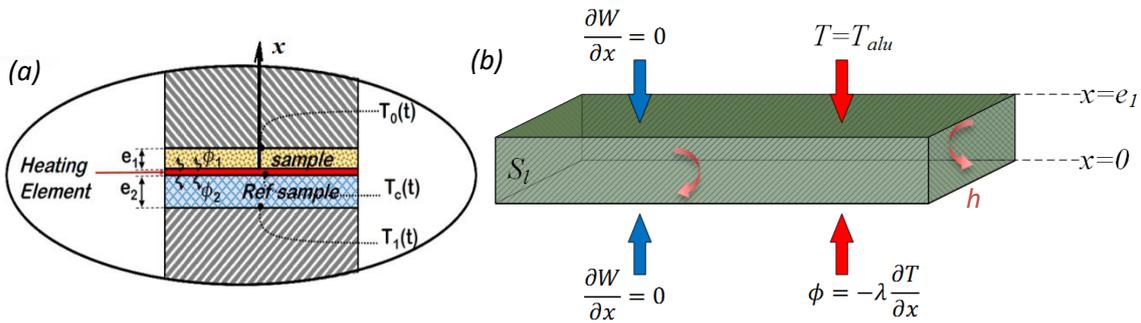


Figure 3.1 – Détail du dispositif plan chaud (a), conditions aux limites appliquées sur l'échantillon FFL (b)

3. Résolution numérique

La modélisation numérique des transferts couplés chaleur-humidité a été menée par deux approches : la première repose sur une discrétisation par différences finies des équations de transferts monodimensionnels établies ci-dessus et la seconde consiste en une modélisation tridimensionnelle plus complète, sous *COMSOL multiphysics*, prenant en compte les conditions hygrothermiques à l'intérieur même de l'échantillon et du dispositif expérimental.

3.1 Discrétisation des équations de transferts de chaleur et d'humidité

A. Discrétisation des équations du transfert couplé

Le système d'équations 3.15 (équations 3.7 et 3.14) associé aux conditions initiales et aux limites définies ci-dessus est discrétisé par la méthode des différences finies explicite. A cet effet, un schéma avancé en temps est utilisé pour le terme de stockage et un schéma centré pour le terme spatial de conduction. Pour simplifier, posons $\dot{m} = \frac{\partial W}{\partial t}$, les équations 3.7 et 3.14 s'écrivent :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial x} \left(\rho_0 D_w^v \frac{\partial W_v}{\partial x} \right) \\ \rho_0 C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[\lambda_{app} \frac{\partial T}{\partial x} + \rho_0 D_w^v L_v \frac{\partial W_v}{\partial x} \right] - \frac{hS_l\Delta T}{V} \end{cases} \quad (3.15)$$

Si on discrétise l'épaisseur de l'échantillon en $(N-1)$ éléments de longueur $\Delta x = e_1 / (N - 1)$, voir **Figure 3.2** et si on note :

$$\begin{aligned} T(x_i, t_n) &= T_i^n \\ \text{Et} \quad W(x_i, t_n) &= W_i^n \end{aligned} \tag{3.16}$$

La forme discrétisée des équations s'écrit :

- Bilan massique :

$$\begin{aligned} W_i^{n+1} &= W_i^n - \alpha_D (W_{i-1}^n - 2W_i^n + W_{i+1}^n) \\ i &= 1, 2, \dots, N \text{ et } n = 1, 2, \dots, Nt \end{aligned} \tag{3.17}$$

Avec :
$$\alpha_D = \rho_0 D_w^v \frac{\Delta t}{\Delta x^2}$$

- Et celle du bilan d'énergie :

$$\begin{aligned} T_i^{n+1} &= T_i^n + \alpha_T (T_{i-1}^n - 2T_i^n + T_{i+1}^n) + \alpha_L (W_i^n - W_{i-1}^n) - H (T_i^n - T_{ext}^n) \\ i &= 1, 2, \dots, N - 1 \text{ et } n = 1, 2, \dots, Nt \end{aligned} \tag{3.18}$$

Avec :

$$\begin{aligned} \alpha_T &= \alpha \frac{\Delta t}{\Delta x^2} \\ \alpha_L &= \frac{D_w^v L_v \Delta t}{C_{p_{app}} \Delta x} \\ H &= \frac{h S_l}{\rho_0 C_{p_{app}} V} \end{aligned}$$

où :

- α est la diffusivité thermique du matériau;
- Δt et Δx sont respectivement les pas d'espace et du temps

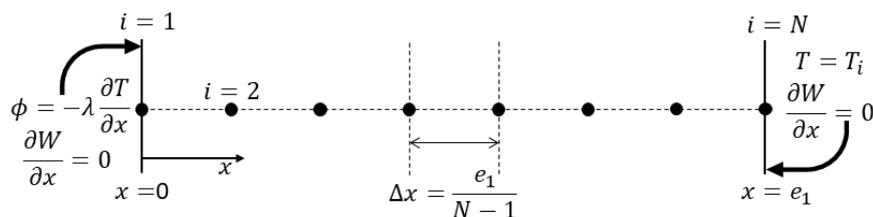


Figure 3.2 – Schéma de discrétisation axiale (1D) suivant l'épaisseur de l'échantillon

B. Conditions initiales et aux limites

Les conditions initiales de l'équation 3.11 s'appliquent à toutes les mailles et les conditions aux limites des équations 3.12 et 3.13 sont respectivement appliquées à la première et à la dernière maille du schéma de discrétisation :

- Les conditions initiales de la teneur en eau et de la température deviennent :

$$T_i = T_0 \text{ et } W_i = W_0 \quad \text{à } t = 0 \quad (3.19)$$

- Les conditions aux limites s'écrivent :

Pour $x = 0$

$$\begin{aligned} W_1^{n+1} &= W_1^n - 2\alpha_D(W_2^n - W_1^n) ; i=1 \\ T_1^{n+1} &= T_1^n + 2\alpha_T\left(T_2^n - T_1^n - \frac{\Delta x}{\lambda}\varphi\right) + \alpha_L(W_1^n - W_2^n) - H(T_1^n - T_{ext}^n) ; i=1 \end{aligned} \quad (3.20)$$

Pour $x = e_1$

$$\begin{aligned} W_N^{n+1} &= W_N^n - 2\alpha_D(W_{N-1}^n - W_N^n) ; i=N \\ T_{N-1}^{n+1} &= T_{N-1}^n + \alpha_T(T_{N-2}^n - 2T_{N-1}^n + T_c^n) + \alpha_L(W_N^n - W_{N-1}^n) \\ &\quad - H(T_N^n - T_{ext}^n) ; i=N-1 \end{aligned} \quad (3.21)$$

3.2 Simulation numérique du transfert couplé

La modélisation numérique du transfert couplé chaleur-humidité est menée par deux approches différentes dont les résultats feront l'objet d'une comparaison :

- Une modélisation 3D par éléments finis (EF) sous *COMSOL Multiphysics*®5.3a dont les relations de base sont modifiées pour correspondre au système d'équations de transfert couplé écrit (équation 3.15 excepté le terme convectif).
- Une modélisation 1D du schéma de discrétisation aux différences finies du système d'équations de transfert couplé (équation 3.15) avec le code MATLAB®.

A. Simulation sous COMSOL Multiphysics®

Le module "*Matériaux de construction*" du logiciel *COMSOL Multiphysics*®5.3a a été modifié puis mis en œuvre pour la modélisation du transfert couplé chaleur-humidité. Ce module implémente le couplage chaleur-humidité au sein d'un matériau poreux en prenant à la fois en compte la pression de saturation définissant l'humidité ou la teneur en eau au sein du matériau et le changement de phase s'appliquant aux différentes phases en présence dans le matériau (liquide, vapeur, air, solide), tel que détaillé à la section 4 du chapitre 1.

Le système d'équations général de ce module a été modifié pour qu'il soit adapté au modèle de transfert couplé proposé en section 3. Les équations de bilan d'énergie et de transport d'humidité mises en œuvre dans ce module sont exprimées comme suit :

- Pour le transfert de la chaleur, on a :

$$(\rho C_p)_{eff} \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot q = Q \quad (3.22)$$

avec :

$$q = - \left(\lambda_{eff} \nabla T + L_v \delta_p (\phi P_{sat}) \right) \quad (3.23)$$

où :

- P_{sat} la pression de saturation de la vapeur d'eau (Pa),
- δ_p la perméabilité de la vapeur d'eau (s),
- ϕ l'humidité relative,
- Q la source de chaleur volumique interne ($W \cdot m^{-3}$),
- λ_{eff} la conductivité thermique effective ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)

En posant $Q = 0$, $P_{sat} = 1$ et $\delta_p = \rho_0 D_w^v$, on obtient la même équation d'énergie exprimée par l'équation 3.10.

- Pour le transport d'humidité, on a :

$$\xi \frac{\partial \phi}{\partial t} + \nabla \cdot g = G \quad (3.24)$$

avec :

$$g = - \left(\xi D_w \nabla \phi + \delta_p \nabla (\phi P_{sat}) \right) \quad (3.25)$$

où :

- ξ est la capacité de stockage de l'humidité ($kg \cdot m^{-3}$),
- D_w est la diffusivité massique de la vapeur ($m^2 \cdot s^{-1}$),
- G est la source de l'humidité interne ($kg \cdot m^{-3} \cdot s^{-1}$).

Comme précédemment, en posant $\xi = 1$, $P_{sat} = 1$, $G = 0$ et $\delta_p = D_w^v$, on obtient la même équation de transport d'humidité exprimée par l'équation 3.8.

Ces modifications nous permettent ainsi d'obtenir le système d'équations du transfert couplé chaleur-humidité défini par l'équation 3.15. La simulation par la méthode des éléments finis (EF) à l'aide de COMSOL Multiphysic® se trouve par conséquent calée sur le même système d'équations qui sera implémenté dans le code MATLAB®. Néanmoins la simulation sous Comsol est effectuée en 3D et celle sous Matlab est effectuée en 1D.

La modélisation 3D ne prend en compte que l'échantillon FFL et le bloc d'aluminium supérieur (Figure 3.3).

Les conditions aux frontières sont définies comme suit (Figure 3.3a) :

- Pour le transfert thermique, une convection naturelle est appliquée sur les faces libres du bloc d'aluminium et de l'échantillon.

- Pour le transport d’humidité, les faces des côtés latéraux de l’échantillon sont considérées ouvertes afin de créer des conditions proches des conditions expérimentales.

Les paramètres de simulation utilisés dans la modélisation par EF sont donnés dans le

Tableau 3.1. Un maillage fin avec des éléments tétraédriques est appliqué à la géométrie 3D (**Figure 3.3b**) et une solution temporelle est calculée sur une période de 0 à 10800 s, soit 3 h, temps correspondant à la durée des mesures expérimentales, avec un pas de temps de 1 s.

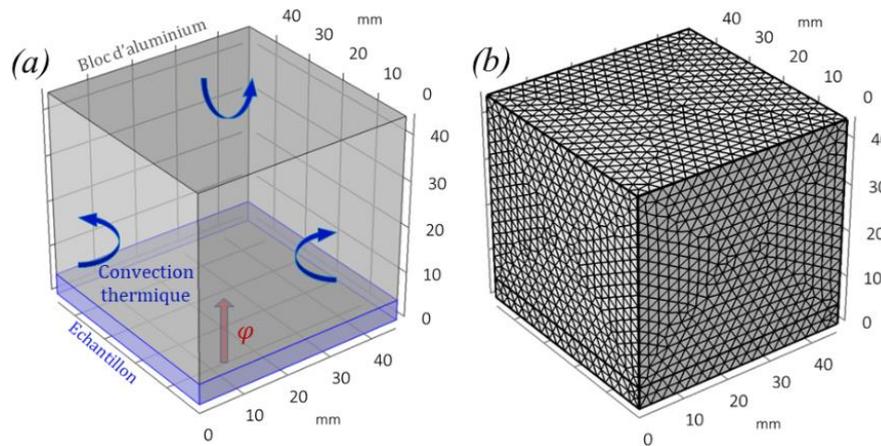


Figure 3.3 – Géométrie 3D schématisant la moitié du dispositif plan chaud modélisé sous COMSOL®

Tableau 3.1 – Paramètres numériques utilisés dans la modélisation par EF sous COMSOL®

Paramètres	Echantillon FFL	Bloc d'aluminium
Température initiale : T_i (°C)	29,62	29,62
Capacité calorifique volumique : $\rho C_{p_{app}}$ ($J \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}$)	$6,67 \times 10^5$	$2,43 \times 10^6$
Conductivité thermique : λ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	0,031	238
Diffusion effective : D_w ($m^2 \cdot s^{-1}$)	$1,59 \times 10^{-11}$	-
Flux de chaleur surfacique : φ ($W \cdot m^{-2}$)	0,11	-
Convection thermique : h ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$)	7,5	7,5
Epaisseur : e (mm)	4,5	40
Teneur en eau initiale : W_i	0,086	-
Humidité relative ambiante : HR	30%	30%

B. Résultats de la simulation sous COMSOL Multiphysics®

La simulation du dispositif expérimental du plan chaud sous COMSOL® permettra de vérifier certaines hypothèses conditionnant la validité de ce dispositif, en particulier le transfert unidirectionnel de la température sur l’axe Ox du dispositif et la condition d’un milieu semi-infini que l’échantillon doit satisfaire (voir **chapitre 1**).

La **Figure 3.4a** montre le champ de distribution de la température dans l’échantillon et le bloc d’aluminium à l’instant final ($10800^{ème}$ s), dans une section droite (Ox, y). La **Figure 3.4b** trace

la courbe de la température le long de l'axe Ox et son évolution toutes les demi-heures environ.

Il est évident qu'à chaque instant, la température du bloc d'aluminium est assez homogène avec un gradient de température quasi-nul suivant son épaisseur, confirmant ainsi le rôle que cette pièce joue dans un dispositif plan chaud, notamment celui de favoriser l'écoulement du flux de chaleur traversant l'échantillon (grâce à son coefficient de conductivité thermique élevé et la convection sur ses faces libres). Ainsi, la perturbation thermique créée par l'élément chauffant sur l'une des faces de l'échantillon ne se fait pas ressentir sur sa face opposée de sorte que l'échantillon, en dépit de sa faible épaisseur, respecte l'hypothèse majeure d'un milieu semi-infini, telle que posée au **chapitre 1** et les courbes de la **Figure 3.4b** confirment bien que la température sur la face opposée de l'échantillon ($\sim T_{alu}$) n'augmente que de $2,2^\circ\text{C}$ au terme des 3 heures du transfert thermique. Cet écart de température justifie le rajout du terme convectif $-hS_l\Delta T/V$ dans l'expression des **équations 3.14** et **3.15** pour que le modèle $1D$ développé avec le code MATLAB[®] respecte au mieux l'hypothèse évoquée.

Enfin, la continuité de la courbe de température à l'interface échantillon-bloc d'aluminium ($x = e_1 = 4,5 \text{ mm}$) confirme bien la condition aux limites (**Equation 3.13**) appliquée sur la face de l'échantillon en $x = e_1$.

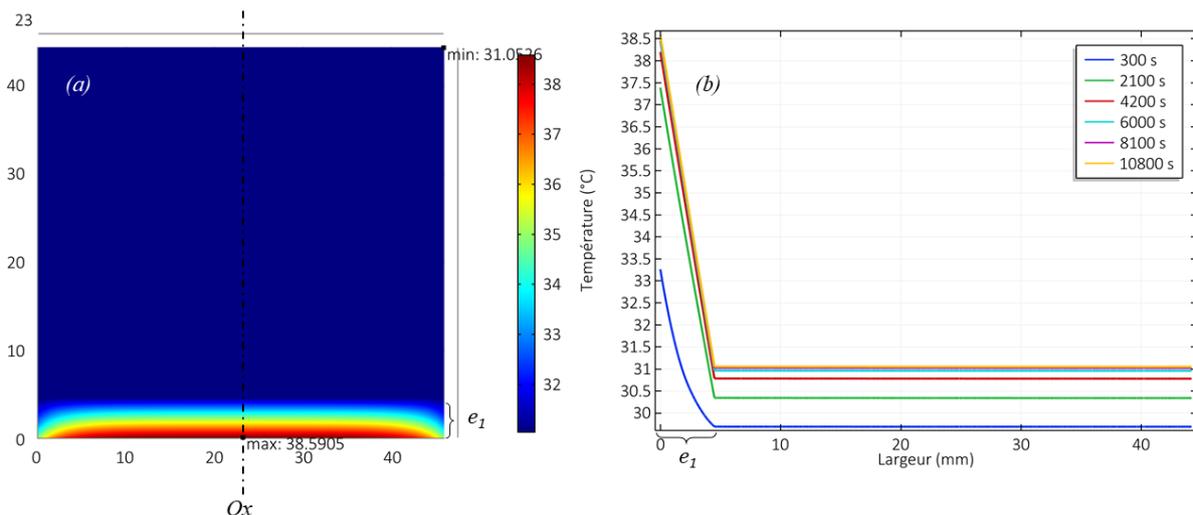


Figure 3.4 – Température dans l'échantillon et le bloc d'aluminium : (a) Isothermes dans une section droite verticale (O, x, y) à l'instant final ($t=10800 \text{ s}$), (b) Evolution des profils de température le long de l'axe Ox à différents instants

Sur la **Figure 3.5**, les courbes de la colonne de gauche montrent le champ de distribution de la température à l'instant final, respectivement :

- à l'interface entre l'échantillon et l'élément chauffant ($x = 0$),
- dans la section de l'échantillon située à mi-épaisseur ($x = \frac{1}{2}e_1$)
- à l'interface entre l'échantillon et le bloc d'aluminium ($x = e_1$)

Les courbes de la colonne de droite montrent l'évolution de la température le long d'une ligne médiane (LM) de la section ou interface considérée et à des instants donnés.

La zone palier des courbes de température montre bien que le refroidissement convectif est limité seulement à 10 mm du bord ou des côtés libres de l'échantillon au terme de 3 heures d'échange thermique. Les températures $T_0(t)$ et $T_c(t)$ ne sont donc pas affectées par la convection sur les côtés libres de l'échantillon. Ceci justifie que l'on se passe de l'isolation thermique des côtés libres de l'échantillon lors des mesures dans le dispositif plan chaud.

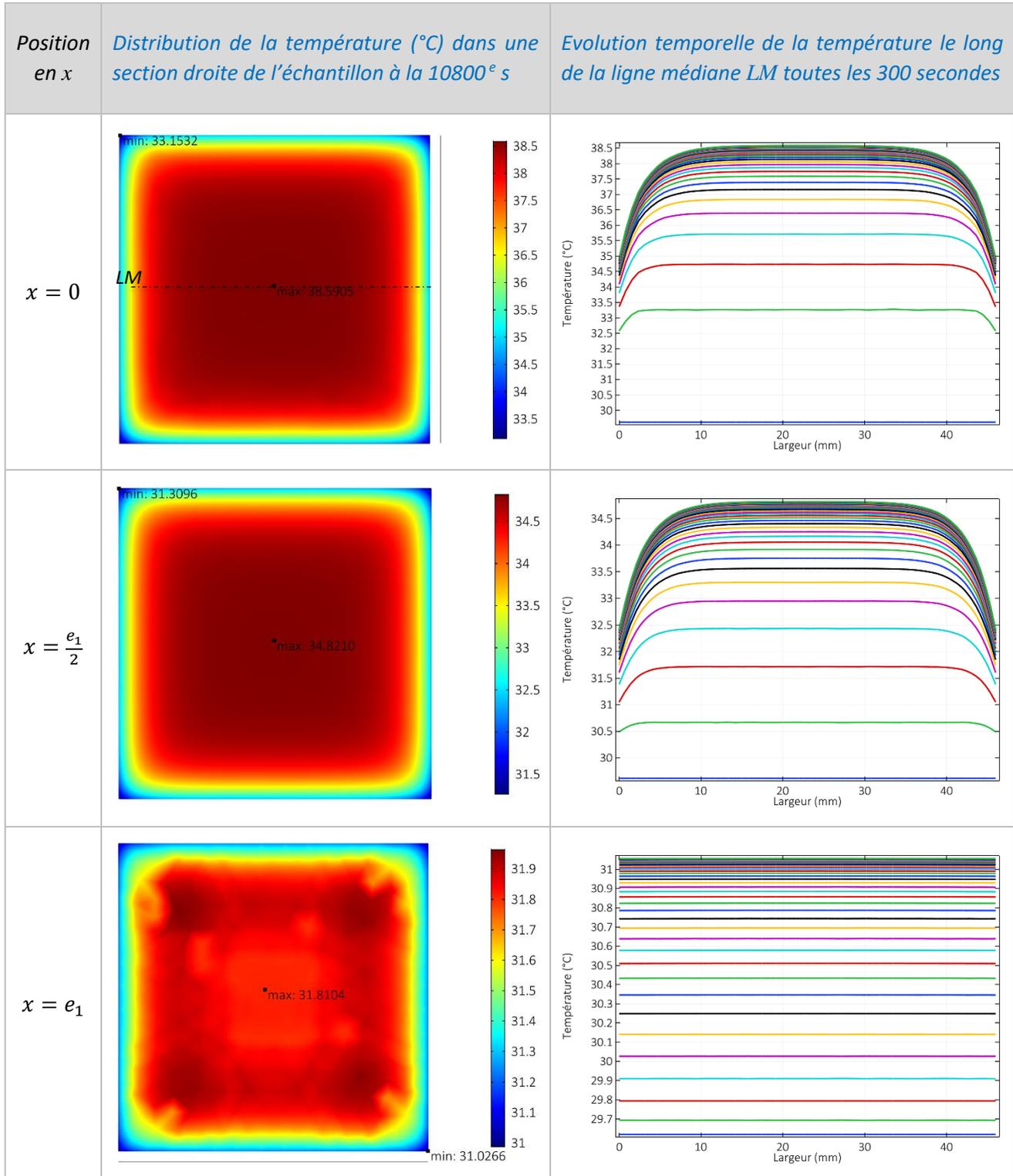


Figure 3.5 – Courbes isothermes (à gauche) et Profils de température (à droite) à l'interface échantillon-élément chauffant ($x = 0$), dans une section droite à mi-épaisseur de l'échantillon ($x = \frac{e_1}{2}$) et à l'interface échantillon-bloc d'aluminium ($x = e_1$).

Le modèle numérique 3D permet également de vérifier l'autre hypothèse majeure de la méthode plan chaud, l'hypothèse d'un transfert thermique unidirectionnel sur l'axe central Ox de l'échantillon sur lequel sont enregistrées les températures $T_0(t)$ et $T_c(t)$.

A cet effet, la **Figure 3.6** compare les courbes des flux de chaleur surfaciques ϕ_x , ϕ_y et ϕ_z relevés au point de mesure de la température $T_0(t)$, soit au point de coordonnées $(e_1, 0, 0)$. On peut noter que les flux ϕ_y et ϕ_z suivant les axes Oy et Oz sont quasi-nuls tandis que le flux de chaleur ϕ_x suivant l'axe Ox (suivant l'épaisseur de l'échantillon) augmente dans la phase transitoire pour atteindre un palier après 6000 s environ. Ces résultats confirment ainsi l'hypothèse d'un transfert unidirectionnel au centre du dispositif expérimental.

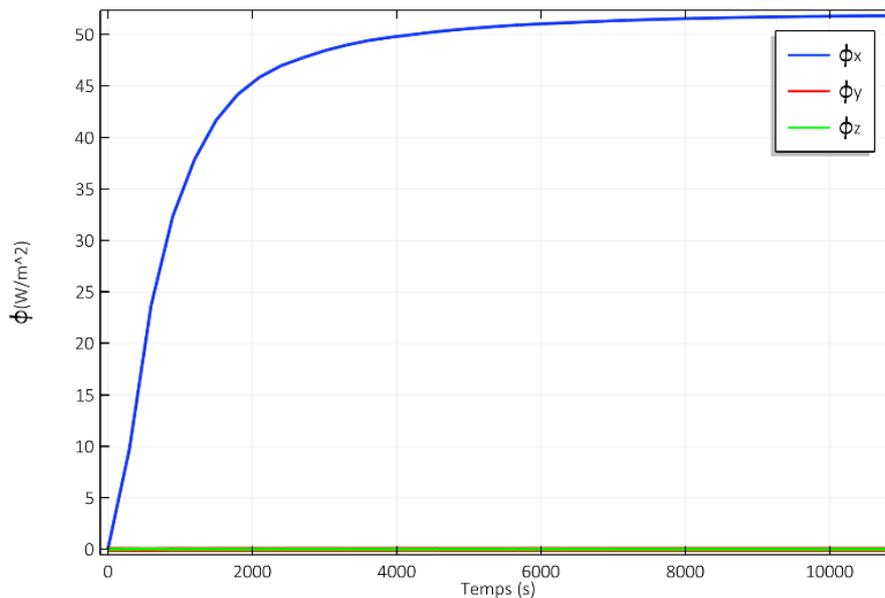


Figure 3.6 – Variation des composantes des flux de chaleur surfaciques suivant Ox , Oy et Oz au centre de l'échantillon

La **Figure 3.7** montre l'évolution des températures $T_c(t)$ et $T_0(t)$ au centre des faces de l'échantillon en contact respectivement avec l'élément chauffant et le bloc d'aluminium et accessoirement la température $T(t)_{demi-ép.}$ au milieu de l'échantillon.

Nous utiliserons ces températures comme données de référence pour une comparaison avec le modèle 1D développé sous MATLAB®.

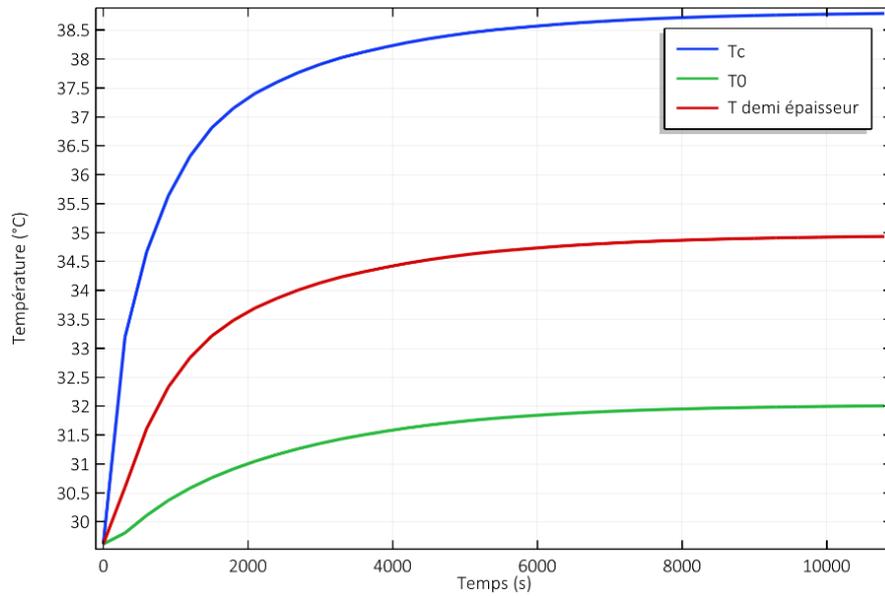


Figure 3.7 – Evolution des températures $T_c(t)$ et $T_0(t)$ au centre des faces de l'échantillon en contact respectivement avec l'élément chauffant et le bloc d'aluminium et de la température $T(t)_{demi-ép.}$ au milieu de l'échantillon.

La **Figure 3.8** montre la variation de la teneur en eau de l'échantillon. Le gradient de teneur en eau est très faible dans l'échantillon. La migration capillaire de l'humidité peut donc être considérée comme négligeable, vérifiant ainsi l'hypothèse d'une migration capillaire négligeable au sein de l'échantillon, hypothèse posée au début de ce chapitre.

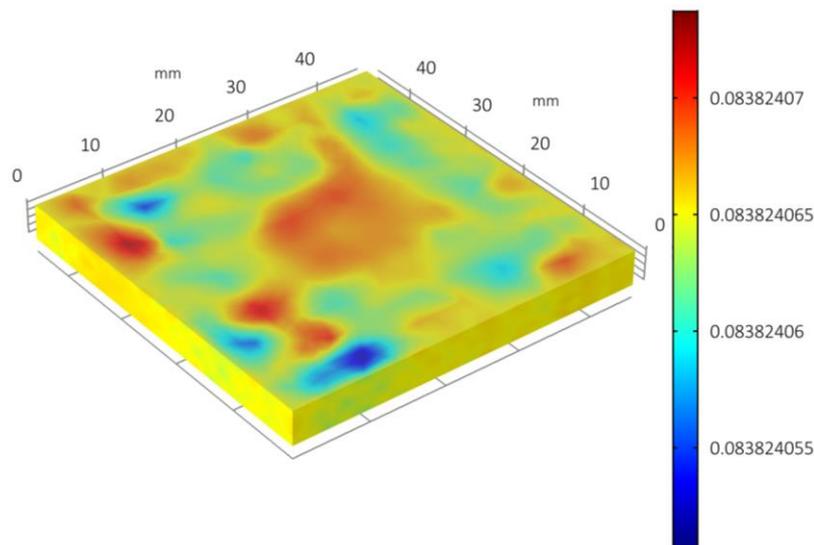


Figure 3.8 – Teneur en eau de l'échantillon (en kg_{H_2O}/kg_{db} soit kg d'eau par kg de matière sèche) après 300 secondes de transfert hygrothermique

C. Résultats de la simulation sous MATLAB

La simulation par EF sous *COMSOL*[®] ayant montré que le transfert de la chaleur est unidirectionnel sur l'axe Ox à chaque instant, nous avons poursuivi nos analyses en se basant

sur le modèle 1D transitoire dont la discrétisation par différences finies, développée sous Matlab[®] R2016a, est décrite ci-dessus.

Connaissant la température $T_c(t)$, à partir de Comsol ou de mesures expérimentales sur cette face, ce modèle nous permet d'obtenir la température $T_0(t)$ sur la face chauffée de l'échantillon. Ce modèle associé aux thermogrammes obtenus seront utilisés par la suite dans le processus de minimisation, basé sur l'algorithme Levenberg-Marquardt, pour l'estimation de la conductivité thermique de l'échantillon.

La **Figure 3.9** montre les températures $T_0(t)$ calculées par le modèle 1D à partir des valeurs de la température $T_c(t)$ obtenues sous COMSOL[®] (**Figure 3.7**) et en considérant trois valeurs de λ_0 , soient $\lambda_{0_1} = 0,01 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\lambda_{0_4} = 0,04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $\lambda_{0_6} = 0,1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Sur cette même figure, nous avons aussi présenté la température de la courbe expérimentale (en rouge) $T_0(t)$ qui sera utilisée dans le processus de minimisation pour estimer la conductivité thermique. Les courbes $T_0(t)$ obtenues permettent de donner un ordre de grandeurs de la valeur de λ_0 qui sera utilisée pour initialiser les calculs de minimisation. La section suivante détaille l'estimation de la conductivité thermique.

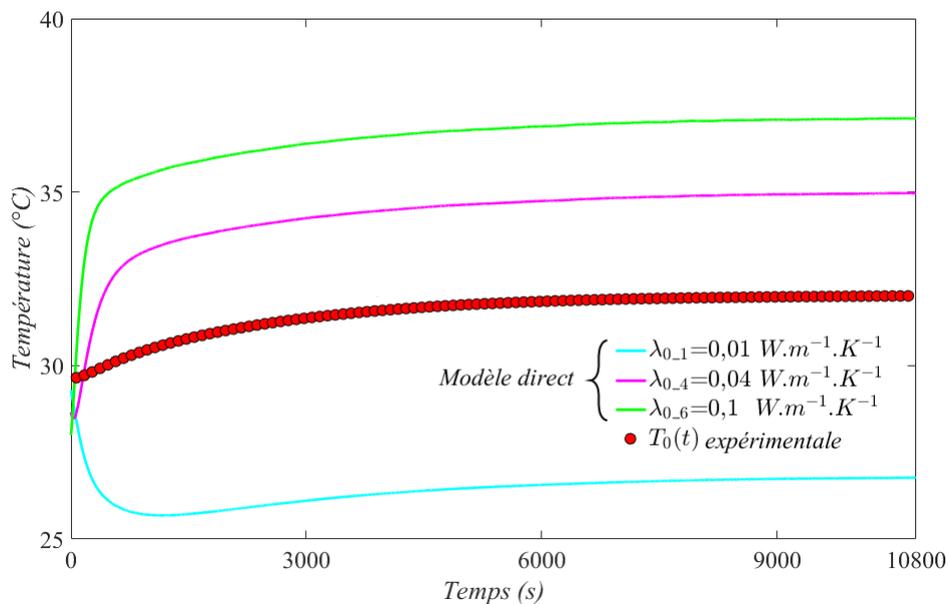


Figure 3.9 – Evolution expérimentale et numérique de la température $T_0(t)$ sur la face arrière de l'échantillon pour différentes valeurs de λ_0

3.3 Estimation de la conductivité thermique

Comme déjà précisé, l'estimation de la conductivité thermique est réalisée par minimisation des écarts quadratiques entre les valeurs théoriques de $T_0(t)$ calculées par le modèle numérique MATLAB et les valeurs expérimentales.

Dans le cas général, l'estimation d'un vecteur de paramètres ($p = [p_1, p_2, \dots]^T$) est obtenue en minimisant le critère quadratique suivant :

$$F(p) = \sum [T_0^{exp}(t) - T_0^{num}(t, p)]^2 \quad (3.26)$$

La méthode Levenberg-Marquardt [Levenberg 1944 ; Marquardt 1963 ; Moré 1978] a été utilisée pour la recherche du minimum du problème (**Equation 3.26**). Cette méthode combine les avantages des méthodes de type gradient et de Newton.

Le schéma itératif du processus d'estimation du vecteur p à l'itération i s'écrit :

$$p_{i+1} = p_i - (H + k \text{diag}[H])^{-1} J^T \cdot \text{res} \quad (3.27)$$

où :

- J^T est la matrice jacobienne de la fonctionnelle $F(p)$,
- res est le résidu de modèle calculé par $(T_0^{\text{exp}}(t) - T_0^{\text{num}}(t, p))$,
- H est la matrice hessienne de la fonctionnelle $F(p)$,
- k est le facteur de descente qui optimise l'amplitude de descente à chaque itération.

Le **Tableau 3.2** montre les valeurs estimées de la conductivité thermique « apparente » $\lambda_{app,e}$, de l'échantillon en considérant, pour les mesures des températures, celles simulées sous Comsol. Sur ce tableau, on présente également, pour différentes valeurs initiales de λ_0 , l'écart type par rapport à la conductivité thermique obtenue expérimentalement et le nombre d'itérations.

Tableau 3.2 – Influence de la valeur initiale de λ_0 sur la valeur estimée de $\lambda_{app,e}$ et comparaison avec la valeur réelle $\lambda = 0,031 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

$\lambda_{0,i} (\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$	$\lambda_{app,e} (\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$	Ecart type (%)	Nombre d'itérations
0,01	0,0303	-2,26	11
0,02	0,0304	-1,94	9
0,03	0,0305	-1,62	7
0,04	0,0306	-1,29	5
0,05	0,0307	-0,97	5
0,1	0,0320	3,23	11

La **Figure 3.10** montre le thermogramme relatif $\theta(t) = (T_0(t) - T_i)$, avec $T_i = 29.6^\circ\text{C}$, minimisé pour deux valeurs initiales de λ_0 relativement éloignées (un rapport de 5) et dont les résultats d'estimation de $\lambda_{app,e}$ figurent dans le tableau ci-dessus. Le faible écart entre ces deux courbes montre que l'estimation de la conductivité thermique apparente n'est pas sensible au choix des valeurs initiales λ_0 .

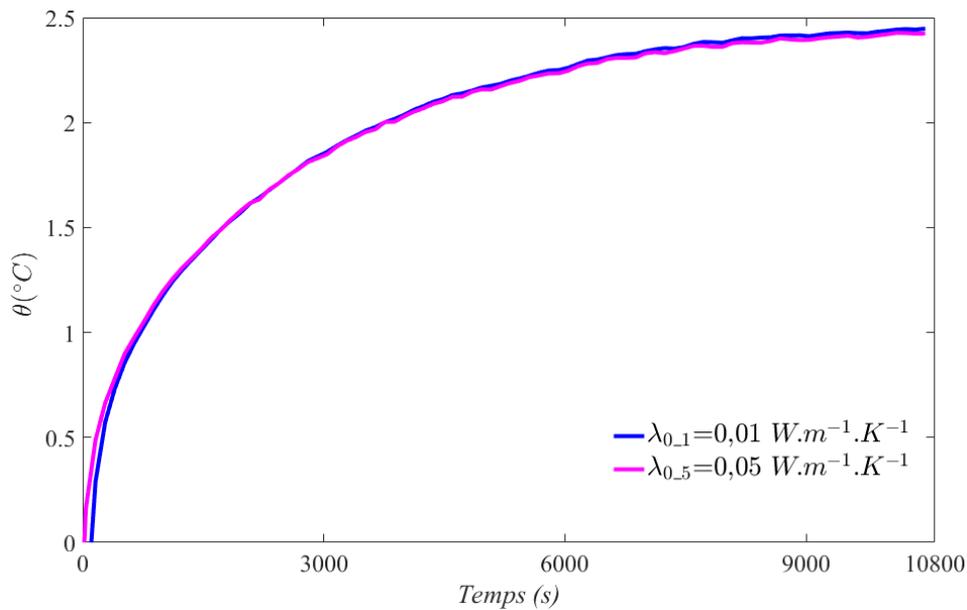


Figure 3.10 – Thermogrammes minimisés pour deux valeurs de λ_0 relativement éloignées

La **Figure 3.11** montre une comparaison des températures $T_0(t)$ aux itérations 1, 4 et 9, au cours du processus de minimisation, avec $\lambda_0 = 0,02 W.m^{-1}.K^{-1}$.

On remarque un accord satisfaisant entre les températures calculées et expérimentales, en régime permanent dès l’itération 4 puis en régimes transitoire et permanent dès l’itération 9.

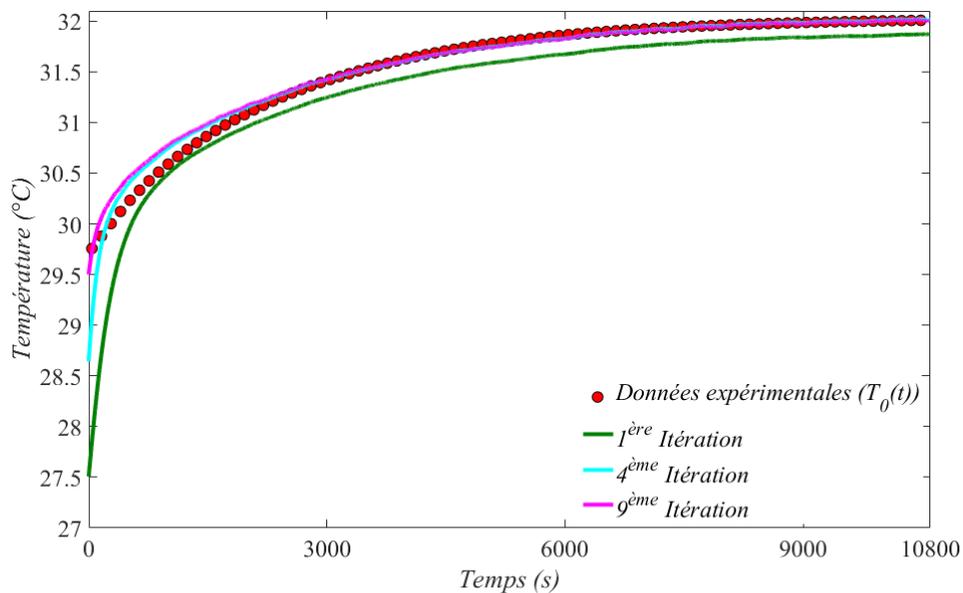


Figure 3.11 – Températures expérimentales et calculées par le modèle 1D pour quelques itérations du processus d’estimation de la conductivité thermique (avec $\lambda_0 = 0,02 W.m^{-1}.K^{-1}$)

3.4 Validation du modèle numérique 1D

Le but de cette section est d’étudier la validité du modèle numérique 1D développé afin de juger de sa fiabilité à l’estimation de la conductivité thermique. Pour cela, l’estimation de la

conductivité thermique n'est pas faite ici seulement à partir des données du modèle COMSOL[®] mais également des valeurs expérimentales de $T_c(t)$ et $T_0(t)$ mesurées au moyen du dispositif plan chaud sur l'échantillon FFL, valeurs qui ont permis de déterminer la valeur expérimentale de la conductivité thermique $\lambda = 0,031 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, utilisée dans le modèle 3D de COMSOL[®].

La **Figure 3.12** montre deux thermogrammes relatifs $\theta(t)$, calculées par le modèle direct 1D après estimation de la conductivité thermique à partir de thermogrammes $T_c(t)$ mesurés expérimentalement ou simulés numériquement sous COMSOL[®] (**Figure 3.7**). Une comparaison des résidus ou des écarts ($T_0(t)$ estimée- $T_0(t)$ mesurée ou simulée) est également présentée sur la même figure.

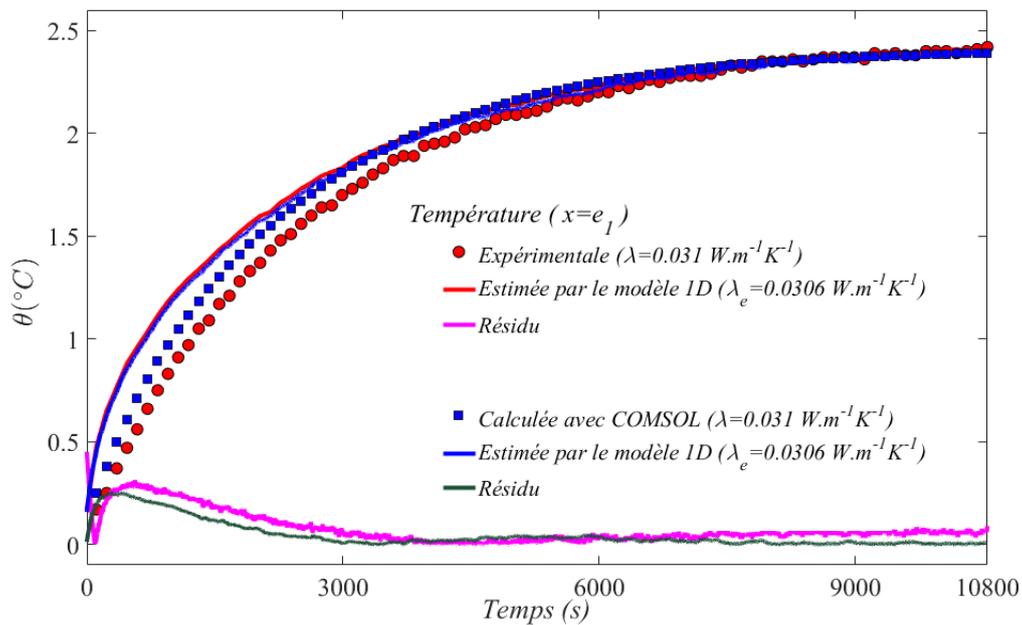


Figure 3.12 – Comparaison des températures relatives $\theta(t) = (T_0(t) - T_i)$: données expérimentales vs modèle 1D et données du modèle 3D (COMSOL) vs modèle 1D

On observe que les courbes de résidus présentent des écarts maximums inférieurs à 10% en particulier au début du régime transitoire qui diminuent au cours du temps jusqu'à devenir quasiment nuls en régime permanent. Il en résulte que le modèle 1D est adapté pour estimer la conductivité thermique de l'échantillon. On peut par conséquent dire que le modèle 1D est validé en transfert couplé chaleur-humidité.

Par ailleurs le modèle 3D sous COMSOL approche les valeurs expérimentales avec une erreur d'au plus 5%. Ce qui permet de valider aussi ce modèle.

Tableau 3.3 – Conductivité thermique estimée par le modèle 1D avec $T_c(t)$ de COMSOL et Expérimentale

Conductivité thermique (λ) $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	Valeur initiale	Valeur estimée
COMSOL	0,0310	0,0306
Expérimentale	0,0310	0,0306

3.5 Sensibilité du modèle numérique à la variation des propriétés hygrothermiques de l'échantillon FFL

L'influence d'une variation des propriétés hygrothermiques de l'échantillon FFL sur la valeur de la température T_0^{num} calculée par le modèle 1D est démontrée par une étude de sensibilité. Afin de comparer la sensibilité des mesures aux différents paramètres p , la notion de sensibilité réduite selon la méthode de Beck et Arnold [1977] est retenue dans la présente étude. Pour la température $T_0(t)$, elle est définie par :

$$X_p = p \frac{\partial T_0(t, p)}{\partial p} \tag{3.28}$$

Les courbes de sensibilité réduite X_p sont tracées en fonction du temps (**Figure 4.14**). Ces courbes permettent de montrer d'une part les paramètres auxquels le modèle est sensible, c'est-à-dire les paramètres que le modèle peut estimer et de s'assurer d'autre part que deux paramètres étudiés ne sont pas corrélés ou liés entre eux. En effet, si deux courbes de sensibilité réduite se superposent, cela révèle une dépendance linéaire, c'est-à-dire une corrélation de ces deux paramètres. Ceux-ci ont donc la même influence sur la grandeur étudiée ou sur le modèle et ne peuvent pas être estimés séparément.

Dans le présent cas, l'étude de la sensibilité du modèle numérique 1D aux paramètres, connus ou inconnus, est réalisée afin de connaître leur influence sur la réponse du modèle. Parmi ces paramètres, la conductivité thermique apparente λ_{app} , paramètre inconnu a priori, le coefficient de diffusion massique effective D_w^v et la capacité calorifique volumique $\rho C_{p_{app}}$ qui sont des paramètres connus.

Ainsi, pour chaque condition hygrométrique (T= 30°C et HR= 30%, 50%, 70% et 90%), les courbes de sensibilité réduite seront tracées au **chapitre 4** en considérant les valeurs nominales des trois paramètres pour chacun des quatre échantillons FFL. Ces valeurs sont représentées sur les **Tableau 3.4** au **Tableau 3.7**.

Tableau 3.4 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL₁

HR (%)	Capacité calorifique volumique : $\rho C_{p_{app}}$ ($J \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}$)	Conductivité thermique : λ_{app} ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	Diffusivité effective : D_w^v ($m^2 \cdot s^{-1}$)
30	$4,44 \times 10^5$	0,0304	$6,23 \times 10^{-9}$
50	$4,85 \times 10^5$	0,0316	$5,47 \times 10^{-9}$
70	$4,91 \times 10^5$	0,0344	$4,16 \times 10^{-9}$
90	$6,59 \times 10^5$	0,0389	$3,62 \times 10^{-9}$

Tableau 3.5 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL₂

HR (%)	$\rho C_{p_{app}}$ ($J \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}$)	λ_{app} ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	D_w^v ($m^2 \cdot s^{-1}$)
30	$6,67 \times 10^5$	0,0308	$6,23 \times 10^{-9}$
50	$6,92 \times 10^5$	0,0341	$5,47 \times 10^{-9}$
70	$7,41 \times 10^5$	0,0375	$4,16 \times 10^{-9}$
90	$8,51 \times 10^5$	0,0410	$3,62 \times 10^{-9}$

Tableau 3.6 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL₃

HR (%)	$\rho C_{p_{app}} (J.m^{-3}.K^{-1})$	$\lambda_{app} (W.m^{-1}.K^{-1})$	$D_w^v (m^2.s^{-1})$
30	$1,26 \times 10^6$	0,0504	$6,23 \times 10^{-9}$
50	$1,35 \times 10^6$	0,0508	$5,47 \times 10^{-9}$
70	$1,41 \times 10^6$	0,0549	$4,16 \times 10^{-9}$
90	$1,55 \times 10^6$	0,0563	$3,62 \times 10^{-9}$

Tableau 3.7 – Valeurs nominales des paramètres utilisés pour la modélisation 1D de l'échantillon FFL₄

HR (%)	$\rho C_{p_{app}} (J.m^{-3}.K^{-1})$	$\lambda_{app} (W.m^{-1}.K^{-1})$	$D_w^v (m^2.s^{-1})$
30	$2,05 \times 10^6$	0,0610	$6,23 \times 10^{-9}$
50	$2,18 \times 10^6$	0,0663	$5,47 \times 10^{-9}$
70	$2,21 \times 10^6$	0,0713	$4,16 \times 10^{-9}$
90	$2,42 \times 10^6$	0,0786	$3,62 \times 10^{-9}$

4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un modèle mathématique des transferts couplés chaleur-humidité au sein d'un isolant FFL humide. L'approche 1D transitoire des transferts couplés a été validée par la modélisation 3D réalisée sous Comsol Multiphysic®.

La méthode de levenberg-Marquardt a été utilisée pour estimer la conductivité thermique à partir de mesures de température en surface de l'échantillon FFL. Ces dernières ont été également simulées à l'aide du modèle 3D sous Comsol. Les résultats estimés de la conductivité thermique ont été obtenus pour plusieurs conditions hygrothermiques de l'échantillon.

La comparaison des thermogrammes expérimentaux, mesurés par le dispositif plan chaud, et ceux estimés par le modèle 1D ou le modèle 3D a montré un très bon accord plus particulièrement en régime permanent. En régime transitoire, l'écart reste inférieur à 10%. L'analyse de sensibilité du modèle étudié est introduite en fin de chapitre afin d'étudier l'influence des principaux paramètres sur les températures mesurées.

Enfin, les valeurs de la conductivité thermique estimées théoriquement par le modèle numérique 1D et celles mesurées expérimentalement par le dispositif plan chaud sur l'échantillon FFL à différentes hygrométries et différentes masses volumiques seront amplement comparées au **chapitre 4** pour la validation de ce modèle.

5. Références bibliographiques

Abahri, K., Belarbi, R., & Trabelsi, A. (2011). Contribution to analytical and numerical study of combined heat and moisture transfers in porous building materials. *Building and Environment*, 46(7), 1354–1360.

Beck, J. V., & Arnold, K. J. (1977). *Parameter estimation in engineering and science*.

Levenberg, K. (1944). A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Quarterly of applied mathematics*, 2(2), 164-168.

Marquardt, D. W. (1963). An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2), 431-441.

Moré, J. J. (1978). The Levenberg-Marquardt algorithm: implementation and theory. In *Numerical analysis* (pp. 105-116). Springer, Berlin, Heidelberg.

Moyne, C., & Martin, M. (1982). Étude expérimentale du transfert simultané de chaleur et de masse au cours du séchage par contact sous vide d'un bois résineux. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 25(12), 1839-1848.

Moyne, C., & Perre, P. (1991). Processes Related to Drying: Part I, Theoretical Model. *Drying Technology*, 9(5), 1135–1152.

Perré, P., & Degiovanni, A. (1990). Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieux poreux anisotropes : séchage du bois à basse et à haute température. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 33(11), 2463-2478.

Qin, M., Belarbi, R., Aït-Mokhtar, A., & Seigneurin, A. (2006). An analytical method to calculate the coupled heat and moisture transfer in building materials. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 33(1), 39-48.

Chapitre 4

Résultats et discussions

Table des matières

TABLE DES FIGURES	108
LISTE DES TABLEAUX	108
1. INTRODUCTION	109
2. CARACTERISATION DES PROPRIETES HYDRIQUES	109
2.1 ISOTHERME D'ADSORPTION	110
A. <i>Courbe expérimentale de l'isotherme d'adsorption</i>	110
B. <i>Approche analytique</i>	111
B(1). <i>Modèle GAB</i>	111
B(2). <i>Modèle GDW</i>	112
B(3). <i>Modèle Park</i>	113
2.2 FORMATION DES CLUSTERS DE MOLECULES D'EAU	115
2.3 DIFFUSIVITE MASSIQUE THEORIQUE	117
2.4 DIFFUSIVITE MASSIQUE EXPERIMENTALE PAR GRAVIMETRIE STATIQUE	119
A. <i>Diffusivité massique par la méthode du dessiccateur</i>	119
A(1). <i>Influence de la masse volumique sur la teneur en eau moyenne</i>	119
A(2). <i>Influence de l'humidité relative ambiante sur la teneur en eau moyenne</i>	120
B. <i>Diffusivité massique par la méthode de la chambre climatique</i>	122
C. <i>Mesure in situ de la diffusivité massique effective en désorption</i>	124
3. PROPRIETES PHYSIQUES DE L'ISOLANT FFL	126
3.1 MASSE VOLUMIQUE	126
A. <i>Masse volumique apparente</i>	126
B. <i>Masse volumique réelle ou masse volumique absolue</i>	127
3.2 POROSITE	127
3.3 SURFACE SPECIFIQUE	128
3.4 CHALEUR SPECIFIQUE	128
4. CONDUCTIVITE THERMIQUE DE L'ISOLANT FFL	129
4.1 RESULTATS DE LA MESURE EXPERIMENTALE DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE	129
4.2 CARACTERISATION NUMERIQUE PAR LE MODELE 1D COUPLE	135
A. <i>Estimation de la conductivité thermique apparente via le modèle numérique</i>	135
B. <i>Sensibilité réduite du modèle numérique aux paramètres de mesure</i>	138
5. CONCLUSION	140
6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	142

Table des Figures

Figure 4.1 – Courbe expérimentale de l'isotherme d'adsorption des échantillons FFL ₁ et FFL ₄ de masses volumiques respectives de 341 kg.m ⁻³ et 766 kg.m ⁻³ à l'état sec.	111
Figure 4.2 – Comparaison des isothermes d'adsorption avec les modèles analytiques.	115
Figure 4.3 – Variation de la taille moyenne d'un cluster d'eau en fonction de l'activité de l'eau.	116
Figure 4.4 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'isolant FFL (à différentes masses volumiques à l'état sec) séjournant dans une atmosphère à 7,4% d'humidité relative.	120
Figure 4.5 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) séjournant dans une atmosphère à différentes humidités relatives : mesure expérimentale par la méthode du dessiccateur et courbes prédictives de loi de Fick.	121
Figure 4.6 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) séjournant dans une atmosphère à différentes humidités relatives et à 30°C : <i>mesure par la méthode de la chambre climatique et courbe prédictive de Fick (a) ; variation de la diffusivité massique effective correspondante (b)</i> 123	123
Figure 4.7 – Perte d'humidité de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) à différentes teneurs en eau initiales : mesure in situ au cours de la mesure de la conductivité thermique par le dispositif plan chaud et courbe prédictive (a) ; variation de la diffusivité massique correspondante (b) 125	125
Figure 4.8 – Thermogrammes enregistrés lors de la mesure conduite sur l'échantillon FFL ₂ à 50% HR 130	130
Figure 4.9 – Variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la masse volumique apparente de l'échantillon à l'état humide (a) et en fonction de sa porosité (b) 132	132
Figure 4.10 – Variation de la conductivité thermique apparente de l'échantillon en fonction de sa teneur en eau 132	132
Figure 4.11 – Epaisseur minimale requise pour une résistance thermique de 4 m ² .K.W ⁻¹ (<i>données bibliographiques</i>) 134	134
Figure 4.12 – Comparaison des thermogrammes simulés et des thermogrammes expérimentaux mesurés sur une face de l'échantillon à différentes masses volumiques et pour des humidités relatives ambiantes de 30% et 90% 136	136
Figure 4.13 – Comparaison des mesures expérimentales ($\lambda_{app,m}$) et des valeurs estimées ($\lambda_{app,e}$) de la conductivité thermique apparente de l'échantillon FFL en fonction de sa teneur en eau et pour différentes masses volumiques 138	138
Figure 4.14 – Sensibilité réduite du modèle analytique développé aux paramètres de mesure. 139	139

Liste des Tableaux

Tableau 4.1 – Paramètres du modèle GAB des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL 112	112
Tableau 4.2 – Paramètres du modèle GDW des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL 113	113
Tableau 4.3 – Paramètres du modèle Park des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL 114	114
Tableau 4.4 – Valeurs calculées des diffusivités massiques isotherme et non-isotherme à 30°C pour différentes valeurs de l'activité de l'eau 118	118
Tableau 4.5 – Valeurs de la diffusivité massique effective à une humidité relative de 7,4% estimées à partir des mesures de la méthode du dessiccateur. 120	120
Tableau 4.6 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) estimées à partir des mesures par la méthode du dessiccateur. 122	122
Tableau 4.7 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) estimées à 30 °C à partir des mesures de la méthode de l'enceinte climatique 124	124
Tableau 4.8 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l'échantillon FFL ₂ (425 kg.m ⁻³) caractérisant le transfert de masse au cours des mesures de la conductivité thermique par le dispositif plan chaud 125	125
Tableau 4.9 – Masse volumique apparente de l'échantillon FFL dans les différents états hygroscopiques dans lesquels sa conductivité thermique est mesurée ou simulée 126	126
Tableau 4.10 – Mesure de la masse volumique réelle de l'échantillon FFL et valeur moyennée 127	127
Tableau 4.11 – Porosité de l'échantillon FFL dans les différents états hygroscopiques dans lesquels sa conductivité thermique est mesurée ou simulée 127	127
Tableau 4.12 – Surface spécifique de l'échantillon FFL 128	128
Tableau 4.13 – Chaleur spécifique apparente de l'échantillon FFL (à 30°C) dans les différents états hygroscopiques de mesure et de simulation de la conductivité thermique 129	129
Tableau 4.14 – Valeurs expérimentales de la conductivité thermique apparente à 30°C pour différentes masses volumiques de l'isolant FFL et en fonction de sa teneur en eau initiale 131	131

1. Introduction

Dans les chapitres précédents, nous avons présenté la préparation de l'isolant thermique en feutre de fibres de lin (FFL), les protocoles expérimentaux de mesure des propriétés hydriques et thermo-physiques puis la modélisation numérique des transferts couplés chaleur-humidité. Le présent chapitre présente les résultats expérimentaux et confronte l'approche numérique à l'approche expérimentale des transferts couplés chaleur-humidité.

Il comporte trois parties.

La première partie est consacrée à la caractérisation des propriétés hydriques de l'isolant thermique FFL. L'adsorption d'humidité occupe une place importante dans cette partie, car il est essentiel de bien connaître l'adsorption de l'humidité de l'isolant pour anticiper son comportement et l'évolution de son pouvoir isolant en environnements hygrothermiques plus ou moins sévères. A cet effet, les résultats des isothermes d'adsorption de trois protocoles différents seront discutés. Dans une approche analytique d'adsorption isotherme de l'humidité, les modèles théoriques de GAB, GDW et Park seront mis en œuvre pour identifier l'interaction entre la fibre de lin de l'isolant FFL et l'humidité.

La deuxième partie présente les résultats de la caractérisation des propriétés thermo-physiques et hydriques indispensables à l'approche théorique des transferts couplés chaleur-humidité, notamment la diffusivité massique, la masse volumique apparente, la porosité et de la chaleur spécifique.

Les résultats de l'approche théorique sont discutés et corrélés aux données expérimentales dans la troisième partie dans laquelle on expose les résultats de la mesure de la conductivité thermique apparente de l'isolant FFL. L'influence des conditions hygroscopiques pour différents états de tassement du feutre fibreux, définis par des masses volumiques apparentes variables, est également étudiée. Une attention particulière est portée à l'influence des conditions hygroscopiques ambiantes sur la conductivité thermique de l'isolant, influence que l'approche théorique du transfert simultané de l'humidité et de la chaleur permettra d'anticiper de façon prédictive.

L'étude de la sensibilité du modèle théorique et sa validation fermeront ce dernier volet.

2. Caractérisation des propriétés hydriques

Dans cette partie, les phénomènes liés à l'adsorption isotherme d'humidité de l'échantillon FFL sont étudiés. A cet effet, les trois modèles les plus utilisés dans la littérature ont été choisis, à savoir, les modèles GAB, GDW et Park [Andrade et al., 2011 ; Staudt et al., 2013 ; Furmaniak et al., 2005 ; Furmaniak et al., 2007 ; Gouanvé et al., 2005 ; Gouanvé et al., 2007 ; Bessadok et al., 2007 ; Bessadok et al., 2008 ; Alix et al., 2009 ; Broudin et al., 2015].

- Le modèle GAB est le plus utilisé, notamment dans le domaine des produits alimentaires [Blahovec et Yanniotis 2010 ; Téllez-Pérez et al., 2014], des matériaux de construction [Colinart et Glouannec, 2017 ; Colinart et al., 2017] ou encore dans le domaine des matériaux bio-sourcés [Abdulla et al., 2009].
- Le modèle GDW est un modèle récent qui est adapté aux matériaux hydrophiles à forte teneur en eau. Ce modèle est utilisé par exemple pour les matières alimentaires

[Furmaniak et al., 2007 ; Furmaniak et al., 2009] et les matériaux de construction [Furmaniak 2012].

- Le modèle de Park présente un intérêt pour les matériaux bio-sourcés. En effet, le phénomène de formation des clusters d'eau (un ensemble de molécules d'eau liées par des liaisons hydrogène) introduit dans ce modèle améliore la prédictibilité du comportement du matériau aux fortes activités d'eau. Ce modèle a été utilisé par plusieurs auteurs dans la caractérisation hygrothermique de fibres végétales [Gouanvé et al., 2005 ; Gouanvé et al., 2007 ; Bessadok et al., 2007 ; Bessadok et al., 2008 ; Alix et al., 2009 ; Broudin et al., 2015].

2.1 Isotherme d'adsorption

La courbe $W_{eq}(a_w)$ donnant la teneur en eau d'équilibre en fonction de l'activité de l'eau pour une température constante est l'isotherme d'adsorption ; elle est utilisée pour étudier l'hygroscopie d'un matériau hydrophile tel qu'un isolant bio-sourcé. L'allure de ces courbes diffère d'un matériau à un autre et la classification **BDDT** des isothermes d'adsorption est définie à la **section 4.2** du **chapitre 1**, et le protocole expérimental de mesure, à la **section 4.8** du **chapitre 2**. Dans ce qui suit, nous présenterons les résultats expérimentaux de l'adsorption d'eau de l'échantillon FFL et trois approches analytiques permettant de caractériser son comportement dans une atmosphère humide.

A. Courbe expérimentale de l'isotherme d'adsorption

La **Figure 4.1** compare les isothermes d'adsorption mesurées expérimentalement à 30°C sur des échantillons FFL de masses volumiques extrêmes, échantillon FFL₁, $\rho=341 \text{ kg.m}^{-3}$ et échantillon FFL₄, $\rho=766 \text{ kg.m}^{-3}$.

D'après la classification **BDDT** exposée au **chapitre 1**, la courbe d'adsorption de l'humidité de l'échantillon FFL peut être considérée comme de type II (**Figure 1.18**).

La quasi-superposition des isothermes d'adsorption des échantillons FFL₁ et FFL₄ montre que la masse volumique n'influence presque pas la teneur en eau d'équilibre atteinte pour une activité d'eau donnée. Ce constat ne fait que confirmer la classification de ces isothermes en type II qui est caractéristique des matériaux macroporeux (taille des pores supérieure à 500 Å). Ce qui est le cas des échantillons fibreux FFL, même à des pressions de mise en forme élevées. On peut ainsi dire que dans une plage de masses volumiques allant de 341 à 766 kg.m^{-3} , la perméabilité de ce feutre de fibres est suffisante pour que le cœur des deux échantillons soit sensiblement exposé de la même manière à l'humidité ambiante.

Les mesures expérimentales représentent une moyenne des mesures effectuées sur six échantillons FFL. L'écart type est calculé à partir de l'expression :

$$Err = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^N (x_i - \bar{x})^2}{N}} \quad (4.1)$$

où x_i est une mesure expérimentale, \bar{x} est la valeur moyenne des mesures et N le nombre de mesures.

Les données expérimentales obtenues sont en accord avec les résultats de certains travaux rencontrés dans la littérature [Gouanvé et al., 2005 ; Alix et al., 2009 ; Hill et al., 2009]. Les écarts avec d'autres travaux peuvent être justifiés sans équivoque par la nature des fibres qui varie selon la récolte, la région ou par la variété même de la fibre de lin. Mais l'écart maximal est relativement faible, environ 13%.

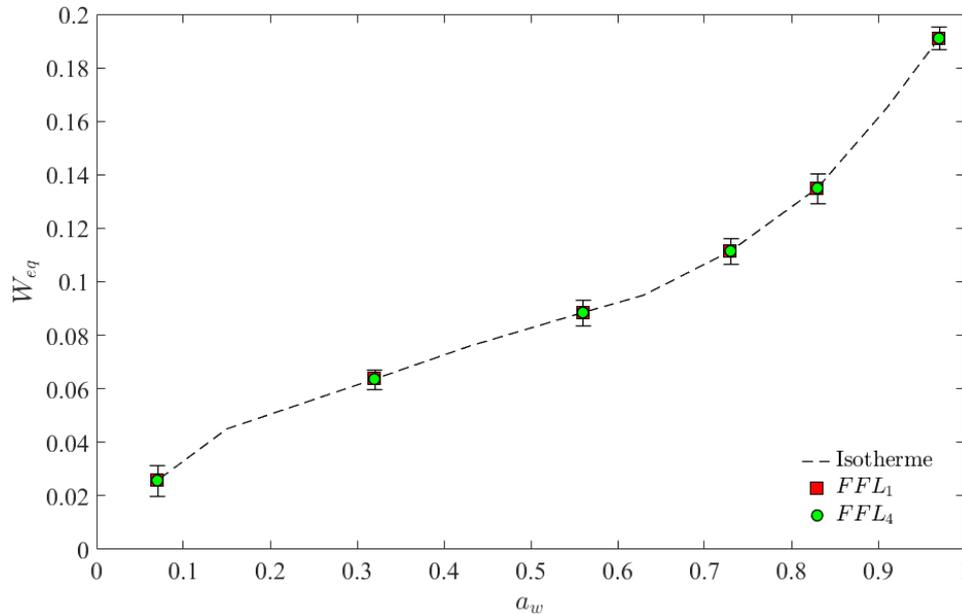


Figure 4.1 – Courbe expérimentale de l'isotherme d'adsorption des échantillons FFL₁ et FFL₄ de masses volumiques respectives de 341 kg.m⁻³ et 766 kg.m⁻³ à l'état sec.

B. Approche analytique

B(1). Modèle GAB

Comme exprimé en **chapitre 1**, l'équation de Guggenheim, Andersen et de Boer caractérisant le modèle GAB s'écrit [Furmaniak et al., 2007] :

$$W_{eq} = \frac{w_m C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)} \quad (4.2)$$

avec W_{eq} la teneur en eau à l'équilibre, w_m la quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche, a_w l'activité de l'eau, C la constante cinétique caractéristique de l'adsorption en monocouche et K la constante cinétique d'adsorption en multicouche.

La quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche w_m est la capacité maximale du matériau à adsorber l'humidité sans aucune influence sur la performance thermique du matériau [Bessadok et al., 2008 ; Abdulla et al., 2009 ; Alix et al., 2009 ; Staudt et al., 2013 ; Broudin et al., 2015]. La constante cinétique d'adsorption en multicouche K est quasi identique dans les travaux rencontrés dans la littérature [Gouanvé et al., 2005 ; Alix et al., 2009], cependant, la constante cinétique d'adsorption en monocouche C dépend fortement de la nature des fibres et peut donc modifier la quantité maximale d'eau adsorbée en monocouche.

Les paramètres du modèle GAB sont estimés en faisant coïncider la courbe du modèle analytique (**Equation 4.2**) et la courbe expérimentale (**Figure 4.1**). Ils sont estimés dans la présente étude par la méthode des moindres carrés en utilisant la fonction *fminsearch* sous MATLAB.

La minimisation de l'écart d'ajustement des valeurs du modèle analytique sur les valeurs expérimentales est appréciée sur la base de l'écart relatif moyen *E* exprimé par :

$$E = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|x_i - x_{pi}|}{x_i} \quad (4.3)$$

où *N* est le nombre de données, *x_i* est la teneur en eau mesurée expérimentalement et *x_{pi}* la teneur en eau prédite par le modèle.

Dans la littérature le seuil d'acceptabilité de la minimisation correspond à un écart relatif de 10% [Abdulla et al., 2009 ; Téllez-Pérez et al., 2014].

La pertinence du modèle analytique est également appréciée sur la base de la valeur quadratique moyenne *RMS* (Root Mean Square) des valeurs expérimentales et des valeurs prédictives ; elle est obtenue l'équation 4.4 [Abdulla et al., 2009 ; Téllez-Pérez et al., 2014].

$$RMS = 100 \times \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{x_i - x_{pi}}{x_i} \right)^2} \quad (4.4)$$

où *N* est le nombre de données, *x_i* est la teneur en eau mesurée expérimentalement et *x_{pi}* la teneur en eau prédite par le modèle.

Le **Tableau 4.1** récapitule les paramètres du modèle de GAB estimés avec un écart relatif de 3,5% et une valeur quadratique moyenne de 11 % et la **Figure 4.2** compare la courbe expérimentale et la courbe du modèle de GAB.

Tableau 4.1 – Paramètres du modèle GAB des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL

Paramètres			Erreurs relatives et quadratiques moyennes	
<i>w_m</i>	<i>C</i>	<i>K</i>	<i>E</i> (%)	<i>RMS</i> (%)
0,055	18,59	0,738	3,5	11

La **Figure 4.2** montre que pour les valeurs des paramètres du modèle de GAB (**Tableau 4.1**), il y a une bonne coïncidence entre la courbe expérimentale et la courbe analytique des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL.

B(2). Modèle GDW

L'équation du modèle GDW est donnée par la relation [Furmaniak et al., 2007] :

$$W_{eq} = \frac{w_m K a_w}{1 + K a_w} \cdot \frac{1 - k(1 - w) a_w}{1 - k a_w} \quad (4.5)$$

avec W_{eq} la teneur en eau à l'équilibre, w_m la concentration des sites primaires de la surface active, a_w l'activité de l'eau, w le rapport des molécules d'eau adsorbées sur les sites primaires converties en sites de sorption secondaires, K et k sont les constantes cinétiques liées à la sorption sur les sites primaires et secondaires, respectivement.

Le **Tableau 4.2** donne les paramètres du modèle GDW, estimés par la même méthode utilisée dans le cas du modèle GAB, avec un écart relatif de 2,37% et une valeur quadratique de 7,51 % et la **Figure 4.2** compare la courbe expérimentale et la courbe analytique.

Tableau 4.2 – Paramètres du modèle GDW des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL

Paramètres				Erreurs relatives et quadratiques moyennes	
w_m	w	K	k	E (%)	RMS (%)
0,086	0,312	6,642	0,871	2,37	7,51

En comparant les données des deux précédents tableaux, l'écart relatif et l'erreur quadratique sont plus faibles dans l'estimation des paramètres du modèle GDW ($E \approx 2,37\%$ et $RMS \approx 7,51\%$) que dans l'estimation des paramètres du modèle GAB ($E \approx 7,51\%$ et $RMS \approx 11\%$).

Le modèle GDW est donc plus adapté que le modèle GAB pour la prédiction du comportement hydrique de l'isolant thermique FFL. On constate par exemple sur la **Figure 4.2** que par rapport au modèle GAB, le modèle GDW est plus en adéquation avec les données expérimentales mais pour ce modèle, on remarque tout de même une surestimation de la teneur en eau d'équilibre au-delà d'une activité de l'eau de 0,97. Néanmoins, dans son utilisation normale, l'isolant FFL n'est presque pas exposé à des conditions hydriques aussi sévères.

On peut aussi déduire des données des **Tableau 4.1** et **Tableau 4.2** que la teneur en eau adsorbée en monocouche w_m est sur-estimée par le modèle GDW ($w_m = 8,6\%$) par rapport au modèle GAB ($w_m = 5,5\%$).

Le modèle GDW est aussi adapté pour la caractérisation de la conversion d'adsorption du monocouche au multicouche. En effet, le deuxième type d'adsorption peut être considéré comme la somme d'une adsorption de type I qui caractérise l'adsorption sur les sites primaires et d'une adsorption de type III qui représente l'adsorption des molécules sur les sites secondaires [Furmaniak, 2012]. Cette conversion est caractérisée par le paramètre w . Dans le cas de notre échantillon, on voit que seulement 31% des molécules adsorbées sont converties en site secondaire, or la cinétique d'adsorption multicouche est beaucoup plus faible que l'adsorption monocouche.

L'inconvénient de ce modèle s'explique par les valeurs élevées de l'activité de l'eau qui sont surestimées comme le montre la **Figure 4.2**. Cette surestimation est liée à la condensation de l'eau au sein de l'échantillon, phénomène non pris en compte par ce modèle mais en revanche bien pris en compte par le modèle Park.

B(3). Modèle Park

L'équation de Park s'écrit sous la forme [Gouanvé et al., 2005] :

$$W_{eq} = \frac{w_m C a_w}{1 + C a_w} + k_H a_w + K_a a_w^n \tag{4.6}$$

avec w_m la constante traduisant la capacité maximale d'adsorption en monocouche (Langmuir), C la constante d'affinité de Langmuir, k_H le coefficient de solubilité de la loi de Henry, K_a la constante d'équilibre de concentration (cluster ou grappe de molécules d'eau) et n le nombre moyen de molécules d'eau par cluster.

Le **Tableau 4.3** donne les paramètres du modèle Park estimés par la même méthode que dans le cas des modèles précédents et avec un écart de 2,41 % et un *RMS* de 7,63 %.

Tableau 4.3 – Paramètres du modèle Park des isothermes d'adsorption de l'échantillon FFL

Paramètres					Erreurs relatives et quadratiques	
w_m	C	K_H	K_a	n	E (%)	RMS (%)
0,0498	12,768	0,0718	0,0909	5,608	2,41	7,63

La **Figure 4.2** compare la courbe du modèle Park à la courbe expérimentale de l'isotherme d'adsorption de l'échantillon FFL. On observe une meilleure correspondance avec les résultats expérimentaux comparée aux courbes des modèles GAB et GDW. Dans la littérature, de nombreux auteurs ont rapporté l'adéquation et la pertinence du modèle Park dans la caractérisation des isothermes de sorption des fibres végétales et plus particulièrement de la fibre de lin [Gouanvé et al., 2005 ; Gouanvé et al., 2007 ; Bessadok et al., 2007 ; Bessadok et al., 2008 ; Hill et al., 2009 ; Alix et al., 2009 ; Broudin et al., 2015].

L'avantage principal de ce modèle est son mode multi-sorption qui suit les différentes phases d'adsorption de l'humidité dans une fibre végétale (voir **section 4.2** du **chapitre 1**). En effet, chaque paramètre du modèle Park a une influence plus ou moins prépondérante dans une plage définie de l'activité de l'eau correspondant aux trois zones d'une isotherme de sorption [Alix et al., 2009] :

- Dans la première zone d'adsorption monocouche, correspondant à une faible activité d'eau ($a_w < 0,2$), les paramètres liés à l'adsorption Langmuir (w_m et C) ont un effet prédominant : le premier terme de l'équation de Park gouverne l'adsorption de l'eau.
- Dans la deuxième zone d'adsorption multicouche, correspondant à la partie linéaire de l'isotherme ($0,2 \leq a_w \leq 0,6$), le coefficient de solubilité de Henry, k_H , est prédominant et l'adsorption est gouvernée par le deuxième terme de l'équation de Park et k_H correspond à la pente de la partie linéaire de l'isotherme.
- Dans la troisième zone ($a_w > 0,6$), les paramètres K_a et n permettent de caractériser l'état d'équilibre de la formation des grappes ou "clusters" de molécules d'eau [Bessadok et al., 2008 ; Alix et al., 2009]. Dans cette zone, le troisième terme de l'équation de Park est prédominant.
- Dans la dernière zone, la taille des clusters de molécules d'eau augmente en formant la condensation de l'eau aux fortes activités de l'eau ($a_w > 0,8$). Le phénomène de condensation capillaire est ainsi pris en compte par le modèle de Park à l'inverse des deux autres modèles.

Lors des essais d’adsorption utilisant une solution de sulfate de potassium (K_2SO_4) qui génère une activité de l’eau $a_w \approx 0,97$ à $30^\circ C$, nous avons pu constater par exemple le gonflement des échantillons FFL suite à la condensation de l’eau dans l’isolant. Ainsi, le modèle Park est mieux adapté pour prédire l’adsorption de l’eau des fibres végétales.

La comparaison des courbes (**Figure 4.2**) des trois modèles analytiques exposés ci-dessus montre un certain écart du modèle GDW avec les mesures expérimentales, en particulier dans la troisième zone de l’isotherme ($a_w > 0,6$). En revanche, si les courbes du modèle GAB et du modèle Park sont relativement bien ajustées sur l’isotherme expérimentale, aussi bien aux faibles qu’aux fortes valeurs de l’activité de l’eau, le modèle Park peut être retenu compte tenu de la pertinence des informations qu’il apporte sur la formation des clusters de molécules d’eau et le phénomène de condensation dans l’échantillon FFL.

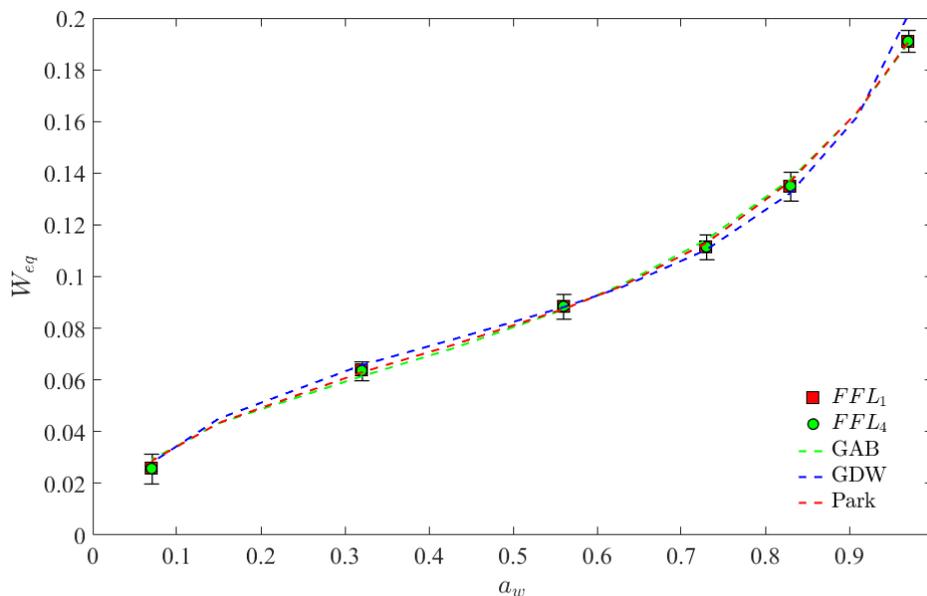


Figure 4.2 – Comparaison des isothermes d’adsorption avec les modèles analytiques.

2.2 Formation des clusters de molécules d’eau

Comme évoqué ci-dessus, aux valeurs élevées de l’activité de l’eau, les clusters de molécules d’eau génèrent la condensation d’eau dans les pores du matériau hygroscopique. Lorsque cette condensation devient suffisamment importante, elle provoque la relaxation des vides préexistants en entraînant le gonflement du matériau. Pour caractériser le phénomène de condensation d’eau, Zimm et Lundberg [1956] et Lundberg [1972] ont proposé une méthode d’analyse à partir d’une courbe expérimentale de l’isotherme d’adsorption. L’équation proposée s’écrit comme suit [Gouanvé et al., 2007]:

$$\frac{G_s}{V_s} = -(1 - \Phi_s) \left[\frac{\partial(a_w/\Phi_s)}{\partial a_w} \right]_{p,T} - 1 \quad (4.7)$$

où G_s représente l’intégrale de cluster, V_s le volume moléculaire partiel du pénétrant (eau) et Φ_s la fraction volumique du pénétrant.

On peut ainsi définir la taille moyenne d'un cluster d'eau *MCS* (*Mean Cluster Size*) par l'équation 4.8 [Gouanvé et al., 2007 ; Bessadok et al., 2007]:

$$MCS = 1 + \left[\frac{\Phi_s G_s}{V_s} \right] \quad (4.8)$$

Dans le cas du modèle Park, l'équation de la taille moyenne du cluster proposée par Gouanvé et al. [2007] [Bessadok et al., 2007 ; Chun et Lee, 2015] s'écrit :

$$MCS_{Park} = \frac{\rho^2}{W_{eq}^3 \left(1 + \rho/W_{eq}\right)^2} \times \left(\frac{w_m C a_w}{(1 + C a_w)^2} + k_H a_w + K_a n a_w^n \right) \quad (4.9)$$

où W_{eq} est la teneur en eau à l'équilibre, ρ est le rapport de la masse volumique de l'eau sur la masse volumique des fibres; w_m , C , k_H , K_a et n étant les paramètres du modèle Park.

La **Figure 4.3** montre la courbe d'évolution de la taille moyenne d'un cluster d'eau, soit *MCS*, en fonction de l'activité de l'eau a_w . Lorsque la valeur de *MCS* est supérieure à 1, la condensation apparaît. Cette transition s'observe au voisinage d'une valeur critique $a_{w,cr}$ de l'activité de l'eau. On a généralement $a_{w,cr} \approx 0,8$ mais, sur la courbe expérimentale, nos mesures laissent penser que $a_{w,cr}$ se situe entre 0,7 et 0,8 pour l'échantillon FFL.

Cette courbe s'interprète comme suit :

- pour $a_w \leq a_{w,cr}$, certaines molécules d'eau sont adsorbées aléatoirement à la surface de la fibre sans aucune interaction entre elles (loi de Henry) et d'autres sont adsorbées dans des sites spécifiques ou dans la structure poreuse de la fibre (adsorptions de type Langmuir),
- pour $a_w > a_{w,cr}$, la taille moyenne des clusters augmente significativement avec la forte activité de l'eau en induisant la condensation de l'eau au sein du matériau. Celui-ci subit alors une relaxation en se gonflant.

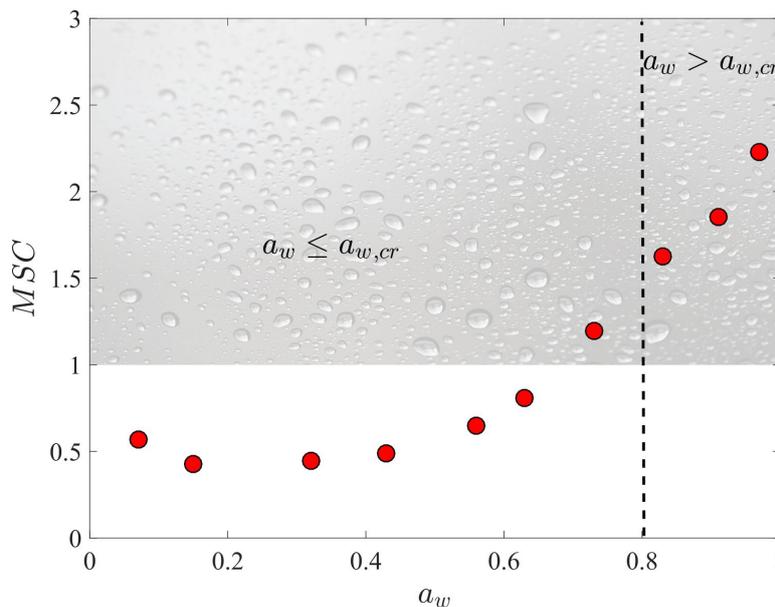


Figure 4.3 – Variation de la taille moyenne d'un cluster d'eau en fonction de l'activité de l'eau

2.3 Diffusivité massique théorique

Comme vu à la **section 2.3** du **chapitre 3**, le modèle du transfert couplé chaleur-humidité tient à la fois compte de la diffusivité massique isotherme D_w^v et de la diffusivité massique non-isotherme D_T^v . Mais dans un premier temps, nous avons négligé la diffusion massique non-isotherme en nous basant sur l'hypothèse que la variation de la température n'influe pas sur la diffusion massique, soit $D_T^v \ll D_w^v$. Cette hypothèse sera justifiée en montrant différentes formes d'adsorption d'humidité au sein de l'échantillon FFL.

Moyne et Perre [1991] ont présenté un modèle basé sur l'équilibre thermodynamique d'un système d'adsorption. Dans ce modèle, les diffusivités massiques isotherme D_w^v et non-isotherme D_T^v en phase vapeur sont respectivement données par les expressions suivantes :

$$D_w^v = \frac{1}{\rho_0} \frac{D^*}{RT} \frac{M_v}{1-x_v} \frac{dp_v}{dW} \quad (4.10)$$

$$D_T^v = \frac{1}{\rho_0} \frac{D^*}{RT} \frac{M_v}{1-x_v} \frac{dp_v}{dT} \quad (4.11)$$

avec

- D^* la diffusivité de la vapeur d'eau qui dépend de la température,
- x_v la fraction massique de la vapeur d'eau,
- p_v la pression de vapeur d'eau à la température T ,
- M_v la masse molaire de la vapeur d'eau,
- ρ_0 la masse volumique réelle du milieu poreux
- R la constante des gaz parfaits.

L'expression de la diffusivité de la vapeur d'eau est donnée par [Treybal 1980] :

$$D^* = 2,58 \times 10^{-5} \left(\frac{T}{273} \right)^{1,5} \quad (4.12)$$

avec T la température exprimée en degré Kelvin. La valeur $2,58 \times 10^{-5}$ représente la diffusivité effective ($m^2 \cdot s^{-1}$) de la vapeur d'eau dans l'air à la pression atmosphérique.

Dans un état d'équilibre dans lequel l'isotherme de sorption est établie, l'équation de l'isotherme d'adsorption relie la masse de l'adsorbant adsorbé dans le milieu poreux en fonction de la pression de vapeur [Rouquerol et al., 2003] :

$$p_v = p_{vs}(T) \phi(W, T) \quad (4.13)$$

où p_{vs} est la pression de vapeur saturante et ϕ la fonction de l'isotherme d'adsorption.

La valeur approchée de la pression de vapeur saturante (*en atm*) peut être donnée par l'équation de Rankine :

$$p_{vs} = \exp\left(13,7 - \frac{5120}{T}\right) \quad (4.14)$$

Dans le domaine de la condensation capillaire, l'équation 4.13 s'écrit [Rouquerol et al., 2003] :

$$p_v = p_{vs}(T) \exp\left(-\frac{p_c M_v}{\rho_l R T}\right) \quad (4.15)$$

où p_c , M_v , ρ_l et R désignent respectivement la pression capillaire, la masse molaire de la vapeur d'eau, la masse volumique de l'eau et la constante des gaz parfaits.

En introduisant l'équation du modèle Park donnant l'isotherme d'adsorption (Equation 4.6) dans l'équation 4.13, on obtient les expressions des dérivées de la pression de vapeur $\frac{dp_v}{dW}$ et $\frac{dp_v}{dT}$ comme suit :

$$\frac{dp_v}{dW} = p_{vs} \frac{(1 + C a_w)^2}{w_m C + (1 + C a_w)^2 (k_H + n K_a a_w^{n-1})} \quad (4.16)$$

$$\frac{dp_v}{dT} = p_{vs} \frac{5120}{T^2} \quad (4.17)$$

Les valeurs des paramètres du modèle Park (w_m , C , k_H , K_a et n) correspondant à l'échantillon FFL sont déjà données dans le Tableau 4.3.

Les Equations 4.16 et 4.17, permettent de calculer la diffusivité massique isotherme D_w^v et la diffusivité massique non-isotherme D_T^v à 30°C pour différentes valeurs de l'activité de l'eau ($a_w=0,3$; 0,5 ; 0,7 ; 0,9), comme le montrent les résultats du Tableau 4.4.

Tableau 4.4 – Valeurs calculées des diffusivités massiques isotherme D_w^v et non-isotherme D_T^v à 30°C pour différentes valeurs de l'activité de l'eau a_w .

a_w	$D_w^v (m^2 \cdot s^{-1})$	$D_T^v (m^2 \cdot s^{-1} \cdot K^{-1})$
0,3	$2,98 \times 10^{-9}$	$5,12 \times 10^{-12}$
0,5	$2,63 \times 10^{-9}$	$8,58 \times 10^{-12}$
0,7	$1,69 \times 10^{-9}$	$1,21 \times 10^{-11}$
0,9	$6,91 \times 10^{-10}$	$1,56 \times 10^{-11}$

Ces résultats montrent que les diffusivités massiques D_w^v et D_T^v varient inversement avec l'activité de l'eau, comme le relève la littérature [Stamboulis et al., 2000 ; 2001 ; Ghazanfari et al., 2006 ; Chilali et al., 2017]. Mais le plus pertinent est de noter que D_T^v est beaucoup plus faible que D_w^v surtout à une faible humidité relative ambiante. D_T^v est par exemple 600 fois

plus faible que D_w^v lorsque l'activité de l'eau a_w avoisine la valeur de 0,3. On peut donc négliger la diffusivité massique non-isotherme dans les équations du transfert couplé chaleur-humidité.

Dans La suite de cette étude, nous présenterons les valeurs expérimentales de la diffusivité massique isotherme obtenues par deux méthodes (dont les résultats seront désignés D_w^{dessic} et $D_w^{enceinte}$) et la diffusivité massique isotherme D_w^v mesurée in situ, au cours des transferts de chaleur et d'humidité. Elle est en effet mesurée lorsque la conductivité thermique de l'échantillon humide est en cours de mesure dans le dispositif plan chaud. Il va sans dire que ce sera la valeur de cette dernière mesure de D_w^v qui sera prise en compte dans les équations de transferts couplés chaleur-humidité.

2.4 Diffusivité massique expérimentale par gravimétrie statique

Comme expliqué à la **section 4.7 (sous-sections A et B)** du **chapitre 2**, la diffusivité massique isotherme a été déterminée par les deux méthodes préconisées par la norme NF EN ISO 12571 : la « méthode du dessiccateur » et la « méthode de la chambre climatique » (ou enceinte climatique) donnant respectivement les diffusivités massiques isothermes effectives D_w^{dessic} et $D_w^{enceinte}$.

A. Diffusivité massique par la méthode du dessiccateur (D_w^{dessic})

On relève l'évolution de la teneur en eau moyenne $\bar{W}(t)$ de l'échantillon FFL confiné dans l'atmosphère humide d'un dessiccateur. Le protocole expérimental est décrit à la **section 4.7** du **chapitre 2**. Les courbes expérimentales qui en résultent permettront de déterminer la diffusivité massique effective D_w^{dessic} de l'isolant FFL.

Pour relever l'influence de la masse volumique et de l'humidité ambiante sur l'aptitude de cet isolant thermique à adsorber l'humidité, la mesure de $\bar{W}(t)$ est conduite sur des échantillons de différentes masses volumiques, puis sur un échantillon séjournant jusqu'à l'équilibre hygroscopique dans des atmosphères d'humidités relatives différentes.

A(1). Influence de la masse volumique sur la teneur en eau moyenne

Les mesures de l'évolution de la teneur en eau moyenne $\bar{W}(t)$ sont relevées sur des échantillons FFL₁, FFL₂, FFL₃ et FFL₄ de masses volumiques respectives 341 kg.m⁻³, 425 kg.m⁻³, 597 kg.m⁻³ et 766 kg.m⁻³ à l'état sec et séjournant dans un dessiccateur confinant une atmosphère à une humidité relative variant de 7,4% à 97%. Sur la **Figure 4.4**, les symboles représentent les mesures expérimentales de la teneur en eau moyenne des quatre échantillons à 7,4% d'humidité relative et les courbes en lignes continues représentent la teneur en eau moyenne théorique $\bar{W}(t)$ donnée par la loi de Fick (**Equation 2.16** du **chapitre 2**).

L'allure de ces courbes confirme une adsorption Fickienne de l'humidité : une phase d'adsorption non-linéaire de l'humidité suivie d'un palier d'équilibre hygroscopique où $\bar{W}(t)$ correspond à la teneur en eau d'équilibre W_{eq} . Les échantillons atteignent sensiblement la même teneur en eau d'équilibre ($W_{eq} \approx 0,055 \pm 5 \times 10^{-3}$) et au bout de 70 heures d'exposition, quelle que soit leur masse volumique. Cette dernière n'a qu'une très faible

influence sur le comportement hygroscopique de l'échantillon dans la plage des masse volumique 341 à 766 kg.m⁻³. Cette observation est en cohérence avec la quasi-superposition des isothermes d'adsorption des échantillons FFL₁ et FFL₄ de la **Figure 4.1**, qui s'explique par la forte porosité de l'échantillon avec une taille des pores suffisamment élevée pour ne pas entraver la perméabilité de l'échantillon à l'air humide.

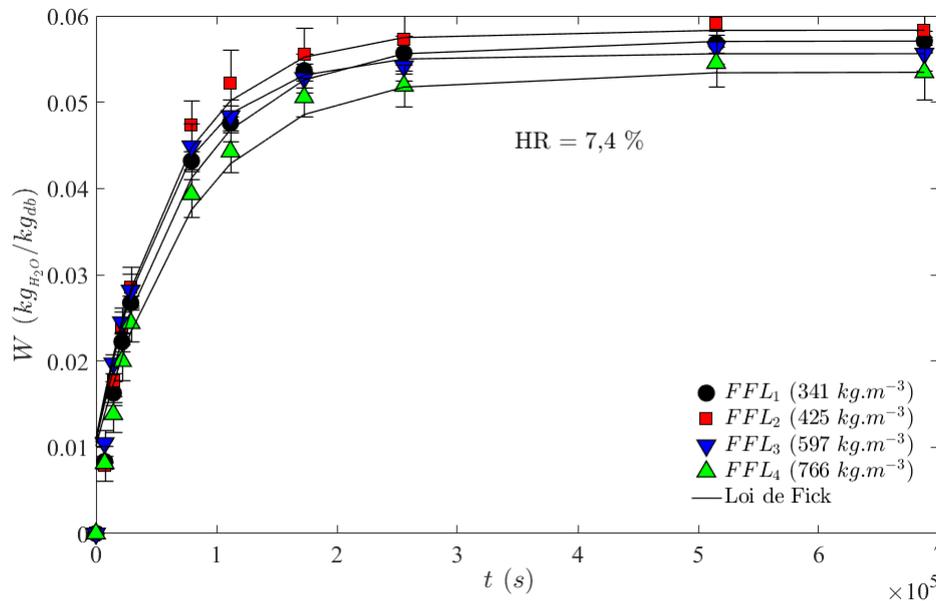


Figure 4.4 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'isolant FFL (à différentes masses volumiques à l'état sec) séjournant dans une atmosphère à 7,4% d'humidité relative.

La diffusivité massique effective D_w^{dessic} est estimée par la méthode des moindres carrés en faisant coïncider la courbe théorique et la courbe expérimentale. Le **Tableau 4.5** présente les valeurs de D_w^{dessic} estimées pour chacun des quatre échantillons. Il en résulte que la diffusivité massique croît quasi-linéairement avec la masse volumique de l'échantillon mais dans une faible proportion. L'augmentation de la masse volumique de l'échantillon de 341 à 766 kg.m⁻³, soit de 125%, fait croître D_w^{dessic} de $2,41 \times 10^{-11}$ à $3,25 \times 10^{-11}$ m².s⁻¹, soit de 35%.

Tableau 4.5 – Valeurs de la diffusivité massique effective à une humidité relative de 7,4% estimées à partir des mesures de la méthode du dessiccateur.

Echantillon	D_w^{dessic} (m ² .s ⁻¹) [$\pm 10^{-13}$]
FFL ₁ (341 kg.m ⁻³)	2,41×10 ⁻¹¹
FFL ₂ (425 kg.m ⁻³)	2,81×10 ⁻¹¹
FFL ₃ (597 kg.m ⁻³)	2,95×10 ⁻¹¹
FFL ₄ (766 kg.m ⁻³)	3,25×10 ⁻¹¹

A(2). Influence de l'humidité relative ambiante sur la teneur en eau moyenne

La masse volumique n'ayant que peu d'influence sur la variation de la teneur en eau, les tests sont poursuivis sur un échantillon de masse volumique donnée. L'échantillon FFL₂ à 425 kg.m⁻³ est préféré à l'échantillon FFL₁ qui, aux fortes humidités, subit un gonflement élevé en se

détériorant en raison de son faible compactage. Le test est effectué pour cinq autres valeurs de l'humidité relative, soient 32%, 56%, 73%, 83% et 97% HR.

La **Figure 4.5** montre les courbes de la variation de la teneur en eau de l'isolant FFL₂ lorsque celui-ci séjourne dans des atmosphères aux hygrométries indiquées. Ces courbes montrent clairement que lorsque l'humidité ambiante augmente, la teneur en eau maximale que l'échantillon peut atteindre à l'équilibre hygroscopique augmente, tout comme le temps nécessaire pour atteindre cet équilibre. En augmentant l'humidité relative de l'air ambiant de 7,4% à 97%, la teneur en eau d'équilibre de l'échantillon passe de $W_{eq} \approx 6\%$ à $W_{eq} \approx 18\%$ (**Tableau 4.6**) et la durée nécessaire pour atteindre l'équilibre hygroscopique passe de 70 heures en moyenne à 330 heures, soit de 3 jours à 2 semaines environ.

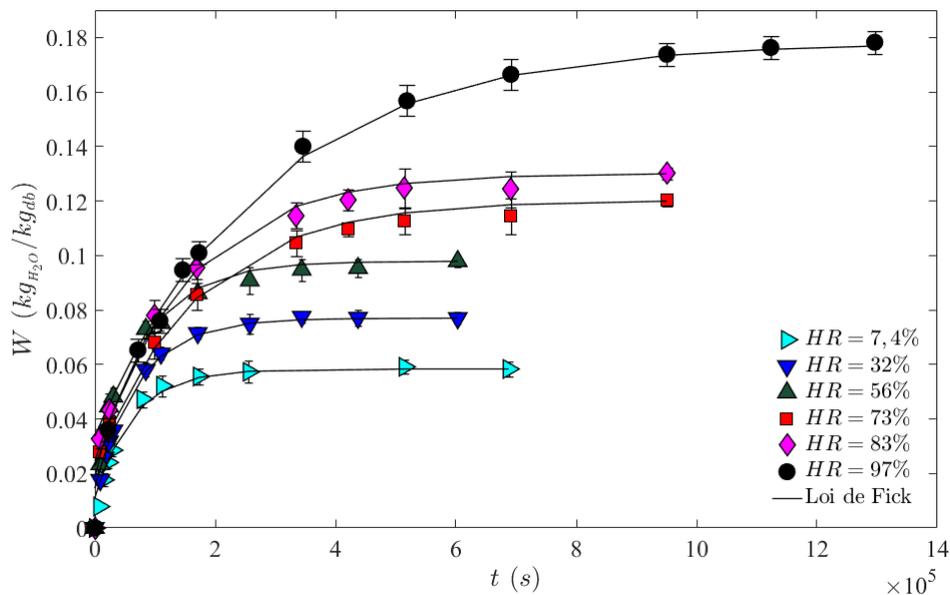


Figure 4.5 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'échantillon FFL₂ (425 kg.m⁻³) séjournant dans une atmosphère à différentes humidités relatives : mesure expérimentale par la méthode du dessiccateur et courbes prédictives par la loi de Fick

Comme vu précédemment, D_w^{dessic} est estimé en corrélant les courbes de la loi de Fick (en ligne continue) et les résultats expérimentaux. Les valeurs estimées du **Tableau 4.6** montrent que lorsque l'humidité relative de l'air ambiant croît de 7,4% HR à 97% HR, D_w^{dessic} baisse de $2,81 \times 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à $6,40 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, soit une diminution de 77%.

Comme l'ont rapporté Stamboulis et al. [2001] dans une étude sur le vieillissement de fibres de lin, en augmentant l'humidité ambiante, la durée nécessaire pour atteindre l'équilibre hygroscopie se rallonge et la vitesse d'adsorption diminue en abaissant concomitamment le coefficient de diffusivité effective, confirmant ainsi nos observations.

Tableau 4.6 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l'échantillon FFL₂ (425 kg.m⁻³) estimées à partir des mesures par la méthode du dessiccateur

Humidité Relative	$D_w^{dessic} (m^2 \cdot s^{-1})$ [Incertitude de $\pm 10^{-13}$]	$W_{eq} [\pm 5 \times 10^{-3}]$
7,4%	$2,81 \times 10^{-11}$	0,06
32%	$2,31 \times 10^{-11}$	0,08
56%	$1,94 \times 10^{-11}$	0,10
73%	$1,36 \times 10^{-11}$	0,12
83%	$1,02 \times 10^{-11}$	0,13
97%	$6,40 \times 10^{-12}$	0,18

Ces valeurs sont en accord avec celles présentées dans la littérature [Stamboulis et al., 2000 ; 2001 ; Ghazanfari et al., 2006 ; Chilali et al., 2017]. Stamboulis et al. [2000 ; 2001] ont par exemple présenté des coefficients de diffusion massique de l'ordre de 10^{-10} et 10^{-11} m².s⁻¹, respectivement sur deux faisceaux constitués de deux différents types de fibres de lin, dans une atmosphère à 66% d'humidité relative. Ces valeurs sont néanmoins mesurées suivant le sens longitudinal de la fibre à l'inverse de nos mesures qui sont effectuées suivant le sens transversal et avec un arrangement plan et aléatoire des fibres, précisément suivant le sens de compactage lors de la mise en forme du feutre de fibres de lin.

Notons aussi que dans l'étude menée par Stamboulis et al., [2000 ; 2001], l'écart de la diffusivité massique entre les deux types de lin peut s'expliquer par le mode d'extraction de la fibre (rouissage mécanique, traitement chimique), le taux résiduel des pectines et hémicelluloses qui sont des constituants hydrophiles, la variation des propriétés de la fibre liée aux conditions culturales (la taille du lumen par exemple en dépend), etc.

Certains auteurs [Hill et al., 2009 ; Bennai et al., 2018] ont par exemple souligné l'influence de la micro-capillarité ou des lumens sur la diffusion de l'eau ; le lumen étant un trou axial dans une fibre de lin (**Figure 1.1** du **Chapitre 1**).

B. Diffusivité massique par la méthode de la chambre climatique ($D_w^{enceinte}$)

Les mesures de l'évolution de la teneur en eau moyenne $\bar{W}(t)$ de l'échantillon FFL₂ (à 425 kg.m⁻³) sont cette fois conduites suivant la « méthode de la chambre climatique », en complément de la « méthode du dessiccateur », deux méthodes de la norme NF EN ISO 12571, comme déjà expliqué plus haut. Le test est effectué dans l'enceinte climatique (Dycometal®, CCK 480) suivant le protocole détaillé à la **section 4.7** du **chapitre 2**, à des humidités relatives de 30%, 50%, 70% et 90%.

La **Figure 4.6a** montre les courbes d'évolution de $\bar{W}(t)$ et le **Tableau 4.7** donne une estimation des valeurs de $D_w^{enceinte}$ correspondantes. La courbe de la **Figure 4.6b** montre la variation de $D_w^{enceinte}$ lorsque l'humidité ambiante varie.

La comparaison des résultats obtenus par la méthode du dessiccateur (**Figure 4.5** et **Tableau 4.6**) et la méthode de la chambre climatique (**Figure 4.6** et **Tableau 4.7**) montre que :

- L'échantillon atteint l'équilibre hygroscopique au moins dix fois plus vite dans l'enceinte climatique que dans le dessiccateur : autour de 70% HR, l'équilibre

hygroscopique est atteint au bout de 2 heures dans l'enceinte climatique contre 70 heures dans le dessiccateur et autour de 90% HR, l'équilibre est établi après 6 heures dans l'enceinte climatique contre 330 heures dans le dessiccateur.

- Ceci peut s'expliquer par l'accélération des échanges d'humidité du fait de la ventilation du flux d'air humide dans l'enceinte climatique. Cet appareil ventile en outre un flux d'air déjà humide, de sorte que la chaîne d'humidité n'est pas interrompue entre deux mesures. A l'inverse, l'atmosphère du dessiccateur est en partie renouvelée à chaque ouverture et la solution saline doit régénérer l'humidité dans ce bocal. Mais sans ambiguïté, dans l'enceinte climatique, l'effet de la convection forcée massive sur l'adsorption d'humidité, notamment au cœur de l'échantillon, l'emporte sur l'effet de la convection naturelle sur l'adsorption d'humidité dans le dessiccateur.
- La diffusivité massique isotherme est 60 à 80 fois plus élevée pour les mesures dans l'enceinte climatique que dans le dessiccateur, pour les mêmes raisons évoquées. On peut remarquer que le délai pour atteindre l'équilibre hygroscopique diminue dans ces mêmes rapports entre l'adsorption d'humidité dans le dessiccateur et dans l'enceinte climatique (un rapport de 55 à 90% HR, soit 330 heures/6 heures). Par conséquent, la vitesse d'adsorption de l'humidité augmente d'autant, et au final $D_w^{enceinte}$.

Compte tenu de la sensibilité de la diffusivité massique aux conditions d'exposition de l'échantillon, sa valeur devant être utilisée dans l'équation du transfert couplé chaleur-humidité (Equation 3.15, chapitre 3) pour l'estimation de la conductivité thermique doit être mesurée in situ lorsque la conductivité thermique apparente sera en cours de mesure sur l'échantillon humide dans le dispositif plan chaud.

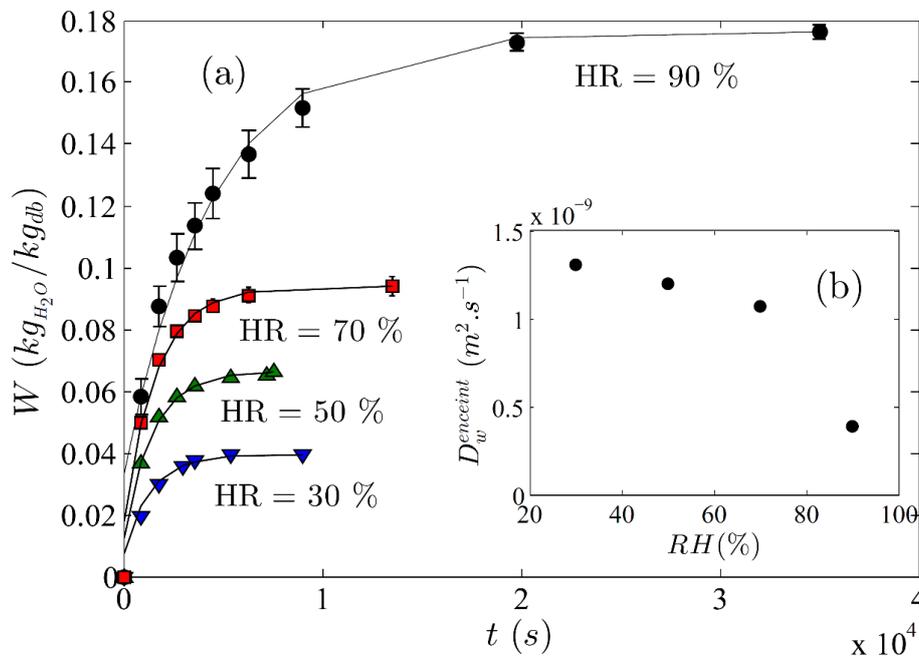


Figure 4.6 – Evolution de la teneur en eau moyenne de l'échantillon FFL₂ ($425 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) séjournant dans une atmosphère à différentes humidités relatives et à 30°C : (a) mesure par la méthode de la chambre climatique et courbe prédictive de Fick ; (b) variation de la diffusivité massique effective correspondante

Tableau 4.7 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l'échantillon FFL₂ (425 kg.m⁻³) estimées à 30 °C à partir des mesures de la méthode de l'enceinte climatique

Humidité Relative	$D_w^{enceinte} (m^2 \cdot s^{-1})$ [Incertitude de $\pm 10^{-11}$]	$W_{eq} [\pm 5 \times 10^{-3}]$
30%	$1,31 \times 10^{-9}$	0,04
50%	$1,21 \times 10^{-9}$	0,07
70%	$1,07 \times 10^{-9}$	0,09
90%	$3,90 \times 10^{-10}$	0,18

C. Mesure in situ de la diffusivité massique effective en désorption

Dans le modèle du transfert couplé chaleur-humidité présenté dans le **Chapitre 3**, la diffusivité effective D_w^v est l'une des caractéristiques principales des équations de transfert couplé de masse et de chaleur (**Equation 3.15**). La diffusivité effective, qui caractérise la diffusivité de la vapeur d'eau au sein de l'échantillon dans les conditions expérimentales réelles, est estimée sur des échantillons placés dans le dispositif plan chaud initialement disposé dans l'enceinte climatique, comme le décrit le protocole exposé à la **section 4.7** du **chapitre 2**.

La **Figure 4.7a** représente les valeurs expérimentales moyennes de la teneur en eau $\bar{W}(t)$ de l'échantillon FFL₂ (425 kg.m⁻³) et les valeurs prédictives correspondantes de la loi de Fick. À l'inverse des courbes des **Figure 4.4** à **Figure 4.6a**, les résultats de la **Figure 4.7a** représentent la désorption, c'est-à-dire la perte d'humidité par évaporation. En effet, lorsque la température de l'élément chauffant $T_c(t)$ est appliquée sur une face de l'échantillon, celui-ci perd l'humidité à partir d'une teneur en eau initiale W_i . Celle-ci est inférieure à W_{eq} car la durée de séjour de l'échantillon dans l'enceinte climatique en vue de son humidification (avant le début de la mesure de la conductivité thermique) n'est que de 2 heures contre 6 heures au moins pour atteindre l'équilibre hygroscopique dans une atmosphère à 90% HR par exemple.

Comme l'adsorption, les courbes de désorption enregistrées in situ indiquent les principaux aspects typiques d'une diffusion Fickienne : un début de perte d'humidité rapide suivi d'une approche lente de l'équilibre après une demi-heure de désorption. La perte d'humidité rapide en début de déshydratation est liée à la désorption de l'eau libre à la surface des fibres et de la vapeur d'eau dans les vides interstitiels. La deuxième étape, correspondant à l'approche lente de l'équilibre, est liée à la désorption de l'eau contenue dans les fibres (eau liée) et qui diffuse de l'intérieur vers la surface de la fibre. La pente de la courbe diminue alors progressivement jusqu'à zéro lorsque la déshydratation de l'échantillon est quasi-complète.

Le **Tableau 4.8** donne les valeurs estimées de D_w^v et la **Figure 4.7b** montre sa variation pour différentes humidités relatives. On peut noter que les valeurs de D_w^v sont 4 à 9 fois plus élevées que celles de $D_w^{enceinte}$ (**Tableau 4.7**) en raison notamment de l'accélération de la déshydratation par l'effet thermique de l'élément chauffant.

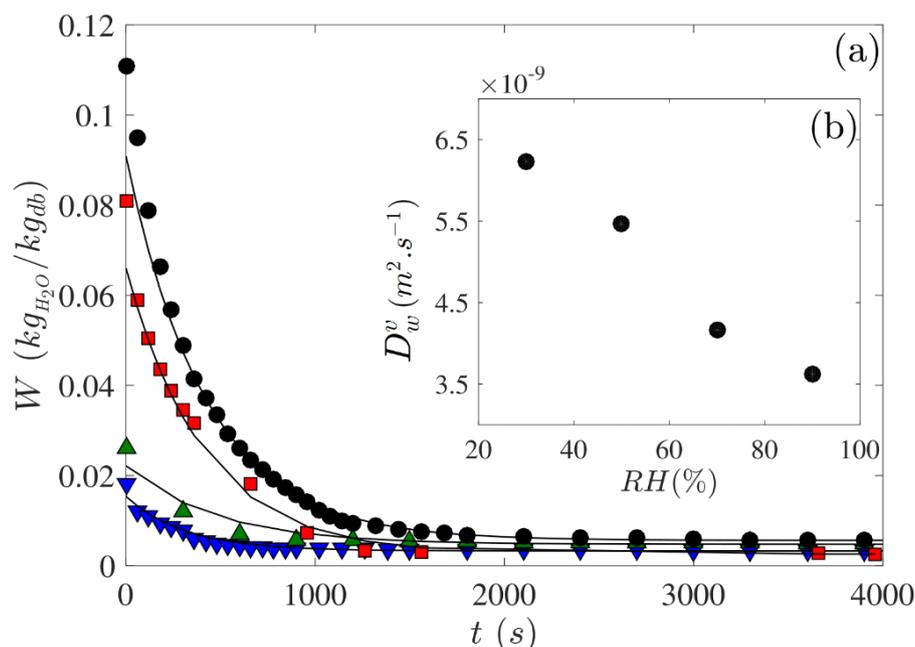


Figure 4.7 – Perte d’humidité de l’échantillon FFL₂ (425 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) à différentes teneurs en eau initiales : (a) mesure in situ au cours de la mesure de la conductivité thermique par le dispositif plan chaud et courbe prédictive ; (b) variation de la diffusivité massique correspondante

Tableau 4.8 – Valeurs de la diffusivité massique effective de l’échantillon FFL₂ (425 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) caractérisant le transfert de masse au cours des mesures de la conductivité thermique par le dispositif plan chaud

Humidité Relative	Teneur en eau initiale W_i [$\pm 2 \times 10^{-3}$]	D_w^v ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) [$\pm 10^{-11}$]
30%	0,02	$6,23 \times 10^{-9}$
50%	0,03	$5,47 \times 10^{-9}$
70%	0,08	$4,16 \times 10^{-9}$
90%	0,11	$3,62 \times 10^{-9}$

En définitive, la diffusivité massique isotherme est mesurée par trois protocoles expérimentaux différents (Tableau 4.5 à Tableau 4.8). De plus, à partir d’un modèle thermodynamique, la diffusivité massique isotherme D_w^v et la diffusivité massique non-isotherme D_T^v ont été estimées théoriquement (Tableau 4.4).

Ces différents résultats peuvent être analysés comme suit :

- Les valeurs de la diffusivité massique isotherme mesurées par la méthode gravimétrique statique (Tableau 4.5 et Tableau 4.6) sont valables et conformes au protocole de la « méthode du dessiccateur » de la norme NF EN ISO 12571. En effet, les valeurs du Tableau 4.5 ont confirmé que la densité de l’échantillon n’affecte pas la diffusivité effective. Par conséquent, nous avons poursuivi les mesures sur l’échantillon FFL₂.
- En revanche, les résultats de la mesure de la diffusivité massique isotherme par la « méthode de la chambre climatique » (Tableau 4.7) sont affectés par les conditions

expérimentales de l’enceinte climatique qui influencent la vitesse d’adsorption d’humidité au sein de l’échantillon. En effet, la convection forcée du flux d’air généré par la ventilation augmente la diffusivité massique,

- Néanmoins, étant donné que les mesures de la conductivité thermique apparente sont conduites dans l’enceinte climatique afin de contrôler les conditions hygrothermiques ambiantes, les valeurs de la diffusivité massique isotherme D_w^v mesurée in situ (**Tableau 4.8**) dans le dispositif plan chaud disposé dans l’enceinte climatique sont les valeurs de D_w^v qui seront utilisées dans le modèle de la simulation numérique des transferts couplés de chaleur et d’humidité.

3. Propriétés physiques de l’isolant FFL

L’échantillon FFL dont la mise en œuvre est décrite en détail au **chapitre 2** est développé pour répondre aux besoins de l’isolation thermique aussi bien de l’habitat que de certains d’équipements (habitable de véhicule, congélateurs, etc.). La caractérisation qui suit permet de déterminer ses propriétés thermo-physiques (protocoles décrits à la **section 4** du **chapitre 2**) dont celles utilisées dans le modèle mathématique simulant le transfert simultané de la chaleur et de l’humidité dans cet isolant (modèle développé au **chapitre 3**).

3.1 Masse volumique

A. Masse volumique apparente

La masse volumique apparente ρ_{app} est mesurée sur des échantillons FFL dans les différents états physiques (densité et hygrométrie) dans lesquels les mesures de la conductivité thermique seront effectuées. Ainsi, ρ_{app} est mesuré sur des échantillons FFL₁, FFL₂, FFL₃ et FFL₄ de masses volumiques anhydres respectives de 341 kg.m⁻³, 425 kg.m⁻³, 597 kg.m⁻³ et 766 kg.m⁻³ et ayant subi une humidification préalable durant près de 2 heures dans l’enceinte climatique à des humidités relatives ambiantes de 30%, 50%, 70% et 90% HR. La masse volumique à l’état sec est, quant à elle, déjà connue, comme indiqué ci-dessus.

Le **Tableau 4.9** montre les résultats de la masse volumique apparente ρ_{app} mesurée suivant le protocole décrit à la **section 4.1** du **chapitre 2** et l’équation **2.1** de la même section. Sans surprise, la masse volumique de l’échantillon augmente avec la proportion d’humidité qu’absorbe l’échantillon. Ces mesures ne requièrent pas une analyse particulière mais leur intérêt tient dans leur utilisation aussi bien dans l’estimation expérimentale qu’analytique de la conductivité thermique de l’échantillon, dans les différents états hygroscopiques et de masse volumique anhydre mentionnés dans le tableau.

Tableau 4.9 – Masse volumique apparente de l’échantillon FFL dans les différents états hygroscopiques dans lesquels sa conductivité thermique est mesurée ou simulée

Humidité Relative	Teneur en eau W [$\pm 2 \times 10^{-3}$]	Masse volumique apparente ρ_{app} (kg.m ⁻³) [± 2 kg.m ⁻³]			
		FFL ₁ (341 kg.m ⁻³)	FFL ₂ (425 kg.m ⁻³)	FFL ₃ (597 kg.m ⁻³)	FFL ₄ (766 kg.m ⁻³)
30%	0,02	365	453	632	813
50%	0,03	374	453	645	830
70%	0,08	369	462	654	828
90%	0,11	405	469	656	839

B. Masse volumique réelle ou masse volumique absolue

La masse volumique réelle ρ_0 ou masse volumique absolue, qui représente la masse volumique de la fibre sans les pores, est mesurée par pesée hydrostatique à l'éthanol comme détaillé à la **section 4.1** du **chapitre 2**. Le **Tableau 4.10** résume les résultats des dix mesures effectuées sur l'échantillon FFL et la valeur moyennée. Comme celle-ci est de $1510 \pm 10 \text{ kg.m}^{-3}$, et on peut en déduire que les quatre échantillons FFL sont fabriqués à une densité allant du quart à la moitié de la densité réelle de la fibre elle-même. L'échantillon FFL est donc très poreux.

Tableau 4.10 – Mesure de la masse volumique réelle de l'échantillon FFL et valeur moyennée

	Masse volumique réelle $\rho_0 \text{ (kg.m}^{-3}\text{)} [\pm 2\text{kg.m}^{-3}]$					Moyenne
Essai	n°1	n°2	n°3	n°4	n°5	1510 ± 10 <i>kg.m⁻³</i>
Mesure	1501	1512	1518	1516	1508	
Essai	n°6	n°7	n°8	n°9	n°10	
Mesure	1506	1515	1510	1509	1504	

3.2 Porosité

A partir des valeurs de la masse volumique apparente et de la masse volumique réelle précédemment déterminées, la porosité de l'échantillon est calculée en utilisant la relation proposée par l'IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) en 1994 (**Equation 2.3, chapitre 2**).

Le **Tableau 4.11** donne les valeurs de la porosité de tous les échantillons, chacun étant dans un état de teneur en eau atteint au bout de 2 heures en séjournant dans une atmosphère d'humidité relative définie. La porosité des échantillons FFL₁, FFL₂, FFL₃ et FFL₄ sans traitement hygroscopique (FFL de référence), c'est-à-dire des échantillons anhydres, est également déterminée. Il en résulte que lorsque l'isolant est fabriqué à des masses volumiques de 341 kg.m⁻³, 425 kg.m⁻³, 597 kg.m⁻³ et 766 kg.m⁻³, sa porosité à l'état sec est respectivement d'environ 77%, 72%, 60% et 49%. La porosité représentant le rapport entre le volume du vide des pores et des interstices et le volume global de l'échantillon, on en déduit que le vide occupe entre la moitié et les trois quarts du volume de l'échantillon FFL, lorsqu'il est fabriqué dans une plage de 340 à 766 kg.m⁻³ de masse volumique.

En ce qui concerne la porosité des échantillons humides, elle montre qu'en absorbant l'humidité, celle-ci occupe le vide des pores de l'échantillon et sa porosité diminue.

Tableau 4.11 – Porosité de l'échantillon FFL dans les différents états hygroscopiques dans lesquels sa conductivité thermique est mesurée ou simulée

Humidité Relative	Teneur en eau $W [\pm 2 \times 10^{-3}]$	Porosité $p [\pm 2 \times 10^{-3}]$			
		FFL ₁ (341 kg.m ⁻³)	FFL ₂ (425 kg.m ⁻³)	FFL ₃ (597 kg.m ⁻³)	FFL ₄ (766 kg.m ⁻³)
à l'état sec	(FFL référence)	0,774	0,719	0,605	0,493
30%	0,02	0,752	0,692	0,570	0,447
50%	0,03	0,745	0,692	0,561	0,435
70%	0,08	0,749	0,686	0,555	0,436
90%	0,11	0,724	0,681	0,554	0,429

3.3 Surface spécifique

La surface spécifique de l'échantillon FFL est calculée par le modèle théorique présenté à la **section 4.3** du **chapitre 2**. Elle est exprimée par **l'équation 2.7** en fonction de la quantité maximale d'humidité adsorbée en monocouche w_m . Les **Tableau 4.1** au **Tableau 4.3** donnent les valeurs de w_m précédemment estimées à partir des modèles d'adsorption isotherme GAB, GDW et Park et le **Tableau 4.12** donne les valeurs calculées de la surface spécifique. Il va sans dire que la surface spécifique est d'autant plus élevée que w_m est élevé. Comme déjà discuté plus haut, le modèle GDW surestime la quantité maximale d'humidité adsorbée en monocouche et la valeur correspondante de la surface spécifique s'en trouve par conséquent surestimée.

En revanche, la comparaison des trois modèles a montré que celui de Park tenait compte du gonflement des fibres végétales en milieu humide et qu'il était plus adapté pour la prédiction d'adsorption d'humidité de l'isolant FFL.

On peut donc retenir la valeur de la surface spécifique calculée à partir de la valeur de w_m estimée par le modèle Park, soit $175 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

Tableau 4.12 – Surface spécifique de l'échantillon FFL

Modèle d'adsorption	w_m	Surface spécifique $\sigma \text{ (m}^2 \cdot \text{g}^{-1}\text{)}$
GAB	0,0550	193
GDW	0,0860	302
Park	0,0498	175

3.4 Chaleur spécifique

La chaleur spécifique de la fibre de lin C_{p_f} de l'échantillon FFL est mesurée par le calorimètre DSC-Q20 en suivant le protocole expérimental détaillé à la **section 4.5** du **chapitre 2**.

La valeur moyennée sur cinq mesures de la chaleur spécifique de la fibre de lin est de $4280 \pm 10 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Il est alors possible de calculer la chaleur spécifique apparente $C_{p_{app}}$ de l'échantillon FFL qui est la valeur requise dans l'équation du modèle du transfert couplé chaleur-humidité.

En effet, comme déjà expliqué à la **section 4.5** du **chapitre 2**, la chaleur spécifique apparente $C_{p_{app}}$ de l'échantillon FFL tient compte des chaleurs spécifiques des différentes phases en présence dans l'échantillon, à savoir la fibre de lin, l'amidon de maïs, la vapeur d'eau et l'air, pondérées de leur proportion massique (**Equation 2.10** du **chapitre 2**). Dans le **Tableau 4.13** sont mentionnées les valeurs moyennes des chaleurs spécifiques apparentes des quatre échantillons de référence et lorsque ceux-ci sont humidifiés à différents teneurs en eau. On peut noter que :

- Le $C_{p_{app}}$ des échantillons à l'état sec (référence) augmente avec la masse volumique. En effet, la chaleur spécifique de la fibre ($C_{p_f} \approx 4280 \pm 10 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) étant plus élevée que celle des autres constituants de l'échantillon, le $C_{p_{app}}$ augmente

avec la proportion massique des fibres, c'est-à-dire avec la masse volumique de l'échantillon. Le $C_{p_{app}}$ augmente par exemple de 1140 J.kg⁻¹.K⁻¹ à 2445 J.kg⁻¹.K⁻¹ lorsque la masse volumique de l'échantillon sec augmente de 341 à 766 kg.m⁻³.

- Lorsque la teneur en eau de l'échantillon augmente, la proportion massique de l'eau augmente. La chaleur spécifique de l'eau étant aussi relativement élevée ($C_{p_e} \approx 4080$ J.kg⁻¹.K⁻¹ à 30°C), et le $C_{p_{app}}$ de l'échantillon augmente avec sa teneur en eau, comme le montre les résultats du **Tableau 4.13**.

Tableau 4.13 – Chaleur spécifique apparente de l'échantillon FFL (à 30°C) dans les différents états hygroscopiques de mesure et de simulation de la conductivité thermique

Humidité Relative	Teneur en eau W [$\pm 2 \times 10^{-3}$]	Chaleur spécifique apparente $C_{p_{app}}$ (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹) [± 10]			
		FFL ₁ (341 kg.m ⁻³)	FFL ₂ (425 kg.m ⁻³)	FFL ₃ (597 kg.m ⁻³)	FFL ₄ (766 kg.m ⁻³)
à l'état sec	0 (FFL référence)	1140	1397	1917	2445
30% HR	0,02	1215	1471	1992	2520
50% HR	0,03	1297	1527	2086	2625
70% HR	0,08	1332	1604	2163	2670
90% HR	0,11	1626	1813	2356	2889

4. Conductivité thermique de l'isolant FFL

Dans cette section sont présentés les résultats des mesures expérimentales de la conductivité thermique λ_{app_m} de l'échantillon FFL par le dispositif plan chaud et les résultats de la simulation numérique donnant la conductivité thermique estimée λ_{app_e} par le modèle 1D du transfert couplé chaleur-humidité développé au **chapitre 3**. Le protocole expérimental de mesure de λ_{app_m} est détaillé à la **section 3** du **chapitre 2**. Une comparaison et confrontation des résultats théoriques et des résultats expérimentaux permettra de valider le modèle de transfert couplé chaleur-humidité. Les courbes de sensibilité réduite mettront en évidence la performance d'estimation du modèle numérique.

4.1 Résultats de la mesure expérimentale de la conductivité thermique

La conductivité thermique de l'échantillon FFL est mesurée par le dispositif plan chaud asymétrique aussi bien à l'état sec à une température ambiante de 23°C qu'à l'état humide à 30 °C dans des atmosphères d'hygrométries variables :

- Les mesures effectuées sur les échantillons à l'état sec et à une température ambiante de 23°C permettent de déterminer les valeurs de référence de la conductivité thermique sans influence de l'humidité, c'est-à-dire un transfert de masse nul. A cet effet, la mesure est effectuée sur des échantillons préalablement étuvés à 60°C pendant 24 heures. Une fois l'échantillon placé dans le dispositif plan chaud,

l'ensemble est scellé dans un film hermétique pour limiter l'adsorption de l'humidité de l'air ambiant.

Les valeurs de référence définissent la conductivité thermique de l'isolant thermique FFL et serviront pour la comparaison avec les isolants distribués dans le commerce.

- Les mesures effectuées sur des échantillons humides et en atmosphère humide donnent une valeur de la conductivité thermique qui prend en compte la contribution du transport d'humidité au transfert de la chaleur.

Les mesures sont menées sur les échantillons FFL₁, FFL₂, FFL₃ et FFL₄ préalablement humidifiés pendant 2 heures dans l'atmosphère de l'enceinte climatique, réglée à une humidité relative HR donnée. La mesure de la conductivité thermique est effectuée dans cette atmosphère à la même humidité relative. A cet effet, le dispositif plan chaud est disposé dans l'enceinte climatique pendant toute la durée de la mesure. Celle-ci consiste à enregistrer les températures $T_c(t)$, $T_0(t)$ et $T_1(t)$ sur les faces de l'échantillon FFL et celles d'un échantillon connu, comme le décrit la « méthode du plan chaud » exposée à la **section 3.1** du **chapitre 1**. La conductivité thermique apparente λ_{app_m} est alors déduite à partir de **l'équation 1.8** du même chapitre.

Les mesures sont conduites à des humidités relatives respectives de 30%, 50%, 70% et 90% HR et à une température constante de 30°C. Celle-ci correspond à la plus faible température qui permet de ne pas atteindre le point de rosée aux fortes humidités relatives.

La **Figure 4.8** montre l'évolution des températures $T_c(t)$, $T_0(t)$ et $T_1(t)$ pour la mesure de l'échantillon FFL₂ dans une atmosphère ambiante à 50% d'humidité relative. On note que le régime permanent est atteint seulement après 6000 s soit 1h40 min. Chaque mesure est conduite sur 3 heures.

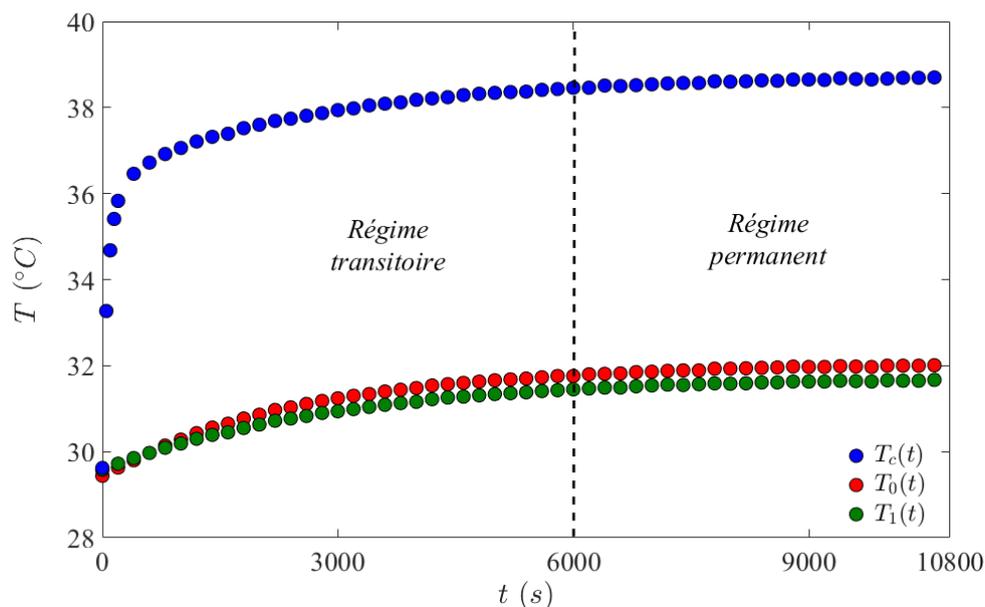


Figure 4.8 – Thermogrammes enregistrés lors de la mesure conduite sur l'échantillon FFL₂ à 50% HR

Pour chaque échantillon et chaque humidité relative, trois mesures sont effectuées puis moyennées. La barre d'erreur de mesure est calculée par l'équation 4.1. Le **Tableau 4.14** présente les mesures expérimentales de la conductivité thermique apparente et les valeurs moyennées. La teneur en eau W indiquée correspond à celle que l'échantillon atteint au bout de 2 heures en séjournant dans une atmosphère à une humidité relative HR donnée. On notera que les échantillons étuvés montrent une teneur en eau résiduelle d'environ 0,008 au terme de la mesure. Les **Figure 4.9** et **Figure 4.10** montrent respectivement les courbes d'évolution de $\lambda_{app,m}$ en fonction de la masse volumique et de la porosité pour différentes teneurs en eau initiales W de l'échantillon.

Tableau 4.14 – Valeurs expérimentales de la conductivité thermique apparente à 30°C pour différentes masses volumiques de l'isolant FFL et en fonction de sa teneur en eau initiale

Humidité Relative	Teneur en eau W [$\pm 2 \times 10^{-3}$]	Essai	Conductivité thermique apparente $\lambda_{app,m}$ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)			
			FFL ₁ (341 $kg \cdot m^{-3}$)	FFL ₂ (425 $kg \cdot m^{-3}$)	FFL ₃ (597 $kg \cdot m^{-3}$)	FFL ₄ (766 $kg \cdot m^{-3}$)
à l'état sec et à 23°C (FFL référence)	~ 0,008 (résiduel)	n°1	0,0274	0,0287	0,0396	0,0538
		n°2	0,0276	0,0291	0,0399	0,0541
		n°3	0,0278	0,0295	0,0402	0,0547
		Moyenne	0,0276	0,0291	0,0399	0,0542
30% HR	0,02	n°1	0,0306	0,0311	0,0504	0,0604
		n°2	0,0303	0,0306	0,0501	0,0614
		n°3	0,0302	0,0306	0,0507	0,0611
		Moyenne	0,0304	0,0308	0,0504	0,0610
50% HR	0,03	n°1	0,0317	0,0342	0,0504	0,0660
		n°2	0,0320	0,0340	0,0511	0,0688
		n°3	0,0312	0,0341	0,0509	0,0641
		Moyenne	0,0316	0,0341	0,0508	0,0663
70% HR	0,08	n°1	0,0343	0,0377	0,0543	0,0711
		n°2	0,0341	0,0368	0,0554	0,0710
		n°3	0,0347	0,0379	0,0551	0,0719
		Moyenne	0,0344	0,0375	0,0549	0,0713
90% HR	0,11	n°1	0,0383	0,0391	0,0594	0,0804
		n°2	0,0390	0,0426	0,0521	0,0790
		n°3	0,0394	0,0412	0,0574	0,0764
		Moyenne	0,0389	0,0410	0,0563	0,0786

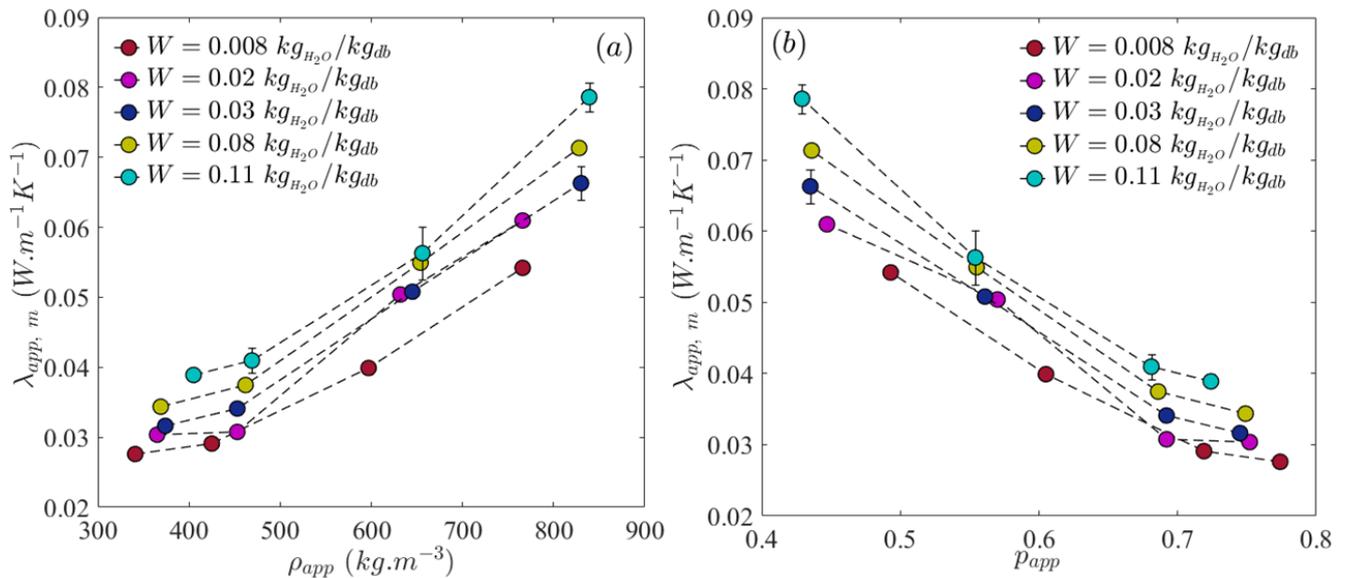


Figure 4.9 – Variation de la conductivité thermique apparente en fonction : (a) de la masse volumique apparente de l'échantillon à l'état humide et (b) de sa porosité

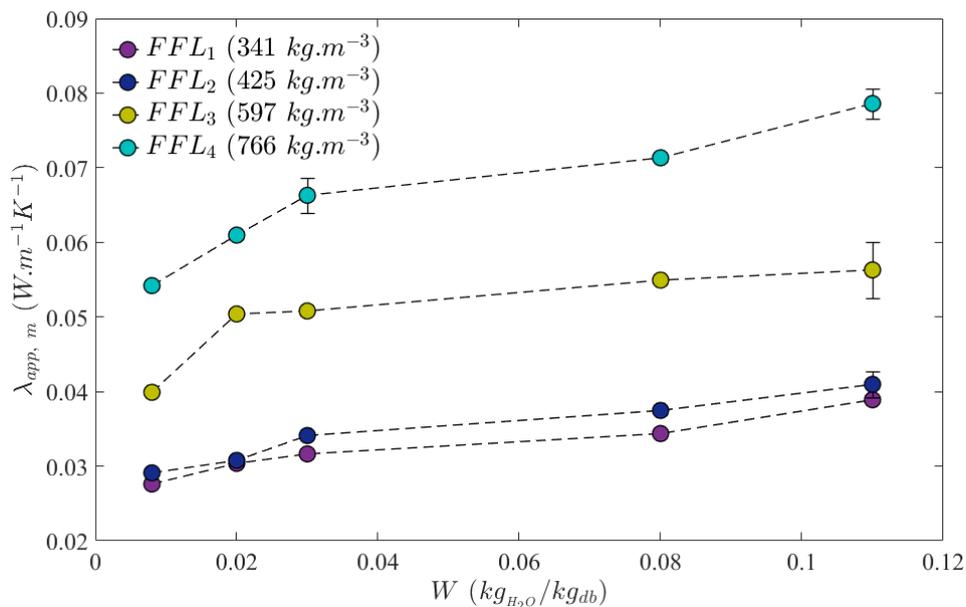


Figure 4.10 – Variation de la conductivité thermique apparente de l'échantillon en fonction de sa teneur en eau

L'analyse des résultats du **Tableau 4.14** et des courbes des **Figure 4.9** et **Figure 4.10** permet de faire les observations suivantes :

- Pour une masse volumique anhydre comprise entre 341 et 425 $kg \cdot m^{-3}$, la conductivité thermique apparente de l'échantillon ne varie presque pas (**Figure 4.9a**). On enregistre par exemple seulement un accroissement d'au plus 9% de $\lambda_{app, m}$ alors que la masse volumique augmente de près de 25%. En revanche, pour une masse volumique comprise entre 425 et 766 $kg \cdot m^{-3}$, la conductivité thermique apparente de l'échantillon augmente sensiblement avec sa masse volumique (**Figure 4.9a**). On enregistre un

accroissement de λ_{app_m} d'au moins 90% en passant de 425 à 766 kg.m⁻³ lorsque la masse volumique augmente de 80%.

La porosité étant inversement proportionnelle à la masse volumique apparente (**Equation 2.3, chapitre 2**), λ_{app_m} décroît dans les mêmes proportions avec la porosité (**Figure 4.9b**).

L'accroissement de la conductivité thermique avec la densité des matériaux biosourcés a déjà été rapporté par plusieurs travaux [[Vololonirina et al., 2014](#) ; [Haba et al., 2017](#) ; [Glória Gomes et al., 2017](#) ; [Sova et al., 2018](#)].

Clairement, la conductivité thermique de l'air ($\sim 0,0262 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 30°C) étant inférieure à celle de l'échantillon FFL, la baisse du volume d'air par m³ d'échantillon suite à l'accroissement de sa masse volumique ou corrélativement à la baisse de sa porosité, accroît naturellement la conductivité thermique apparente de l'échantillon.

Mais bien entendu, ceci n'explique pas la faible variation de λ_{app_m} pour des masses volumiques comprises entre 341 et 425 kg.m⁻³ (ou une porosité comprise entre 68% et 77%). Une mesure de la perméabilité de l'échantillon aux différentes masses volumiques aurait pu permettre de comprendre la proportion du flux d'air passant au travers l'échantillon pendant la mesure de la conductivité thermique.

Compte tenu de la faible variation de λ_{app_m} entre 341 et 425 kg.m⁻³, il est recommandé de fabriquer l'isolant FFL à une masse volumique de 425 kg.m⁻³ car à 341 kg.m⁻³, l'isolant reste très souple et sa structure peut se désorganiser sous le poids d'un panneau FFL.

On peut donc dire que l'isolant thermique mis au point en feutre de fibres de lin présente une conductivité thermique moyenne de $0,029 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

Cette valeur de la conductivité thermique est plus basse que celles de la majorité des isolants biosourcés présentés au **chapitre 1** (0,039 à 0,042 W.m⁻¹.K⁻¹ pour l'isolant de chanvre par exemple), mais comparable à celle de l'isolant thermique LFB en fibres de bois prélevé dans le commerce. Celui-ci présente une conductivité de l'ordre de $0,030 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 30 °C.

La **Figure 4.11** compare l'isolant FFL ($0,029 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) à quelques isolants thermiques usuels sur la base du critère de performance d'un isolant thermique de la norme **RT 2012** qui impose une résistance thermique de 4 m².K.W⁻¹ sur les façades et planchers bas. La résistance thermique étant définie comme le rapport de l'épaisseur de l'isolant sur sa conductivité thermique, l'isolant FFL requiert ainsi une épaisseur minimale d'environ 12 cm pour l'isolation des façades et planchers. Comme le montre la **Figure 4.11**, cet isolant présente une performance d'isolation thermique supérieure à de nombreux isolants thermiques, notamment la laine de verre et le polystyrène expansé, couramment utilisés dans l'isolation thermique de l'habitat, mais inférieure à la performance de la mousse polyuréthane et des supers-isolants.

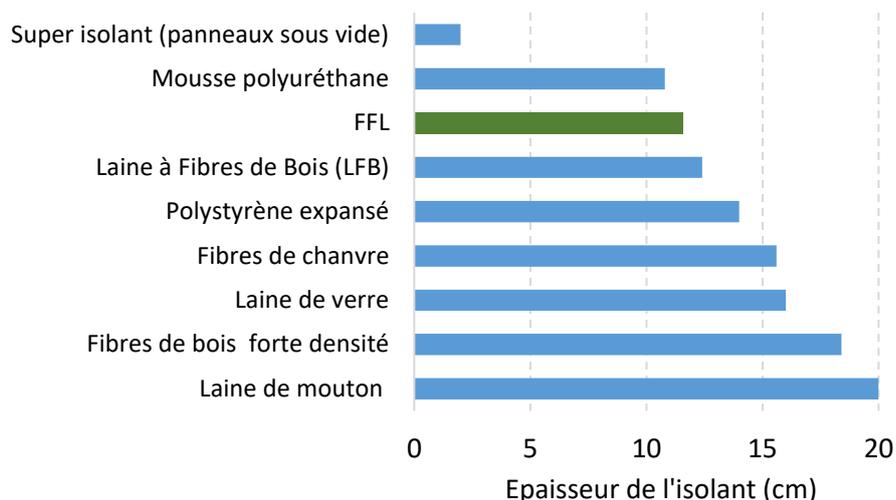


Figure 4.11 – Épaisseur minimale requise pour une résistance thermique de $4 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ (données bibliographiques)⁴

- Les courbes de la **Figure 4.10** montrent que l'humidité de l'échantillon augmente la conductivité thermique de l'isolant. Plusieurs études conduites sur la caractérisation des propriétés thermo-physiques des matériaux bio-sourcés confirment cette forte dépendance de la conductivité thermique et de l'humidité en raison de la forte hygroscopie de ces matériaux [Bal et al., 2013 ; Laaroussi et al., 2014 ; Cherki et al., 2014 ; Nguyen et al., 2017].

Cette influence de l'humidité sur la conductivité thermique s'explique par les mêmes raisons évoquées ci-dessus. La présence de l'humidité dans l'échantillon diminue la proportion d'air dans les pores et le pouvoir isolant de l'échantillon s'en trouve diminué, tout comme sa capacité thermique, Bennai et al. [2018]. La valeur de la conductivité thermique apparente peut croître d'un tiers par exemple lorsque la teneur en eau de l'échantillon passe de 2% à 11% à une température ambiante de 30°C.

Toutefois, Bal et al. [2012 ; 2013] qui ont rapporté des résultats similaires mesurés au moyen d'un dispositif plan chaud attribuent l'influence de l'humidité sur la conductivité thermique plutôt à l'influence d'une résistance thermique de contact. Celle-ci est induite par une très mince couche d'air à l'interface entre l'échantillon et le bloc d'aluminium sur lequel le thermocouple est collé. Ainsi, la résistance thermique de contact peut fortement diminuer lorsque l'humidité relative de cette mince couche d'air augmente. En clair, l'humidité de l'échantillon augmente l'humidité de cette mince couche d'interface en améliorant le transfert de chaleur entre l'échantillon et le bloc d'aluminium et par conséquent des valeurs élevées de la température $T_0(t)$ et, in fine, celle de l'expression 1.8 de $\lambda_{app,m}$ (**chapitre 1**).

La cohérence de ces deux analyses permet d'en déduire que la teneur en eau influence la conductivité thermique des matériaux hygroscopiques par ces deux mécanismes, c'est-à-dire la diminution de la proportion d'air dans le matériau quand sa masse

⁴ www.toutsurlisolation.com (Saint-Gobain)

volumique augmente et la baisse de la résistance thermique de contact avec l'accroissement de l'humidité de l'échantillon. Les tests d'adsorption de l'humidité de l'échantillon montrent qu'à ces mécanismes se superpose le transfert de chaleur par le transport de l'humidité.

4.2 Caractérisation numérique par le modèle 1D couplé

Dans cette partie, le modèle 1D du transfert couplé chaleur-humidité détaillé dans le **chapitre 3** est mis en œuvre pour estimer la conductivité thermique apparente λ_{app_e} de l'échantillon FFL. La **Figure 4.13** superpose les courbes expérimentales de la conductivité thermique λ_{app_m} présentées précédemment à la **Figure 4.10** et les courbes simulées de la conductivité thermique λ_{app_e} des quatre échantillons FFL aux humidités relatives extrêmes de 30% HR et 90% HR. La sensibilité réduite du modèle développé est également étudiée.

A. Estimation de la conductivité thermique apparente par le modèle numérique

L'estimation de la conductivité thermique s'effectuant à partir de la température $T_0(t)$ au centre de la face non-chauffée de l'échantillon (opposée à sa face chauffée), nous avons comparé d'abord les thermogrammes mesurés expérimentalement et les thermogrammes estimés, lesdits thermogrammes étant présentés sous la forme d'une température relative $\theta(t) = (T_0(t) - T_i)$ où T_i désigne la température initiale soit environ 30°C. La courbe de résidu correspondant à la différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs numériques est également tracée. Ces thermogrammes sont établis pour les valeurs extrêmes de l'humidité relative ambiante, soient 30% HR (figures de gauche) et 90% HR (figures de droite) et pour différentes masses volumiques de l'échantillon FFL (**Figure 4.12**).

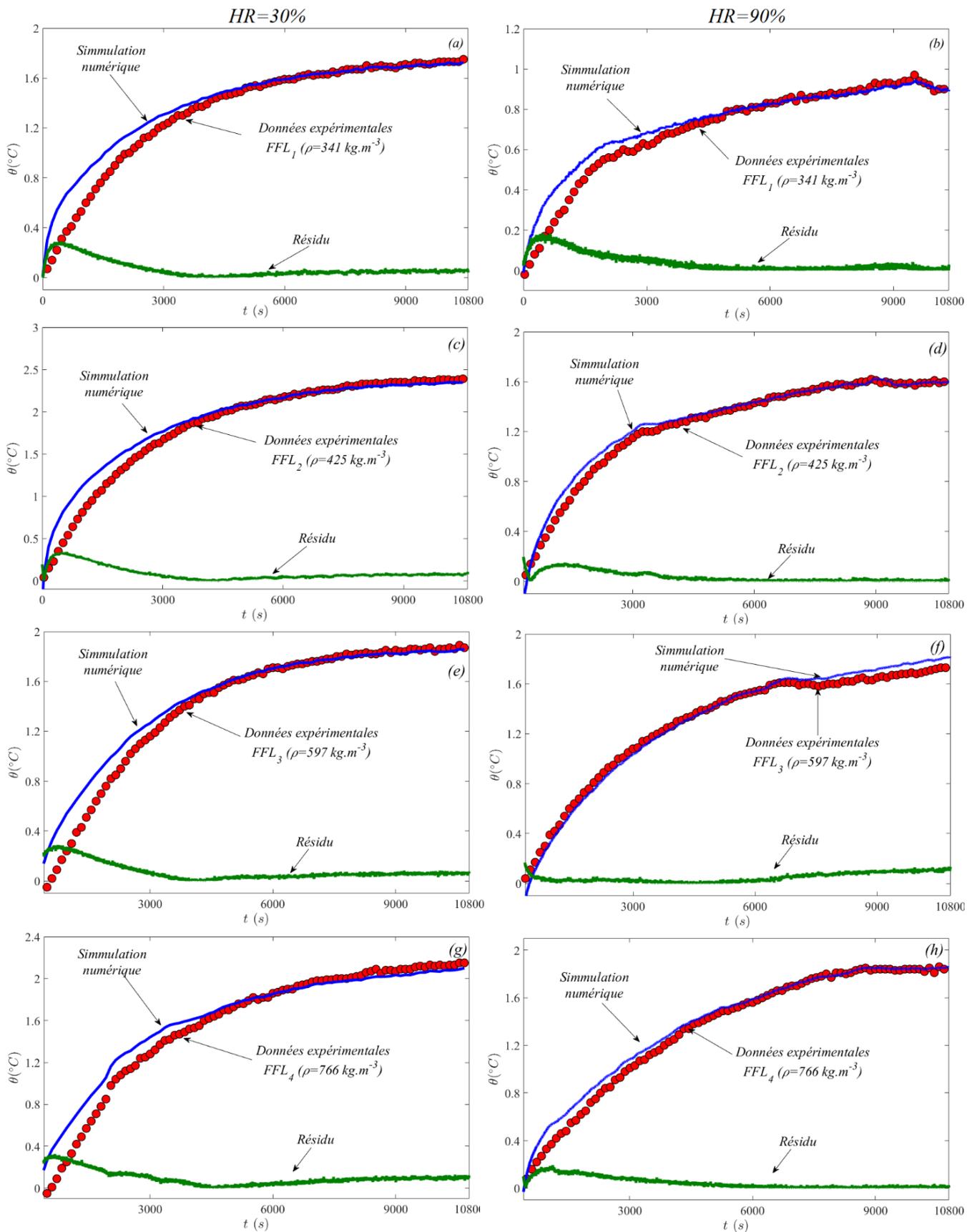


Figure 4.12 – Comparaison des thermogrammes simulés et des thermogrammes expérimentaux mesurés sur une face de l'échantillon à différentes masses volumiques et pour des humidités relatives ambiantes de 30% et 90%

Sur les courbes de la **Figure 4.12**, on peut remarquer qu'en régime transitoire ($t \leq 6000$ s), le modèle numérique surestime la température. Ce décalage peut s'expliquer par la faible sensibilité du modèle analytique à la capacité calorifique volumique ρC_p , comme nous le verrons à la section suivante (voir **Figure 4.14**), or l'évolution de la température en régime transitoire dépend fortement du paramètre ρC_p . En revanche, en régime stationnaire, on remarque une bonne superposition entre les valeurs de la température estimées numériquement et les valeurs mesurées expérimentalement et les deux courbes coïncident parfaitement, comme le montre le résidu qui est quasi-nul en régime permanent.

Etant donné que la conductivité thermique apparente n'est mesurée ou estimée qu'en régime permanent, la surestimation de la température dans le régime transitoire n'aura aucune incidence sur l'estimation numérique de λ_{app_e} . On peut donc conclure que le modèle numérique est en accord avec les résultats expérimentaux. Ceci se justifie par une courbe de résidu quasi-nulle au-delà de 3000 s.

L'influence du bruit sur les résultats expérimentaux est observée à une humidité relative de 90% (**Figure 4.12b**, **Figure 4.12d** et **Figure 4.12f**) en raison de l'effet de la condensation de l'eau aux fortes humidités relatives. En effet, la condensation s'accompagne de la formation de clusters d'eau dans le matériau comme l'interprète le modèle d'adsorption de Park présenté à la **sous-section B(3)** de ce chapitre. Le bruit est également observé sur les mesures lorsque la masse volumique de l'échantillon augmente (**Figure 4.12e** et **g**).

En suivant la procédure détaillée à la **section 3.3** du **chapitre 3**, nous avons procédé à l'estimation de la conductivité thermique apparente théorique λ_{app_e} à partir des thermogrammes de la **Figure 4.12**. La **Figure 4.13** compare la conductivité thermique λ_{app_e} estimée théoriquement et la conductivité thermique λ_{app_m} mesurée au moyen du dispositif plan chaud (**Tableau 4.14**). Comme plus haut, ces deux conductivités λ_{app_e} et λ_{app_m} sont donnés en fonction de la teneur en eau que l'échantillon atteint en séjournant pendant 2 heures dans une atmosphère d'humidité relative de 30%, 50%, 70% et 90% et pour différentes masses volumiques de l'échantillon FFL.

Les valeurs de λ_{app_e} et λ_{app_m} sont comparées en tenant compte de l'incertitude de mesure représentée par la barre d'erreur (**Figure 4.13**). On peut observer que la taille de celle-ci devient importante quand la teneur en eau augmente en raison du bruit que génèrent les fortes humidités relatives sur la mesure des thermogrammes, comme déjà expliqué. Sur la **Figure 4.13c** par exemple, la taille importante de la barre d'erreur sur la valeur de λ_{app_m} à une teneur en eau de 11% est due au décalage entre le thermogramme simulé et le thermogramme expérimental observé sur la **Figure 4.12f**, ledit décalage étant induit par le bruit sur la mesure à 90% d'humidité relative. Néanmoins, l'erreur maximale reste inférieure à 6%. Exceptée cette valeur singulière, on remarque une coïncidence entre les mesures expérimentales et les valeurs simulées de la conductivité thermique apparente.

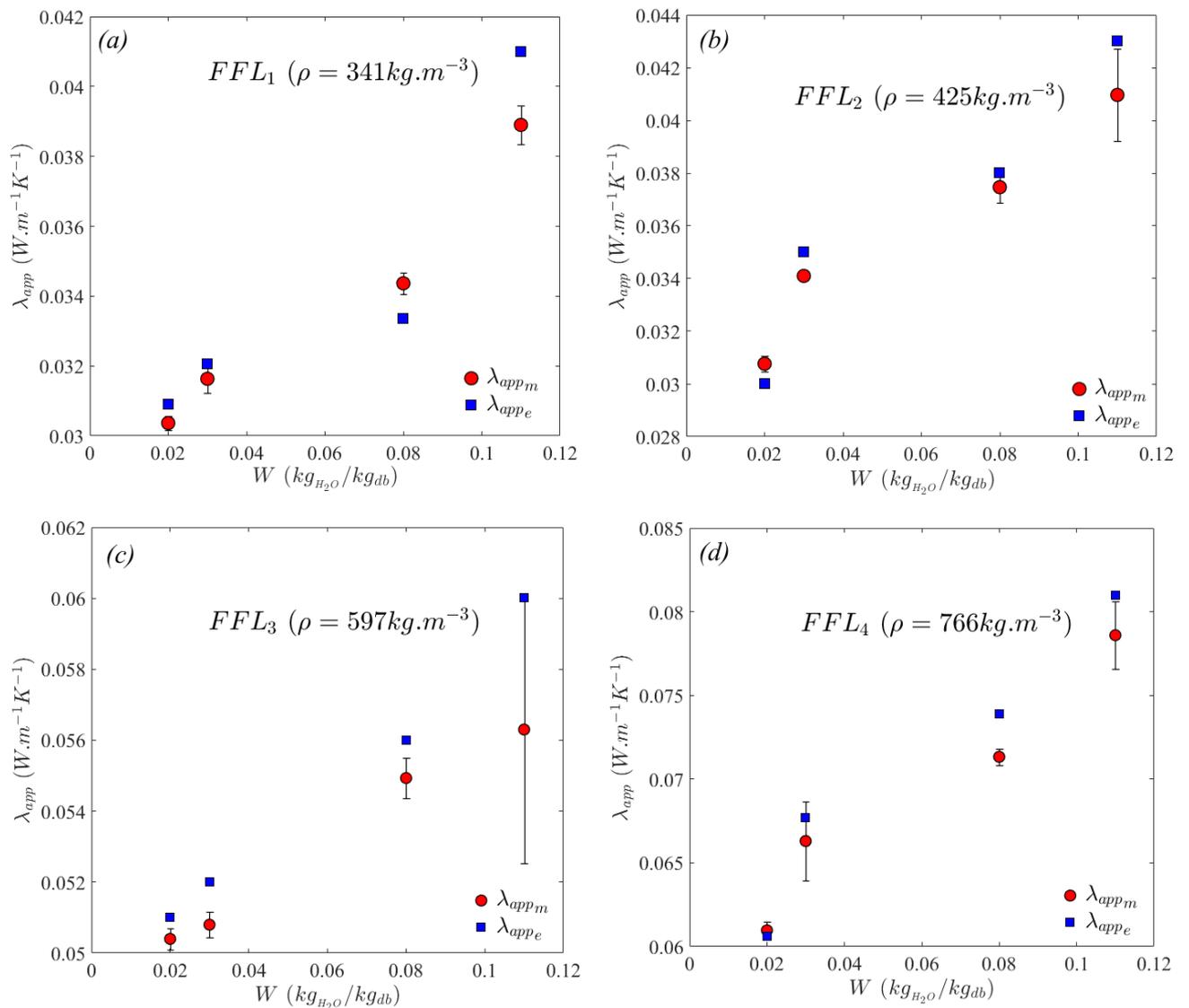


Figure 4.13 – Comparaison des mesures expérimentales (λ_{app_m}) et des valeurs estimées (λ_{app_e}) de la conductivité thermique apparente de l'échantillon FFL en fonction de sa teneur en eau et pour différentes masses volumiques

B. Sensibilité réduite du modèle numérique aux paramètres de mesure

L'étude de la sensibilité réduite du modèle aux paramètres de mesure est faite selon l'algorithme décrit au chapitre 3, section 3.5. La Figure 4.14 montre la sensibilité du modèle analytique à la conductivité thermique apparente λ_{app_e} , à la diffusivité massique effective D_w^v et à la capacité calorifique volumique ρC_p , pour des teneurs en eau de l'échantillon de 0,02 ; 0,03 ; 0,08 et 0,11 kg_{H_2O}/kg_{db} (en kg d'eau par kg de matière sèche) correspondant aux teneurs en eau de l'échantillon au bout de 2 heures de séjour dans des atmosphères à des humidités relatives respectives de 30%, 50%, 70% et 90%.

Les courbes de la **Figure 4.14** montrent que :

- le modèle analytique développé est très sensible à la conductivité thermique apparente λ_{app_e} quelle que soit la teneur en eau de l'échantillon. En effet, lorsque la teneur en eau augmente, la sensibilité du modèle diminue mais reste relativement élevée,
- pour $t < 1500$ s, le modèle montre une faible sensibilité à la diffusion effective D_w^v mais cette sensibilité augmente aux fortes humidités relatives (70% et 90% de HR). Mais au-delà de 1500 secondes, la sensibilité du modèle à la diffusion effective D_w^v est nulle quelle que soit l'humidité relative.
- Le modèle développé est sensible à la capacité calorifique volumique ρC_p notamment pour $t < 3000$ s, mais au-delà, le modèle n'est plus sensible à ce paramètre. Ceci peut expliquer la surestimation des thermogrammes par ce modèle au-dessous de 3000 s (**Figure 4.12**).

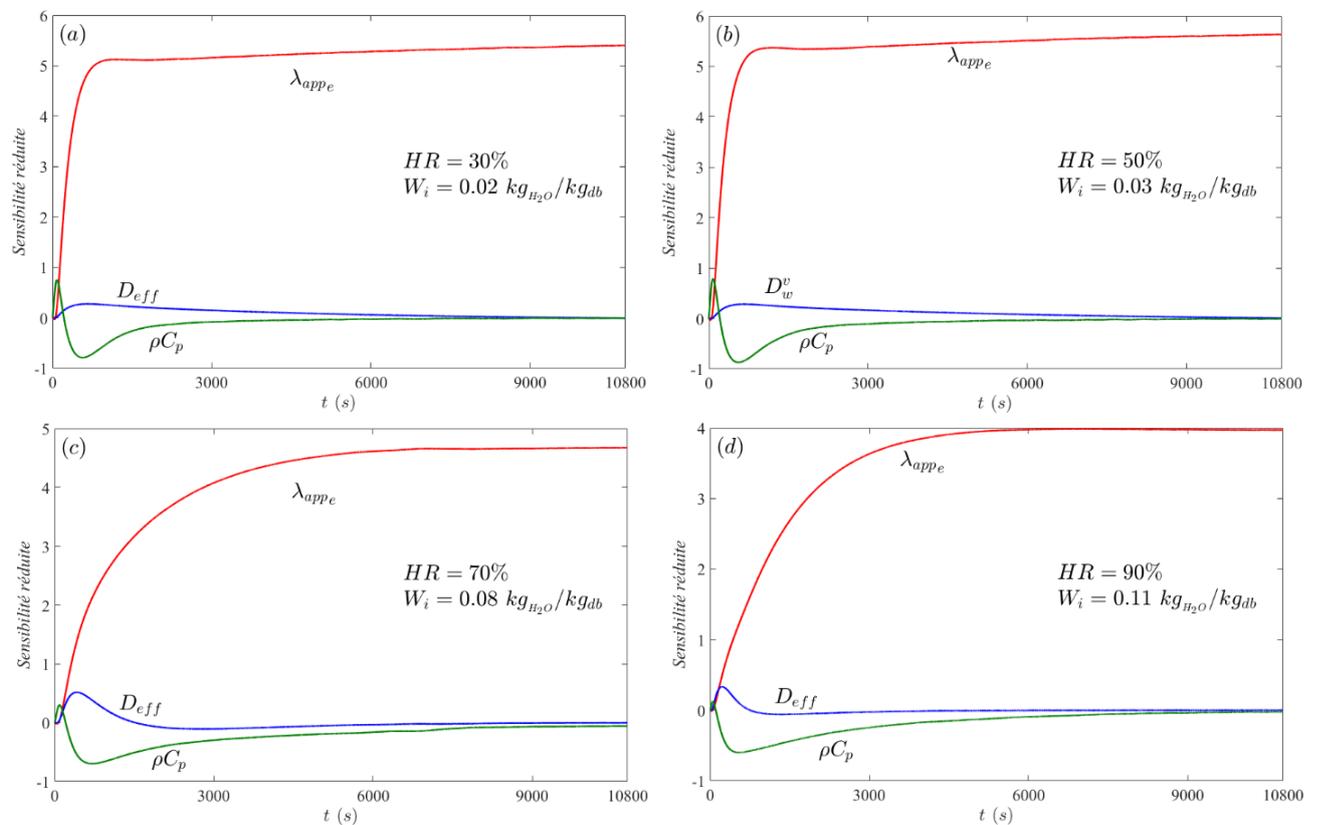


Figure 4.14 – Sensibilité réduite du modèle analytique développé aux paramètres de mesure.

En conclusion, cette étude de sensibilité montre qu'une estimation de la conductivité thermique apparente λ_{app} par inversion du modèle de transfert couplé chaleur-humidité est possible pour toutes les conditions hygrothermiques. En revanche, dans le régime permanent, l'estimation de la diffusivité effective D_w^v et de la capacité calorifique volumique ρC_p est presque impossible.

5. Conclusion

Dans ce chapitre, ont été discutés les résultats expérimentaux de la caractérisation thermophysique et hydrique de l'isolant thermique FFL à différentes masses volumiques. Les isothermes d'adsorption d'humidité ont mis en évidence le caractère fortement hydrophile de cet isolant et le phénomène de condensation d'eau dans les fibres de lin aux valeurs élevées de l'humidité relative ambiante. Les résultats ont montré que dans une plage comprise entre 341 kg.m^{-3} et 766 kg.m^{-3} , la variation de sa masse volumique n'affecte pas sa diffusivité massique isotherme. En effet, dans cette plage, la macroporosité de l'isolant FFL, comme le confirme le profil de type II de l'isotherme d'adsorption, rend sa structure totalement perméable à l'air humide ambiant. L'isolant FFL peut donc adsorber l'humidité ambiante à cœur, qu'il soit compacté lors de sa fabrication à 341 kg.m^{-3} ou à 766 kg.m^{-3} . Le compromis entre le pouvoir isolant et la rigidité du matériau a porté le choix sur un échantillon FFL₂ compacté à une masse volumique de 425 kg.m^{-3} . A l'état sec, celui-ci présente une conductivité thermique de l'ordre de $0,029 \pm 10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et une performance d'isolation thermique supérieure à certains isolants thermiques usuels tels que la laine de verre et le polystyrène expansé, mais de performance inférieure aux super-isolants et à la mousse polyuréthane.

Néanmoins, lorsque cet échantillon se trouve dans un air ambiant à 30°C et dont l'humidité relative varie de 30% HR à 90% HR, sa diffusivité massique isotherme décroît de $1,31 \times 10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ à $0,39 \times 10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$, soit une diminution de 70% (mesure par la méthode de la chambre climatique, **Tableau 4.7**). Dans le même temps, sa conductivité thermique apparente augmente de $0,0308 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0,0410 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ au bout de 2 heures (**Tableau 4.14**), soit une hausse de plus de 30%, mettant ainsi en évidence l'influence du transfert d'humidité sur cette propriété.

La corrélation des résultats expérimentaux des isothermes d'adsorption d'humidité de l'isolant FFL et les valeurs correspondantes des modèles théoriques GAB, GDW et Park montre que ce dernier est plus adapté aux matériaux ligno-cellulosiques du fait qu'il tient compte du gonflement des fibres induit par le phénomène de condensation, à l'inverse des deux autres modèles. La prédiction de la quantité maximale d'humidité adsorbée en monocouche donnée par ce modèle est certes cohérente avec la prédiction du modèle GAB. Pour autant, l'estimation théorique de la surface spécifique qui en découle mérite une confirmation expérimentale, car l'écart avec la valeur estimée à partir des données du modèle GDW nous paraît trop important (**Tableau 4.12**) pour nous satisfaire d'un compromis statistique.

En ce qui concerne le modèle numérique *1D* du transfert couplé chaleur-humidité, si celui-ci donne en régime permanent une prédiction des thermogrammes conforme aux mesures expérimentales, il surestime la température en régime transitoire, en raison de sa faible sensibilité à la capacité calorifique volumique ρC_p (voir **Figure 4.14**). Néanmoins, ceci n'a que peu d'incidence sur l'estimation de la conductivité thermique puisque celle-ci est mesurée en régime permanent dans la méthode plan chaud centré asymétrique utilisée dans l'étude. Cela est confirmé par la relative correspondance entre les valeurs expérimentales de la conductivité thermique et les résultats théoriques du modèle analytique *1D*, avec une déviation d'au plus 6%, notamment aux fortes humidités relatives en raison également de la faible sensibilité de ce modèle à la diffusivité massique effective.

Compte tenu de la grande sensibilité du modèle analytique du transfert couplé chaleur-humidité à la conductivité thermique apparente et de l'erreur maximale de 6% entre les valeurs théoriques et les mesures expérimentales, on peut dire que ce modèle analytique est validé et est adapté pour la caractérisation des isolants thermiques bio-sourcés.

6. Références bibliographiques

- Abdulla, G., Belghit, A., & Allaf, K. (2009).** Impact of instant controlled pressure drop treatment on moisture adsorption isotherm of cork granules. *Drying Technology*, 27(2), 237–247.
- Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., & Marais, S. (2009).** Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource Technology*, 100(20), 4742–4749.
- Andrade, R. D., R. Lemus, & Pérez, C. (2011).** Models of sorption isotherms for food. *Vitae*, 18, 325–334.
- Bal, H., Jannot, Y., Quenette, N., Chenu, A., & Gaye, S. (2012).** Water content dependence of the porosity, density and thermal capacity of laterite based bricks with millet waste additive. *Construction and Building Materials*, 31, 144–150.
- Bal, H., Jannot, Y., Gaye, S., & Demeurie, F. (2013).** Measurement and modelisation of the thermal conductivity of a wet composite porous medium: Laterite based bricks with millet waste additive. *Construction and Building Materials*, 41, 586–593.
- Bennai, F., Issaadi, N., Abahri, K., Belarbi, R., & Tahakourt, A. (2018).** Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution. *Heat and Mass Transfer*, 54(4), 1189–1197.
- Bessadok, A., Marais, S., Gouanvé, F., Colasse, L., Zimmerlin, I., Roudesli, S., & Métayer, M. (2007).** Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties. *Composites Science and Technology*, 67(3–4), 685–697.
- Bessadok, A., Marais, S., Roudesli, S., Lixon, C., & Métayer, M. (2008).** Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(1), 29–45.
- Blahovec, J., & Stavros Y. (2010).** ‘GAB’ Generalised Equation as a Basis for Sorption Spectral Analysis. *Czech Journal of Food Sciences* 28(5): 345–54.
- Broudin, M., Le Saux, V., Le Gac, P. Y., Champy, C., Robert, G., Charrier, P., & Marco, Y. (2015).** Moisture sorption in polyamide 6.6: Experimental investigation and comparison to four physical-based models. *Polymer Testing*, 43, 10–20.
- Cherki, A. B., Remy, B., Khabbazi, A., Jannot, Y., & Baillis, D. (2014).** Experimental thermal properties characterization of insulating cork-gypsum composite. *Construction and Building Materials*, 54, 202–209.
- Chilali, A., Assarar, M., Zouari, W., Kebir, H., & Ayad, R. (2017).** Effect of geometric dimensions and fibre orientation on 3D moisture diffusion in flax fibre reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 95, 75–86.
- Chun, M. S., & Lee, D. Y. (2015).** Water sorption and hindered diffusion with different chain stiffness of superabsorbent polymer. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 36(1), 269–275.
- Colinart, T., & Glouannec, P. (2017).** Temperature dependence of sorption isotherm of hygroscopic building materials. Part 1: Experimental evidence and modeling. *Energy and Buildings*, 139, 360–370.

- Colinart, T., Glouannec, P., Bendouma, M., & Chauvelon, P. (2017).** Temperature dependence of sorption isotherm of hygroscopic building materials. Part 2: Influence on hygrothermal behavior of hemp concrete. *Energy and Buildings*, 152, 42–51.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gauden, P. A., & Rychlicki, G. (2005).** Parameterization of the corrected Dubinin-Serpinsky adsorption isotherm equation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 291(2), 600–605.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gauden, P. A., & Rychlicki, G. (2007).** Applicability of the generalised D'Arcy and Watt model to description of water sorption on pineapple and other foodstuffs. *Journal of Food Engineering*, 79(2), 718–723.
- Furmaniak, S., Terzyk, A. P., Gołembiewski, R., Gauden, P. A., & Czepirski, L. (2009).** Searching the most optimal model of water sorption on foodstuffs in the whole range of relative humidity. *Food Research International*, 42(8), 1203–1214.
- Furmaniak, S. (2012).** The Alternative Model of Water Vapour Sorption in Porous Building Materials. *Transport in Porous Media*, 95(1), 21–23.
- Ghazanfari, A., Emami, S., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2006).** Thin-layer drying of flax fiber: I. Analysis of modeling using Fick's second law of diffusion. *Drying Technology*, 24(12), 1631–1635.
- Gomes, M. G., Flores-Colen, I., Manga, L. M., Soares, A., & de Brito, J. (2017).** The influence of moisture content on the thermal conductivity of external thermal mortars. *Construction and Building Materials*, 135, 279–286.
- Gouanvé, F., Marais, S., Bessadok, A., Langevin, D., Morvan, C., & Métayer, M. (2006).** Study of water sorption in modified flax fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 101(6), 4281–4289.
- Gouanvé, F., Marais, S., Bessadok, A., Langevin, D., & Métayer, M. (2007).** Kinetics of water sorption in flax and PET fibers. *European Polymer Journal*, 43(2), 586–598.
- Haba, B., Agoudjil, B., Boudenne, A., & Benzarti, K. (2017).** Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete. *Construction and Building Materials*, 154, 963–971.
- Hill, C. A. S., Norton, A., & Newman, G. (2009).** The water vapor sorption behavior of natural fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 112(3), 1524–1537.
- Laaroussi, N., Lauriat, G., Garoum, M., Cherki, A., & Jannot, Y. (2014).** Measurement of thermal properties of brick materials based on clay mixtures. *Construction and Building Materials*, 70, 351–361.
- Lundberg, J. L. (1972).** Molecular clustering and segregation in sorption systems. *Pure and Applied Chemistry*, 31(1-2), 261-282.
- Moyne, C., & Perre, P. (1991).** Processes related to drying: Part I, Theoretical model. *Drying technology*, 9(5):1135-1152.

- Nguyen**, D. M., Grillet, A. C., Diep, T. M. H., Ha Thuc, C. N., & Woloszyn, M. (2017). Hygrothermal properties of bio-insulation building materials based on bamboo fibers and bio-glues. *Construction and Building Materials*, 155, 852–866.
- Sonntag**, R. E., Borgnakke, C., Van Wylen, G. J., & Van Wyk, S. (2003). Fundamentals of thermodynamics (Vol. 6). New York: Wiley.
- Sova**, D., Porojan, M., Bedeleian, B., & Huminic, G. (2018). Effective thermal conductivity models applied to wood briquettes. *International Journal of Thermal Sciences*, 124(September 2017), 1–12.
- Stamboulis**, A., Baillie, C. A., Garkhail, S. K., Van Melick, H. G. H., & Peijs, T. (2000). Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix. *Applied Composite Materials*, 7(5–6), 273–294.
- Stamboulis**, A., Baillie, C. A., & Peijs, T. (2001). Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32, 1105–1115
- Staudt**, P. B., Tessaro, I. C., Marczak, L. D. F., Soares, R. D. P., & Cardozo, N. S. M. (2013). A new method for predicting sorption isotherms at different temperatures: Extension to the GAB model. *Journal of Food Engineering*, 118(3), 247–255.
- Téllez-Pérez**, C., Sobolik, V., Montejano-Gaitán, J. G., Abdulla, G., & Allaf, K. (2015). Impact of Swell-Drying Process on Water Activity and Drying Kinetics of Moroccan Pepper (*Capsicum annum*). *Drying Technology*, 33(2), 131–142.
- Vololonirina**, O., Coutand, M., & Perrin, B. (2014). Characterization of hygrothermal properties of wood-based products—Impact of moisture content and temperature. *Construction and Building Materials*, 63, 223–233.
- Zimm**, B. H., & Lundberg, J. L. (1956). Sorption of Vapors by High Polymers. *The Journal of Physical Chemistry*, 60(4), 425–4

Conclusion et Perspectives

Le but de cette thèse est de développer un modèle phénoménologique des transferts couplés chaleur-humidité en vue de proposer en métrologie thermique un modèle prédictif qui, corrélé à un dispositif expérimental adapté, permettrait de déterminer la conductivité thermique apparente des isolants thermiques fibreux hydrophiles à l'état humide ou en atmosphère ambiante fortement chargée en humidité. Ce but s'étend également au montage et à la mise en œuvre du dispositif expérimental associé ainsi qu'au développement d'un isolant thermique en fibres de lin, fibre retenue pour son potentiel isolant et sa disponibilité en France.

La synthèse bibliographique a révélé que la méthode du plan chaud asymétrique est une alternative crédible aux méthodes classiques de métrologie thermique qui, en général, ne prennent pas en compte le transport de l'humidité dans les matériaux hydrophiles alors que le transport d'humidité contribue en partie au transfert de la chaleur. Cette méthode se présente donc comme l'une des méthodes les mieux adaptées à la caractérisation des propriétés thermo-physiques des matériaux bio-sourcés. De ce fait, les conditions expérimentales in situ du dispositif plan chaud correspondent aux conditions initiales et aux limites qui ont été appliquées au modèle prédictif, ceci, pour une meilleure comparaison entre les mesures expérimentales et les valeurs prédictives de la conductivité thermique. Ce sont notamment les conditions hygrothermiques à l'intérieur de ce dispositif de mesure ainsi que les paramètres de simulation mesurés in situ sur l'échantillon au cours des transferts de chaleur et d'humidité. Cette démarche propre à l'étude menée par la présente thèse permet de tenir compte de l'influence de l'humidité sur les paramètres du modèle, en particulier la capacité calorifique volumique et la diffusivité massique. Le but est de rendre le modèle prédictif développé plus rigoureux et fiable, indépendamment de l'humidité de l'échantillon.

La modélisation numérique du transfert couplé chaleur-humidité a été conduite comme suit : dans un premier temps, une modélisation 3D par éléments finis (EF) sous *COMSOL Multiphysics*[®] a permis de valider au préalable les hypothèses simplificatrices du dispositif expérimental plan chaud, en particulier en démontrant l'équivalence entre un modèle 3D et un modèle 1D. Fort de cette validation, une modélisation 1D a été conduite en discrétisant les équations des transferts couplés chaleur-humidité par un schéma aux différences finies puis résolu par le code MATLAB[®].

Ce modèle estime la conductivité thermique de l'échantillon en calculant les valeurs de la température relevées sur une face de l'échantillon lorsque l'autre est excitée par un flux thermique. Il a permis d'estimer la conductivité thermique de l'isolant thermique humide avec une erreur d'au plus 6% par rapport aux mesures expérimentales, permettant ainsi de le valider.

Le second point d'investigation de l'étude porte sur l'approche expérimentale des transferts de chaleur et d'humidité. A cette fin, un isolant thermique en feutre de fibres de lin ou isolant FFL a d'abord été mis au point. Celui-ci présente une conductivité thermique de l'ordre de $0,029 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à l'état sec et offre une performance d'isolation thermique, au sens de la norme RT 2012, supérieure à certains isolants thermiques usuels distribués dans le commerce, notamment la laine de verre et le polystyrène expansé qui sont largement utilisés dans l'isolation thermique des bâtiments.

Une caractérisation expérimentale est alors menée sur l'isolant FFL pour déterminer ses propriétés thermiques et physiques dont l'isotherme d'adsorption d'humidité. Celle-ci révèle plusieurs informations :

- Lorsque la masse volumique de mise en forme de l'isolant FFL varie entre 341 et 766 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, elle n'affecte presque pas la teneur en eau d'équilibre que l'isolant atteint dans une atmosphère à une activité d'eau donnée,
- L'isotherme d'adsorption d'humidité de l'isolant thermique FFL est de type II selon la classification BDDT et le modèle Park est adapté pour prédire l'adsorption d'humidité des isolants ligno-cellulosiques dont il peut anticiper de façon prédictive le gonflement aux fortes activités d'eau ainsi que la quantité maximale d'humidité adsorbée en monocouche,
- Les mesures expérimentales tout comme la simulation numérique montrent que le coefficient de diffusion massique non isotherme D_T^v est négligeable devant le coefficient de diffusion massique isotherme D_w^v , même aux faibles activités de l'eau.
- On notera aussi que lorsque la teneur en eau de l'isolant thermique FFL passe de 2% à 11% à une température ambiante de 30°C, sa conductivité thermique apparente passe de $0,030 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,078 \pm 10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, soit une hausse de plus de 150 %, altérant d'autant son pouvoir isolant.

Enfin, les travaux effectués dans cette thèse ouvrent des perspectives et requièrent des améliorations possibles :

- L'isolant thermique développé pourrait être amélioré en plusieurs points : un mélange de fibres de lin et de fibres de chanvre en vue d'une maîtrise des coûts, l'application des traitements d'ignifugation et d'hydrofugation afin d'améliorer sa tenue au feu et réduire son adsorption d'humidité ; l'analyse de sa perméabilité à l'air et à la vapeur en vue d'anticiper le confort thermique de l'habitat qui en serait pourvu.
- Une voie de développement prometteuse serait de renforcer l'isolant thermique FFL par l'aérogel de silice pour en faire un super isolant.
- Une solution analytique ou semi analytique des équations des transferts couplés chaleur-humidité permettrait d'améliorer le modèle en régime transitoire.
- Avec des équipements plus sophistiqués, une mesure simultanée de l'évolution de la température et de la masse pendant un processus de mesure dans le dispositif plan chaud pourrait révéler d'autres informations plus pertinentes supplémentaires.

- Traitement de surface de la fibre pour la rendre hydrophobe afin de limiter l'adsorption d'humidité dans les couches intermédiaires.

Production scientifique

- 2018: **M. AGHAHADI**, E. PADAYODI, S. ABBOUDI, S.A. BAHRANI, "Physical modeling of heat and moisture transfer in wet bio-sourced insulating materials". *Review of Scientific Instruments, AIP Publishing*, 89(10).
- 2019: **M. AGHAHADI**, E. PADAYODI, S. ABBOUDI, S.A. BAHRANI, "Simultaneous heat and moisture transfer in hygroscopic porous media: Assessment of adsorption isotherm and apparent thermal conductivity". En cours de soumission, *International Journal of Heat and Mass Transfer, Elsevier*.