

Matériaux pour l'enveloppe du bâtiment : Comportement thermique des parois, Caractérisation de l'interface coffrage/béton, Valorisation de sous-produits

Laurent Libessart

▶ **To cite this version:**

Laurent Libessart. Matériaux pour l'enveloppe du bâtiment : Comportement thermique des parois, Caractérisation de l'interface coffrage/béton, Valorisation de sous-produits. Matériaux composites et construction. Université d'Artois, 2021. tel-03589354

HAL Id: tel-03589354

https://univ-artois.hal.science/tel-03589354

Submitted on 25 Feb 2022

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.

Public Domain

UNIVERSITE D'ARTOIS

.....

Habilitation à Diriger des Recherches

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES, TECHNOLOGIE, SANTÉ – ED STS 585

LABORATOIRE DE GENIE CIVIL ET GEO-ENVIRONNEMENT – LGCgE ULR4515

.....

PRÉSENTÉE par **Laurent LIBESSART**

Matériaux pour l'enveloppe du bâtiment : Comportement thermique des parois, Caractérisation de l'interface coffrage/béton, Valorisation de sous-produits

Soutenue le 01 décembre 2021

Membres du jury :

Pr Abdelkarim AIT-MOKHTAR	Université de La Rochelle	Rapporteur
Pr Ouali AMIRI	Université de Nantes	Rapporteur
Pr Monica SIROUX	INSA de Strasbourg	Rapporteur
Pr Didier DEFER	Université d'Artois	Examinateur
Pr Chafika DJELAL	Université d'Artois	Examinateur
Pr Mohamed EL MANSORI	Arts et Métiers ParisTech	Président
Pr Stéphane LASSUE	Université d'Artois	Examinateur
Dr-HDR Pascale de CARO	ENSIACET	Invitée
Dr Isabelle DUBOIS	LAFARGE	Invitée

UNIVERSITÉ D'ARTOIS

GC LgE Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement Lille Nord de France

Remerciement

Cette Habilitation à Diriger des Recherches représente à peu de choses près vingt ans de ma carrière universitaire en recherche. Vingt années riches et bien remplies, mais aussi parfois difficiles et douloureuses... Vingt années malgré tout où la vie a fait son chemin, et qui m'ont donné l'occasion de rencontrer et de côtoyer de nombreux collègues que je tiens tout particulièrement a remercier aujourd'hui.

Je tiens tout d'abord à remercier les Pr. Monica Siroux, Pr. Karim Ait-Mokhtar, et Pr. Ouali Amiri d'avoir accepté de relire ce mémoire et d'en être rapporteurs. Merci pour le temps passer à évaluer ce travail. Je remercie également le Président de mon jury le Pr. Mohamed El Mansori d'avoir accepté de venir examiner ce travail.

Je voudrais remercier le Pr. Chafika Djelal sans qui ce travail n'aurait pas été possible. Elle a été un guide scientifique important durant toutes mes années à Béthune, répondant à toutes mes questions et sollicitations. De même, je tiens à remercier vivement le Pr. Stéphane Lassue pour m'avoir permis de commencer et de développer ma recherche à HEI dans le domaine de thermique qui n'était pas pour moi mon domaine de prédilection.

Merci également, au Pr. Didier Defer, Directeur Artois du LGCgE, pour ses conseils et son soutien tout au long de ma carrière en recherche. Tu as toujours été là pour m'écouter.

Je remercie le Dr. HDR Pascale de Caro pour la relecture de la version finale de ce mémoire et ses remarques nombreuses et précieuses durant ce parcours. Je remercie également le Dr. Isabelle Dubois d'avoir accepté mon invitation pour assister à cet évènement.

Je tiens enfin à exprimer ma sympathie à toutes les personnes que j'ai pu côtoyer au sein du Groupe HEI-ISA-ISEN, de l'Université d'Artois et de l'IUT, petit clin d'œil spécial à Mickaël, Julien, Denis, Ana, Stéphane, Christian, Arnaud, Antoine, Olivier, Cyril, Romuald, Didier, Dominique, Mireille, Yannick et Jonathan. Merci à tous les techniciens, secrétaires et ingénieurs pour leur disponibilité permanente.

Je ne manquerais bien sûr pas de remercier les différents étudiants doctorants et stagiaires que j'ai pu encadrer pour des durées plus ou moins longues, et sans qui, chacun à sa manière, je ne serais pas la... Je pense en particulier à "mes" doctorants, Amine, Mohamed Amine, Charlotte, Florian, à "mes" stagiaires, Affef, Dimitri, Issam, Amine, Yousra, Manh Hung, Rebiha ainsi qu'à tous les autres étudiants que j'ai pu encadrer sur des durées plus courtes.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude et toute mon affection à mon épouse Honorine qui a su me porter et me supporter ainsi que pour ses relectures attentives. Je n'oublie pas mes deux princesses Emma et Agathe ainsi que mes proches et amis pour leur soutien dans ce long parcours de l'HDR.

Résumé

L'étude des transferts thermiques, la compréhension de l'interface coffrage/béton ou la valorisation de sous-produits pour qu'elle soit la plus juste possible demande une caractérisation expérimentale précise qui peut alimenter la modélisation. Ce mémoire d'habilitation à diriger des recherches présente une synthèse des travaux ayant consisté principalement au développement ou à l'utilisation de dispositifs expérimentaux par des travaux en laboratoire ou in-situ. Il s'articule en trois chapitres. Le premier présente une notice détaillée de mes activités d'enseignement et de recherche ainsi que des responsabilités administratives et collectives. Le deuxième chapitre présente mes actions de recherche dans trois domaines : - Etude du comportement thermique des parois avec la caractérisation de matériaux fibreux (ouate de polyester, laine de chanvre, laine de verre et textile recyclé) par la détermination des transferts par rayonnement et, par l'instrumentation et la modélisation de parois composées de murs végétalisés complexes ou simples (lierre et vigne vierge). - Analyse de l'interface coffrage/béton et plus particulièrement sur l'utilisation d'agents de démoulage (huile et émulsion) par des caractérisations physico-chimique et de surface, l'utilisation du tribomètre plan/plan et la qualité des parements en béton. - Incorporation de sous-produits dans les matrices cimentaires pour la création de blocs de maçonnerie à base de kaolin du Cameroun ou à base de cendres volantes de biomasse bois par des essais en laboratoire et industriel aux états frais et durci. Pour finir, le troisième chapitre donne les conclusions et les perspectives de ces travaux de recherche.

Mots clés : Thermique, Confort, Rayonnement, Interface, Adhésion, Tribologie, Valorisation, Matériaux cimentaires, Blocs de béton

Table des matières

Introduction **7**

1 Notice détaillée **9**
1 Curriculum vitae . . . 9
1.1 Etat civil . . . 9
1.2 Situation actuelle . . . 9
1.3 Formation . . . 9
1.4 Fonctions successives . . . 10
1.5 Compétences complémentaires . . . 11
2 Activités pédagogiques . . . 12
2.1 Enseignements . . . 12
2.2 Création d'un axe de formation EHE (Energies Habitat et Environnement . . . 18
3 Activités administratives . . . 19
3.1 Ecole d'ingénieurs HEI, Département Construction Civile et Mécanique, Lille . . . 19
3.2 IUT de Béthune - Département Génie Civil et Construction Durable, Béthune . . . 20
4 Liste des travaux . . . 21
5 Activités d'encadrement . . . 26
5.1 Encadrement doctoral . . . 26
5.2 Encadrement Post-doc et Ingénieur de recherche . . . 27
5.3 Encadrement de Master et 2e et 3e année d'Ecole d'ingénieur . . . 27
5.4 Rayonnement scientifique . . . 29
5.5 Responsabilités scientifiques . . . 30
5.6 Membre d'organisation de manifestation scientifique . . . 30
5.7 Jury . . . 30
6 Activités de transfert et de valorisation . . . 31
7 Sigles/Acronymes . . . 34

2 Mémoire de recherche **37**
1 Etude du comportement thermique des parois . . . 39
1.1 Caractérisation thermique des murs végétalisés . . . 42
1.2 Etude des transferts de chaleur au travers d'isolants thermiques fibreux et semi-transparents pour le bâtiment . . . 58
2 Etude de l'interface coffrage/béton . . . 66
2.1 Caractérisation physico-chimique des agents de démoulage . . . 68
2.2 Analyse tribologique de l'interface coffrage/béton . . . 77

2.3 Compréhension des mécanismes intervenant à l'interface paroi/agent de décoffrage/béton 83
2.4 Esthétique des parements en béton en lien avec les agents décoffrants 86
3 Etude des matériaux cimentaires à base de sous-produits 92
3.1 Etude des propriétés minéralogiques et chimiques des sous-produits 94
3.2 Valorisation des sous-produits dans les matériaux cimentaires . . . 99

3 Conclusion et perspectives **107**
Bibliographie 113

Annexes **129**

Annexe 1 **131**

Annexe 2 **149**

Annexe 3 **173**

Annexe 4 **193**

Introduction

Ce mémoire présente une synthèse de mes travaux de recherche effectués de février 2002, date de début de mon stage de recherche de DEA, à aujourd'hui. Il n'est pas facile de passer de l'étude des transferts thermiques par rayonnement ou conduction à l'étude du comportement des agents de démoulage en présence de béton par des analyses tribologiques et physico-chimiques en passant par la valorisation de sous-produits. Pour cela, différents domaines sont abordés de la thermique aux matériaux, le fil conducteur de ces travaux est la mise en place ou l'utilisation d'expérimentations à différentes échelles : laboratoire, in-situ et industrielle. La modélisation est également présente mais en points brefs. L'aspect expérimental est donc très présent pour ces études. Je pense, qu'au sens large, mon domaine de recherche peut être défini comme étant la **caractérisation expérimentale des matériaux pour l'enveloppe du bâtiment**. Ce mémoire s'attachera à faire ressortir mes principales compétences issues des expériences de ces dernières années. Je présenterai donc ma démarche scientifique et mes objectifs pour les années à venir.

Tous ces travaux se sont déroulés dans différents établissements. J'ai commencé à la Faculté des Sciences Appliquées (Université d'Artois) de Béthune en 2002 au sein du Laboratoire d'Artois Mécanique Thermique Instrumentation (LAMTI) pour mon stage de DEA. Puis, pour ma thèse et en tant qu'ATER, je suis resté dans le même laboratoire mais à l'Institut Universitaire Technologique (Université d'Artois) de Béthune de 2002 à 2006. Ensuite, j'ai été embauché en tant qu'Enseignant-chercheur à l'école d'ingénieurs HEI à Lille de 2006 à 2015 et intégré à l'équipe "Thermique de l'Habitat" ER5 du Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) en 2009. Pour finir, j'ai été nommé Maître de conférences à l'IUT de Béthune dans l'équipe "Matériaux" ER3 du LGCgE depuis 2015. Ce parcours explique donc les deux grands axes de recherche développés dans ce mémoire, dans les équipes "Matériaux" et "Habitat" du LGCgE. En effet, de formation davantage sur l'interface coffrage/béton de par ma thèse, j'ai dû, durant la période à HEI, modifier mon domaine de recherche pour m'orienter vers l'étude du comportement thermique des matériaux (fibreux ou végétalisés).

La possibilité de travailler dans deux thèmes de recherches différents et complémentaires a été pour moi très enrichissante et passionnante. Durant ce parcours de recherche, j'ai été amené à étudier une très grande diversité de phénomènes, couvrant différentes échelles d'espaces et de temps. A chaque fois, j'ai développé des outils méthodologiques ou expérimentaux en laboratoire ou in-situ dans le souci permanent de l'appliquer dans le monde professionnel du Génie Civil, que ce soit pour les PMI-PME ou les majors du Bâtiment et Travaux Publics. Mes actions de recherches développées sont les suivantes :

— Etude de la conductivité de composés de murs végétalisés complexes,
— Création de cellules d'analyse en extérieur de murs végétalisés simples,
— Développement d'un code de calculs intégrant les murs végétalisés simples,

— Etude du rayonnement thermique au sein des matériaux fibreux : Ouate de polyester, chanvre, laine de verre, textile recyclé,
— Etude des phénomènes intervenants à l'interface coffrage/béton en présence d'agents de décoffrage,
— Etude interfaciale des agents de décoffrage sur le coffrage,
— Développement d'outils de caractérisation physico-chimiques des agents de décoffrage,
— Développement d'outils d'analyses des parements en béton,
— Développement de matériaux cimentaires à base de sous-produits.

Le premier chapitre de ce mémoire retrace mon Curriculum Vitae personnel, un bilan synthétique de mes activités d'enseignement et de recherche ainsi que de mes responsabilités administratives et collectives. Je détaille certains cours enseignés durant ma carrière ainsi que la création d'un axe de formation. Je liste l'ensemble des publications réalisées et des appels à projets auxquels j'ai participé.

Le second chapitre présente un bilan de mes travaux de recherche. J'ai choisi de détailler dans ce mémoire mes apports dans trois domaines : (i) Etude du comportement thermique des parois, (ii) Etude de l'interface coffrage/béton, (iii) Etude des matériaux à base de sous-produits. Mes travaux de recherche dans chacun de ces domaines sont déclinés en plusieurs parties afin de faire ressortir l'importance des actions menées.

La première partie s'intéresse à l'étude du comportement thermique des parois, je présente mes activités de recherches réalisées durant mon DEA et à HEI. Elle détaille les bases de la thermique et de conductivité, la réalisation de prototypes expérimentaux, l'analyse des échanges thermiques d'une paroi avec son extérieur et des transferts thermiques par conduction et rayonnement. Les actions sont menées sur les matériaux fibreux et les murs végétalisés. La seconde partie est consacrée aux travaux réalisés à l'IUT sur l'interface coffrage/béton et plus particulièrement sur les agents de démoulage (huiles, émulsions). J'ai choisi de présenter leur caractérisation physico-chimiques avec les différents mécanismes se déroulant à l'interface pour les huiles (minérales, végétales ou semi-végétales). Les travaux sur les études du frottement par le tribomètre plan/plan, de la tension de surface et d'outils d'aide à la caractérisation des parements en béton soit par grille de notation soit par analyse d'images sont également détaillés. La troisième partie présente à l'étude des sous-produits. Ces recherches faites à l'IUT sont les plus récentes. Je présente la valorisation d'argile brut riche en gibbsite du Cameroun ou encore, l'incorporation de cendres volantes de chaudière biomasse bois dans les matrices cimentaires du laboratoire à la chaine industrielle afin de réduire leur impact sur l'environnement.

Le troisième et dernier chapitre de ce mémoire permet de visualiser les quelques perspectives de recherche liées aux volets scientifiques présentés dans le chapitre précédent.

La fin du mémoire est complétée par des "Annexes" qui serviront à détailler les actions de recherche par les publications et les congrès issus de ces études. Pour finir, le travail de recherche n'est pas un travail solitaire.

De nombreuses personnes sont impliquées tout au long de ce mémoire : collègues, étudiants en stage de Master, en thèse ou en post-doc. A chaque fois, j'ai cité la contribution de chacun.

Chapitre 1

Notice détaillée

1 Curriculum vitae

1.1 Etat civil

Laurent LIBESSART
06 aout 1979 (41 ans) - Marié - 2 enfants

Coordonnées personnelles
35 rue Le Verrier - 59800 Lille
lau.libessart@gmail.com, 06/70/87/85/98
Anglais niveau B1

Coordonnées professionnelles
IUT de Béthune - LGCgE - 1230 rue de l'université - 62408 Béthune Cedex
laurent.libessart@univ-artois.fr

1.2 Situation actuelle

2015 - ... Maître de conférences (60e section) 6e échelon
IUT de Béthune - Département Génie Civil

- Enseignements en Topographie, Structure, Organisation de chantier, Construction
- Recherche au sein du LGCgE - axe Géo-matériaux - équipe ER3
- Gestion des plannings et des notes pour la Licence Pro Travaux Publics Métiers de la Route (2018-...)
- Obtention de la PEDR (2020-2024)

1.3 Formation

2006 : **Thèse de doctorat de l'Université d'Artois** - Spécialité : Sciences pour l'ingénieur Option : Génie civil
Titre : **Influence de la composition des agents de démoulage à l'interface coffrage/béton - Impact sur l'esthétique des parements en béton**
Laboratoire d'Artois Mécanique Thermique et Instrumentation, Université d'Artois à Béthune

Soutenue le 9 mars 2006 devant la commission d'examen composée de :

Thomas MATHIA, Directeur de recherche CNRS, Ecole Centrale de Lyon - Président
Gilles ESCADEILLAS, Professeur des Universités, Toulouse - Rapporteur
Philippe RICHETTI, Directeur de recherche CNRS, CRPP, Bordeaux - Rapporteur
Claude VERDIER, Directeur de recherche CNRS, LSP, Grenoble - Rapporteur
Chafika DJELAL, Professeur des Universités, Université d'Artois - Directrice de thèse
Pascale de CARO, Maître de Conférences - HDR, ENSIACET, INP Toulouse - Co-encadrante
Bruno DUTHOIT, Professeur des Universités, Université d'Artois - Examinateur
Isabelle DUBOIS-BRUGGER, Ingénieur de recherche, CHRYSO S.A. - Invitée

Obtention du grade de docteur de l'Université d'Artois avec mention **Très Honorable**

2002 : **DEA Ingénierie de la maîtrise d'oeuvre urbaine** - Mention AB
«**Séparation d'échanges thermiques superficiels pour une caractérisation et une gestion optimale des échanges énergétiques entre une surface et son environnement** »
Faculté des Sciences Appliquées - Béthune (62)
Directeur de mémoire : Pr. Stéphane Lassue

2001 : **Maîtrise Génie Civil** - Mention AB
Faculté des Sciences Appliquées - Béthune (62)

2000 : **Licence de Génie Civil**
Faculté des Sciences Appliquées - Béthune (62)

1999 : **Diplôme Universitaire Technologique en Génie Civil** - option bâtiment
Institut Universitaire Technologique - Béthune (62)

1.4 Fonctions successives

2015 - ... - **Maître de conférences**
IUT de Béthune - Département Génie Civil , LGCgE, Béthune (62)

- Enseignements en Procédés de construction, Structure, Organisation de chantier, Topographie, Base de dessin, Lecture de plan
- Thèmes de Recherche : Interface coffrage/agents de démoulage/béton, Valorisation de sous-produits dans les matrices cimentaires

2006 - 2015 - **Enseignant - Chercheur**
Ecole d'ingénieurs HEI, Dép. Construction Civile et Mécanique, LGCgE, Lille (59)

- Enseignements en Planification, Matériels et Procédés de construction, Pathologie du bâtiment, Matériaux du BTP, MS Project 2013, Génie Climatique, Topographie
- Thèmes de Recherche : Thermique de l'habitat - Matériaux fibreux

2005 - 2006 - **ATER en Génie Civil**
Université d'Artois, IUT Génie Civil, LAMTI, Béthune (62)

— Enseignements en Géotechnique, Résistance des matériaux, Informatique du bâtiment (PNS8, RDM Le Mans, Robot, Visual Basic), Projet, niveau Licence 1 et 2, 192 eq. TD, encadrement de stage
— Thème de Recherches : Interface coffrage/agents de démoulage/béton, Esthétique des parements, Corrosion

1.5 Compétences complémentaires

Langues - Anglais (lu, écrit, parlé niveau B1)
Informatique - Autocad 2018, REVIT 2018, Graitec ARCHE Ossature, GIMP, ImageJ, MS Project 2013

2 Activités pédagogiques

2.1 Enseignements

Mes expériences en enseignement ont débuté par des vacations, par des TP de Géotechnique durant ma thèse. Après ma dernière année de thèse en 2005, j'ai eu la possibilité d'occuper un poste ATER à temps plein à l'IUT de Béthune. Les étudiants concernés étaient soit en première année (cycle initial et cycle par apprentissage) soit en deuxième année. Pour ce poste, j'ai principalement effectué les « **TP de géotechnique** » pour les 1ère année du cycle initial (DUT1) et par apprentissage (DUT1APP).

Les TP étaient découpés en quatre rotations :
- *Essai de granulométrie du sable / Mesure de la masse volumique apparente de l'argile au moyen de paraffine*
- *Mesure des propriétés plastique et élastique des argiles par les limites d'Atterberg / Granulométrie par sédimentation*
- *Essai de propreté des sables / Mesure du volume de bleu de méthylène des argiles*
- *Mesure de la portance d'un sol par l'essai PROCTOR*

J'ai assuré la correction de tous les comptes rendus des TP effectués.

En 2006, j'ai été embauché à temps plein au sein de l'école d'ingénieurs HEI à Lille. Durant neuf années, j'ai eu la possibilité de donner des cours magistraux, des TD et des TP aux étudiants du cycle ingénieur (HEI3, HEI4, HEI5). Le public concerné faisait partie de trois domaines d'enseignement : BTP, BAA créé en 2008 et EHE créé en 2009.

Je vais vous présenter quelques détails sur certains cours enseignés, tout d'abord à HEI puis à l'IUT.

En 2006, mon intervention en HEI4 BTP en « **Planification** » est décomposée en une partie de cours où je présentais les bases de la gestion de projet et les principes de la planification (tâches, chemin critique, marge) et les différents réseaux utilisés (PERT, MPM, GANTT). La deuxième partie, en TD, était utilisée pour faire des cas pratiques de réseaux afin de donner aux étudiants des bases de planification entre le Gros Œuvre et le Second Œuvre. Cette intervention a été modifiée en 2009. En effet, les étudiants avaient en tronc commun les prérequis nécessaires sur les bases de planification, cours donné en HEI3. Afin de ne pas faire de doublon, j'ai donc construit mon intervention sur une base de « Projet ». Je me rendais chaque année sur le site des marchés publics afin de trouver un projet de BTP à planifier, aux moyens des CCAP, CCTP, plans et recueil de temps unitaires, sous MS Projet. Les étudiants étaient en groupe de deux et en grande autonomie. Ma présence dans les séances se résumait à les guider pour la planification, à les orienter sur les procédés de construction et à les aider à trouver les temps unitaires. Lors de cette modification sur ce cours en 2009, je me suis aperçu de la difficulté des étudiants à comprendre les nombreuses terminologies des CCTP. J'ai ainsi associé en parallèle le cours de « Matériel et Procédés de construction » au projet de planification en me servant des CCTP pour illustrer le cours afin de faire avancer les étudiants sur leur projet.

En 2008, j'ai créé le cours magistral de « **Procédés de construction** » pour les HEI4 BTP. Le début du cours était basé sur les notions des DTU, les Eurocodes et la lecture de plan. Ensuite, j'ai décomposé mon intervention en 8 chapitres : La maçonnerie, le voile béton, les planchers en béton, la préfabrication en béton, les charpentes bois, les couvertures, les cloisons, la menuiserie. Je donnais les normes liées à chaque procédé, la mise en œuvre et la terminologie. Le polycopié et le diaporama étaient composés de nombreux schémas et photos pour illustrer les mises en œuvre. L'examen est découpé en 2 parties : questions de cours (1/3 de la note), explications de procédés de construction (2/3 de la note). En 2012, ce cours est devenu « **Matériels et Procédés de construction** ». En effet, j'avais ajouté la présentation des engins de chantiers pouvant être rencontrés sur chantier. Ce module était également enseigné auprès des HEI4 BAA. Le contenu a été adapté en introduisant un chapitre sur les fondations tout en enlevant celui sur les engins de chantier.

En 2009, lors de la création de la nouvelle maquette pédagogique d'HEI, un enseignement a été créé : « **Matériaux du BTP** ». Le but de ce cours était de donner les prérequis de matériaux pour les enseignements de charpente métallique ; mécanique des sols ; calcul béton ; procédés de construction et dimensionnement de chaussées aux étudiants de HEI4 BTP. Le cours a été construit en 6 chapitres : généralités, le matériau acier, le matériau sol, les matériaux à base de ciment, le matériau bois, les matériaux à base de bitume. Des TD étaient prévus pour faire quelques exercices basiques sur les courbes granulométriques, l'essai de portance PROCTOR et la formulation du béton par la méthode de Dreux-Gorisse.

Dès mon arrivée en 2006, j'ai enseigné le cours de « **Pathologie du bâtiment** ». Le public concerné était en dernière année du cycle ingénieur (HEI5 BTP). J'ai tout d'abord donné des informations sur les statistiques de désordres rencontrés et précisé quelques notions sur les règles de l'art. Ensuite, j'ai découpé mon cours en chapitre : Pathologies liées au sol, Pathologies des structures (Maçonnerie, Béton, Métal, Bois), Pathologies des enduits. J'ai rédigé un polycopié et réalisé une présentation PowerPoint avec de nombreux exemples, les élèves devaient déterminer les causes et les conséquences du désordre et donner les possibilités de réparations et conseils de préventions. Je complétais le cours par des points de vigilance. L'examen est composé d'une partie de questions de cours et de cas de désordres à analyser. Je me suis servi également des visites de chantier pour obtenir des désordres les plus concrets possibles.

En 2012, pour les étudiants de HEI5 EHE, j'ai créé un cours en « **Génie Climatique** dont le diaporama était en anglais. L'objectif du cours était de lister les différents appareillages en génie climatique (VMC, Centrale de Traitement d'Air (CTA), climatisation) et de permettre aux étudiants de dimensionner un réseau et une centrale de traitement d'air au moyen du diagramme de l'air humide. L'intervention se déroulait en 5 parties : notions de génie climatique, diagramme de l'air Humide / traitement de l'air, centrale de traitement d'air (CTA), renouvellement d'air hygiénique et dimensionnement d'un réseau / CTA. Il n'a pas été évident de rechercher les bons termes en anglais afin d'avoir un diaporama le plus complet possible.

A partir de 2015, à ma monimation à l'IUT de Béthune sur un poste de Maître de conférences, les modules de **Topographie** m'ont été principalement confiés pour les DUT1 et le cursus DUT "Année Spéciale".

Pour le module de **CONS3** (Bases de topographie) réalisé au premier semestre, l'objectif est de mener à bien les opérations courantes de topographie effectuées sur les chantiers de bâtiment et de travaux publics. Les TD ont permis aux étudiants d'avoir les notions de dénivelés, de pentes et des différents nivellements rencontrés sur le terrain : fermé, encadré, ouvert et par rayonnement. Ils ont réalisé des calculs sur différents cas, en remplissant le carnet de nivellement. Les étudiants ont ensuite utilisé le niveau de chantier sur des mesures et calculs de pente et sur des mesures et des calculs altimétriques. Ils ont également eu les notions de systèmes de coordonnées et ils ont utilisé le GPS pour la réalisation d'un levé de terrain. Les mesures ont été exportées sur le logiciel Autocad pour en réaliser un plan complet avec cotations. Les travaux pratiques sont réalisés en petits groupes sur le terrain.

Pour le module **CONS6** (Topographie appliquée au projet) du second semestre, l'objectif est de les amener à devenir autonomes dans les opérations topographiques. Pour cette partie, les notions d'implantations polaires et cartésiennes sont données en TD ainsi que le calcul du gisement et la détermination d'un cheminement polygonal. Les bases de trigonométrie sont rappelées. Les TP sont réalisés avec le tachéomètre sur : l'implantation polaire d'un bâtiment avec calcul de surfaces et de distances, l'implantation cartésienne de 2 bâtiments avec saisie des coordonnées dans l'appareil et la réalisation d'un levé de façade avec réalisation d'un plan détaillé sur le logiciel Autocad.

J'ai également eu la charge du module d' **Initiation à la topographie** pour les étudiants de la Licence Pro TPMR. Je leur ai fait des rappels sur les notions de topographie, de nivellement, de trigonométrie et de systèmes de coordonnées. Les deux TP réalisés se sont basés sur un projet d'implantation d'un parking souterrain. Les étudiants devaient réaliser le levé de la voirie existante en GPS, réaliser les plans et les coupes sous Autocad. En se servant des normes, ils devaient créer les dimensions d'un parking pour l'insérer dans leur plan. Pour finir, ils exportaient leurs coordonnées planes pour les implanter au tachéomètre sur le terrain. Des vérifications de distances et de surfaces étaient également réalisées.

J'ai également des expériences en **Structure**, par les TD et TP faits à HEI et à l'IUT.

Pour finir, avec la crise sanitaire liée au COVID19 apparue en France début 2020 et durant l'absence des étudiants sur le site de l'IUT, j'ai dû modifier mon approche pédagogique. En effet, il a été nécessaire de développer des enseignements en ligne via la plateforme Moodle ou par des visioconférences ou encore par des vidéos pratiques (Utilisation du Tachéomètre pour le cours de Topographie). Cette expérience a été très enrichissante.

En terme d'effectifs, pour l'année 2013-2014, les promotions d'étudiants à HEI étaient de 100 en BTP (2e année de cycle ingénieur), 85 en BAA (2e année de cycle ingénieur) et 12 en EHE (3e année de cycle ingénieur). Pour l'année 2014-2015, les promotions d'étudiants étaient de 100 en BTP, 100 en BAA et 19 EHE.

Concernant les effectifs à l'IUT, chaque année, les DUT1 dénombrent environ 120 étudiants et 80 pour les DUT2. Le groupe en Licence Pro TPMR Métiers de la route est composé de 24 à 36 étudiants. La majorité des enseignements se fait sous forme de TD et de TP.

Le tableau suivant détaille toutes les interventions faites ainsi que les volumes horaires pour chaque année.

Année	Postes	Vol. Horaire	Type Ens.	Niveau	Eq TD
2020-2021	**MCF**				242h
	Topographie	140h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	48h	TP	DUT 1	
	Projet	30h	Cours, TD, TP	DUT 2, Lic. 3	
	Topographie	24h	Cours, TP	Licence 3	
2019-2020	**MCF**				384h
	Topographie	220h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	48h	TP	DUT 1	
	Construction	68h	TP	DUT 1	
	Projet	30h	Cours, TD, TP	DUT 2, Lic. 3	
	Topographie	18h	Cours, TP	Licence 3	
2018-2019	**MCF**				368h
	Topographie	201h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	48h	TP	DUT 1	
	Construction	60h	TP	DUT 1	
	Projet	41h	Cours, TD, TP	DUT 2, Lic. 3	
	Topographie	18h	Cours, TP	Licence 3	
2017-2018	**MCF**				288h
	Topographie	181h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	48h	TP	DUT 1	
	Projet	35h	Cours, TD, TP	DUT 2	
	Topographie	24h	Cours, TP	Licence 3	
2016-2017	**MCF**				288h
	Topographie	147h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	64h	TP	DUT 1	
	Projet	31h	Cours, TD, TP	DUT 2	
	Organisation	18h	Cours, TP	Licence 3	
	Géotechnique	24h	Cours, TP	Licence 3	
2015-2016	**MCF**				288h
	Topographie	146h	Cours, TD, TP	DUT 1, Lic. 3, AS	
	Structure	64h	TP	DUT 1	
	Projet	28h	Cours, TD, TP	DUT 2	
	Organisation	24h	Cours, TP	Licence 3	
	Communication	26h	Cours, TP	Licence 3	
2014-2015	**E-C**				254h
	Matx du BTP	42h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	48,5h	Cours	Master 1	
	Planification	36h	Projet	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	

Année	Postes	Vol. Horaire	Type Ens.	Niveau	Eq TD
2013-2014	**E-C**				245h
	Matx du BTP	42h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	48,5h	Cours	Master 1	
	Planification	27h	Projet	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
2012-2013	**E-C**				213h
	Matx du BTP	27h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	30h	Cours	Master 1	
	Planification	27h	Projet	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
	Génie Climatique	12h	Cours	Master 2	
2011-2012	**E-C**				181h
	Matx du BTP	15h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	33h	Cours	Master 1	
	Planification	27h	Projet	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
2010-2011	**E-C**				190h
	Matx du BTP	15h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	33h	Cours	Master 1	
	Planification	36h	Projet	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
2009-2010	**E-C**				204h
	Matx du BTP	15h	Cours	Master 1	
	Proc. Const.	30h	Cours	Master 1	
	Planification	27h	Projet	Master 1	
	ARCHE Oss.	9h	TD	Master 1	
	Constr. Métal.	6h	Cours	Master 1	
	PFE	60h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
	Génie Climatique	6h	Cours	Master 2	

Année	Postes	Vol. Horaire	Type Ens.	Niveau	Eq TD
2008-2009	**E-C**				227h
	Proc. Const.	30h	Cours	Master 1	
	Planification	40,5h	Cours , TD	Master 1	
	ARCHE Oss.	24h	TD	Master 1	
	Abaques CAE	15h	TD	Master 1	
	PFE	80h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	15h	Cours	Master 2	
2007-2008	**E-C**				242h
	TP Béton	12h	TP	Licence 3	
	TP Topo	12h	TP	Licence 3	
	DAO	28h	TP	Licence 3	
	Planification	36h	Cours , TD	Master 1	
	Proc. Const.	14h	Cours	Master 1	
	ARCHE Oss.	24h	TD	Master 1	
	Abaques CAE	16h	TD	Master 1	
	PFE	80h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	14h	Cours	Master 2	
2006-2007	**E-C**				251h
	RDM	45h	TD	Licence 3	
	TP Béton	24h	TP	Licence 3	
	TP Topo	12h	TP	Licence 3	
	DAO	28h	TP	Licence 3	
	Planification	36h	Cours , TD	Master 1	
	Proc. Const.	14h	Cours	Master 1	
	ARCHE Oss.	12h	TD	Master 1	
	PFE	80h	Projet	Master 1	
	Patho. du Bât	14h	Cours	Master 2	
2005-2006	**ATER**				192h
	Géotechnique	20h	TD	DUT 1	
	Géotechnique	120h	TP	DUT 1	
	RDM	52h	TP	Licence 1	
	Info du Bât.	88h	Projet	DUT 2	

2.2 Création d'un axe de formation EHE (Energies Habitat et Environnement

J'ai eu la mission de créer totalement l'axe formation pour la rentrée 2009 à HEI. Ce domaine intervient en dernière année du cycle ingénieur (HEI5 EHE) et il est basé sur 200h d'interventions. Pour le créer, j'ai dû organiser des réunions avec les entreprises des secteurs concernés (bâtiment, urbanisme, génie thermique et climatique), puis avec les responsables des autres domaines pédagogiques de l'Ecole pour définir les syllabus et les pré-requis des cours à donner. Les matières sont présentées dans le tableau 1. Le module 2 a été spécialement créé pour donner des cours se référant à nos activités de recherche par l'utilisation de deux logiciels : Fluent et Pléaide+Comfie. Le domaine a donc été axé sur le développement urbain des quartiers ou des villes tout en prenant en compte l'efficacité énergétique de l'habitat, l'emploi de nouvelles énergies et technologies et la gestion environnementales des espaces. Il est ouvert aux étudiants de 2e année du cycle ingénieur. J'ai ensuite réalisé le recrutement de vacataires, le planning des interventions, le conseil scientifique et le suivi du bon déroulement de l'année. A la rentrée 2012, les enseignements du domaine sont donnés en anglais pour 100% des supports de cours et 30% à l'oral. Pour le module 5, l'idée était de faire un projet fil rouge sur la durée du semestre. Il permettait de voir d'autres cas d'études complémentaires aux enseignements donnés. J'ai organisé et participé aux jurys avec la présence d'industriels (Norpac, Eiffage, Dalkia, Ramery, Forclum, ...).

Ce domaine fait partie de la démarche EHE qui inclut les axes de recherches dans la thermique du bâtiment.

Table 1.1 – Détail des matières et des modules du domaine de formation EHE pour l'année 2009-2010

Module	ECTS	Nb H. Tot.
MODULE 1 : Le développement durable		
Le développement durable et les labels	1	12
Quartiers durables	1,5	21
Eco-conception	1	12
MODULE 2 : Approche recherche de l'efficacité énergétique		
Diagnostic énergétique et technique	1,5	22,5
Modélisation Numérique Sous Fluent	0,5	10,5
MODULE 3 : Gestion de l'énergie		
Besoins et maitrise énergétique	1	12
Modélisation Numérique Sous Fluent	0,5	10,5
Génie climatique	1,5	24
MODULE 4 : Gestion juridique / économique		
Coût et choix d'investissement	1	12
Droit de l'environnement, hygiène et sécurité, marchés publics/privés	1,5	22,5
MODULE 4 : MODULE 5 : Projet	3	30,5

3 Activités administratives

3.1 Ecole d'ingénieurs HEI, Département Construction Civile et Mécanique, Lille

— Suivi des stages et des projets de fin d'études en BTP, BAA et EHE
— Participation aux actions de promotions (Portes-ouvertes, opérations ESSAI)
— Participation aux soutenances des étudiants (PFE, Stage)
— Participation à l'analyse des dossiers et jurys de recrutement (Apprentissage, HEI3)
— Participation aux jurys de diplôme

2013 - 2015 - **Responsable pédagogique du Domaine Bâtiment et Travaux Publics (BTP)**

— Gestion du domaine, des syllabus et des modules de cours (600h)
— Gestion des plannings, sélection et gestion des intervenants, organisation du conseil scientifique, animation pédagogique
— Gestion des dossiers étudiants d'expatriation à l'international
— Développement du partenariat « entreprise »

2009 - 2011 - **Co-Responsable du Domaine Bâtiment Aménagement Architecture (BAA)**

— Gestion des départs à l'international
— Organisation des Jury Projet BAA et du conseil scientifique
— Gestion étudiante

2009 - 2013 - **Responsable de la démarche « Energies, Habitat et Environnement » (EHE)**

— Création de l'approfondissement, des syllabus et des modules de cours (200h)
— Gestion des plannings, sélection et gestion des intervenants, organisation du jury de projet et du conseil scientifique, développement de la relation entreprise
— Développement du domaine EHE en anglais
— Création et développement de l'axe de recherche thermique de l'habitat

2007 - 2013 - **Professeur référent en 2e année du cycle ingénieur (HEI4)**

— Suivi des absences
— Développement du Projet Personnel et Professionnel
— Gestion étudiante (Ecoute, Aide, Soutien)

2013 - 2014 - **Animateur de l'atelier pédagogique « Projet »**

3.2 IUT de Béthune - Département Génie Civil et Construction Durable, Béthune

— Gestion et planification des enseignements des modules (Cours, TD, TP) de la Licence TPMR (2018 - xxxx)
— Participation aux actions de promotions (Portes-ouvertes)
— Suivi d'apprentis en DUT1 et DUT2
— Participation aux soutenances des étudiants (PFE, Apprentis, PTUT, PPP)

2021 - **Responsable de l'organisation des JPO Virtuelles du département GCCD**

— Organisation des permanences visio et tchat des collègues
— Développement de la plateforme du département GCCD
— Création de vidéos

2016 - 2019 - **Responsable des PFE (DUT2 et DUTAS)**

— Gestion des sujets de PFE avec les professionnels du secteur BTP
— Création des groupes d'étudiants avec tuteur IUT
— Affectation des salles
— Gestion et participation aux soutenances
— Saisie des notes

4 Liste des travaux

O - Rédaction d'ouvrage ou de chapitre d'ouvrage

OX1 Vanhove Y., Djelal C., Libessart L., Proske T., Secrieru E., Feys D., TC-266 : MRP Members RILEM, "Procedures and Interpretation" - Chapitre 7, "State of knowledge of interface rheometry," Report volume published by Springer, en cours de rédaction.

A - Publications internationales dans des revues avec comité de lecture

A1 Spitz N., N. Coniglio N., Libessart L., El Mansori M., Djelal C., "Characterizing Tribological Behavior of Fresh Concrete Against Formwork Surfaces", *Construction and Building Materials*, 303, 124233, 2021

A2 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of green walls occultation on energy balance : Development of a TRNSYS model on a brick masonry house", *Journal of Building Engineering*, 44, 102634, 2021

A3 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Laiymani I., "Comparative study of the tribological behaviour of emulsions and demoulding oils at the concrete/formwork interface", *Construction and Building Materials*, 239, 117826, 2020

A4 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of plants occultation on energy balance : Theoretical and numerical study", *Journal of Building Engineering*, 29, 101112, 2020

A5 Tilioua, A. Libessart L., Lassue S., "Characterization of the thermal properties of fibrous insulation materials made from recycled textile fibers for building applications : Theoretical and experimental analyses", *Applied Thermal Engineering*, 42, 56-67, 2018

A6 Libessart L., Kenai M.A., "Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions", *Journal of Building Engineering*, 19, 258-265, 2018

A7 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of plants occultation on energy balance : Experimental study", *Energy and Buildings*, 162, 208-218, 2018

A8 Tilioua, A. Libessart L., Jeandel G., Lassue S., "Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurements", *Applied Thermal Engineering*, 105, 594-604, 2016

A9 Libessart L., de Caro P., Djelal C., Dubois I., "Correlation between adhesion energy of release agents on the formwork and demoulding performances", *Construction and Building Materials*, 76, 130-139, 2015

A10 Libessart L., Djelal C., de Caro P., "Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facing aesthetics", *Construction and Building Materials*, 68, 391-401, 2014

A11 Djelal C., de Caro P., Libessart L., Dubois I., Pébère N., "Comprehension of demoulding mechanics at the formwork/oil/concrete interface", *Materials and Structure*, 3 :41, 571-581, 2008

A12 de Caro P., Djelal C., Libessart L., Dubois I. "Influence of the nature of demoulding agent on the properties of the formwork/concrete interface", *Magazine of Concrete Research*, 2 :59, 141-149, 2007

A13 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., "Recommendations on the application of release agents to enhance facing aesthetics", *Concrete Plant International*, issue 4, 140-148, 2006

B - Article dans des revues "Open access"

B1 Tchamo Leussa, C.C., Libessart, L., Djelal, C. et al., "Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide", *Scientific Reports*, 10, 13230, 2020

B2 Libessart L., Lahlou A., Djelal C., Vanhove Y., Mateo S., "Influence of the emulsions to the interface formwork/concrete", *ACI - Special Publication*, 326, 1-10, 2018

B3 Tilioua, A. Libessart L., Lassue S., "Characterization of heat transfer through polyester batting insulation", *International Journal of Chemical and Environmental Engineering*, 1 : 7, 15-18, 2016

B4 Djelal C., Vanhove Y., Libessart L., "Analysis of friction and lubrification conditions of concrete/formwork interfaces", *International Journal of Civil Engineering and Technology*, 3 : 7, ISSN 0976-6308, 2016

C - Publications nationales dans des revues avec comité de lecture

C1 Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S. «Etude des propriétés thermo-physiques des isolants fibreux textile», *Annales du BTP*, février 2012

C2 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., «Influence du mode d'application des agents de démoulage sur l'esthétique des parements», *Annales du BTP*, avril 2007

D - Communication dans des Congrès Internationaux à comité de lecture et actes publiés

D1 Page J., Libessart L., Djelal C., Gonon M., Laiymani I., "Feasibility of Using Biomass Fly Ash in Cementitious Materials", *1st International Conference on Smart Materials for Sustainable Construction*—SMASCO 2019, Luleå, Sweden, 10–12 December 2019

D2 Feys D., Sonebi M., Amziane S., Djelal C., El Cheikh K., Fabbris F., Fataei S., Greim M., Ivanova I., Keller H., Khayat K., Libessart L., Mechtcherine V., Navarrete I., Perrot A., Secrieru E., Vanhove Y.,"An overview of RILEM TC MRP round-robin testing of concrete and mortar rheology in Bethune, France, May 2018", *RheoCon2 Conference and SCC9 Symposium*, Dresden, september 2019

D3 Djelal C., Vanhove Y., Libessart L., "Tribologie et phénoménologie des interfaces béton/coffrage" - Conférence plénière, *Journées Nationales du béton - 4e édition - JNB'19*, Hammamet, 26-28 avril 2019

D4 Laiymani I., Libessart L., Hammouni S., Djelal C., Vanhove Y.,"Emulsions effects

on the friction on the formwork/concrete interface", *International RILEM Workshop on Rheological Measurements of Cement-based Materials* - IRWRMC 2018 , UA-LGCgE, Arras, France, 30-31 May 2018

D5 Libessart L., Djelal C., Joly N., Depraetere D., Martin P., Vanhove Y., "Utilisation des huiles recyclées pour le décoffrage du béton- Étude de l'esthétique des parements", *10ème édition des Journées d'Etudes Techniques* (JET 2018), Marrakech, Maroc, 2-4 may 2018

D6 Libessart L., Lahlou A., Djelal C., Vanhove Y., Mateo S., "Influence of the emulsions to the interface formwork/concrete", *2nd Edition of the International Workshop on Durability*, Moscow, 5-7 June 2018

D7 Tilioua A., Libessart L., El Amrani A. Lassue S., "Optical and thermal properties of polymathy-methacrylate based plexiglass", *International Symposium : Architectural Patrimony and Local building materials*, Errachidia, Marocco, 12-14 october 2017

D8 Libessart L., Tchamo Leussa CC., Djelal C., Gonon M., Djangang Njioumou C., Elimbi A., "Effect of aluminium hydroxide on clay mortars properties", *2nd International RILEM/COST Conference on Early Age Cracking and Serviceability in Cement-based Materials and Structures* - EAC2, ULB-VUB, Brussels, Belgium, 12-14 September 2017

D9 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., «Impact énergétique d'un mur végétalisé sur les performances thermiques d'une paroi de bâtiment», *XIIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes*, Saint-Lô, France, mai 2017

D10 Libessart L., Djelal C., Vanhove Y., de Caro P., Dubois I., "Influence of SCC and release agents on concrete/formwork friction - Impact on the aesthetics of concrete facings", *8th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Washington, 15-18 mai 2016

D11 Vanhove Y., Djelal C., Libessart L., "New demoulding process for self compacting concrete without release agents", *8th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Washington, 15-18 mai 2016

D12 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., «Performance énergétique des parois végétalisées», *XIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes*, Sherbrooke, juin 2015

D13 Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "An experimental investigation of the thermal effects of green walls : impact of plants obscuration on energy balance", *8th ENERGY FORUM on Advanced Building Skins*, Bressanone, Italy, 28-29 October 2014

D14 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Vanhove Y., «Influence de l'énergie d'adhésion des huiles de démoulage sur le frottement du béton», *Journées Internationales Francophones de Tribologie*, Matériaux et Tribologie, Mulhouse, 26-28 mai 2014 ‘

D15 Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S., Monod B., Jeandel G., "Determination of physical properties of fibrous thermal insulation", *EPJ Web of Conferences - 2nd European Energy Conference*, 02009, 2012

D16 Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S., «Etude de textiles innovant pour une réhabilitation performante des enveloppes de bâtiments : Modélisation du transfert thermique dans les matériaux textiles», *Xème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes*, Saguenay, juin 2011

D17 Libessart. L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., "Influence of various release agents in precast production ", *Congrès International Concrete Conference and eXhibition*, St Petersburg, 4-8 December 2007

D18 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., "The effect of release agents on the formwork/concrete interface", *2nd International Fib Congress*, Naples, Italie, June 2006

D19 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Vanhove Y., "Rheological and tribological behaviour of demoulding mineral or vegetable oils at the concrete/formwork interface", *2nd European Rheology Conference*, Grenoble, April 2005

D20 Lassue S., Zalewski L., Libessart L., Hérin Ph., "Instrumentation for experimental study on heat transfer coefficient for external surface of building", *International Conference Urban Engineering*, Lille, 12-13 October 2005

D21 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Cavrot J-P., "Physicochemical and tribological characterization of release agents", *Symposium Fib - Concrete Structures*, Avignon, April 2004

E - Communication dans des Congrès Nationaux à comité de lecture et actes publiés

E1 Kenai M-A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Développement d'un modèle sous TRNSYS de l'impact énergétique de murs végétalisés sur une maison ancienne en période hivernale", *XXXVIIIèmes Rencontres de l'AUGC*, Marrakech, AJCE, Vol. 38 (1), 2020

E2 Libessart L., Laiymani I., Djelal C., Vanhove Y., «Comportement des agents de démoulage en émulsion à l'interface coffrage/béton», *XXXVIIèmes Rencontres de l'AUGC*, école d'ingénieur Polytech Nice Sophia, 19-21 juin 2019

E3 Tchamo Leussa C.C., Libessart L., Djelal C., Gonon M., Njiomou Djangang C., Elimbi A., «Mise au point d'un produit de construction à base d'argile du Cameroun - Influence de l'hydroxyde d'aluminium», *XXXVèmes Rencontres de l'AUGC*, ECN/UN, Nantes, 22 au 24 mai 2017

E4 Tilioua A., Libessart L., Lassue S., Monod B., Jeandel G., «Caractérisation et modélisation du thermique au sein du matériau isolant fibreux», *Journées AUGC et IBPSA France*, 6-8 juin 2012

E5 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., «Influence des énergies de surface des huiles de démoulage sur les performances de décoffrage», *XXIVèmes Rencontres Universitaires de l'AUGC*, La Grande Motte, 01/02 juin 2006

E6 Libessart L., Pébère N., Jorcin J-B, de Caro P., Djelal C., Dubois I., Mateo S., «Comparaison des propriétés anticorrosion d'huiles minérales et végétales par spectroscopie d'impédance électrochimique», *17e Forum sur les impédances électrochimiques*, Paris,

31 janvier 2005

E7 Libessart L., «Influence de la composition chimique des huiles de démoulage sur les performances du décoffrages du béton», Concours jeunes chercheurs, *XXIIIèmes Rencontres Universitaires de l'AUGC*, Grenoble, 26-27 mai 2005

F - Communication par voie d'affiche (poster) avec actes

F1 Page J., Libessart L., Djelal C., Gonon M., "Use of biomass fly ash in cementitious materials", *Advanced Materials for Sustainable Infrastructure Development*, Gordon Research Conference, Ventura, USA, 23-28 February 2020

F2 Tilioua A., Libessart L., Jeandel G., Lassue S., "Characterization of heat transfer through Metisse insulation", *EUROTHERM*, Krakow, 19-23 June 2016

F3 Libessart L., Djelal C., de Caro P., Vanhove Y., «Influence du volume de pâte, du superplastifiant et des huiles de décoffrage sur le frottement béton/paroi», *Journées Internationales Francophones de Tribologie, Procédés et Génie Civil*, Nantes, 27-29 mai 2015

F4 Vanhove Y., Djelal C., Libessart L., «Etat des connaissances du frottement béton/paroi lors du pompage des bétons», *Journées Internationales Francophones de Tribologie, Procédés et Génie Civil*, Nantes, 27-29 mai 2015

G - Communication par voie d'affiche (poster) sans acte

G1 Libessart L., Djelal C., de Caro P., "Etude des huiles de démoulage par analyse physico-chimique et tribologique", *Journée Professionnelle, Les entretiens du RCGU*, 9 mars 2004, Paris

H - Séminaire - Workshop

H1 Libessart L., Djelal C., Vanhove Y., "Influence of concretes thixotropy on the tribological properties", *One-day Feedback - Round Robin Test - Comparison of Concrete Rheometers - International Tests at the Artois University (IUT Bethune)*, FNTP Paris, 8th November 2019

H2 Tchamo Leussa C.C., Njiomou Djangang C., Elimbi, A., Libessart L., Djelal C., "Effects of aluminum hydroxide on the pozzolanic properties of kaolinite clays", *The doctoral research an training unit for chemustry and applikcation (URFD-CA) - PhD Students seminars in chemistry and application*, Ed. 2018, University of Yaoundé 1, Cameroun, 18-19 July 2018

H3 Libessart L., Kenai M.A., "Impact des occultations des parois végétalisées sur le confort thermique", *Journée Recherche Acoustique et Thermique des parois végétalisés*, HEI, Lille, jeudi 23 octobre 2014

5 Activités d'encadrement

5.1 Encadrement doctoral

Thèse 4.
Schlupp Florian
«Valorisation des cendres de biomasse en tant que granulats et filler dans les bétons»
Date de début : 01/10/2020 Date de fin : xx/xx/xxxx, % encadrement : 33%.
Noms et % des co-encadrants : Chafika Djelal (34%) Jonathan Page (33%)
Financement : Bourse Université d'Artois

Thèse 3.
Tchamo Leussa Claudia Charlotte
«Influence de l'hydroxyde d'aluminium sur les propriétés pouzzolaniques de minéraux argileux de type 1/1»
Date de début : 01/09/2015 Date de fin : 03/2021, % encadrement : 33%.
Noms et % des co-encadrants : Chafika Djelal (33%) Antoine Elimbi (33%)
Financement : Bourse Eramus Mundus Yaoundé
Publications : B1, D8, E3, H2

Thèse 2.
Kenai Mohammed Amine
«Caractérisation, analyse et gestion optimale des échanges énergétiques entre un mur végétalisé et son environnement»
Date de début : 01/10/2012 Date de fin : 20/09/2016, % encadrement : 33%.
Noms et % des co-encadrants : Stéphane Lassue (33%), Didier Defer (33%)
Financement : Région Nord-Pas de Calais, HEI
Publications : A2, A4, A5, D9, D12, D13, E1
Situation actuelle : Ingénieur d'études, Bureau d'études thermique, France

Thèse 1.
Tilioua Amine
«Etude de l'enveloppe des bâtiments en présence de textiles innovants pour une réhabilitation performante - Caractérisation du transfert thermique conducto-radiatif»
Date de début : 01/10/2009 Date de fin : 01/04/2013, % encadrement : 30%.
Noms et % des co-encadrants : Stéphane Lassue (70%)
Financement : Région Nord-Pas de Calais, HEI
Publications : A3, A6, B3, C1, D7, D15, D16, E4, F2
Situation actuelle : Associate Professor, University My Ismail, Errachidia, Maroc

5.2 Encadrement Post-doc et Ingénieur de recherche

Post-doc.
Dappe Vincent
«Etude de la mise en forme par vibrocompaction de blocs de béton»
Date de début : 01/01/20 Date de fin : 24/07/20, % encadrement : 50%.
Noms et % des co-encadrants : Pr. Chafika Djelal (50%)
Financement : Projet ADEME GRAINE
Situation actuelle : Ingénieur de recherche chez Biallais Ind.

Ingénieur de Recherche.
Laiymani Issam
«Valorisation des cendres de biomasse dans les mélanges cimentaires»
Date de début : 01/01/19 Date de fin : 31/12/19, % encadrement : 50%.
Noms et % des co-encadrants : Pr. Chafika Djelal (50%)
Financement : Projet ADEME GRAINE
Publication : D1

5.3 Encadrement de Master et 2e et 3e année d'Ecole d'ingénieur

Anceur Rebiha, Stage de Master 2 Recherche, Contrat recherche GECCO
«Recyclage des huiles de friture en agents de démoulage pour le BTP - étude des formulations»
05/2021-10/2021, LGCgE. Directeur de mémoire : Pr. Chafika Djelal - Dr. Laurent Libessart

Zeggar Mohamed Affif, Stage de Master 2 Recherche
«Comportements rhéologique et tribologique des bétons autoplaçants thixotropiques»
02/2021-07/2021, LGCgE. Directeur de mémoire : Pr. Yannick Vanhove - Dr. Laurent Libessart

Nguyen Manh Hung, Stage de Master 2 Recherche
«Formulation et caractérisation de mortiers à base de cendre de biomasse»
02/2019-07/2019, LGCgE. Directeur de mémoire : Pr. Chafika Djelal - Dr. Laurent Libessart

Nemar Youssra, Stage de Master 1 Recherche
«Etude de la thixotropie des bétons par le tribomètre plan/plan»
04/2019-06/2019, LGCgE. Directeur de mémoire : Dr. Laurent Libessart

Laiymani Issam, Stage de Master 2 Recherche
«Etude des mécanismes se déroulant à l'interface béton/coffrage en présence des émulsions - Impact sur le frottement du béton»
02/2018-07/2018, LGCgE. Directeur de mémoire : Dr. Laurent Libessart
Publications : A1, D4, E2

Lalhou Mohamed Amine, Stage de Master 2 Recherche, Contrat recherche CHRYSO
«Etude des mécanismes se déroulant à l'interface béton/coffrage en présence des émulsions - Impact sur l'esthétique des parements»
02/2017-07/2017, LGCgE. Directeur de mémoire : Pr. Chafika Djelal - Dr. L. Libessart
Publications : B2, D6

Jietcheux Dimitri, Stage de Master 2 Recherche
«Expérimentation et simulation numérique de la fonction d'occultation d'un mur végétalisé sur les échanges thermiques»
02/2014-07/2014, LGCgE. Directeur de mémoire : Dr. Flore Brue - Dr. Laurent Libessart

Aggoun Affef , Stage de Master 2 Recherche, Contrat recherche OUTINORD
«Influence physico-chimique des bases employées dans les huiles de démoulage sur l'esthétique des parements - Impact sur la corrosion des surfaces de coffrage»
02/2016-07/2016, LGCgE. Directeur de mémoire : Pr. Chafika Djelal

Marette François, Lacroix Raphaël , 2e année Ecole d'Ingénieurs CESI, Projet d'Approfondissement de Modélisation Scientifique, (juin - juillet 2019)
«Etude de la mouillabilité des emulsions dans le temps - Impact sur l'esthétique des parements »

Dal Cortivo Valentin, Laloi Valentin , 2e année Ecole d'Ingénieurs CESI, Projet d'Approfondissement de Modélisation Scientifique, (juin - juillet 2018)
«Etude comparative entre le rhéomètre ICAR et le tribomètre plan/plan»

Crépelle Sacha, Dilly Apolline, Morel Edouard, 2e année Ecole d'Ingénieurs CESI, Projet d'Approfondissement de Modélisation Scientifique, (mai - juin 2018)
«Développement d'essais calorimétriques sur les mortiers - Etude du ressuage»

Le Moigne Alysée, Thery Barnabé, 2e année Ecole d'Ingénieurs CESI, Projet d'Approfondissement de Modélisation Scientifique, (mai - juin 2016), ***«Création d'un dispositif de calorimétrie pour l'étude des bétons et des mortiers»***

Cantat Bruno, Fatus Goeffrey, 3e année Ecole d'Ingénieurs HEI, Projet Fin d'Etudes, (février - avril 2013), ***«Création de 3 box instruments pour l'implantation de murs végétalisés en conditions extérieurs»***

Boyer David, Riou Muriel, 2e année Ecole d'Ingénieurs CESI, Projet d'Approfondissement de Modélisation Scientifique, (mai - juin 2006), ***«Influence de l'application des agents de démoulage sur l'esthétique des parements»***

Idrissa M., Boubacar A., «Licence 3 Génie Civil, Travaux d'Etudes de Recherche, FSA Béthune, juin 2006
«Influence des propriétés des agents de démoulage sur la qualité des parements»

5.4 Rayonnement scientifique

⋆ Activités de relecture dans des revues/journaux

— Cement and Concrete Composites (1)
— Construction and Building Materials (5)
— Energy and Buildings (5)
— Journal of Renewable Materials (1)
— MCPI (Materials, Minerals, Metals) (Open Access) (13)
— Materials and Structures (1)

⋆ Participation à des contrats industriels

— CHRYSO
— CILA
— DALKIA
— ENSAM
— GECCO
— NORPAC (Filiale de Bouygues Bâtiment)
— OUTINORD
— SIKA

⋆ Tâches de valorisation de la recherche

— **Publication Manager**, AJCE Spéciale Issue, Vol. 34 (1), 2016, Liège, ISSN 2680-100.
  — *Découpage et mise en forme des articles* ;
  — *Création d'un fichier Excel* ;
  — *Création des DOI* ;
  — *Mise en ligne pour 148 articles.*
— Participation à la rédaction du dossier HCERES du Laboratoire LGCgE pour l'équipe ER3 avec le Pr. C. Djelal (2018)
  — *Récupération des données de publications* ;
  — *Création du fichier Bibtex* ;
  — *Récupération et réalisation du fichier Excel (publications, contrat, . . .)* ;
— Mandaté par l'ENSAM d'Aix en Provence pour la réalisation d'essais tribologiques dans le cadre de la thèse de Nicolas Spitz. Cette campagne d'essais s'est déroulée entre mai et juin 2017 à l'IUT de Béthune.
— Séminaire, 13 mars 2017, « Les agents de démoulage recyclés », Société CILA, Aulnoye-Aymeries
— Séminaire, 8 juin 2017, « Les émulsions », Société CHRYSO, Béthune
— Séminaire, 5 décembre 2016, « Les agents de démoulage pour le bâtiment », Société SIKA, Gournay-en-Bray
— Article mis en avant sur le site de l'entreprise "Hill and Griffith Company", www.hillandgriffith.com/concrete-casting-news/effects-concrete-release-agents, 3 May 2019
— Mercredi de l'info CD2E, rendez vous innovant autour de la réhabilitation thermique, présentation des travaux de A. Tilioua, "HEI - Etude des textiles innovants

pour une réhabilitation performante de l'enveloppe des bâtiments", 23 mars 2011.
— Mandaté par Tomassini Construction pour la réalisation d'un diagnostic sur un problème de variation de teinte sur la chantier de l'extension du musée d'arts modernes à Villeneuve d'Ascq (2008)

5.5 Responsabilités scientifiques

— **Co-coordinateur** du projet ADEME GRAINE 2016, BIMGC, "Valorisation des cendres de chaudière BIomasse dans l'élaboration de Matériaux composites pour le Génie Civil" – convention démarrée en juillet 2018 – Projet sur 24 mois et un budget total de 480 000€ TTC.
  — *Montage du dossier (Etat de l'art, dossier technique, planning, organisation des lots)* ;
  — *Recherche des partenaires* ;
  — *Synthèse du budget* ;
  — *Gestion de l'ingénieur de recherche et du Post-doc* ;
  — *Animation des COPIL* ;
  — *Présentation des résultats à l'ADEME* ;
  — *Rédaction du rapport ADEME final.*
— Membre de la RILEM
— Membre du GFR
— Membre de l'AUGC
— Membre HEI élu au conseil scientifique du LGCgE (2009-2015)
— Membre UArtois élu au conseil scientifique du LGCgE (2020-...)
— Référent de l'équipe recherche EHE (2009-2015)
— Membre du groupe de travail « Bâtiment Producteurs d'Energie » pour la préparation du Séminaire RIFKIN, Troisième Révolution Industrielle à la Région Nord-Pas de Calais, avril 2013.

5.6 Membre d'organisation de manifestation scientifique

— One-day feedback - Round Robin Test « Comparison of Concrete Rheometers : International Tests at the Artois University, 8 November 2019, Paris
— International RILEM Workshop on Rheological and Measurements of Cement-based Materials - IRWRMC, 30-31 May 2018, Arras
— RILEM Robin Round Test - Comparison of concrete rheometers : International tests at the Artois University (IUTB) in Bethune (France), 28-30 May, 2018
— Journée recherche "Acoustique et thermique des parois végétalisées", le 23 octobre 2014, Lille

5.7 Jury

— Membre du jury de thèse de A. Tilioua (2012)
— Membre du jury de thèse de M.A. Kenai (2016)
— Membre de trois COS pour le recrutement de Maîtres de conférences à l'IUT de Béthune (2018, 2020, 2021)
— Vice-Président de COS pour le recrutement de Maîtres de conférences à l'IUT de Béthune (2021)

6 Activités de transfert et de valorisation

J'ai également participé au montage et en partie au suivi de projet de recherche collaboratif.

⋆ Appel à Projets de recherche ADEME GRAINE, 2021-2024

Intitulé : **Valorisation des cendres de BIOmasse en tant que GRAnulats et FIller dans des blocs de Construction (BIOGRAFIC)**

Les objectifs de ce projet sont de :
- identifier, caractériser et effectuer le criblage des cendres sélectionnées fournies par la Société Dalkia ;
- actualiser les flux de gisement sur les deux territoires de l'étude, les Hauts-de-France et la Bretagne avec un focus sur les cendres issues des chaudières à lit fluidisé ;
- étudier la forte demande en eau de ces cendres qui a un impact sur la rhéologie et la résistance mécanique des produits élaborés.
- étudier l'influence de la substitution de sable par des cendres sous-foyers broyées et l'ajout de cendres fines sous forme de fillers sur les propriétés de mise en œuvre et physico-mécaniques des mortiers.
- déterminer les taux d'incorporation possibles de cendres de biomasse.
- transposer l'étude aux bétons secs à démoulage immédiat.
- démontrer la faisabilité de la fabrication du produit sur une chaîne de fabrication industrielle.
- effectuer une analyse de cycle de vie (ACV) des blocs de construction.
- étudier l'influence de la substitution de sable par des cendres sur les performances sanitaires et environnementales des blocs de maçonnerie.
- établir un dossier technique préalable à une demande de certification des blocs de construction par le CERIB en vue d'une commercialisation par Biallais Industries.

Partenaires : IUTB / UniLaSalle-EME / CERIB / BIALLAIS Industries / UMONS / DALKIA
Budget IUTB : 107 000 €

⋆ Appel à Projets de recherche ADEME GRAINE, 2018-2020

Intitulé : **Valorisation des cendres de chaudière BIomasse dans l'élaboration de Matériaux composites pour le Génie Civil (BIMGC)**

Les objectifs de ce projet sont de :
- caractériser les cendres sélectionnées ;
- évaluer les viabilités économiques et environnementales du gisement jusqu'à sa fabrication ;
- mettre au point des nouvelles formulations de matériaux ;
- démontrer la faisabilité sur une chaîne de fabrication à l'échelle industrielle ;
- mettre au point des essais simples pour contrôler les produits mis en forme à l'aide d'une chaîne industrielle, le cas échéant ;

Partenaires : IUTB / UniLaSalle-EME / CERIB / BIALLAIS Industries / UMONS / DALKIA

Budget IUTB : 102 000 €

⋆ Projets de recherche, 2010-2016

Intitulé : **Bâti et biodiversité : fonctionnalités, intégration et perception**
« Développement des performances thermiques et acoustiques des murs végétalisés »

Les objectifs de ce projet sont de :
— développer les connaissances scientifiques sur les murs végétalisés ;
— intégrer les murs végétalisés dans des projets d'urbanisme ;
— aider les fabricants sur les connaissances techniques ;
— développer la perception des murs végétalisés en milieu urbain
Partenaires : NORPAC, ELAN, IDDR, Ville de Lille, HEI, CRESGE, ISA, FLST, Région N-PdC.
Budget HEI : 77 000 €

⋆ Appel à Projets de recherche ADEME/Région Nord- Pas de Calais, 2012-2015

Intitulé : **Pièces intermédiaires - Le rôle des volumes intermédiaires dans la thermique et la qualité de l'air des logements**
Les objectifs de ce projet sont de :
— rechercher de solutions alternatives à coût constant en termes de lisibilité de patrimoine bâti et de nouveaux usages ;
— créer des expérimentation avec construction effective du projet sous forme de prototype habité ;
— quantifier les gains énergétiques de la mise en oeuvre d'amélioration de la ventilation dans l'existant et à déterminer l'impact de ces mesures.
Partenaires : LACTH / FSA de Béthune / HEI / SIA Habitat
Budget HEI : 29 000 €

⋆ Appel à Projets de recherche ADEME/Région Nord- Pas de Calais, 2010-2012

Intitulé : **Analyse de l'appropriation par les différentes catégories d'usagers, des solutions techniques mises en place, dans le cadre du nouveau marché de chauffage des bâtiments publics de la ville de Lille, en vue d'une réduction des émissions de gaz à effet de serre (APEBAP)**

Les objectifs de ce projet sont de :
— étudier le comportement des utilisateurs ;
— évaluer les performances énergétiques des bâtiments publics (Écoles et Crèches) ;
— étudier la qualité de l'air intérieur.
Partenaires : CRESGE / Ville de Lille / HEI / DALKIA
Budget HEI : 30 000 €

⋆ Appel à Projets de recherche ADEME/Région Nord- Pas de Calais, 2009-2013

Intitulé : **Réhabilitation durable du parc de logements anciens privés dans le NPdC : outils d'aide à la décision et d'accompagnement des ménages aux revenus modestes**

L'objectif de ce projet est la création d'outils d'aide à la décision et d'accompagnement des ménages aux ressources modestes, dans le cadre de la réhabilitation de leur logement, intégrant les dimensions :

— techniques et thermiques de l'habitat ouvrier ;
— comportementales des occupants ;
— financières du projet.

Partenaires : URPACT Nord / Pas de Calais / CRESGE / HEI / ACT Environnement
Budget HEI : 29 600 €

7 Sigles/Acronymes

— ABAQUS CAE : Logiciel de calcul aux éléments finis
— ACV : Analyse du Cycle de Vie
— AJCE : Academic Journal of Civil Engineering
— ARCHE : Logiciel de calcul béton armé société GRAITEC
— ATER : Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche
— AUGC : Association Universitaire de Génie Civil
— BAA : Domaine pédagogique Bâtiment Aménagement Architecture
— BBP : Projet de recherche Bâti Biodiversité Positive
— BTP : Domaine pédagogique Bâtiment et Travaux Publics
— BQR : Bonus Qualité Recherche
— CCAP : Cahier des Clauses Administratives Particulières
— CCTP : Cahier des Clauses Techniques Particulières
— CD2E : Centre de développement des éco-entreprises à Loos en Gohelle
— CEA : Centre d'Energie Atomique de Saclay
— CERIB : Centre d'études et de recherches de l'industrie du béton
— COPIL : Comité de pilotage
— COS : Comité de sélection de l'enseignement supérieur
— CVB : Cendre Volante de Biomasse
— CRESGE : Centre de recherches économiques, sociologiques et de gestion à Lille
— DAO : Dessin Assisté par Ordinateur
— E-C : Enseignant-chercheur
— EHE : Domaine pédagogique Energies Habitat Environnement
— EFFEL : Logiciel de calcul de structure société GRAITEC
— EME : Ecole des Métiers de l'Environnement à Bruz
— ENSIACET : École nationale supérieure des ingénieurs en arts chimiques et technologiques de Toulouse
— ELAN : Filiale environnement de Bouygues Construction
— ENSAM : École nationale supérieure d'arts et métiers
— ESSAI : Et Si Seulement j'Aimais l'Ingénierie, www.hei.fr/blog/evenements/participez-a-loperation-essai/
— EWP : Eleven Week Project (projet étudiants de 11 semaine en entreprise)
— FTIR : Fourier Transform InfraRed
— FLST : Faculté Libre des Sciences et Techniques de Lille
— FSA : Faculté des Sciences Appliquées de Béthune
— GCCD : Génie Civil et Construction Durable
— GEMTEX : Laboratoire de GEnie des Matériaux TEXtile à Roubaix
— GFR : Groupe Français de Rhéologie
— GPS : Global Positioning System
— HEI : Hautes Etudes d'Ingénieurs à Lille
— IDDR : Institut du Développement Durable et Responsable
— IEMN : Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie à Lille
— ISA : Institut Supérieur Agricole de Lille
— LACTH : Laboratoire de l'école d'architecture et de paysage de Lille
— LAMTI : Laboratoire d'Artois Mécanique Thermique et Instrumentation à Béthune
— LEMTA : Laboratoire d'Energétique Mécanique Théorique et Appliquée à Nancy
— LGCgE : Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement
— LMCU : Lille Métropole Communauté Urbaine

— MCF : Maître de conférences
— NORPAC : Filiale bâtiment Nord-Pas de Calais de Bouygues Construction
— PFE : Projet de Fin d'Etudes
— PIXE : Particle Induced X-ray Emission
— PSN8 : Logiciel de planification
— RDM : Résistance des matériaux
— RILEM : Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des essais et de recherche sur les Matériaux
— SIA Habitat : Bailleur social à Lille
— SIE : Spectroscopie d'Impédance électrochimique
— SYNAD : Syndicat national des adjuvants pour bétons et mortiers
— TPMR : Travaux Publics et Métiers de la Route
— TRNSYS : Logiciel de simulation dynamique du bâtiment

Chapitre 2

Mémoire de recherche

Durant ma thèse (2002-2006) et mon poste d'ATER (2005-2006), j'ai étudié les agents de démoulage à l'interface coffrage/béton tout en qualifiant l'esthétique des parements en béton. Ces recherches ont été effectuées sous la direction du Professeur Chafika Djelal (LGCgE).

Les objectifs de ces études portent sur les points suivants :
- obtenir des règles de formulation des huiles grâce à la compréhension des affinités vis-à-vis du coffrage et du béton,
- utiliser des outils adaptés en terme de physico-chimie,
- élaborer un argumentaire sur les huiles à base minérale par rapport à celles à base végétale,
- développer des outils de caractérisation,
- comprendre les phénomènes de frottement à l'interface,
- dégager des mécanismes à l'interface coffrage/huile/béton
- lutter contre la corrosion des coffrages.

Ma formation aux outils de caractérisation physico-chimiques en lien avec les esters végétaux et les milieux interstitiels a été effectuée à l'ENSIACET de Toulouse sous la responsabilité du Docteur-HDR Pascale de Caro.

A partir de 2015, j'ai pu développer cette thématique sur les formulations à base d'huiles recyclées ainsi que sur les formulations en émulsions directes et inverses et la caractérisation des parements en béton par analyse d'images. Depuis la réalisation en 2018 du RILEM Robin Round Test sur l'étude des rhéomètres à Béthune, je travaille également sur l'étude de la thixotropie des bétons par des analyses rhéologiques et tribologiques.

Durant la période à HEI (2006-2015), j'ai dû modifier mon domaine de recherche pour m'orienter vers l'étude du comportement thermique des matériaux (fibreux ou semi-transparents) dans l'enveloppe des bâtiments. Ce domaine se rapproche de mon stage de DEA (2002). Ayant une charge plus importante en gestion administrative et en enseignement, j'ai rencontré des difficultés à développer cette nouvelle thématique.

Cette activité recherche s'est accélérée à partir de 2008. En effet, HEI a développé une démarche de recherche qui se situe dans le cadre des activités du programme d'enseignement et de recherche «Energies Habitat Environnement». Un aspect important était également mon intégration dans un laboratoire labellisé. Ce qui fut le cas à partir de 2009, j'ai rejoint l'équipe de recherche ER5 du LGCgE. De même, mes responsables m'ont ainsi

donné comme objectif de développer des axes de recherche. Pour ma part, je me suis orienté vers les études du matériau « ouate de polyester » et des murs végétalisés. J'ai donc co-encadré 2 thèses. L'aspect expérimental est très présent pour ces deux études. Ces travaux ont été réalisés avec les Professeurs Stéphane Lassue et Didier Defer (LGCgE). Pour la thèse réalisée par A. Tilioua, une collaboration a été créée avec le LEMTA de Nancy et le Professeur Gérard Jeandel afin de nous aider sur les mesures optiques des matériaux.

— ***Etude de l'enveloppe des bâtiments en présence de textiles innovants pour une réhabilitation performante - Caractérisation du transfert thermique conducto-radiatif***, Amine Tilioua - 2009 - 2013,

— ***Caractérisation, analyse et gestion optimale des échanges énergétiques entre un mur végétalisé et son environnement***, Mohammed Amine Kenai - 2012 - 2016.

Depuis 2015, une dimension valorisation d'éco-produits s'est développée par les travaux de recherche effectués en collaboration avec l'Université de Yaoudé sur l'emploi d'hydroxyde d'aluminum dans les mortiers composés à base d'argile. Une thèse est co-dirigée sur le sujet par les Professeurs Antoine Elimbi et Chafika Djelal (Bourse Erasmus Mundus).

— ***Influence de l'hydroxyde d'aluminium sur les propriétés pouzzolaniques de minéraux argileux de type 1/1***, Charlotte Tchamo-Leussa - 2015 - 2021,

Cette activité de recherche s'est également orientée sur la valorisation des cendres volantes de chaudières biomasse bois dans les matériaux cimentaires par l'obtention de deux projets ADEME GRAINE en 2018 "*Valorisation des cendres de chaudière BIomasse dans l'élaboration de Matériaux composites pour le Génie Civil*" et en 2021 "*Valorisation des cendres de BIOmasse en tant que GRAnulats et FIller dans des blocs de Construction.* Une thèse a également été financée par l'Université d'Artois afin de développer cette thématique porteuse. Elle est dirigée par le Professeur Chafika Djelal.

— ***Valorisation des cendres de biomasse en tant que granulats et fillers dans les bétons***, Florian Schlupp - 2020 - xxxx,

Pour résumé, mes activités de recherche se sont donc réalisées au sein du Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement avec trois thèmes portés dans les équipes **ER3 "Matériaux" et ER5 "Habitat"** :

- Etude du comportement thermique des parois, (6 A, 1 B, 1 C, 7 D, 2 E, 1 F)
- Etude de l'interface béton/coffrage, (6 A, 2 B, 1 C, 12 D, 4 E, 2 F, 1 G, 2 H)
- Etude de matériaux cimentaires à base d'éco-produits, (1 B, 2 D, 1 E, 1 F, 1 H)

La partie suivante développe les différentes thématiques de recherche. Vous trouverez à la fin du mémoire des articles (Annexes) qui complètent les explications données.

Les principaux résultats sont présentés sous forme d'un résumé élargi de chaque action entreprise ces dernières années. J'ai essayé de développer de façon synthétique les expertises menées. Je vais pour cela commencer par le comportement thermique des parois, puis l'interface béton/coffrage pour finir sur le développement de matériaux cimentaires à base de sous-produits. Il n'est pas facile de trouver un lien entre des thématiques "Matériaux" et "Thermique". Néanmoins, le point commun de ces recherches est la caractérisation expérimentale.

1 Etude du comportement thermique des parois

Mon activité en recherche a débuté en 2002 par mon stage de DEA sur l'étude des transferts thermiques des parois. La chaleur est transférée du fait d'une différence de température. Trois principaux modes de transferts thermiques peuvent coexister : conduction, convection et rayonnement. De plus, les parois de l'enveloppe d'un bâtiment, en contact avec l'environnement extérieur, sont soumises à l'influence de nombreux paramètres climatiques (vent, ensoleillement, température extérieure, ...).

Pour cette étude, j'ai dimensionné, réalisé et testé une instrumentation originale permettant la séparation en temps réel des différents modes de transferts (Figure 2.1). Des capteurs conductifs avec des revêtements superficiels (blanc et noir) présentant des émissivités et absorptivités connues sont utilisés [1]. La connaissance instantanée de l'importance relative de ces différents paramètres doit permettre la mise en œuvre d'une stratégie de gestion optimale de l'énergie. Il a été également fait appel à différentes techniques de traitement du signal permettant d'extraire des informations des signaux mesurés in-situ. J'ai été aidé par l'ingénieur de recherche Philippe Herin sur le fonctionnement de l'acquisition de données et l'utilisation de bornier via une PT100.



FIGURE 2.1 – Dispositif expérimental en conditions extérieures [1]

L'instrumentation principale est l'utilisation de fluxmètre à gradient tangentiel. Cette technique est utilisée depuis plusieurs années par l'équipe "Habitat" du LGCgE [2]. La nécessité de mesurer des transferts de chaleur entre une paroi et son environnement a orienté le laboratoire vers le développement et l'utilisation des capteurs à gradient sans paroi auxiliaire. Le dispositif est également équipé d'un pyranomètre (rayonnement solaire global), d'un pyrgéomètre (rayonnement Infrarouge) et de thermocouples (températures).

Sur une période de six jours, la densité de flux a été mesurée par le fluxmètre noir et le fluxmètre blanc. Les températures de surface ont été mesurées par un thermocouple de type T. Le dispositif est placé sur une terrasse très exposée au rayonnement solaire (plein Sud). L'alternance jour - nuit est parfaitement marquée sur les résultats. Nous remarquons facilement les journées de fort ensoleillement avec une température de surface du capteur noir dépassant les 60 °C comme présenté à la figure 2.2.

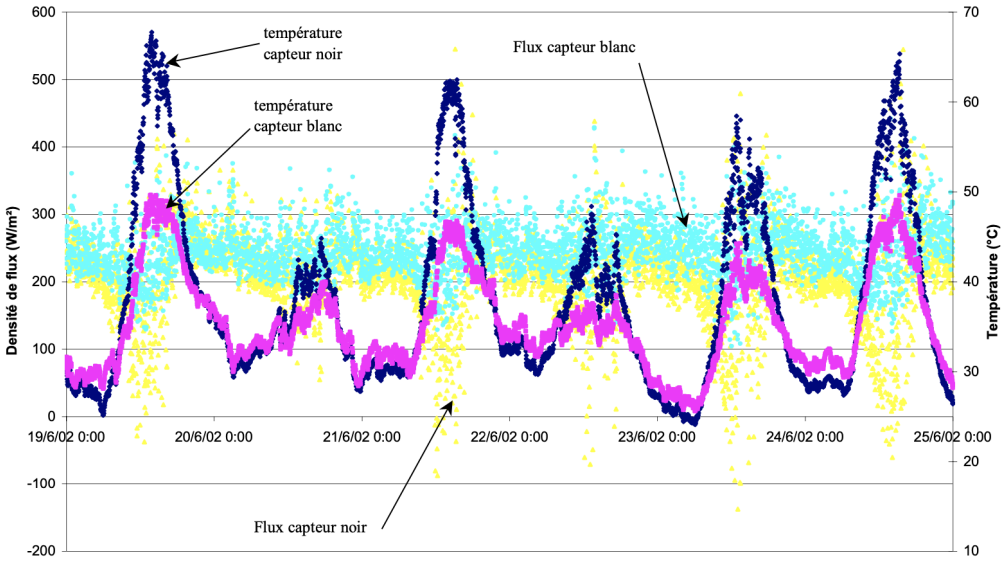


FIGURE 2.2 – Courbes des valeurs brutes de flux et températures [1]

De même, le vent (V) en thermique intervient au niveau de la convection et plus particulièrement du coefficient de transfert thermique par convection hc. De nombreuses études [3] [4] [5] [6] ont été réalisées pour déterminer une relation entre hc et V. Or ces relations diffèrent et sont difficiles à comparer entre elles du fait de la diversité des expériences menées (conditions initiales, support, orientations différentes, ...). Les relations présentées sont :

- ASHRAE : $h_c = 5.7 + 3.8V$
- CIBS : $h_c = 5.8 + 4.1V$
- CROISET : $h_c = 3.1 + 4.1V^{0.65}$
- C.S.T.B : $h_c = 2.1 + 0.9V$
- STURROK : $h_c = 11.4 + 5.1V$
- ITO : $h_c = 11.7 + 0.3V (V < 2m/s)$
- DTU règle TH-K77 : $h_c = 11,8W/m^2.K$

Pour déterminer hc, le calcul est basé sur le coefficient d'échange global du dispositif avec l'environnement déterminé par l'expression suivante :

$$h = hc + hr \tag{2.1}$$

Dans notre cas, l'expérimentation nous donne en moyenne pour le :

ϕ Noir : h = 15.07 W/m^2°C
ϕ Blanc : h = 15.35 W/m^2°C

avec un hr égal à 5.15W/m^2°C en moyenne [1].

Le D.T.U. règles TH-K 77 indique une valeur moyenne de h de 16.7 W/m^2K. Nos résultats se rapprochent de cette valeur.

En fonction de la vitesse du vent, les corrélations déterminées pour les capteurs noir et blanc se suivent. Elles nous donnent des valeurs correctes de hc pour des vitesses inférieures à 6 m/s, Au-delà les résultats sont à prendre avec prudence (Figure 2.3).

Nous trouvons pour la période normal e(c'est à dire la période diurne + la période nocturne) les résultats suivants :

Noir : $hc = -0.144(V_{air})^2 + 2.500V_{air} + 7.919$

Blanc : $hc = -0.161(V_{air})^2 + 2.992V_{air} + 7.894$

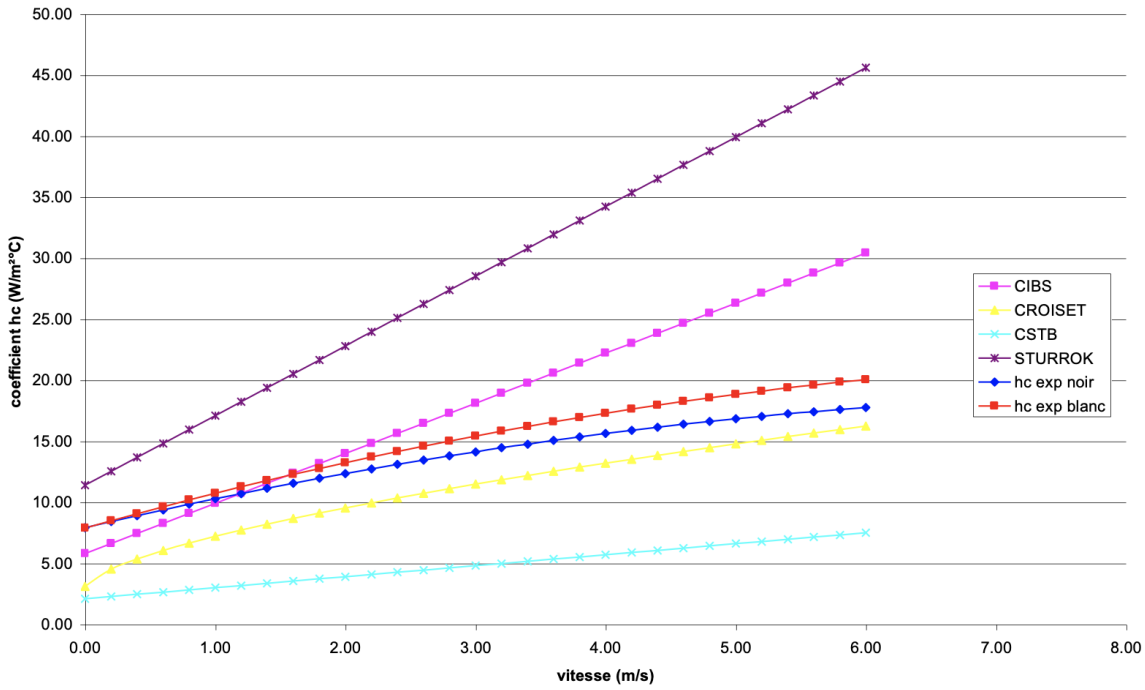


FIGURE 2.3 – Positionnement de nos corrélations par rapport aux relations existantes [1]

Nous pouvons remarquer une différence entre les capteurs noir et blanc. En effet, le lieu d'implantation du dispositif sur la toiture-terrasse de la FSA a été handicapant. En effet, la disposition des parois environnantes en faisait un endroit particulièrement exposé au vent. Un venturi a été confirmé par la valeur systématiquement plus élevée du coefficient hc pour le capteur blanc placé à gauche du dispositif. Néanmoins ces premiers résultats sont tout à fait satisfaisants.

Ce travail fut très expérimental et instructif, il m'a permis de développer mes connaissances en thermique et ma formation sur l'utilisation de capteurs fluxmétriques et solaires, de thermocouple et sur le traitement de signal.

Par la suite, ce thème de recherche a été développé à mon arrivée à l'Ecole d'ingénieurs HEI par le co-encadrement de deux thèses, l'une sur l'étude de l'occultation de plantes sur la paroi (Thèse 2), l'autre sur l'étude du rayonnement dans les matériaux fibreux (Thèse 1). Je présenterai tout d'abord les travaux sur les murs végétalisés puis ceux sur les matériaux fibreux.

1.1 Caractérisation thermique des murs végétalisés

Avant de détailler le projet technique sur les murs végétalisés, il est nécessaire de rappeler dans quel contexte ce travail s'inscrit. En effet, il fait parti d'un ensemble plus conséquent sous l'intitulé : « Bâti et Biodiversité Positive : fonctionnalités, intégration et perception » soit « BBP » développé par l'Institut Catholique de Lille. Le projet s'est déroulé de 2010 à 2016.

Pour mener à bien ce projet complexe, une équipe pluridisciplinaire a été composée pour croiser une approche écologique, sensorielle, paysagère, sociologique, technique, marketing, urbanistique et architecturale (Figure 2.4).

Les porteurs de BBP sont :

— NORPAC, Groupe Bouygues Construction, filiale Nord-Pas de Calais.
— IDDR (Institut du Développement Durable et Responsable de l'Université Catholique de Lille), porté par l'Institut Catholique de Lille.

Avec comme partenaires :

— Elan, Groupe Bouygues Construction, unité spécialisée en management de projets.
— Ville de Lille - Direction des Parcs et Jardins.
— HEI, Ecole d'ingénieurs généralistes : pôle Énergie, Habitat et Environnement (Axe Habitat du Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement).
— CRESGE, centre d'étude en sociologie de l'habitat.
— Groupe ISA, Ecole d'ingénieurs généralistes en Agriculture, agroalimentaire et environnement : Laboratoire d'Analyse Sensorielle ; pôle paysage ; équipe Sols et Environnement (Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement).
— FLST (Faculté Libre des Sciences et Technologies) : Laboratoire Environnement et Santé.

Les objectifs de la collaboration sont les suivants :

** Alimenter et diffuser les connaissances sur les relations entre bâti, VRD, espaces verts et biodiversité en termes de fonctionnalité, d'intégration et de perception.*

** Élaborer un guide pédagogique et méthodologique pour aider les professionnels de l'immobilier à concevoir un quartier à biodiversité positive.*

Un site internet a été créé dans la phase 1 de ce projet pour la maîtrise d'ouvrage, la maîtrise d'œuvre, les exploitants et les usagers afin de construire une biodiversité positive dans les projets. http ://www.biodiversite-positive.fr.

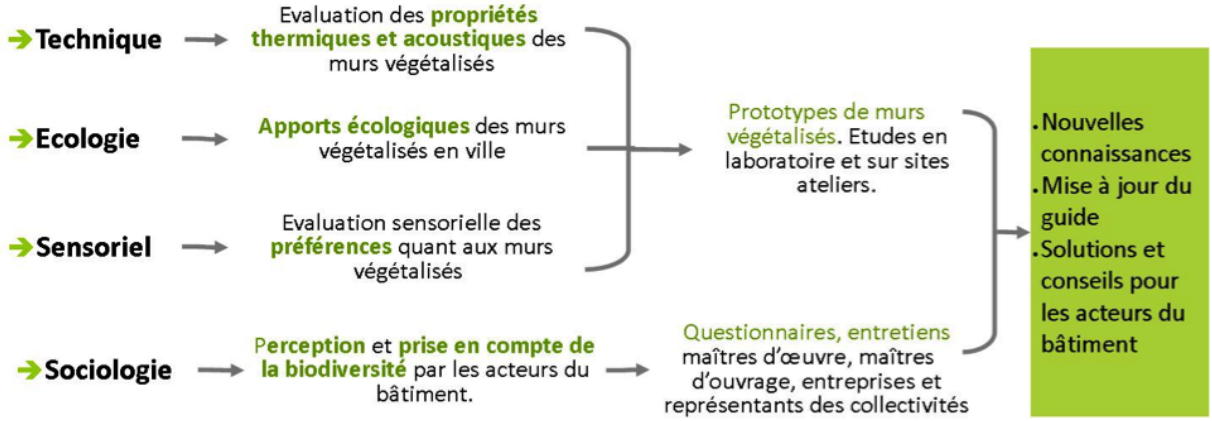


FIGURE 2.4 – Objectifs du projet Bâti et Biodiversité Positive

Pour notre partie technique, l'objectif principal est de déterminer les bénéfices techniques que peut apporter un mur au bâti :

— en mesurant les performances thermiques d'un mur végétal en laboratoire et in-situ ;

— en déterminant et en caractérisant les performances des différents éléments constitutifs de l'ouvrage et du couvert végétal.

Plusieurs groupes d'étudiants ont participé à ce projet, c'est pourquoi, je tiens à remercier Nicolas Bouxin, Bruno Cantat, Geoffrey Fatus, Victor Neuville, Rémi Preux, étudiants en 5e année à HEI et Pierre Bountham, Rémi Calesse, Damien Dransart et José Valenzuela, étudiants en 4e année à HEI.

Concernant les murs végétalisés, il existe deux types assez différents l'un de l'autre du point de vue de la mise en oeuvre et de la nature des végétaux utilisés [7] : **les murs simples ou extensifs** et **les murs complexes ou intensifs.** (Figure 2.5 et 2.6).

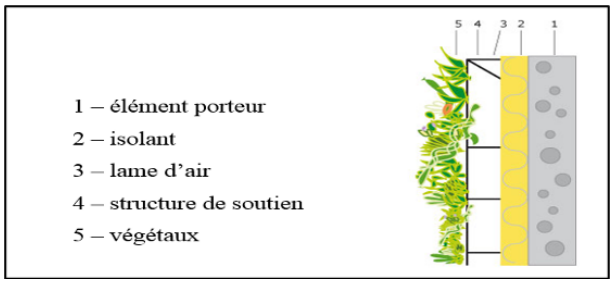


FIGURE 2.5 – Schéma de principe d'un mur simple

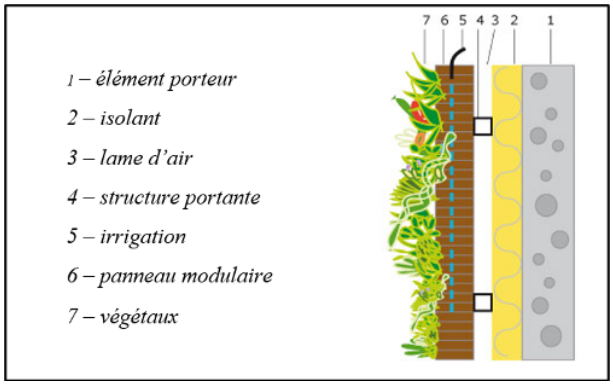


FIGURE 2.6 – Schéma de principe d'un mur complexe

Les murs simples, le plus généralement extensifs utilisent des végétaux grimpants de type lierre qui viennent «envahir» le mur. Le plus souvent, il convient d'attendre plusieurs années avant d'obtenir le résultat souhaité. Les murs extensifs permettent de laisser place au développement naturel des plantes et nécessitent une intervention humaine réduite. Ce type de mur doit être colonisé à l'aide de plantes grimpantes et nécessite de la patience quant au résultat final.

Ce type de mur peut être mis en place de la façon suivante : le mur est utilisé comme élément porteur sur lequel est placé une isolation extérieure. Puis, une structure de soutien est fixée dans laquelle se situera une lame d'air permettant d'éviter le contact direct entre l'isolation et la végétation. Les végétaux plantés à la base du mur vont croître de leur propre chef. Cette armature peut exister en bois, avec une durée de vie d'environ 25 ans, ou alors en métal, avec une durée de vie plus longue, mais qui capte plus facilement la chaleur et dessèche les végétaux. L'entretien se résume à un travail de taille pour contrôler le développement des végétaux et ainsi éviter qu'ils ne viennent endommager la toiture par exemple.

Les murs complexes, réclamant généralement un entretien intensif sont techniquement les plus travaillés en terme de conception. En fait, il existe plusieurs procédés de mise en œuvre. Plusieurs constructeurs se disputent le marché et proposent différents procédés de construction [8]. Mais globalement, le principe reste le même : un système d'armature est fixé sur le mur laissant une lame d'air entre celui-ci et le mur. Ces armatures permettent de placer un substrat dans la structure pour accueillir les plantes.

Les murs complexes sont mis en place de la façon suivante : le mur est utilisé comme élément porteur sur lequel peut-être placée une isolation extérieure. On y laisse une lame d'air et on y place l'armature qui soutiendra le substrat servant à la croissance des plantes. Dans ce substrat, tout un réseau d'irrigation parcourt le mur végétalisé (MV) permettant d'apporter les sels minéraux et nutriments. La structure est bien évidement fixée au mur. Le substrat peut être emprisonné dans un géotextile [9].

La végétalisation des façades a des répercussions très positives sur le rendement de la consommation énergétique des bâtiments comme l'ont souligné les nombreuses études [10] [11] [12] [13] [14] . Cependant, la plupart des travaux relatifs à la quantification de leurs impacts sur le comportement thermique des enveloppes s'intéressent plus à des murs végétalisés de type extensif (panneaux modulaires contenant du substrat qui peuvent accueillir des espèces de végétaux pré-cultivés). Les MV de type simple présentent des avantages importants. Les coûts d'installation et d'entretien sont beaucoup plus faibles. La mise en œuvre du mur et de l'arrosage sont également beaucoup plus aisés. Il peut être adapté facilement pour de petites habitations contrairement aux MV avec substrat qui voient, leur utilisation se limiter généralement aux bâtiments administratifs et des centres commerciaux.

Les murs végétaux représentent un potentiel non négligeable quant à l'amélioration du cadre de vie urbaine [15] [16], autant pour les résidents que pour la biodiversité vivant en ville. Toutefois, la connaissance des potentialités de chacune de ses caractéristiques demeurent faibles. Quelques études [17] [18] relevées dans les revues scientifiques ont amorcé ce travail.

Je vous présenterai la caractérisation des constituants d'un mur végétalisé en laboratoire [19], pour ensuite créer des dispositifs verticaux en conditions extérieures [20] et les valider par simulation numérique. La prochaine partie concerne ainsi la détermination de la conductivité thermique des constituants des murs végétalisés.

Caractéristiques thermiques des constituants des murs végétalisés :

Le but de cette recherche est de donner un maximum d'informations aux entreprises qui utilisent les murs végétalisés pour les façades et les toitures des bâtiments. L'analyse s'est donc concentrée sur les systèmes de murs végétaux complexes c'est-à-dire avec une structure contenant un substrat en opposition avec les murs basée sur des plantes grimpantes. Afin de mesurer les caractéristiques thermiques des constituants, un dispositif a été créé pour réaliser des mesures suivant les paramètres sélectionnés (épaisseur, humidité, palette végétale, ...). Cette démarche nous donne davantage d'informations sur les parois végétalisées. Elle nous permet par la suite de développer un deuxième dispositif en condition extérieure (rayonnement solaire vent, ...).

A partir de la résolution de l'équation de l'énergie, beaucoup de modèles de calculs de la conductivité thermique ont été développés. Les modèles décrits dans la littérature sont des outils de prédictions conçus afin d'appréhender les mécanismes de transfert thermique dans les milieux granulaires [21] [22].

La problématique est multiple : d'une part, il faut développer des modèles faisant intervenir des phénomènes physiques différents (transfert/condensation, loi de contact entre particules, conduction, et convection), vérifier la microstructure du milieu (taille, forme des particules) et enfin étudier l'état des constituants du milieu (phase conductrice). Il existe un panel important de modèles de calcul de la conductivité thermique apparente dans un milieu granulaire. Les modèles étudiés [19] ne concernent que les milieux granulaires diphasiques. La phase solide est constituée d'une seule phase représentée par des particules solides. Par ailleurs, le fluide est représenté par des pores remplis avec de l'air.

Afin de caractériser les matériaux, j'ai orienté la création du dispositif vers un système horizontal (Figure 2.7) qui se rapproche des toitures-terrasses. La mise en oeuvre des matériaux à tester sera plus aisée. Le but de cette manipulation est de mesurer des conductivités thermiques, il convient d'empêcher le transfert thermique par convention. Pour cela, une enceinte clause a été conçue. La dalle en béton créée est chauffée par le dessous permettant une répartition homogène de la chaleur. Pour les mesures réalisées avec les plantes, un plancher chauffant a été utilisé afin de produire une chaleur douce pour ne pas dessécher les végétaux.

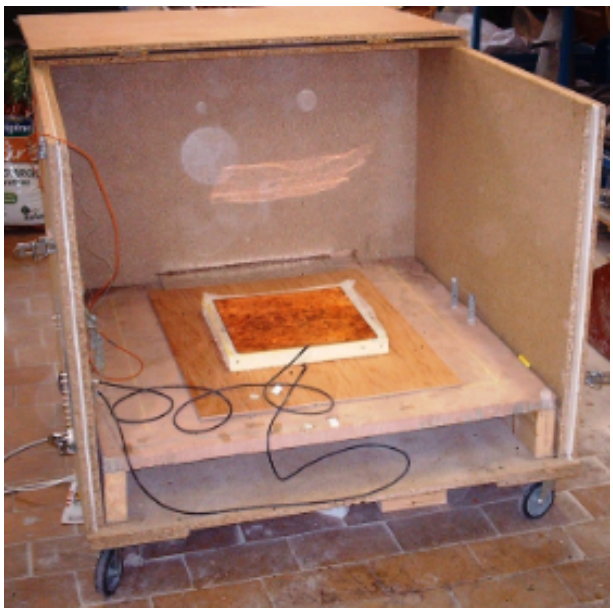


FIGURE 2.7 – Box des mesures de conductivités thermiques

Deux fluxmètres avec une zone sensible de 30 x 30 cm^2 sont utilisés pour cette expérience. Un premier fluxmètre ($\phi 1$) mesure le flux qui entre et le second ($\phi 2$) mesure le flux qui sort. Pour mesurer la différence de température aux bords des échantillons, des thermocouples de type K sont utilisés. Ils permettent une mesure dans une large plage de température de -250 à 1372°C. Ils sont collés à la surface pour mesurer la température (T1).

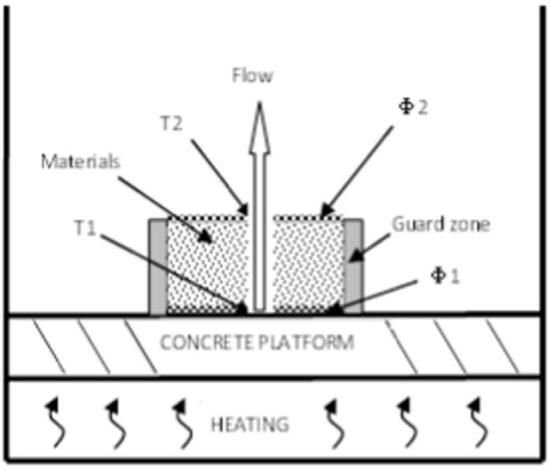


FIGURE 2.8 – Principe de mesure

Pour permettre un écoulement unidirectionnel et éviter la perte de flux sur les côtés, une zone de garde a été installée autour de chaque capteur (Figure 2.8). Une fois le deuxième thermocouple disposé sur sa surface (T2), la différence de température peut être mesurée. La valeur de conductivité (λ) est calculée suivant l'équation 2.2.

$$\lambda = \frac{\phi \times e}{\Delta T \times S} \qquad (W/mK) \tag{2.2}$$

avec, ϕ, le flux thermique, (ΔT) la différence de températures aux bords de l'échantillon (ΔT) , (S) la surface et (e) l'épaisseur de l'échantillon.

Dans un premier temps, le système de mesure expérimental a été créé, calibré et testé en vérifiant la conductivité des échantillons de polystyrène extrudé et de sable. Les conductivités mesurées étaient égales à la norme (respectivement 0.0377 et 0.225 $W/m°$C) avec une erreur de 4% qui a permis au système de mesure expérimental d'être validé.

Il a ensuite été possible de mesurer les conductivités de différents substrats et de tester les effets du niveau d'humidité et de l'épaisseur du substrat sur les conductivités mesurées.

Les quatre substrats choisis étaient des matériaux souvent trouvés dans des combinaisons de substrats commerciaux. Dans des conditions sèches, ils ont montré des conductivités de 0.062 $W/m°$C pour la mousse de sphaigne (Sphagnum cristatum), de 0.060 $W/m°$C pour le mélange de plantation en extérieur, de 0.105 $W/m°$C pour les billes d'argile et de 0.051 $W/m°$C pour le substrat commercialisé pour les murs végétalisés. D'autres mesures ont montré une corrélation linéaire positive entre la conductivité et le pourcentage de billes d'argile dans un mélange terreau/billes d'argile. Une corrélation linéaire a également été trouvée entre la conductivité et l'humidité du terreau et de la mousse de sphaigne.

La conductivité de la végétation [19] a également été mesurée pour le lierre (*Hedera helix*) et la vigne vierge (*Parthenocissus quinquefolia*) (Figure 2.9). Comme suspecté, les conductivités étaient assez élevées (entre 0.220 et 0.274 $W/m°$C).



FIGURE 2.9 – Photos dispositif avec la vigne vierge et le lierre

Pour finir des mesures des composés de murs végétalisés complexes ont été réalisées à des taux d'humidité croissants afin d'observer l'influence de l'humidité sur la conductivité pour une épaisseur de 4 centimètres (Figure 2.10). L'état d'équilibre a été obtenu après 13 h. La sphaigne, un terreau universel et un substrat industriel commercialisé (CVF) ont été testés [19].

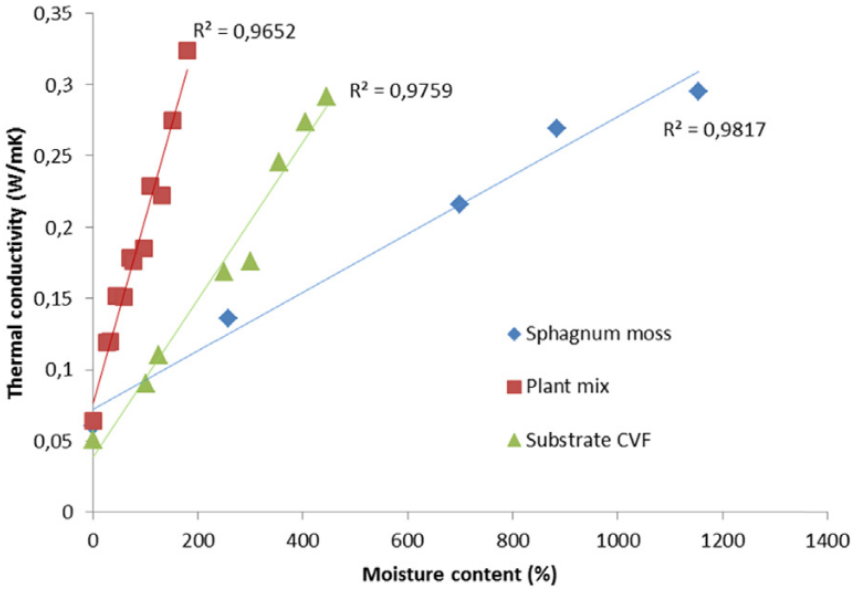


FIGURE 2.10 – Conductivité du compost, de la mousse de sphaigne et du substrat CVF en fonction de la teneur en eau [19]

Malgré une présence d'eau importante, la mousse de sphaigne préserve une faible conductivité thermique. En effet, pour une teneur en humidité de 890%, sa conductivité est égale à 0,28 $W/m°$C. Par rapport au terreau universel ceci correspond approximativement à une teneur en eau de 150%. Néanmoins, la sphaigne étant prélevée directement sur des sites naturels, il est nécessaire de l'utiliser de moins en moins pour éviter sa disparition.

Pour conclure sur cette partie, les murs végétalisés ne peuvent pas être utilisés en tant qu'isolant au sens direct du terme. Toutefois, il est intéressant de prendre en compte l'influence du végétal sur une façade d'un bâtiment et de regarder davantage les phénomènes se déroulant à l'interface paroi/mur végétalisé. Les murs végétalisés pourraient être un complément d'isolation intéressant surtout sur les problèmes de surchauffe dû au rayonnement solaire. La partie suivante développe cette recherche.

Gestion des échanges énergétiques entre un mur végétalisé et son environnement :

Au vu des résultats trouvés précédemment, l'étude s'est poursuivie sur les murs végétalisés simples, dans leur intégration sur le bâti, leurs conséquences techniques et leur intérêt écologique. Cette étude se rapproche de mon travail effectué en DEA [1]. Elle s'attache aux questions suivantes : quelles sont les conditions d'adaptation des végétaux à la verticalité ? Quels sont les effets techniques (isolation thermique, acoustique, hygrométrie, nuisances ?) de différentes combinaisons de substrats, de palettes végétales, de fixations ; à l'échelle du mur et du bâtiment ? Quels sont les coûts et les retombées économiques ?

Les deux objectifs principaux de cette recherche sont de maîtriser les techniques de murs végétalisés les plus extensifs possibles adaptés au Nord-Pas de Calais et de comprendre les échanges convectifs et radiatifs entre les murs végétalisés et leur environnement afin d'en déterminer ses bénéfices. La thèse de **Mohamed Amine Kenai** [23] et le stage de Master de **Dimitri Jietcheux** ont contribué à cette étude ainsi que des projets PFE d'étudiants d'HEI.

Nous avons été amenés à créer trois prototypes identiques implantés sous conditions réelles (Figure 2.11) et exposés de la même façon au soleil, dont les caractéristiques physiques et géométriques des matériaux utilisés, sont similaires et prédéterminées [23] [24]. La structure principale est en bois (Figure 2.11). Des dégradations subies sur notre premier site de toiture-terrasse nous ont obligé à les déplacer sur le toit de l'ISA.

Les parois exposées vers le Sud ont été réalisées en carreaux en béton cellulaire (ép. 70 mm) pour leur faible conductivité thermique (Figure 2.12b). Elles ont été peintes en noire afin d'augmenter les apports énergétiques à travers ces parois par rapport au reste de l'enveloppe. Les autres parois ont été isolées de l'intérieur (ép. 100 mm) (Figure 2.12a), les planchers bas et haut ont été réalisés avec des plaques en bois légers hydrofuges d'une épaisseur de 20 mm séparée par une couche de 100 mm de la laine de verre. Le toit est en tôle de plastique blanc ondulées de 2 mm afin de les protéger contre les intempéries (Figure 2.12.b). L'objectif principal des 3 box est de bien maîtriser tous les paramètres dans chacune des zones thermiques qui feront l'objet d'une comparaison, dans le but d'avoir la certitude de les soumettre aux mêmes conditions extérieures. Une station météorologique a été installée à proximité de la plateforme pour mesurer les conditions climatiques en temps réel.

La disposition des capteurs dans un prototype est présentée à la figure 2.13. J'appellerai tout au long de ce manuscrit le dispositif : « plateforme expérimentale, bancs expérimentaux ou box » présenté dans la partie suivante.



FIGURE 2.11 – Montage du box in-situ



FIGURE 2.12 – Isolation par l'intérieur de l'enveloppe et montage de la paroi Sud

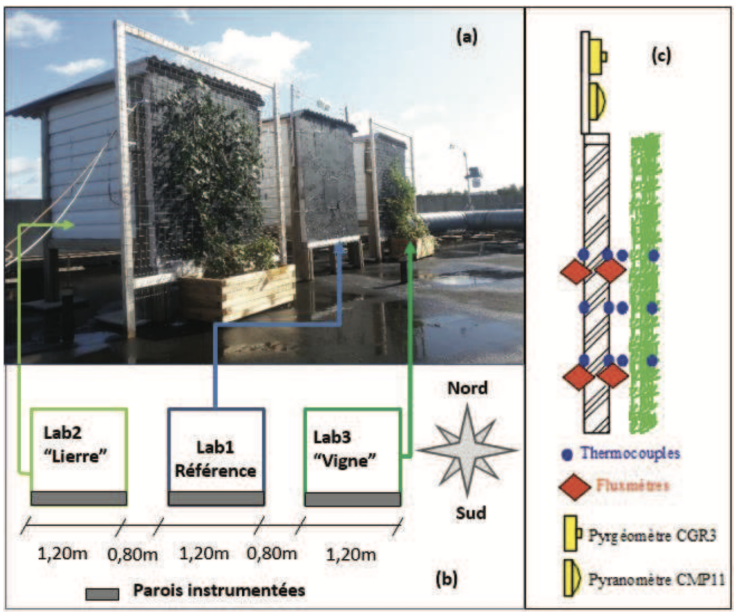


FIGURE 2.13 – Test d'occultation par la végétation ; (a) : vue générale ; (b) : répartition des parois végétalisées ; (c) : disposition des capteurs

L'enjeu spécifique de mesures se résume par la mise en évidence de l'effet direct de l'occultation par les plantes sur :

— Le rayonnement solaire global reçu par la paroi ;
— Le rayonnement de grandes longueurs d'ondes ;
— Les températures de surface ;
— Les échanges convectifs ;
— La réduction des flux de chaleur à travers l'enveloppe extérieure (conduction) et les apports énergétiques ;
— La limitation des surchauffes estivales (température de surface et de l'air intérieur).

Une liste de capteurs appropriés à nos objectifs a été déterminée (Figure 2.13). Elle est présentée ci-dessous :

— des thermocouples pour mesurer les températures des surfaces et de l'air intérieur,
— des fluxmètres pour mesurer le flux de chaleur qui passe à travers les parois verticales,
— un pyrgéomètre pour la mesure du rayonnement de grande longueur d'onde échangé avec la voûte céleste (rayonnement infrarouge entre 0.75 et 4 μm),
— un pyranomètre pour la mesure du rayonnement solaire globale provenant de l'émission d'ondes lumineuses se situant majoritairement dans le visible et les courtes longueurs d'ondes (0.4 et 0.75 μm).

Les flux de chaleur à l'extérieur ont été aussi vérifiés et les résultats obtenus étaient quasiment identiques au niveau des trois box. De même, les températures de surfaces extérieures mesurées par chaque prototype montrent une bonne similitude. Les tests ont été réalisés pendant une période de cinq jours du 6 décembre au 11 décembre 2013 (Figures 2.14 et 2.15).

Grâce à ces résultats, l'instrumentation des trois box expérimentaux est ainsi validé et opérationnelle.

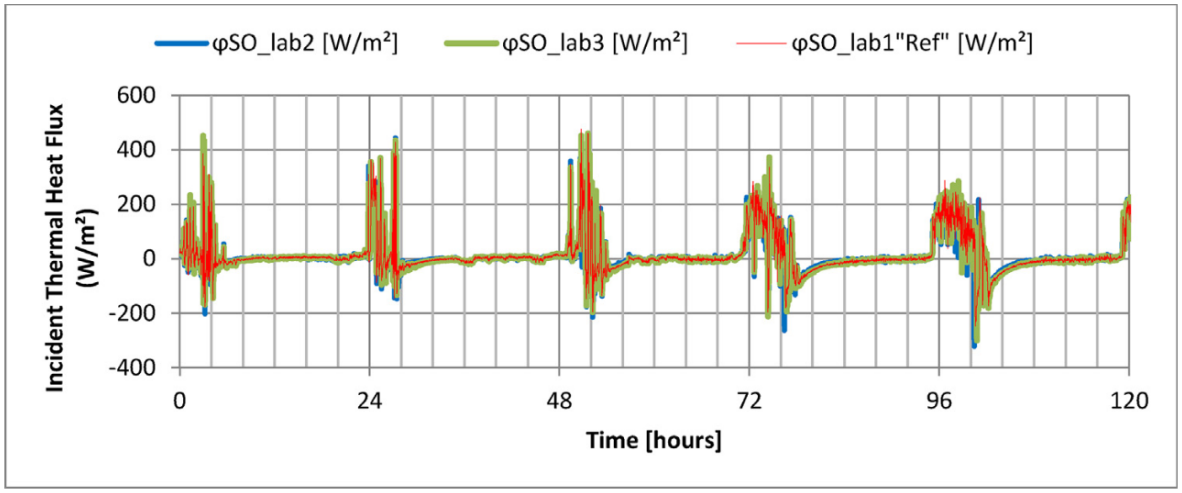


FIGURE 2.14 – Flux thermique externe sur les trois box [20]

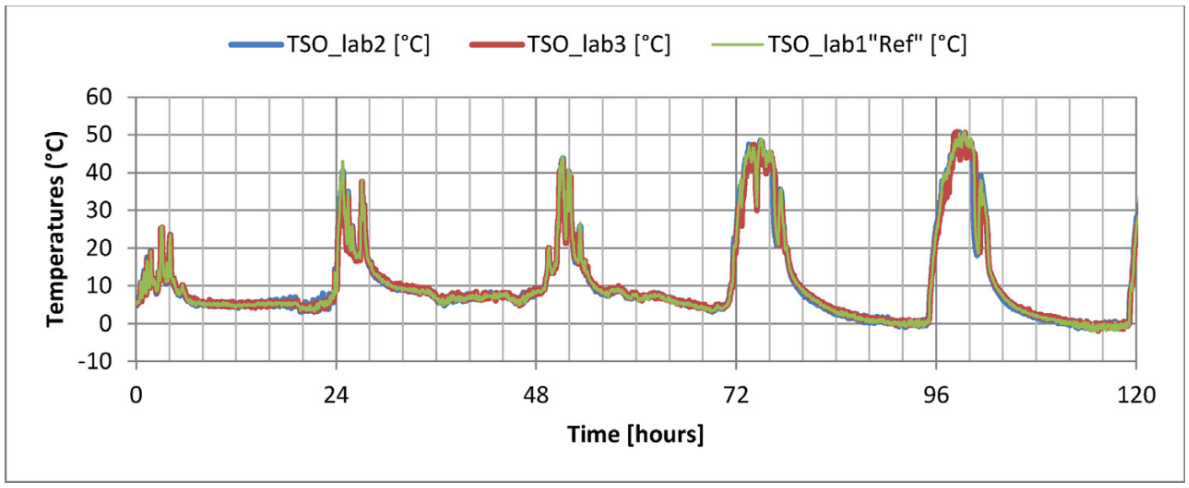


FIGURE 2.15 – Température de surface extérieure sur les trois box [20]

En parallèle des mesures expérimentales, les modèles théoriques du bilan énergétique ont été développés. En effet, parmi les différences majeures entre les deux types d'occultation figure l'aspect feuillage semi-transparent des plantes (Figure 2.16). Il s'agit d'une nouvelle équation quantifiant le flux solaire (ϕ_{sol-tr}) qui traverse le «couvert végétal» et fait intervenir plusieurs et nombreux paramètres (seuls les paramètres liés à l'effet de l'occultation sont traités ici). Pour davantage de détail, tout est expliqué dans notre article mis en annexe [25]. L'évapotranspiration des plantes n'est pas prise en compte dans ce modèle. Elle a été davantage développée par les recherches faites à l'Université de La Rochelle [13, 26].

Les plateformes expérimentales ont été testées, tout d'abord, sous occultation controlée (Figure 2.17) afin de quantifier expérimentalement l'effet de masquage du rayonnement solaire en absence des effets de l'évapotranspiration et des transferts d'humidité, puis avec le lierre et la vigne vierge. Pour l'occultation controlée, nous avons opté pour un matériau inerte de caractéristiques connues et permettant une augmentation rapide et contrôlée du masquage. Cette analyse permet d'isoler l'influence du masquage sur les échanges radiatifs et convectifs [24].

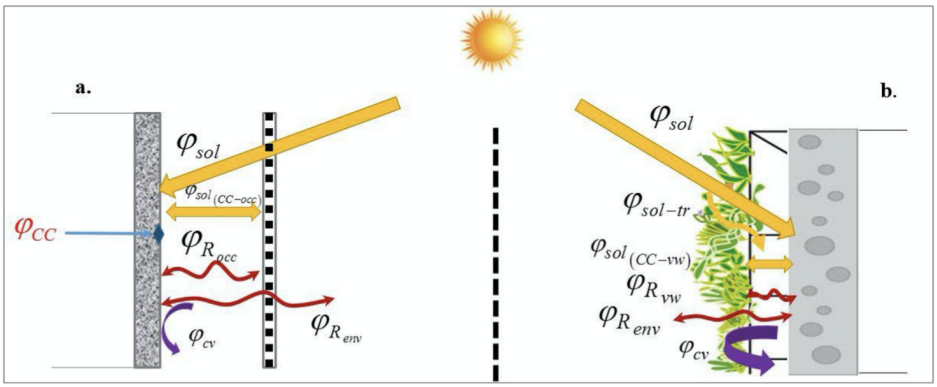


FIGURE 2.16 – Éléments du bilan énergétique ; (a) cas l'occultation artificiel ; (b) cas du masquage par la végétation [25]

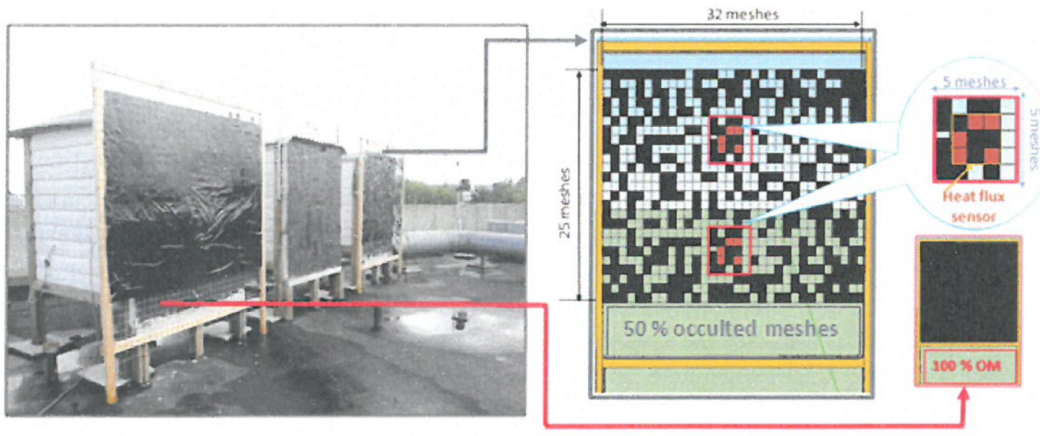


FIGURE 2.17 – Occultation controlée [24]

Sur la figure 2.18, les températures calculées sont globalement similaires à celles mesurées. L'écart moyen entre la température théorique et mesurée est de l'ordre de 1,3 °C. Des écarts allant jusqu'à 3,8 °C ont été enregistrés pendant les pics et dans les changements rapides du rayonnement solaire. Ces écarts coïncident avec la période où le rayonnement solaire passe rapidement de 500 à 786 W/m^2. Pendant la nuit et le matin, les écarts sont relativement plus élevés que les valeurs moyennes. Ils correspondent parfaitement à l'ordre dans lequel, l'humidité relative était très élevée et le rayonnement solaire ne dépassant pas 200 W/m^2. Malgré ces quelques écarts correspondant à des séquences particulières (forte humidité et changement rapide du rayonnement solaire), l'influence du taux de couverture a été reproduite assez fidèlement tout au long du test.

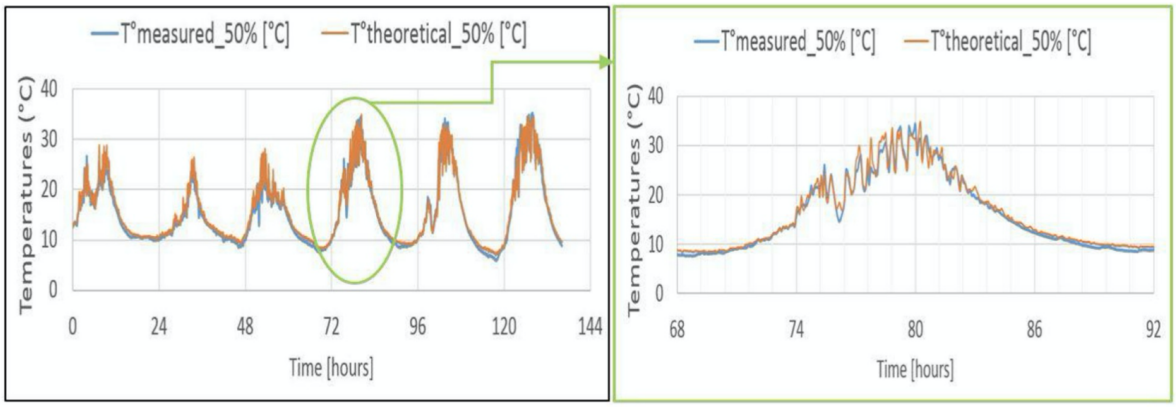


FIGURE 2.18 – Comparaison entre les températures théoriques et mesurées ($occ_{50\%}$) [25]

Le suivi expérimental des variations de températures de surfaces et de flux de chaleur en présence de plantes grimpantes a permis de mettre en lumière les effets des végétaux pendant les périodes hivernales et estivales sous un climat tempéré. En y associant une procédure d'analyse d'images (Figure 2.19) au moyen des logiciels GIMP et ImageJ, les résultats expérimentaux ont permis la validation du modèle théorique [25] et d'aborder sereinement la modélisation de l'effet thermique des végétaux à l'échelle réelle des bâtiments.

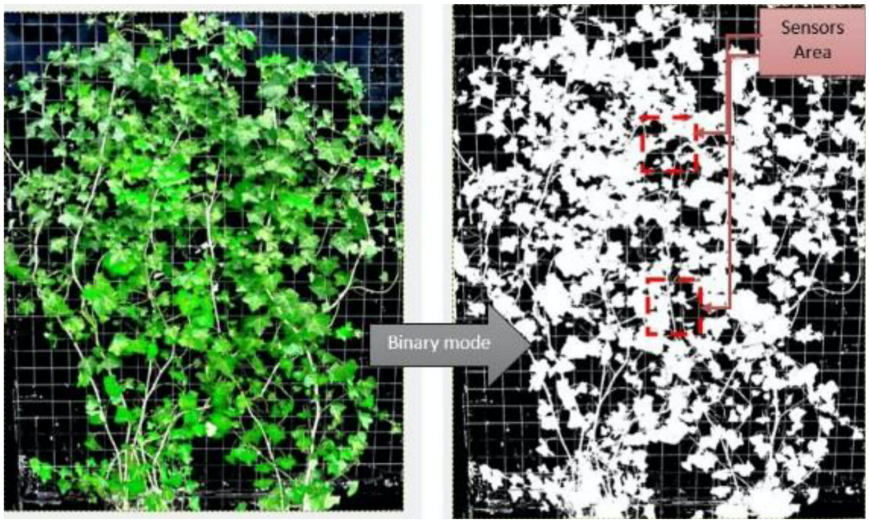


FIGURE 2.19 – Analyse d'images (a) Pré-traitement des couleurs ; (b) binarisation [25]

En été, les séquences ont été sélectionnées en fonction des pics de température de l'air et des valeurs maximales du rayonnement solaire incident enregistrées durant l'été 2014. La figure 2.20 compare les températures des surfaces extérieures des parois instrumentées ($TSext - VW1$: lierre, $TSext - VW2$: vigne vierge) à celles de la paroi de référence ($TSext - Réf$).

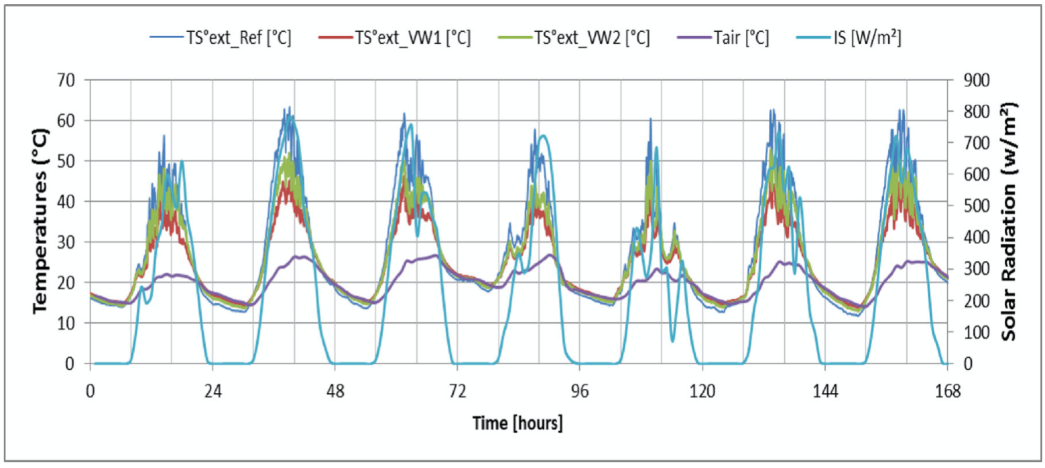


FIGURE 2.20 – Comparaison des températures des surfaces extérieures (référence / VW1 / VW2) en été [24]

Pendant la période du 30 juillet au 05 août 2014, les valeurs maximales de rayonnement solaire enregistrées par la station météorologique du site expérimental variait entre 640 et 781 W/m (Figure 2.20). Les températures ont fluctué entre 14°C et 27°C. Sous les pics de rayonnement solaire mentionnés ci-dessus, les températures sur la surface extérieure du mur de contrôle étaient en moyenne supérieures à 60°C. Pour les deux autres murs recouverts de végétation, les températures de la surface extérieure sous les pics de rayonnement étaient limitées à 44°C et 50°C pour VW1 et VW2 respectivement. Bien que les pourcentages de couverture aient été relativement faibles pendant cette période,

des différences de températures significatives ont été observées. En fait, le lierre avait un taux de couverture de seulement 41% et réduisait les pics de température de la surface extérieure de 15°C. La vigne vierge, avec sa couverture de 28%, a abaissé la température de la surface extérieure de 10°C.

Les résultats expérimentaux obtenus ont été, par la suite, intégrés dans des modules de simulation numérique sous TRNSYS.

Simulation dynamique des transferts thermiques sous TRNSYS :

La simulation numérique a été davantage utilisée pour étudier les toits verts pour lutter contre les ilots de chaleur et la surchauffe en été [26] [27] ou encore sur l'amélioration de l'efficacité énergétique de l'ensemble d'un bâtiment [28]. Divers logiciels peuvent être utilisés pour la simulation dynamique des maisons vertes [29]. Dans notre cas, le couplage du modèle de paroi végétalisée s'est porté sur l'utilisation du code global de simulation thermique dynamique de bâtiment TRNSYS. Le programme TRNSYS offre plusieurs options aux développeurs pour l'implémentation de nouvelles composantes. La plus classique est de programmer la nouvelle composante sous le même langage utilisé par TRNSYS (FORTRAN ou C++), puis de définir les liaisons entre la nouvelle composante et les autres « Types » sur le TRNStudio. Ce logiciel est déjà utilisé dans notre laboratoire sur les murs solaires [30].

Une première simulation a été réalisée à partir des résultats obtenus par les mesures des conductivités thermiques [19]. Une modélisation a été réalisée sur une maison créée sur SketchUp (Figure 2.21) et exportée sous TRNSYS 17. La conductivité thermique mesurée lors des mesures avait été intégrée dans la simulation. En effet, TRNBuild a déterminé les propriétés spécifiques ($\lambda = 0.25\ W/m°C$, $\rho = 16\ kg/m^3$ et une capacité thermique de 150 Wh/m^3K).

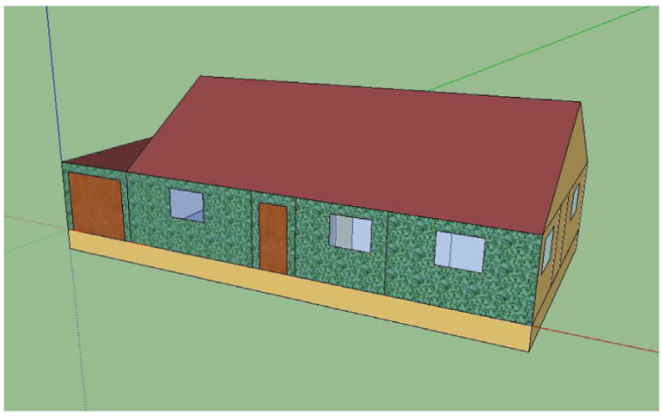


FIGURE 2.21 – Modélisation d'une maison [19]

La principale conclusion ressortant de ces résultats est que les composants des murs végétaux sont techniquement capables d'améliorer l'isolation des bâtiments en complément d'isolation d'une épaisseur d'environ 8cm. Par contre, ils ne peuvent pas être utilisés comme isolants seuls car des couches épaisses (>20cm) seraient alors nécessaires.

Durant les travaux de thèse de Mohamed Amine Kenai, le développement d'une modélisation numérique plus précise sur TRNSYS sur l'effet l'occultation par les plantes d'un bâtiment, a été réalisé.

Cet outil développé sur la prédiction du comportement thermique des enveloppes de bâtiments en présence des murs végétalisés simples a été appliqué sur une maison virtuelle en brique située à Lille (Figure 2.22) [31]. Il a pour but d'aider les bureaux d'études a intégré dans leurs calculs les performances thermiques des murs végétalisés. Celui-ci a permis d'apporter davantage de précision sur les effets de végétaux dans les régions ayant un climat tempéré. Il permettra par ailleurs d'étudier l'intérêt thermique des murs végétalisés simples sous d'autres climats et pour d'autres constructions.

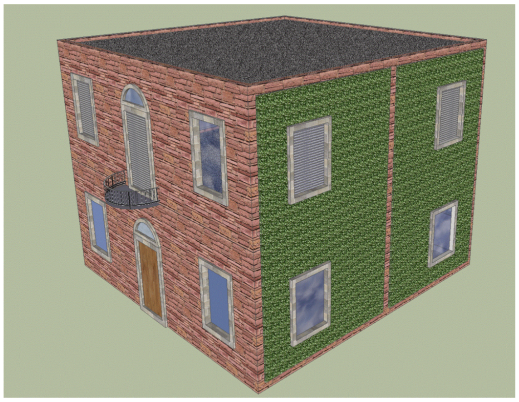


FIGURE 2.22 – Modélisation d'une maison en brique [31]

Pour les codes créés sous d'autres langages, TRNSYS offre la possibilité d'appeler le code développé par un programme externe à partir de boites d'outils spécifiques. Les codes comme le nôtre sur le transfert thermique des murs végétalisés, développés sous Matlab, peuvent être appelés par l'intermédiaire du « Type 155 ». La figure 2.23 illustre le principe du couplage entre le modèle des murs végétalisés et le modèle multizone du bâtiment. Les liaisons schématisées en couleurs verte et orange sont les calculs itératifs entre les deux programmes. Elles passent à travers le "Type 155".

La définition des murs végétalisés sur "Type 56" se limite à spécifier l'orientation dans laquelle vous allez installer le mur végétal. Puis, à chaque pas de temps, le flux de chaleur de la surface indiquée comme végétalisée est relié au "Type 155". Il sera ajouté aux autres conditions aux limites du fichier météo. Puis le programme résout les équations [25]. Les résultats sont utilisés comme une entrée au mur végétal du "Type 56". En d'autres termes, pour le fonctionnement du programme, à chaque pas de temps (t_0) le modèle de mur végétal récupère le flux de chaleur de surface (fourni par le "Type 56") au pas de temps précédent (t_{0-1}), résout l'équation pour les parois végétalisées, puis renvoie la température déterminée à "Type 56". Le programme se charge ensuite de réaliser les bilans énergétiques du bâtiment. Pour davantage de précisions sur les hypothèses et la démarche mathématique intégrées dans le modèle, je conseille au lecteur de se référer à l'Annexe 1 et l'article B.

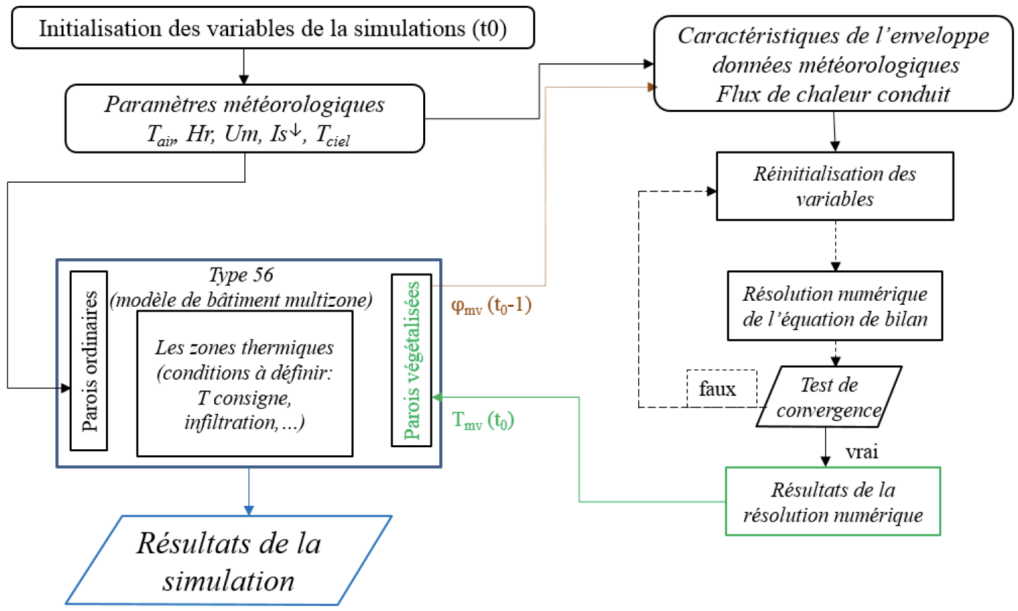


FIGURE 2.23 – Principe du couplage entre le modèle du mur végétalisé et le modèle multizone du bâtiment

L'intégration du modèle développé dans un environnement de simulations thermiques dynamiques (TRNSYS) a donc permis l'évaluation de l'incidence thermique de l'utilisation des MV sur les bâtiments [23, 31]. Les différentes simulations réalisées sur la maison en brique ont mis en avant les avantages thermiques que les MV peuvent procurer pendant l'été. En effet, les comparaisons entre les variations des températures de surfaces de la maison végétalisée et celle ordinaire ont montré des grands écarts. Ceux-ci ont atteint jusqu'à 37.5°C comme valeur maximale pendant l'été. Ainsi, la présence de la végétation a protégé les façades contre les surchauffes estivales. Cela a réduit par conséquent les besoins énergétiques en climatisation. Ils étaient inférieurs de 80.6% à ceux de la maison non végétalisée.

De même, les simulations ont montré l'impact de la présence des végétaux sur la consommation de chauffage en période hivernale (Figures 2.24 et 2.25). L'augmentation des besoins énergétiques en chauffage était très importante pendant les journées ensoleillées en raison de la limitation des apports énergétiques solaires par les végétaux. Il faut donc préconiser l'utilisation des plantes à feuilles caduques sur les façades exposées au soleil afin qu'elles profitent du rayonnement solaire (en hiver) et limiter la demande énergétique en chauffage.

Les simulations réalisées sur la maison végétalisée avec des plantes à feuilles caduques ont montré une demande énergétique en hiver similaire à la maison non végétalisée et des gains énergétiques en période estivales très importants.

Pour finir, l'étude numérique des murs végétalisés en fonction de la résistance thermique des façades a montré que s'ils sont bien utilisés (orientation, type adapté au climat, plantes persistantes ou caduques), ils peuvent être utilisés comme une technique de rénovation thermique pour des maisons non ou très peu isolées.

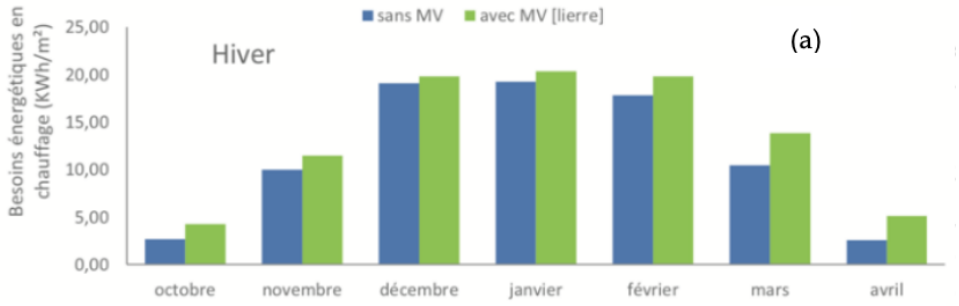


FIGURE 2.24 – Comparaison des besoins en énergie de chauffage entre une maison ordinaire et une maison avec murs végétalisés pour le Lierre (a) [31]

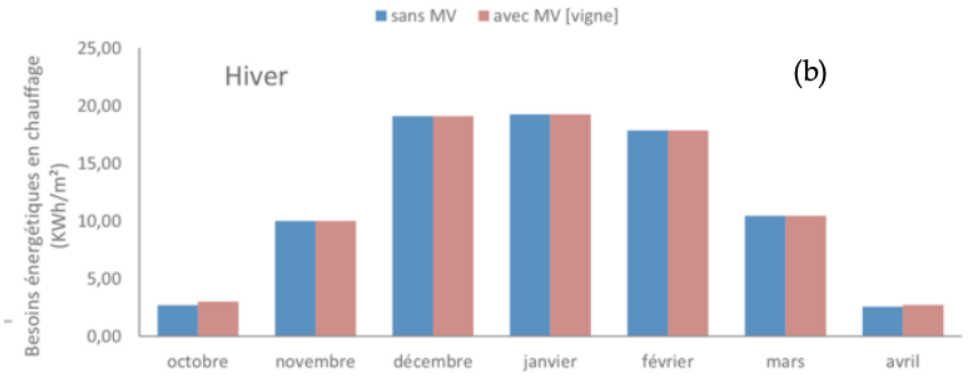


FIGURE 2.25 – Comparaison des besoins en énergie de chauffage entre une maison ordinaire et une maison avec murs végétalisés pour la Vigne vierge (b) [31]

Dans le cadre de cette recherche, une journée recherche "ACOUSTIQUE ET THERMIQUE DES PAROIS VEGETALISEES" a été organisée le 23 octobre 2014 sur les thèmes de l'acoustique et la thermique. Elle a bénéficié du soutien de la Direction de l'Environnement de la région Nord-Pas-de-Calais, de la section régionale Grand Nord de la Société Française d'Acoustique (SFA), de la Fédération Française du Bâtiment (FFB) et de l'Union Nationale des Entreprises du Paysage (UNEP). Quatre-vingt personnes de tout public (étudiants, acousticiens, thermiciens, paysagistes, PME, Major du BTP, ...) ont été présentes. Sept présentations scientifiques ont lieu le matin et deux tables rondes ont été organisées l'après midi (Innovations et murs végétalisés et Conditions d'entretien et de maintenance des murs végétalisés).

1.2 Etude des transferts de chaleur au travers d'isolants thermiques fibreux et semi-transparents pour le bâtiment

Avec la création, de la démarche EHE à HEI, mon intégration dans le LGCgE en 2009 et dans le but de développer la thématique sur les transferts radiatifs dans l'équipe "Habitat" de Béthune, une thèse a été démarrée avec les collègues de ER5 avec le soutien

du pôle de compétitivité UP-TEX et sous la direction du Professeur Stéphane Lassue. La thèse d'**Amine Tilioua** [32] a pour objectif de comprendre les phénomènes de transfert de chaleur par conduction et rayonnement, dans les isolants thermiques fibreux du bâtiment, en vue de leur optimisation ainsi que l'influence de la morphologie de fibres dans un matériau sur le transfert conducto-radiatif. Le développement de nouveaux matériaux isolants par le recyclage nécessite une bonne connaissance des phénomènes de base, des transferts thermiques et de masse.

En effet, le transfert de chaleur dans les matériaux fibreux se fait par conduction et rayonnement. La convection est le plus souvent négligée [33]. Les matériaux isolants ont une spécificité comme matériaux de type semi-transparent. La conduction est le mode de transfert de chaleur le plus dominant ce qui justifie en quelque sorte de négliger la convection. Une des caractéristiques qui distingue ces isolants est la porosité qui peut atteindre un pourcentage assez élevé à température ambiante dans certains matériaux fibreux. Plusieurs auteurs ont abordé le problème du transfert thermique au sein de matériaux fibreux [34], [35], [36]. Pour optimiser l'efficacité énergétique de l'isolant, il est donc nécessaire de maîtriser et de contrôler les transferts de chaleur par rayonnement et par conduction. Pour les propriétés radiatives, il est nécessaire de connaître les paramètres tel que l'albédo, l'épaisseur optique et la fonction phase. Pour les déterminer, l'utilisation de la méthode inverse, en se basant sur des mesures expérimentales de transmission et réflexion, est nécessaire [37].

Zhao et al. [34] ont déterminé par méthode inverse les propriétés conductrices et radiatives d'un milieu fibreux en modifiant le facteur de modification du coefficient d'extinction et avec un albédo équivalent de diffusion défini en tenant compte de la diffusion anisotrope dans l'isolation fibreuse. Ils ont constaté une concordance entre les résultats calculés et les données expérimentales. De même, Cheheb et al. [38] ont développé une étude théorique et expérimentale permettant de mesurer les propriétés radiatives et conductrices d'un matériau semi-transparent en appliquant un chauffage gradué et par la méthode de Gauss-Newton.

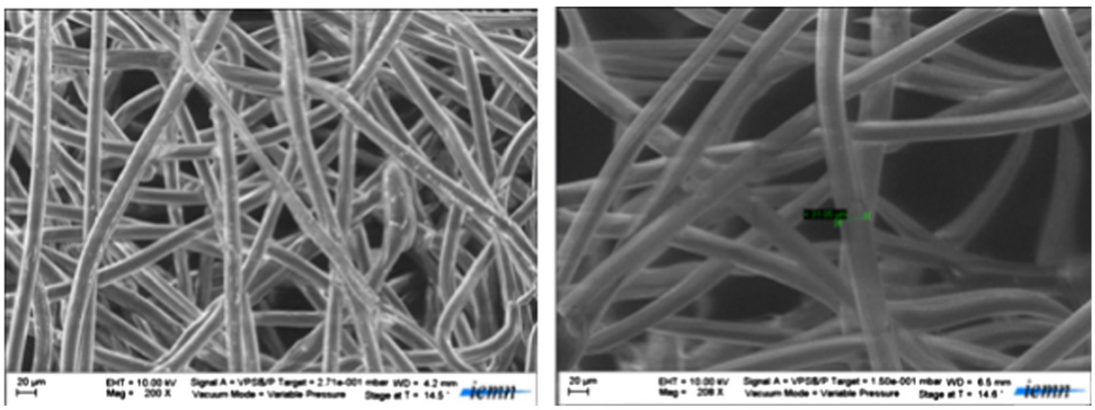
Pour une meilleure compréhension du problème de l'identification des propriétés radiatives à partir de mesures sur fond semi-transparent bidirectionnel avec un nombre de paramètres acceptable, Nicolau et al. [39] ont proposé une méthode inverse consistant à déterminer les propriétés radiatives spectrales d'isolants fibreux par méthode des moindres carrés pour des fibres distribuées aléatoirement dans l'espace. La fonction de phase se composait de deux fonctions de Henyey et de Greenstein couplées à une composante isotrope. Dans le cas de Milandri et al. [40], ils ont appliqué cette méthode à la laine de silice et ils ont montré que la méthode inverse peut donner des résultats similaires aux résultats obtenus avec la théorie de Mie, bien que dans certains cas, il existe des incertitudes importantes en raison des limites de la fonction de phase utilisée comme les fonctions de Henyey Greenstein associées à une fonction de Lorentz. Enfin, Kaemmerlen et al [35] ont appliqué la méthode inverse pour déterminer les propriétés radiatives de la laine de bois. Le transfert de chaleur transitoire unidimensionnel couplé radiatif et par conduction a été résolu dans une laine de bois.

Pour notre étude [32], nous nous sommes intéressés dans un premier temps à regarder la morphologie des isolants par l'étude du diamètre, de l'orientation, de la forme, de la répartition des fibres et du type de fibre. Dans un second temps, nous avons essayé de

développer des modèles numériques de conception de matériaux. De plus, des modélisations de constitutions de nouveaux matériaux composites pourront être effectuées afin de comprendre les interactions entre les matériaux.

Nous avons étudié trois matériaux fibreux très différents : la laine de verre (matériau minéral), la ouate de polyester (matériau synthétique) et la laine de chanvre (matériau végétal). Les micrographies obtenues par l'intermédiaire de l'Institut de Microélectronique et Nanotechnologies Electroniques (IEMN) de l'Université de Lille sont présentées à la figure 2.26. Dans une premier temps, nous avons réalisé des simulations numériques à l'aide des logiciels OOF2, Abaqus CAE et GeoDict afin de comprendre le transfert thermique au sein d'un milieu fibreux à partir de la 2D et 3D. Nous avons essayé de modéliser la conductivité en fonction de la porosité (Figure 2.27). Nous avons confirmé grâce à cette première simulation influence de la microstructure sur le transfert thermique [41]. Nous nous sommes aperçus du blocage de notre démarche par la méconnaissance des propriétés radiatives des matériaux testés.

Pour cela, dans un second temps, nous avons étudié les concepts et méthodes permettant de modéliser les transferts radiatifs et conductifs en régime stationnaire dans un milieu fibreux. Nous avons décrit l'équation du transfert radiatif et l'équation d'énergie ainsi que les conditions aux limites [41, 42]. Il a fallu travailler sur les méthodes numériques les plus utilisées pour résoudre numériquement l'équation du transfert radiatif. Ensuite, la démarche de la méthode inverse a été utilisée. Elle permet, par le biais d'un modèle aux moindres carrées, d'identifier les différents paramètres qui caractérisent le milieu par inversion de l'ETR à partir des transmittances et réflectances déterminées expérimentalement : Réflectance hémisphérique directionnelle ($DHR_{k;th}$), transmittance hémisphérique directionnelle ($DHT_{k;th}$) et transmittance directe ($DT_{k;th}$). Elle consiste à déterminer les propriétés radiatives moyennes en minimisant l'écart type moyen entre DHR, DHT et DT théoriques et expérimentaux. La minimisation est effectuée par la méthode "Lsqcurvefit". La méthode numérique sous Matlab (méthode matricielle) et les quadratures utilisées, afin de résoudre l'équation du transfert radiatif, ont été développées [43] [44].



(a) **(b)**

FIGURE 2.26 – Micrographies électroniques à balayage de fibre d'échantillon d'isolant en ouate de polyester

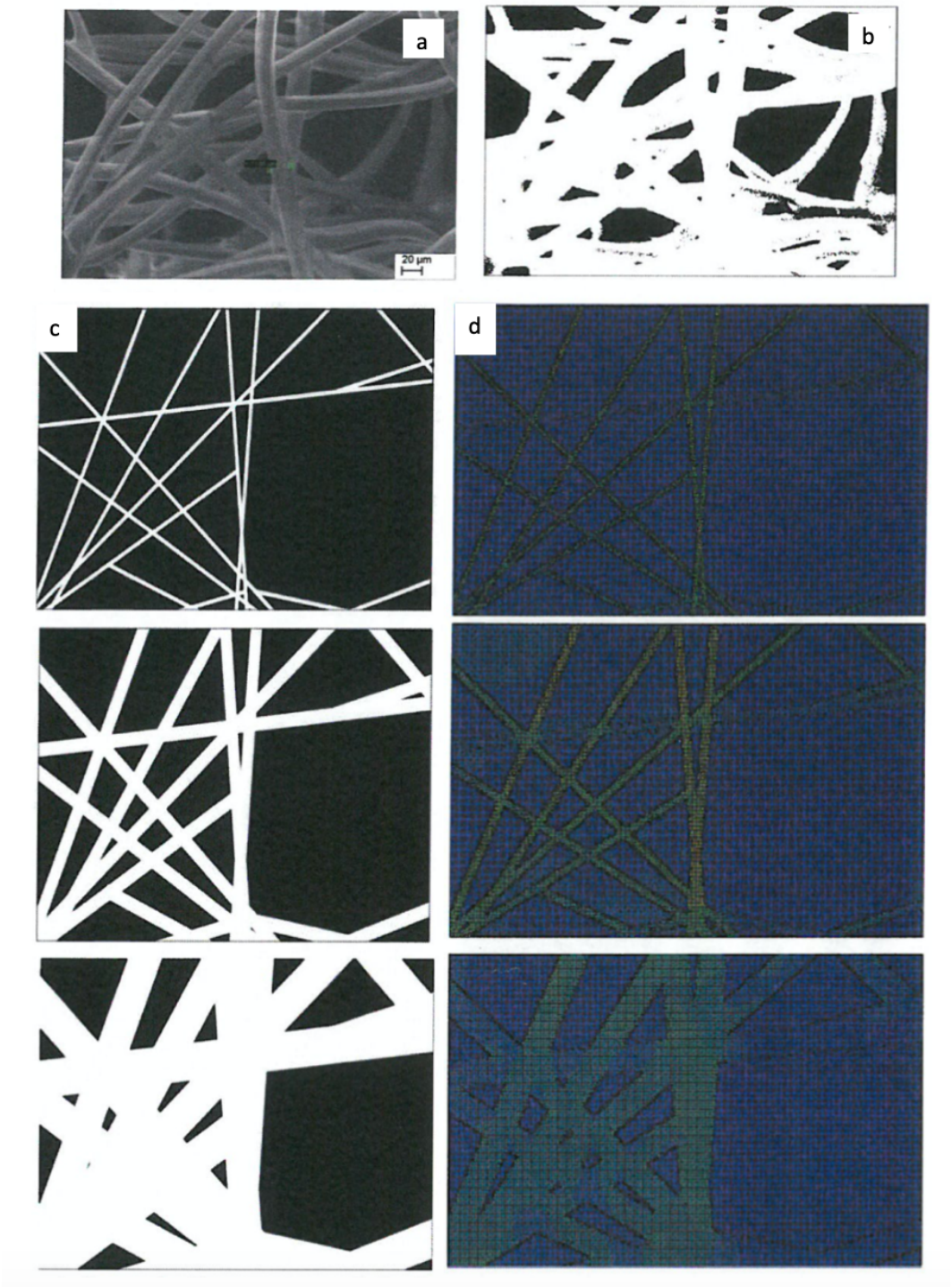


FIGURE 2.27 – (a) Photo MEB de la ouate de polyester, (b) Image binarisée, (c) Images simulées en augmentant le diamètre de fibre, (d) Images maillées sous Abaqus CAE [41]

Les propriétés radiatives ont donc été identifiées par la méthode inverse basée sur les mesures expérimentales de réflexion et transmission hémisphériques et bidirectionnelles. Ces mesures ont été effectuées au sein du LEMTA à Nancy par le Professeur Gérard Jeandel. Des échantillons de différentes épaisseurs de laine de verre, d'ouate polyester et de chanvre ont été découpés au laboratoire et étudiés en utilisant un spectromètre FTIR (Figure 2.28) [44, 45].

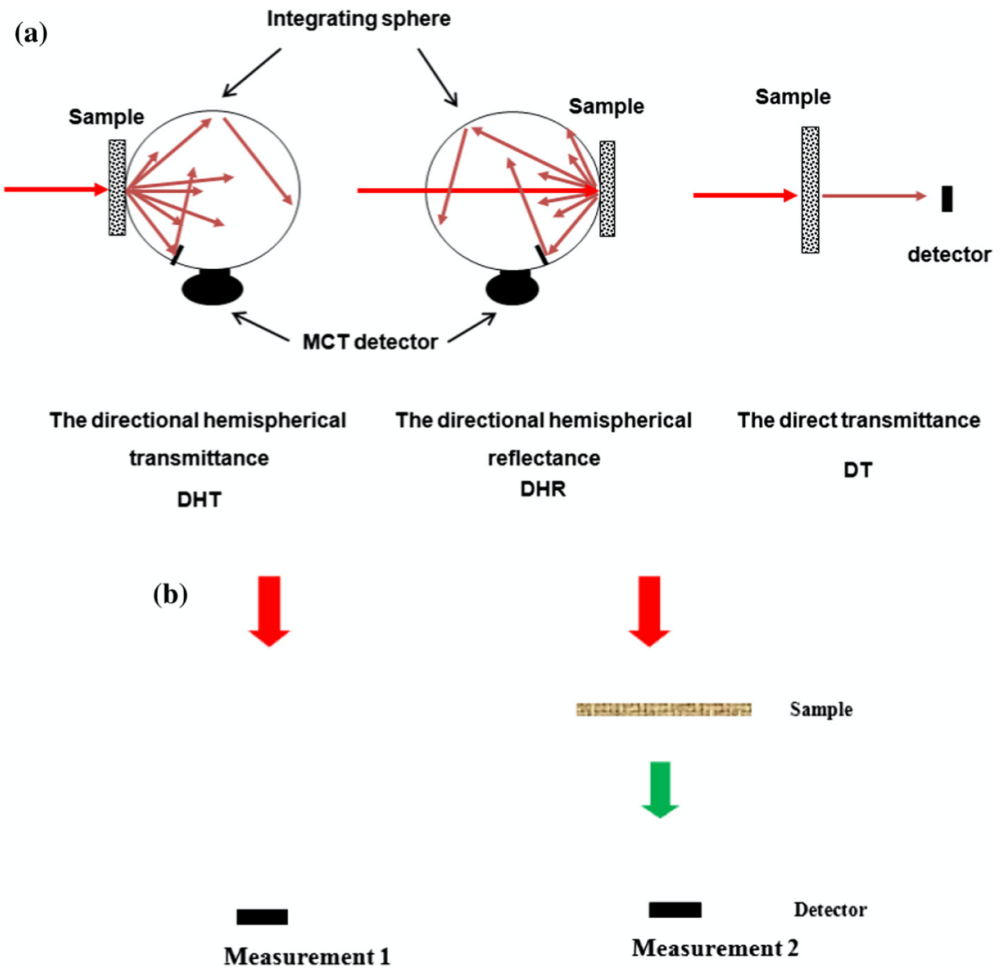


FIGURE 2.28 – (a) Mode d'investigation, position de l'échantillon dans la sphère d'intégration et (b) mesure de transmittance directe au LEMTA.

La figure 2.29 (a) et (b) montre les mesures DHR et DHT de ouate de polyester pour des épaisseurs de 1,28 mm, 1,45 mm, 1,58 mm, 1,65 mm, 1,84 mm, 2,30 mm, 2,40 mm et 2,64 mm. La DHT (figure 2.29 (a)) varie entre 90% et 8% et la DHR varie entre 0% et 32%. Les mesures de transmittance directe peuvent aider à évaluer la forme de la fonction de phase et permettent d'identifier le coefficient d'extinction par la loi de Beer Lambert [44]. Les résultats de DT, liés aux épaisseurs, sont reportés sur la figure 2.29 (c), nous avons remarqué la présence de trois pics de transmission pour des épaisseurs de 1,28 mm, 1,65 mm et 1,45 mm. Les pics sont observés autour des longueurs d'onde de 7, 9 et 14 µm, respectivement, qui sont dus à l'atténuation spectrale de l'albédo et à la fonction de phase.

Une diminution significative de la transmission a été observée pour chaque épaisseur entre 15 µm et 19 µm (Figure 2.29 (c)), qui est due à l'effet de diffusion. Ainsi, les chutes de réflectance directionnelle hémisphérique sont observées autour de la longueur d'onde de 5,5µm, 7,5 µm et 13,5 µm. Ce qui correspond à l'effet Christiansen. La ouate de polyester absorbe donc fortement le rayonnement infrarouge dans ces longueurs d'onde. Dans la bande spectrale 15–20 µm, la ouate de polyester est purement diffusante ou légèrement absorbante. Nous avons conclu que l'épaisseur de l'échantillon et la densité de la fibre sont deux paramètres qui régissent la transmission et la réflexion.

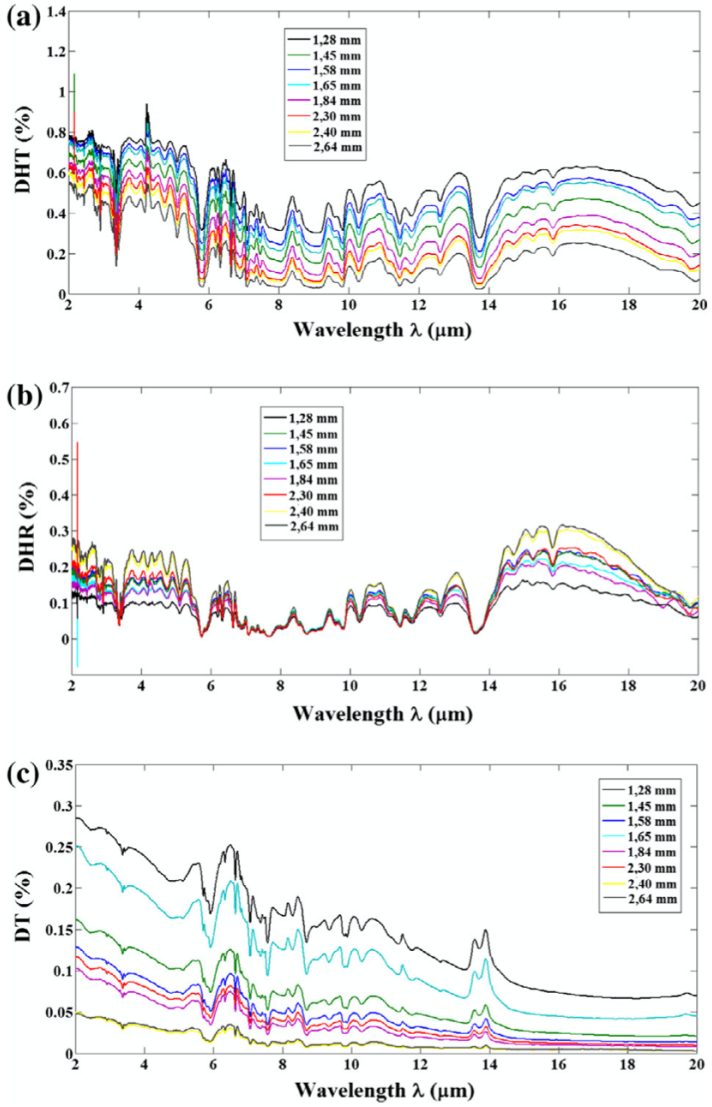
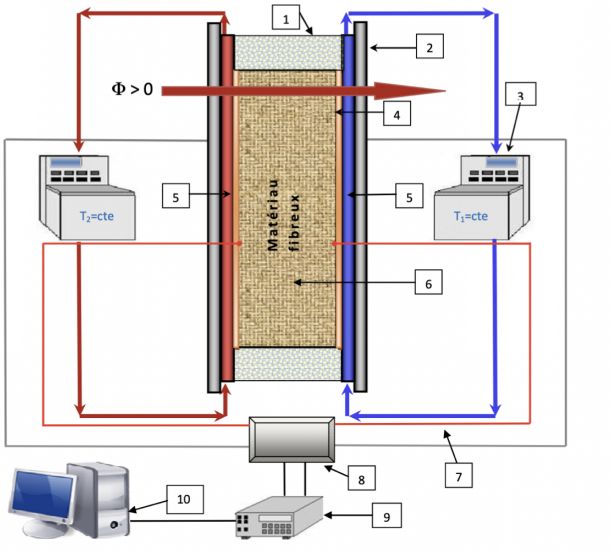


FIGURE 2.29 – (a) DHTk ;exp, (b) DHRk ;exp and (c) DTk ;exp de la ouate de polyester en fonction de la longueur d'onde pour différentes épaisseurs [44]

La méthode inverse permet également, par le biais d'un modèle moindres carrés, de déterminer les propriétés radiatives du matériau fibreux : albédo, épaisseur optique et coefficients de la fonction de phase [44].

La conductivité radiative de chaque matériau a donc été déterminée par l'approximation de Rosseland. Puis, concernant les propriétés thermophysiques globales des matériaux, des mesures fluxmétriques ont été réalisées à l'aide d'un dispositif développé au LGCgE de Béthune (Figure 2.30).

Ces mesures ont été comparées aux résultats d'une modélisation numérique basée sur la résolution des équations couplées de transfert radiatif et de l'énergie [44, 45].



1. Laine de verre
2. Isolant
3. Bain thermo régulé de type JULABO
4. Capteurs de flux
5. Plaques échangeuses
6. Matériau fibreux à tester
7. Thermocouples de type T
8. Boitier de liaison
9. Unité d'acquisition de données
10. Ordinateur

FIGURE 2.30 – Schéma du montage expérimental LGCgE

La participation moyenne de la conductivité radiative au sein de la ouate de polyester est de 26% par rapport à la conductivité totale, celle de la laine de verre est de 23% et pour la laine de chanvre de 4% [32]. Ce qui correspond à des conductivités radiatives de 0,009 $W.m^{-1}K^{-1}$ pour la ouate de polyester, de la laine de verre de 0,0085 $W.m^{-1}K^{-1}$ et de la laine de chanvre de 0,0017 $W.m^{-1}K^{-1}$.

Par la suite, l'étude s'est orientée par l'utilisation de ces techniques pour l'analyse du comportement thermique de textile recyclé (Figure 2.31) [46, 47] et du Plexiglass [48].

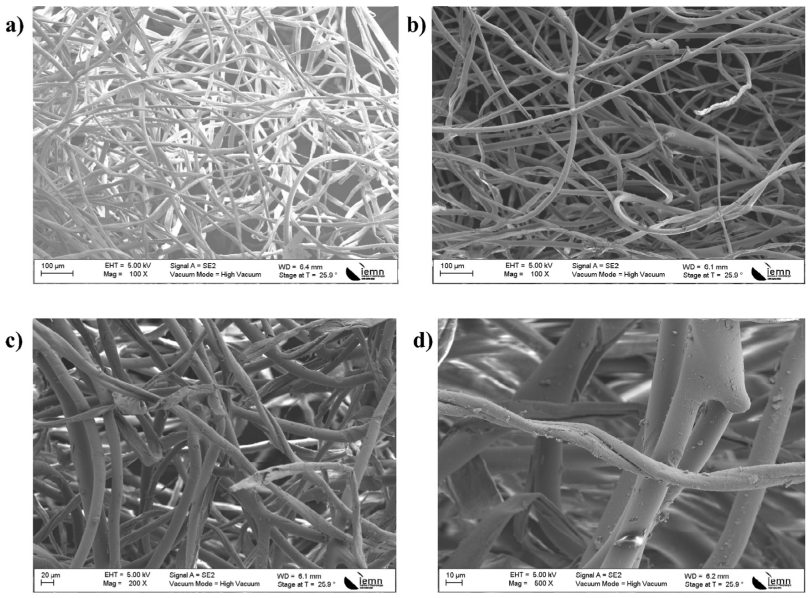


FIGURE 2.31 – Micrographies électroniques à balayage de fibres d'échantillons d'isolants en textile recyclé à des grossissements de 100× (a, b), 200× (c) et 500x (d)[46]

Les méthodes développées en thèse ont été appliquées sur ces matériaux, voici les résultats analysés pour le textile recyclé. Cette suite a été menée avec les participations de l'entreprise de recyclage de textile "Le Relais" pour le don des échantillons d'isolation et l'Institut de Microélectronique et Nanotechnologies Electroniques (IEMN) de l'Université de Lille pour la prise de photos microscopiques des matériaux étudiés par MEB.

Nous avons pu observer l'effet de l'épaisseur de l'isolant fibreux sur les conductivités thermiques radiative et phonique (Figure 2.32). Comme prévu, la conductivité thermique radiative est très faible par rapport à la conductivité thermique phonique, c'est-à-dire représentant 26%. Cependant, la conductivité thermique phonique peut être améliorée afin d'élever le niveau de résistance thermique des matériaux d'isolation fibreux en augmentant la porosité et en réduisant le diamètre des fibres du matériau. La contribution du rayonnement n'est pas négligeable lorsque le transfert de chaleur radiatif est pris en compte dans l'isolation [46].

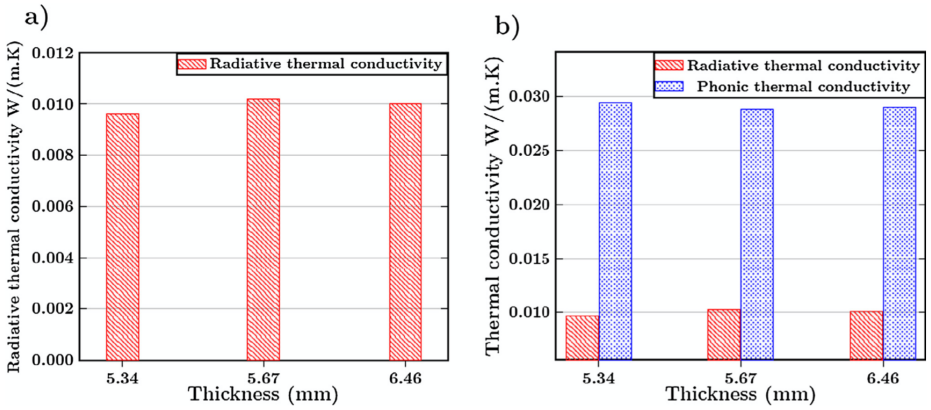


FIGURE 2.32 – (a) La conductivité thermique radiative du textile recyclé en fonction de l'épaisseur des échantillons, (b) l'effet de l'épaisseur sur la conductivité thermique radiative et phonique [46]

La synthèse des recherches faites sur la thermique de l'habitat est terminée, je vais vous détailler, dans la prochaine partie, les recherches effectuées sur l'interface coffrage/béton, les agents de décoffrage, la tribologie et l'esthétique des parements en béton.

2 Etude de l'interface coffrage/béton

Cette activité de recherche a débuté par la réalisation de ma thèse de doctorat à partir de 2002 avec l'entreprise CHRYSO S.A. En effet, les études, en France, ont porté plus particulièrement de 2000 à 2010 sur la maîtrise de l'esthétique des parements en béton coulés en place [49, 50, 51, 52, 53]. Les bâtiments sont de plus en plus mis en valeur par des surfaces brutes en béton qui peuvent être directement lasurées ou obtenues avec une matrice. Les architectes sont donc de plus en plus exigeants et demandent des parements en béton irréprochables. L'aspect des parements est lié, à la composition du béton, à l'agent de démoulage, au coffrage et surtout au décoffrage. Il est ainsi nécessaire de contrôler celui-ci. Depuis, quelques années, les recherches s'orientent sur le développement de nouvelles surfaces de coffrage [54] [55] ou sur des techniques par polarisation [56]. Malgré ces techniques nouvelles, les agents de décoffrage restent très largement utilisés en France. D'autres pays ont développé également des techniques sans application d'agents de décoffrage au moyen de film étanche (CPF : Controlled permeability formwork) [57, 58, 59, 60].

Pour obtenir un décoffrage de qualité, un agent de démoulage est le plus souvent appliqué sur la surface du coffrage afin d'empêcher l'adhérence du béton [61]. Cet agent doit également permettre une mise en oeuvre du béton plus efficace tout en adhérant parfaitement au coffrage. En effet, le produit de décoffrage appliqué ne doit pas être entraîné par le béton en pied de coffrage ce qui pourrait entraîner des défauts d'aspect sur le parement (poussiérage, arrachements, microbullage, points d'accroche) [62]. La norme AFNOR P18-503 [63] et l'échelle de couleur du CIB [64] sont les deux références toujours utilisées pour la caractérisation de la qualité des parements.

Il existe trois familles d'agents de décoffrage, les huiles, les émulsions et les cires avec trois origines principales : une gamme de produits d'origine pétrochimique, une gamme d'origine végétale et une gamme de produits de synthèse (généralement d'origine pétrochimique, mais parfois partiellement d'origine végétale). Depuis quelques années des huiles recyclées apparaissent également dans les formulations. Les produits à base minérale ont une faible compatibilité avec l'environnement et provoquent des désagréments auprès des utilisateurs voire des maladies professionnelles. Pour palier à ces inconvénients, des produits à base végétale et de synthèse ont été mis au point. Afin de promouvoir une utilisation plus rationnelle des huiles de démoulage dans l'industrie du béton, en 2015, le Syndicat National des Adjuvants pour Bétons et Mortiers (SYNAD) a adopté une nouvelle charte sur les agents de démoulage [65] (remplaçant la classification de l'an 2010) et qui apporte aux utilisateurs des informations sur les agents de démoulage à base végétale. En effet, pour classer les agents de démoulage, le SYNAD a créé un abaque pour combler le manque de référentiel règlementaire. La classification des agents de démoulage est basée sur la composition du produit et les critères liés à son utilisation (sécurité feu, santé, et environnement). Elle n'indique pas un niveau de performance par rapport aux qualités de parements mais elle ne prend en compte que la sécurité et l'environnement. L'aspect financier est souvent mis en avant et il est vrai que le prix au litre est supérieur pour les formulations à base végétale. Mais, l'expérience du chantier montre que les doses d'emploi doivent être réduites pour obtenir un bon décoffrage. Au final, le coût global est sensiblement équivalent pour les deux catégories d'huiles. Pour obtenir un produit de démoulage de qualité, il convient d'améliorer les formulations et le plus souvent celles-ci

sont modifiées en fonction du savoir-faire expérimental du formulateur [66].

Les recherches effectués lors de ma thèse concernaient l'étude des agents de démoulage à l'interface coffrage/béton. Elles visaient essentiellement à travailler sur les formulations végétales pour améliorer les connaissances relatives à leurs propriétés. En effet, une étude européenne SUMOVERA [67] montrait l'intérêt des formulations végétales, elles offrent des caractéristiques souvent meilleures comparées aux produits à base minérale.

Les objectifs de la thèse portent sur les points suivants :
— obtenir des règles de formulation des agents de démoulage grâce à la compréhension des affinités vis-à-vis du coffrage et du contrôle des affinités vis-à-vis du béton,
— utiliser des outils adaptés en terme de physico-chimie,
— élaborer un argumentaire sur les agents de démoulage,
— comprendre les mécanismes intervenant à l'interface coffrage/béton,
— éviter les défauts de parements et la corrosion des coffrages métalliques.

Cette recherche [51] a été développée durant mon contrat d'ATER dans le cadre d'un contrat de recherche avec l'entreprise OUTINORD (fabriquant de coffrage) avec le stage de **Master 2 d'Affef Aggoun** sur l' *Influence physico-chimique des bases employées dans les huiles de démoulage sur l'esthétique des parements - Impact sur la corrosion des surfaces de coffrage* afin d'étudier différentes formulations (minérale, synthèse, végétale, semi-végétale) d'agents de décoffrage sur l'esthétique des parements et la protection anti-corrosion des coffrages acier. Deux modes d'application ont été analysés (pulvérisation suivi ou non d'un raclement). Pour la protection anti-corrosion des plaques de coffrages ont été également stockées en extérieur (pluie, soleil). L'étude a montré que les formulations végétales permettaient une meilleure protection anti-corrosion ainsi qu'une qualité de parement supérieure [68].

Depuis mon retour de l'ER3 en 2015, l'étude se poursuit sur les formulations en émulsions (directes ou inverses) par des recherches indépendantes et un contrat de recherche avec CHRYSO S.A. Je souhaitais dynamiser la recherche sur les agents de démoulage et l'interface coffrage/béton. De plus, j'avais vu peu d'études dans la bibliographie sur ce sujet. L'intérêt des émulsions est de pouvoir appliquer un film directement sans raclement avec une quantité d'huile moindre ce qui permet un gain de temps et d'argent pour les entreprises du BTP. D'un point de vue pratique, la majorité des émulsions sont constituées d'une phase lipophile concentrée à disperser dans une certaine quantité d'eau avant l'utilisation du produit. Pour les émulsions huileuses, la partie hydrophobe de la molécule d'émulsifiant se trouve dans la phase dispersante (huile) et, inversement, dans l'autre type d'émulsion. Il est intéressant d'analyser comment le film se modifie à la surface du coffrage et de savoir s'il est résistant au passage du béton.

J'ai pu ainsi appliquer toutes les techniques développées durant ma thèse (tribologie, mouillabilité et énergie d'adhésion, analyse d'images, application du film). Deux stages de Master recherche ont participé à ce développement : **Master 2 d'Amine Lahlou** *Influence des émulsions sur le frottement du béton – Impact sur l'esthétique des parements* financé par l'entreprise CHRYSO S.A. et **Master 2. d'Issam Laiymani** *Influence des émulsions sur le frottement du béton – Etude tribologique de l'interface coffrage/béton* financé en fond propre au laboratoire.

Pour finir, les formulations à base d'huile recyclée ont également été étudiées à la demande de l'entreprise CILA qui souhaitait les valoriser comme produits de décoffrage.

Je vous présenterai tout d'abord les recherches faites sur les agents de démoulage pour les caractériser, ensuite les avancées sur l'interface béton/coffrage et l'étude du frottement au moyen du tribomètre plan/plan pour finir sur les développements en terme de qualité de parement.

2.1 Caractérisation physico-chimique des agents de démoulage

L'étude des agents de démoulage à l'interface coffrage/béton a été menée en collaboration avec Pascale de Caro (Laboratoire de Chimie Agro-industrielle de Toulouse) et avec Jean-Paul Cavrot (Département Chimie de l'IUT de Béthune) et de Nadine Pébère (CIRIMAT - Toulouse INP) pour la partie physico-chimie. De nombreux dispositifs expérimentaux ont été utilisés pour déterminer les caractéristiques physico-chimiques des agents de démoulage. Les principaux appareils sont listés ci-dessous :

Appareil	**Paramètre mesuré** .
Viscosimètre	Viscosité dynamique
Goniomètre	Mouillabilité
Tensiomètre	Tension superficelle Liquide/Vapeur

TABLE 2.1 – Principaux appareils de caractérisation physico-chimique utilisés

Ainsi, dans un premier temps, les travaux consistent à analyser les constituants des agents de démoulage à base minérale, de synthèse et à base végétale pour comprendre leurs actions au niveau de l'interface coffrage/béton. Le premier paramètre à mesurer est la viscosité des produits employés. En effet, les propriétés rhéologiques des agents de démoulage jouent un rôle primordial sur le comportement de l'interface béton/produit démoulant/coffrage. Elles influencent directement la mouillabilité, les contraintes de frottement à l'interface béton/coffrage et la qualité finale du parement. Les études ont été faites sur des produits commercialisés par les fournisseurs CHRYSO, SIKA, PERI et CILA.

L'outil employé pour la caractérisation des produits peut avoir des formes et des dimensions très variées. Le choix d'une géométrie particulière dépend de la nature du produit, des conditions expérimentales et de la nature de l'écoulement réel que nous voulons étudier.

Pour nos essais, nous avons utilisé un rhéomètre cône/plan [69, 70]. C'est le plus précis et le mieux adapté pour l'analyse des huiles de démoulage (grande gamme de mesure). L'angle de la génératrice du cône et le plateau est toujours inférieur à 5°. Il peut atteindre une valeur de 0,3°. Dans nos études, cet angle est soit de 1° ou soit de 5° (Figure 2.33). Les mesures de la viscosité dynamique ont été réalisées à température constante (0°C, 20°C et 40°C).

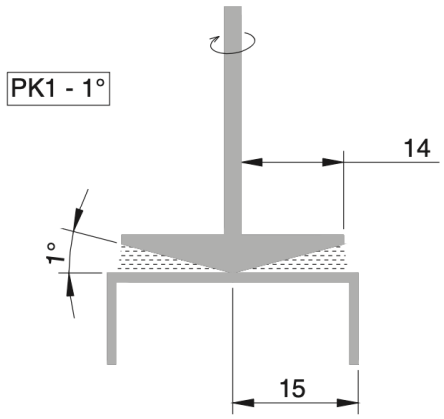


FIGURE 2.33 – Schéma du dispositif cône/plan [68]

Les agents de démoulage étudiés ont un comportement linéaire sans seuil d'écoulement quelle que soit la température [69]. Nous pouvons donc conclure que le comportement rhéologique des agents de démoulage est newtonien. L'expression de la loi de comportement est donnée ci-dessous :

$$\tau = \dot{\gamma} \times \eta \tag{2.3}$$

avec η la viscosité dynamique (Pa.s), τ la contrainte de cisaillement (Pa), $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement en (s^{-1}).

De plus, il a été montré les faibles valeurs de viscosités pour des huiles à base minérale (entre 10 et 25 mPa.s à 20°C). Elles sont peu sensibles aux variations de température contrairement aux huiles à base végétale qui peuvent avoir des viscosités comprises entre 20 et 60 mPa.s à 20°C). Les formulations synthétiques sont stables et présentent des valeurs proches des huiles à base minérale (entre 15 et 20 mPa.s à 20°C) [68, 69, 70]. Pour les agents en émulsion, les viscosités dynamiques sont très différentes suivant les fournisseurs : elles peuvent être comprises en 5 et 70 mPa.s à 20°C). Elles sont également plus élevées de 10mPa.s environ pour les formulations en émulsion inverse à base minérale [71]. Concernant les huiles recyclées à base végétale, la formulation sans solvant possède une viscosité à 20°C d'environ 40 mPa.s et celle avec solvant de 6 mPa.s [72]. Pour conclure sur la rhéologie des agents de démoulage, la viscosité dynamique à 20°C doit être idéalement comprise entre 10 et 45 mPa.s afin de maîtriser l'application du produit sur le coffrage et d'être stable aux variations de température.

La figure 2.34 présente un exemple de résultats obtenus pour quatre agents de décoffrage avec une base végétale (oil1), une base synthétique (oil2), une base minérale (oil3) et une semi-végétale/synthétique (oil 4). Dans cet exemple, les formulations sont stables à 40°C. Par contre, la viscosité de l'huile 4 augmente fortement à 0°C. L'ester contenu dans l'huile est plus sensible à une faible température. L'huile minérale présente des valeurs intermédiaires. Pour l'huile de synthèse, il existe peu d'interactions entre les molécules hydrocarbonées et hydrophobes, contrairement aux huiles à base végétale qui présentent des fonctions esters polaires. Elles peuvent être à l'origine d'associations intermoléculaires lorsque la température diminue. Nous pouvons également nous apercevoir que la partie végétale de l'huile 1 n'influence pas sa viscosité à 0°C [68].

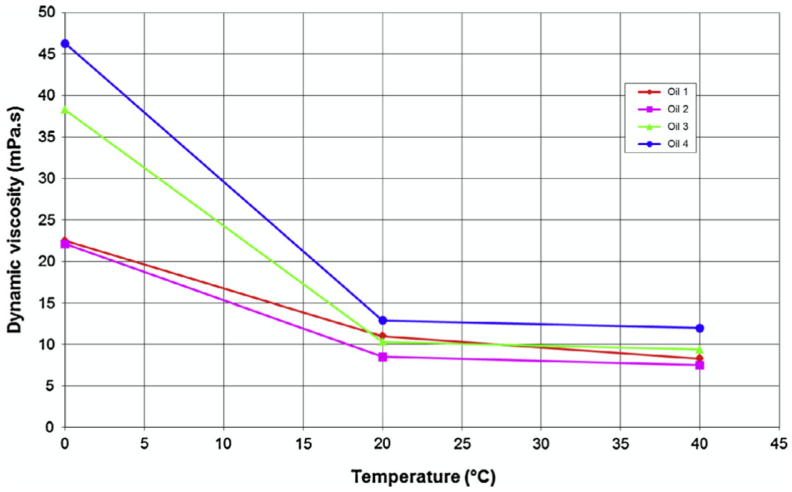


FIGURE 2.34 – Evolution de la viscosité dynamique suivant la température pour quatre agents de décoffrage [68]

La partie suivante est dédiée à l'étude de la tension de surface. Je présente les résultats et les analyses faites sur la mouillabilité et l'énergie d'adhésion des agents de démoulage. Je vous détaille également les avancées faites sur l'adhérence du film sur une surface de coffrage. Pour assurer un décoffrage aisé du béton, l'agent décoffrant doit former un film homogène sur la paroi du coffrage permettant de résister au frottement du béton sur les parois du coffrage. L'adhérence du béton à la surface du coffrage est due à deux causes différentes : l'engrènement et les forces de capillarité [73]. L'adhérence ou l'affinité de l'huile avec le support est très importante. Elle est étudiée par l'intermédiaire de l'énergie d'adhésion Solide/Liquide ω_{SL}. Cette énergie a été calculée à l'aide de l'équation de Zisman [74] qui fait intervenir l'angle de goutte θ et la tension superficielle Liquide/Vapeur γ_{SL}. Nous nous sommes aperçus que ce paramètre était très important pour caractériser l'interface agent de démoulage/coffrage. Les résultats de cette partie sont issus de ma thèse, de mes compléments de recherche et des contrats avec OUTINORD (**Stage de Master 2 d'Affef Aggoun**) et CHRYSO (**Stage de Master 2 de Mohamed Amine Lalhou**).

En effet, l'interaction entre un liquide et un solide peut être caractérisée par l'angle de contact θ. Il permet de mesurer l'état d'équilibre d'un liquide déposé en surface d'un solide, qui est la résultante de la nature des phases en présence mais aussi de l'hétérogénéité du solide. En 1805, Thomas Young a fait le rapprochement entre l'angle de contact et les tensions de surface. Dans l'expression de Young, l'angle de contact d'équilibre est l'angle formé par le liquide à la ligne sur trois phases de contact sur une surface idéale à l'équilibre [75](Figure 2.35).

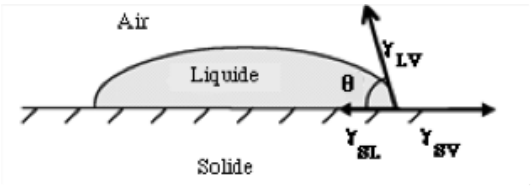


FIGURE 2.35 – Représentation vectorielle de Young [76]

L'équation de Young est connue sous la forme suivante :

$$\gamma_{LV} \times cos(\theta) = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad soit \quad \gamma_{SL} = \gamma_{SV} - \gamma_{LV} \times cos(\theta) \tag{2.4}$$

où θ est l'angle de contact formé par la surface et le plan tangent au ménisque,γ_{SV} l'énergie de surface du solide, γ_{LV} la tension superficielle liquide/vapeur et γ_{SL} la tension interfaciale liquide/solide.

La valeur d'énergie d'adhésion liquide/solide est représentative de la force d'adhésion entre un liquide et son support. Les énergies d'adhésion sont déterminées d'après l'équation de Zisman [74] :

$$\omega_{SL} = \gamma_{LV} \times (1 + cos(\theta)) \tag{2.5}$$

Comme expliqué précédemment, dans cette équation, les deux inconnues sont l'angle de contact et la tension superficielle Liquide/Vapeur qui sont facilement déterminables expérimentalement. Dans notre étude, l'angle de contact représente l'angle de contact entre l'agent de démoulage et la surface du coffrage. La tension superficielle Liquide/Vapeur représente la tension superficielle Huile/Vapeur [76].

La mesure de la tension superficielle Liquide/Vapeur a été effectuée par la méthode de la lame de Wilhelmy à 20 °C. Dans cette méthode, une fine plaque de platine est accrochée à une balance de Kahn puis immergée dans un liquide contenu dans un réservoir. La tension superficielle se manifeste par le ménisque qui se forme le long de son périmètre. Le tensiomètre utilisé dans la thèse est un GBX 3S. Les mesures ont été réalisées à l'ENSIACET de Toulouse. Pour davantage de simplicité de mesure, notre équipe s'est équipée, à mon retour en 2015, d'un tensiomètre TENSIOCAD (Figure 2.36) par le biais d'un projet BQR. La précision de mesure est de +/- 0,2 mN/m.



FIGURE 2.36 – Tensiomètre - TensioCad [71]

Les valeurs de tensions superficielles L/V sont comprises entre 30 et 40 mN/m avec des tensions plus proches des 38-40 mN/m pour les émulsions [71]. Les agents de démoulage à base minérale présentent des valeurs légèrement plus faibles que les formulations à base

végétale. En effet, les huiles à base végétale ont un caractère moins hydrophobe que les huiles à base minérale dû à la présence des fonctions esters. Ce qui peut expliquer ce léger écart de tension superficielle. Des mesures de tensions superficielles ont été réalisées pour les formulations d'huiles après un temps de stockage de 6 mois sans qu'aucune variation ne soit détectée.

Le coffrage est un élément important du démoulage, il détermine la forme et l'aspect du produit fini en assurant la stabilité du béton frais jusqu'à son durcissement. Si celui-ci n'est pas correctement entretenu, des défauts apparaîtront sur le parement. De plus, la nature du coffrage détermine le choix du produit de décoffrage. Les coffrages utilisés en préfabrication et sur chantier sont confectionnés en acier E24. C'est pourquoi, les échantillons de coffrage utilisés pour nos études ont été réalisés dans le même acier. Ils nous ont été fournis par l'entreprise OUTINORD.

La détermination de l'angle de contact, ou angle de goutte, des matériaux a été réalisée à l'aide d'un goniomètre. Le dispositif expérimental utilisé à l'ENSIACET est le DIGIDROP. Cet appareil mesure l'angle de contact à l'interface entre une goutte de liquide et la surface du substrat sur laquelle elle est déposée. L'incertitude de mesure est de +/- 0,5°. Par la suite, notre équipe s'est équipée d'un dispositif portatif (PGX) dans le but de pouvoir faire des mesures directement sur chantier (Figure 2.37).

Les angles de contact peuvent être mesurés sur différentes surfaces pour comprendre la mouillabilité sur le support. L'analyse s'est faite dans un premier temps sur la surface de coffrage acier avec des états : neuf, usagé et poli [71, 76]. Puis, des mesures ont été réalisées sur du bois bakélisé (dans le cadre du stage de recherche en 2e année CESI de Marette François et Lacroix Raphaël).



FIGURE 2.37 – Goniomètre PGX

Les angles de goutte moyens obtenus pour les huiles à base minérale sont 19° pour la plaque neuve, 28° pour la plaque usagée et 22° pour la plaque polie. Lemaire [50] avait trouvé des valeurs similaires entre 22° et 27° pour une surface neuve. Nous avons remarqué que la présence de solvant diminue l'angle de goutte et augmente ainsi la mouillabilité. Concernant les huiles à base végétales, les angles obtenus sont en moyenne de 32° pour la surface neuve, 35° pour la surface usagée et de 27° pour la surface polie. En effet, avec la rugosité, l'hystérésis augmente. En polissant la plaque usagée, nous nous rapprochons des mouillabilités trouvées avec la plaque neuve. Concernant les formulations en émulsions, les angles de goutte sont proches des 25° (surtout pour les émulsions végétales).

La figure 2.22 montre la représentation schématique des agents de démoulage en fonction de la rugosité. Les huiles conventionnelles sont d'après les travaux de Bormashenko [77, 78], considérées dans un état de mouillabilité de Cassie. En effet, l'huile ne s'intègre pas totalement dans les aspérités du coffrage, elle est davantage en surface. De plus, pour des rugosités importantes (dans le cas de paroi usée), la présence de pics de rugosité augmente la mouillabilité des huiles de démoulage. L'action de polir la surface du coffrage permet de retrouver des conditions de mouillabilité plus efficaces comme pour l'acier neuf [76] (Figure 2.38).

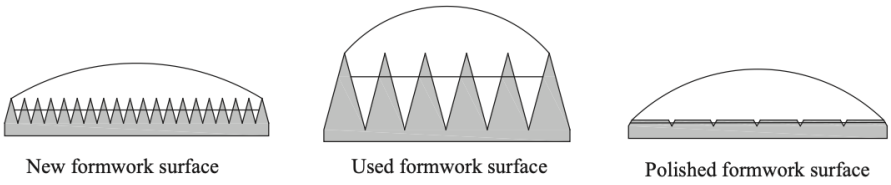


FIGURE 2.38 – Représentation schématique des profils de rugosité en fonction de l'angle de contact [76]

Concernant les émulsions, les micelles (directes ou inverses) présentes ont des tailles (entre 0,02 et 0,2 μm) qui permettent leur insertion dans les rugosités de la plaque lors de l'évaporation de la phase aqueuse. Dans ce cas, on atteint l'état de mouillabilité de Wenzel [79]. L'état de Wenzel correspond à une augmentation de l'énergie d'adhésion. Les figures 2.39 et 2.40 schématisent ce principe pour les deux émulsions étudiées. Le film d'huile recouvre mieux la rugosité de la plaque. Il est plus résistant au passage du béton malgré une épaisseur plus faible.

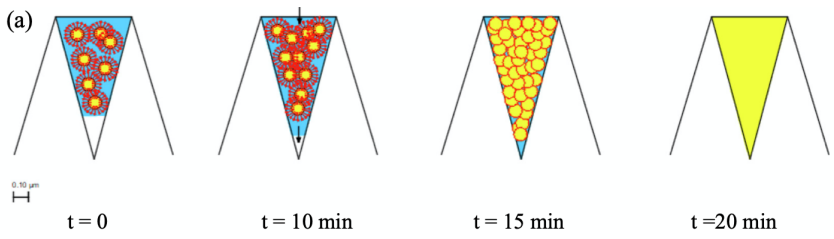


FIGURE 2.39 – Evolution schématique des émulsions directes dans l'état de Wenzel [79]

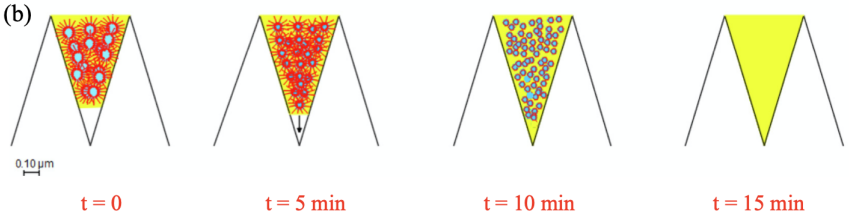


FIGURE 2.40 – Evolution schématique des émulsions inverses dans l'état de Wenzel [79]

Les énergies d'adhésion sont ensuite calculées et elles nous permettent d'avoir une idée des valeurs à obtenir pour avoir une réduction efficace du frottement ou encore une qualité esthétique des parements. Les valeurs obtenues pour les agents de démoulage sont entre 55 et 60 mPa.s pour les formulations minérales et entre 55 et 65 mPa.s pour les formulations végétales, quel que soit le support. Les émulsions étudiées possèdent également une énergie d'adhésion appropriée entre 60 et 70 mN/m. Il est indispensable que les agents de démoulage possèdent une tension superficielle la plus élevée possible (supérieur à 30 mN/m) et un angle de goutte le plus faible (inférieur à 30°) [76].

Pour les émulsions, la modification de la mouillabilité implique une modification de l'énergie d'adhésion entre t= 0 et t= 15 min. L'augmentation des valeurs d'énergie d'adhésion montre bien l'intérêt de laisser s'évaporer l'eau contenue dans l'émulsion afin d'obtenir la meilleure adhésion possible. Il est préférable de laisser l'évaporation durer un minimum de 10 min après application des émulsions afin de s'assurer d'une évaporation totale de l'eau et obtenir un film d'huile homogène.

Comme évoqué, les émulsions étudiées, sont soit de type directe (ED) soit de type inverse (EI). Les résultats sur les émulsions montrent de bonnes performances physico-chimiques. La présence d'eau dans leur composition leur permet une application par pulvérisation adaptée. La modification du réseau de gouttelettes pulvérisé permet d'améliorer la répartition du film dans le temps. La surface créée devient homogène (Figure 2.41). Au fur et à mesure que l'eau s'évaporait, le milieu émulsionné s'est structuré. Sur les micrographies d'émulsion, la couleur blanche désigne la phase émulsionnée qui tend à disparaître au profit de la phase huileuse.

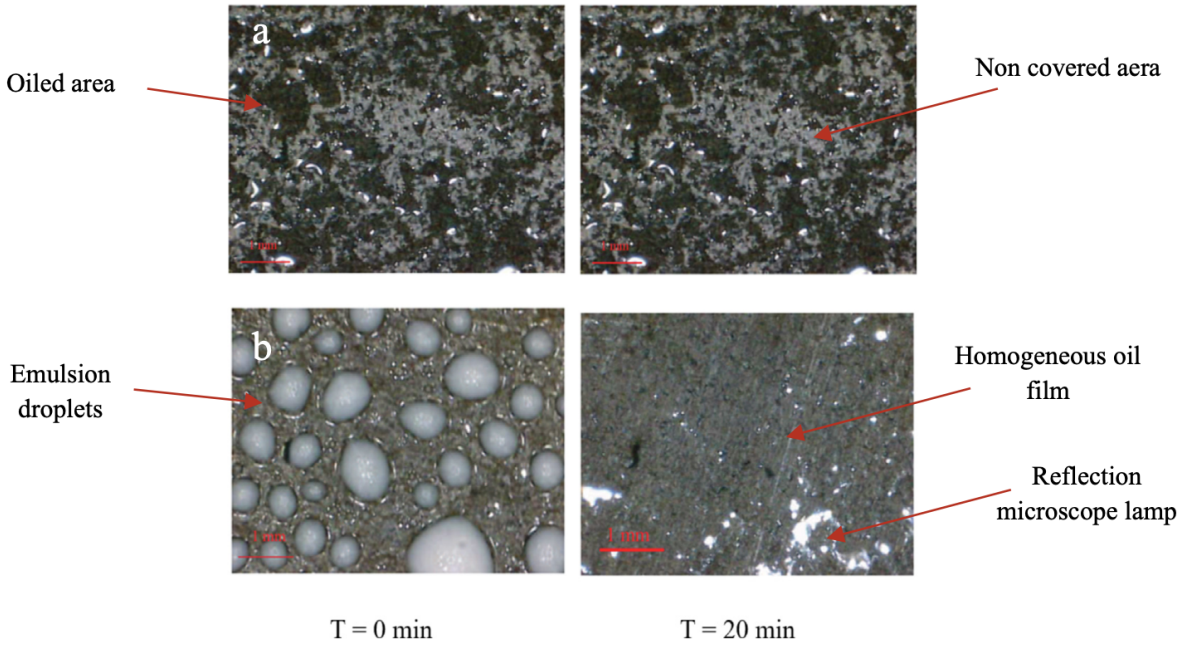


FIGURE 2.41 – Evolution du film après pulvérisation (a) d'une huile à base végétale (V) et (b) de l'émulsion EDV [79]

De plus, les observations réalisées sous microscopie optique d'une seule goutte ont montré que, pour l'émulsion inverse, l'eau disparait plus rapidement que l'eau en émulsion directe (couleur blanche plus visible). De même, le diamètre de la goutte d'émulsion inverse a augmenté rapidement (+20% après 5 min). Ceci indique que le film a commencé à se former en surface. Il est davantage en liaison avec la surface ce qui augmente la valeur de l'énergie d'adhésion (Figure 2.42) [71]. Dans cet exemple, l'émulsion directe est à base végétale (EDV), et celle inverse à base minérale (EIM).

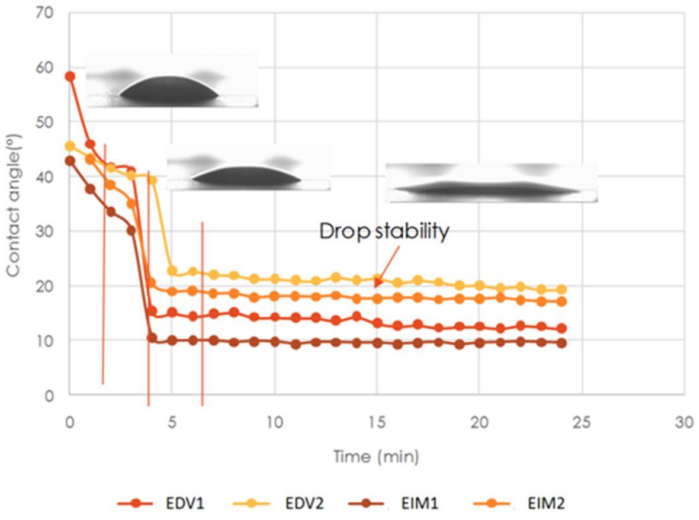


FIGURE 2.42 – Evolution de la mouillabilité des émulsions dans le temps [71]

La figure 2.43 présente l'évolution de l'énergie d'adhésion obtenu grâce à l'équation 2.5 pour les formulations en émulsion [71]. Nous pouvons voir l'intérêt de laisser évaporer totalement la phase aqueuse et nous verrons par la suite l'efficacité de ce film créé sur le frottement du béton.

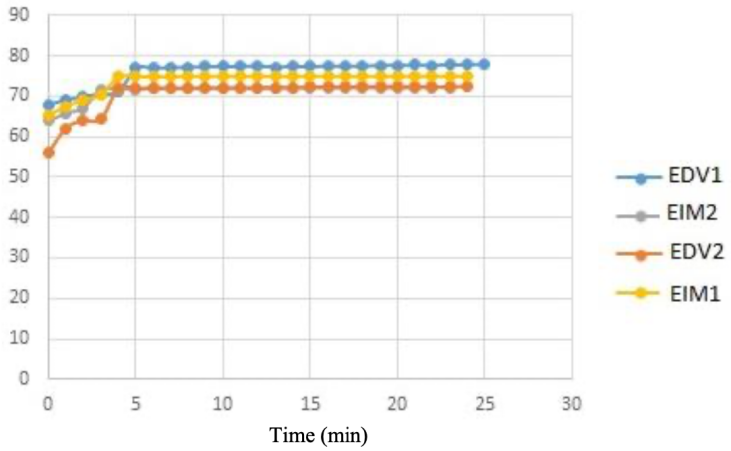


FIGURE 2.43 – Valeurs des énergies d'adhésion (mN/m) pour les formulations en émulsion dans le temps [71]

Pour compléter cette étude, une analyse plus précise de l'épaisseur finale du film déposé a été réalisée sur les émulsions par la méthode de la pesée. Une évolution massique est mesurée avec une balance de précision. Le film est créé par pulvérisation. La couleur blanche permet une bonne visualisation du dépôt (figure 2.44).

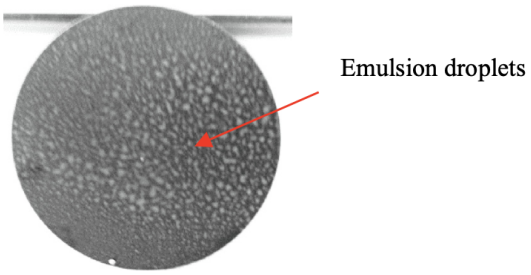


FIGURE 2.44 – Etat de surface après pulvérisation [79]

La phase aqueuse est totalement évaporée lorsque la masse du film reste constante. Ce qui correspond à l'épaisseur finale du film d'huile (Figure 2.45). 6 à 8 min sont nécessaires pour la formation du film d'huile avec l'émulsion inverse et de 14 à 16 min avec l'émulsion directe. Ceci confirme que la teneur en eau de l'émulsion inverse est moindre que celle de l'émulsion directe [79]. Cette information est vérifiée par le fait que l'émulsion directe (DVE) perd environ 80 % de masse initiale tandis que la perte de masse de l'émulsion indirecte (IME) est de 70 %. Il est ainsi nécessaire d'attendre entre 10 et 15 min avant de mettre en œuvre le béton dans le coffrage. Les épaisseurs de film déterminées après évaporation de la phase aqueuse sont comprises entre 1,5 et 2 μm. En comparaison, les épaisseurs de film pour les huiles entières sont généralement plus élevées, entre 3 et 4 μm pour une huile à base minérale et entre 2 et 3 μm pour l'huile à base végétale [51].

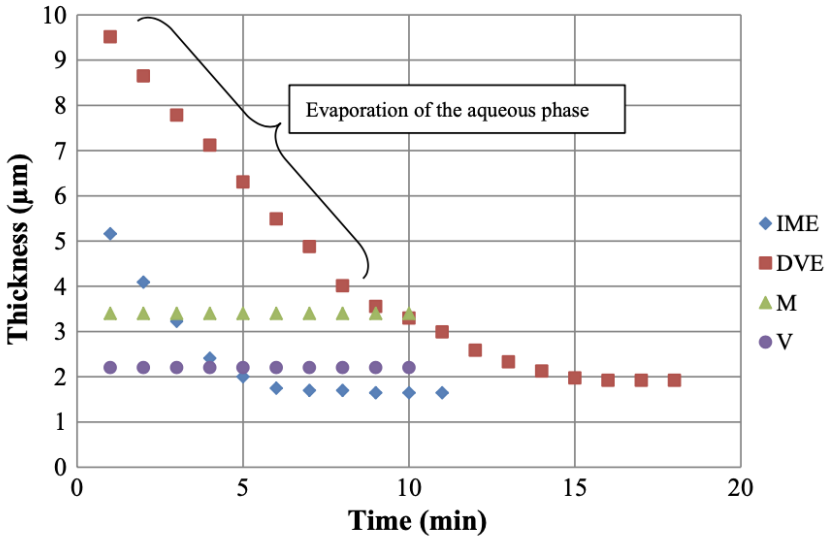


FIGURE 2.45 – Cinétique d'évaporation de l'eau pour les émulsions étudiées [79]

Dans cette partie, les agents de démoulage (huile, émulsion) ont été caractérisés d'un point de vue physico-chimique. Des recommandations intéressantes pour leur formulation et leur utilisation ont été dégagées sur des seuils de viscosité ou d'adhérence. Les formulations végétales se montrent plus performantes que celles minérales ou de synthèse. Il est maintenant nécessaire de les étudier en lien avec le béton afin de mieux comprendre l'interface coffrage/produit démoulant/béton.

2.2 Analyse tribologique de l'interface coffrage/béton

L'étude tribologique de l'interface coffrage/béton est une thématique historique de l'équipe, elle a été développée par de nombreuses thèses et projets. Avant de parler de mes apports dans cette partie, je vais vous faire une synthèse des avancées sur ce thème de recherche.

Le remplissage du coffrage avec du béton implique un frottement du béton sur le coffrage. Il provient des interactions entre les aspérités microscopiques existant à la surface des corps en contact. Dans tous les cas, il engendre une résistance au mouvement, provoquant la création de contraintes mécaniques superficielles et la dissipation de chaleur. Le frottement des bétons peut intervenir sous l'aspect d'un facteur défavorable (création de bouchons) lors du pompage du béton ou au contraire de manière favorable lors de l'introduction du béton dans les coffrages (diminution de la poussée des bétons). Afin de connaître ces effets sur la surface, il est nécessaire de déterminer les caractéristiques tribologiques. En effet, le frottement généré par le béton contre la peau agit favorablement en abaissant la pression normale du béton contre le coffrage et en diminuant par la suite le dimensionnement du coffrage [70, 80, 81, 82] . Lors de la réalisation d'essais tribologiques, il convient de faire des choix sur les conditions de fonctionnement (grandeurs d'essais à mesurer, paramètres à faire varier, définition d'un tribomètre) [83]. La littérature consacrée jusqu'à présent à la tribologie des bétons est pauvre et elle est presque uniquement orientée vers la rhéologie volumique [84, 85]. Il est généralement admis que les bétons frais ont un comportement binghamien [86]. Il a ainsi été montré que ces matériaux sont non newtoniens, parfois à seuils et souvent thixotropes [87]. Leurs comportements en régime permanent ont été définis à l'aide d'un modèle pseudo-plastique ou d'un modèle de Herschel-Bulkley [88, 89].

Afin de comprendre ce comportement de nombreux dispositifs ont été développés [90, 91, 92, 93, 94, 95]. Le premier tribomètre de génie civil a été conçu par Chafika Djelal [96]. Il a été utilisé pour étudier le frottement entre la pâte d'argile et le mur. Son principe plan/plan a été repris par Christian Beaumel [97] en 1998 pour étudier l'extrusion de mélanges argile/sable/eau en conditions industrielles. Ensuite, Yannick Vanhove [90] a développé un tribomètre plan/plan pour l'étude du béton. Son dispositif a permis d'étudier l'influence de paramètres d'interface tels que la rugosité de la plaque, la vitesse de glissement ou la pression de contact [80, 81]. Il a proposé un modèle mécanique pour comprendre les phénomènes se produisant à l'interface béton/coffrage. Puis, j'ai utilisé en 2006 ce dispositif [51] pour prédire le comportement de l'interface béton/huile/coffrage en fonction de la nature des huiles de coffrage (végétale et minérale). A la suite de ma thèse, l'utilisation de superplastifiant sur l'interface coffrage/béton a été étudiée par Samir Bouharoun [53], il garantit un béton frais suffisamment fluide pour une mise en place facile dans le coffrage sans vibration. Pour finir, l'interface milieu granulaire de la paroi

rugueuse a été étudiée par Khadija El Cheikh [98] par des approches expérimentale et numérique sur le béton. Dans les parties suivantes, je présenterai également des études récentes (N. Spitz et I. Laiymani) réalisées avec ce dispositif.

Le dernier tribomètre développé (Figure 2.46) par C. Djelal et Y. Vanhove permet une plus grande précision des essais et de la compréhension de l'interface ainsi que l'analyse de la couche limite créée. Il a été breveté sous le numéro PCT/EP 2017068017 et commercialisé par l'entreprise "Michalex".

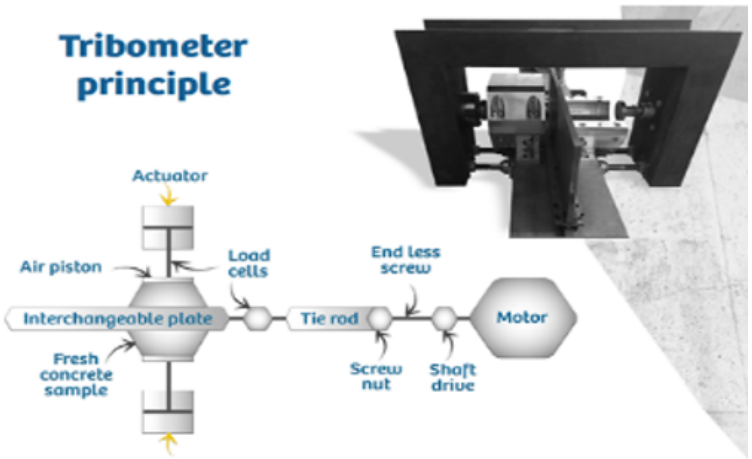


FIGURE 2.46 – Schéma de principe du tribomètre plan/plan [99]

Pour rappel, le principe du dispositif est le suivant [90, 100] : une plaque interchangeable glisse entre deux échantillons de béton, le mouvement s'effectue au moyen d'un moteur accouplé à une vis sans fin. La vitesse de la plaque est contrôlée par un automate. Les échantillons sont mis sous pression grâce à des vérins, la pression peut être comprise entre 50 kPa et 500kPa. Les porte-échantillons sont des cylindres munis d'une trappe pour introduire le béton. Un capteur de traction lié à la plaque mesure les contraintes tangentielles soumises à la plaque par le béton. Un capteur de pression lié au système de mise sous pression sert à contrôler la pression du vérin.

Cependant, le béton frais est un substrat très abrasif. Par la suite, des coulées successives dans le coffrage provoquent des problèmes d'usure importants sur la surface du coffrage [80] qui conduisent à une modification de la topographie de la surface du mur et des défauts esthétiques sur la surface du mur en béton [101]. La connaissance des caractéristiques tribologiques du béton frais sur coffrage est importante pour prolonger la durée de vie du coffrage. Cette problématique a été étudiée durant la thèse de **Nicolas Spitz** [54]. Je vous donnerai quelques détails de cette collaboration par la suite.

Concernant la poussée du béton sur le coffrage, il existe différents modèles empiriques entre la pression normale et la contrainte de frottement à l'interface béton-coffrage [102]. Ces modèles sont principalement limités à de petites pressions normales qui évitent un comportement granulaire à l'interface. D'autres modèles [103, 104] ont été également établis sur la théorie des silos de Janssen. Concernant la loi de frottement de Coulomb, elle s'applique au frottement entre une paroi et des matériaux granuleux tels que les poudres, le sable sec ou les solides. Elle ne semble pas s'appliquer au frottement du béton frais. En

effet, une variation plus importante du coefficient de frottement est observée pour des pressions de contact supérieures à environ 150 kPa (Figure 2.47(b)) [105]. Cependant, dans la gamme de hauteurs de coffrage couramment utilisées sur chantier, entre 2 et 6 m, soit pour des pressions de 50 kPa à 150 kPa, l'interface béton/coffrage est régi par un frottement de type Coulomb. Cela exprime que la contrainte tangentielle en contact est proportionnelle à la contrainte normale. Le coefficient de proportionnalité est le coefficient de frottement. En effet, la contrainte de frottement tangentielle à l'interface augmente toujours avec la pression normale appliquée. L'augmentation de la pression conduit à une migration des fines vers la couche limite jusqu'à compression totale du béton qui va commencer à s'étendre de la surface de la peau au béton dans les zones les moins sollicitées (Figure 2.47(a)).

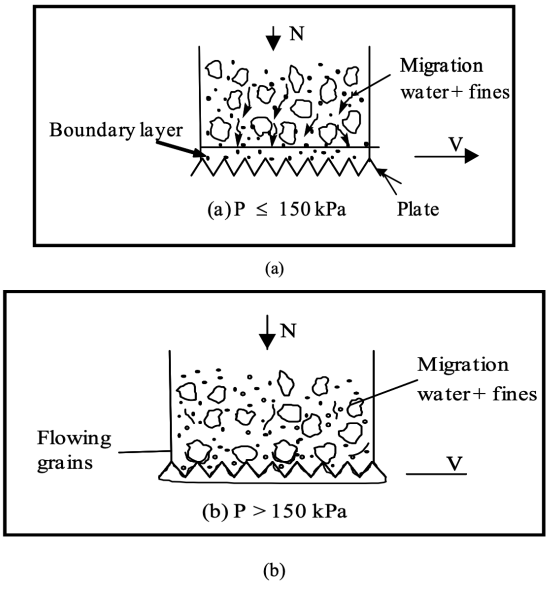


FIGURE 2.47 – Représentation schématique de l'interface béton/coffrage métallique [105]

Concernant les vitesses de remplissage du béton, nous l'avons étudié entre 2 et 6 m/h ce qui correspondent aux vitesses couramment utilisées sur chantier. On peut également exprimer celles-ci en mm/s : 0,56 et 1,67 mm/s. Pour cette gamme de mesure, la variation de vitesse n'influence pas la contrainte de frottement [51], en effet la rugosité Rt est souvent inférieure à 13 µm [71, 76, 79]. Le milieu granulaire ne se réorganise pas à l'interface. Les grains ne se logent pas dans les aspérités.

Finalement, les recherches réalisées ont montré que l'interface béton/paroi est régi par deux phénomènes [105] :

— un cisaillement dans la couche limite aux interfaces, ce qui donne lieu à des contraintes de cisaillement faibles ;
— un comportement granulaire. La contrainte de cisaillement est plus élevée dans ce deuxième cas avec un coefficient.

Ma contribution dans ce thème est l'étude des agents de décoffrage à l'interface béton/paroi. Des essais tribologiques ont été réalisés sur des huiles (à base minérale, à base végétale, de synthèse, recyclées), des émulsions (directes à base végétale, inverses à base

minérale) et sur des surfaces différentes (acier neuf, acier doux, revêtement spécial). L'application de l'agent de décoffrage est important, elle doit être réalisée sans excès (Figure 2.48). Cette partie a été complétée lors du stage de **Master M.2. d'Issam Laiymani** sur les formulations en émulsion. La vitesse de remplissage et la pression sont les deux paramètres à prendre en compte. L'application des émulsions a été réalisée avec les recommandations déterminées précédemment. Pour les formulations en émulsions, il est préconisé par le fournisseur d'attendre 15 à 20 min avant de couler le béton [79, 99]. Les bétons confectionnés sont de formulation standard sans adjuvant et de consistance S3 au cône d'Abrams (Norme NF EN 206-1).

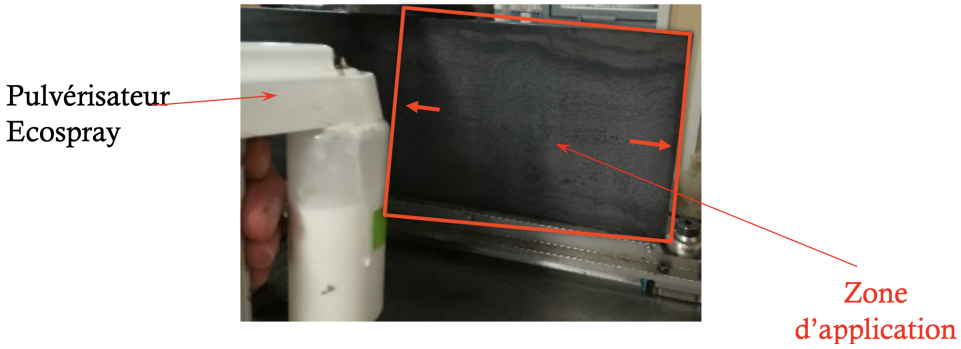


FIGURE 2.48 – Application de l'émulsion sur la plaque

La figure 2.49 montre un exemple de résultats obtenus pour des huiles entières et des émulsions commercialisées sur une surface de coffrage neuve pour une vitesse de remplissage de 3m/h et une hauteur de coffrage allant de 2 à 6 mètres, avec V : Huile à base végétale, M : Huile à base minérale, IME : Emulsion inverse à base minérale, DVE : Emulsion directe à base végétale.

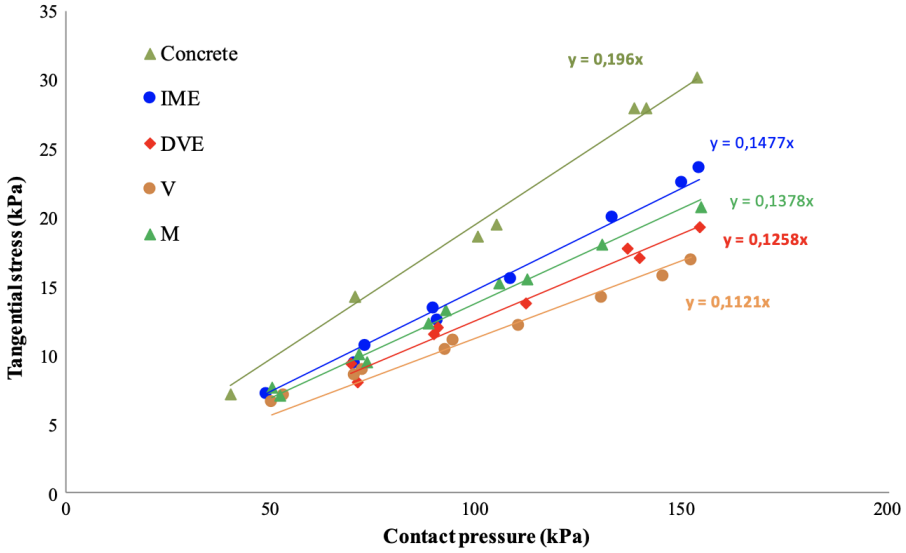


FIGURE 2.49 – Contraintes de frottement dynamique en fonction de la pression de contact pour les agents de démoulage étudiés (v = 0.84 mm/s) [79]

Comme expliqué précédemment, la contrainte de frottement dépend principalement des caractéristiques physico-chimiques du film et de son épaisseur pour les huiles à base végétale. Pour les formulations à base minérale, c'est l'épaisseur du film qui gouverne le frottement. Pour les formulations à base d'émulsion, nous constatons une réduction intéressante du frottement malgré une épaisseur de film appliquée plus faible. Grâce aux triglycérides, acides gras et autres esters présents au sein des formulations à base végétale, il y a formation de carboxylates (savon) au contact du béton (milieu basique), ce qui favorise la réduction du frottement [79].

La compréhension de ces phénomènes a permis d'aider à la formulation d'huiles plus efficaces lors du décoffrage et d'améliorer l'aspect des parements et la protection des coffrage contre la corrosion. Les mesures réalisées ont dégagé les mécanismes présentés au paragraphe 2.3 [68, 79, 100].

Pour compléter ces travaux, cette activité de recherche a été enrichie par deux autres études. La première par une collaboration avec l'ENSAM d'Aix en Provence et le Pr. Mohamed El Mansori afin de réaliser des essais tribologiques sur trois surfaces de coffrage (acier standard, acier doux et revêtement autoadhésif) afin de développer une nouvelle surface de coffrage. Cette étude est réalisée dans le cadre de la **thèse de Nicolas Spitz** [54]. Deux formulations de béton ont été utilisées (béton standard et béton autoplaçant) afin de créer des frottements plus ou moins abrasifs. Les pressions étaient comprises entre 50 et 110kPa soit pour des hauteurs de coffrage de 2 à 4,4m. La vitesse de déplacement de la plaque était de 0,84mm/s qui correspond à une vitesse de remplissage du coffrage par du béton de 3m/h. Il était important de respecter le protocole de mise en oeuvre du béton dans les portes-échantillons, un piquetage de 25 coups était fait pour le béton standard et aucun pour le béton auto-plaçant. J'ai formé le doctorant à l'utilisation du tribomètre et je l'ai aidé à interpréter les résultats obtenus. Un exemple de résultat est donné figure 2.50. Cette campagne s'est déroulée entre avril et juin 2017 à l'IUT de Béthune. Cette partie a fait l'objet d'un chapitre de sa thèse qu'il a soutenu le 10 janvier 2019 et un article est en cours de soumission [106].

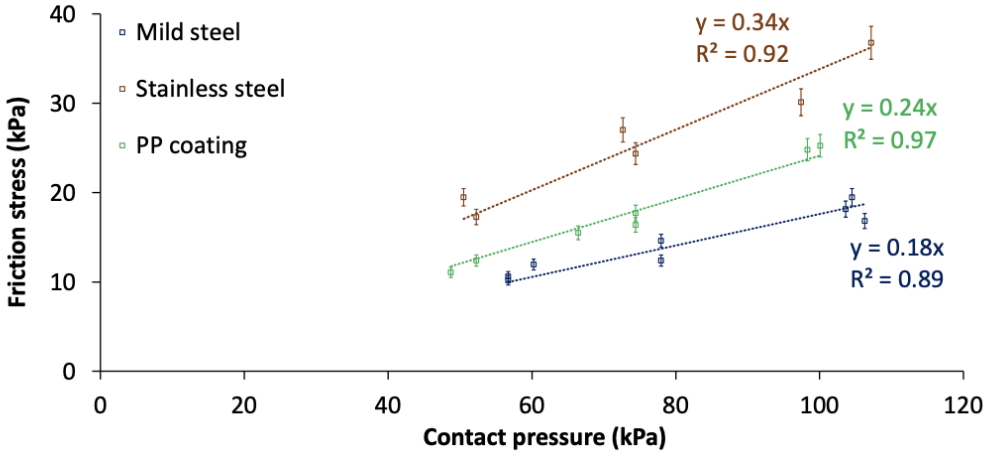


FIGURE 2.50 – Contraintes de frottement dynamique du béton standard en fonction des surfaces de coffrage étudiés [54]

La deuxième étude est basée sur les résultats du RILEM Round Robin Test réalisé à Béthune sur les rhéomètres [107]. En effet, j'ai participé les 29 et 30 mai 2018 avec des chercheurs de différents laboratoires internationaux à comparer des appareils de mesures utilisés pour l'étude du comportement du béton à l'état frais. Un programme expérimental a été élaboré afin de comparer les mesures ou données obtenues à partir des différents essais de caractérisation effectués à l'aide du V-funnel, de données empiriques, slump test, ou des rhéomètres de conception différentes (BML, Rhéocad, BTrheom, ICAR, etc...). Celui-ci complète les deux campagnes expérimentales réalisées au LCPC à Nantes (octobre 2001) et au NIST à Cleveland (avril 2003). L'objectif était de faire le point et de regrouper des communications traitant aussi bien des propriétés rhéologique et tribologique des bétons que des instrumentations nouvelles permettant d'accéder au comportement du béton lors de sa mise en œuvre sur les chantiers. Pour ma part, les mesures ont été réalisées au tribomètre plan/plan sur trois bétons autoplaçants et deux bétons de fondation dans le temps (t = 10min et t = 40min) pour essayer de trouver une corrélation avec les mesures faites avec les rhéomètres. Les bétons formulés avaient des seuils de cisaillement et des viscosités plastiques différents. Les premiers essais réalisés lors de ces journées ont montré des résultats intéressants. Des essais complémentaires (Rhéomètre ICAR et Tribomètre plan/plan) ont été réalisés dans le cadre du stage de **Master 1 de Youssra Nemar (2019)** sur l' *"Influence de la thixotropie du béton sur ses propriétés tribologiques"*.

L'étude réalisée constitue une première approche de l'influence de la thixotropie sur les propriétés tribologiques du béton. Les résultats préliminaires ont été testés sur deux bétons auto-plaçants : SCC2 (faiblement thixotropique) et SSC3 fortement thixotropiques. Le tribomètre montre des courbes de pression qui se décalent dans le temps (Figure 2.51) pour SCC3, ce qui n'est pas le cas du béton SCC2. Il serait ainsi possible d'observer les modifications thixotropiques des bétons.

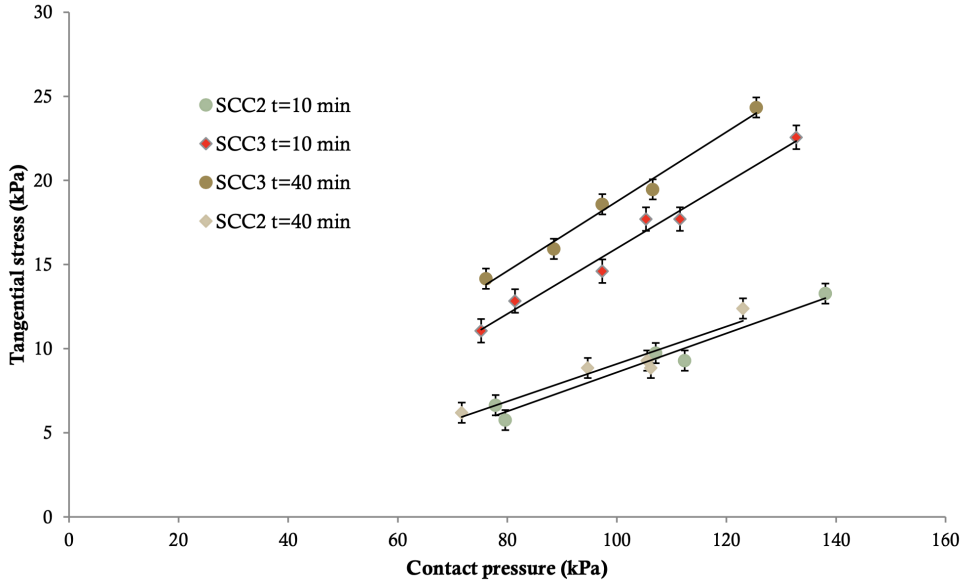


FIGURE 2.51 – Contraintes de frottement dynamique en fonction de la pression de contact des bétons auto-plaçants SCC2 et SCC3 à t= 10min et t= 40min (v=0,84 mm/s)

Les premiers résultats ont été présentés le 8 novembre 2019 lors de la journée de restitution du RRT 2018 [108]. Néanmoins, il apparaît que les résultats observés nécessitent

une étude approfondie pour pouvoir les confirmer. Cette étude se poursuit en 2021 par la réalisation du stage de **Master 2 de M.A. Zeggar** sur *"Le comportement rhéologique et tribologique des bétons autoplaçants thixotropiques"* co-encadré avec le Pr . Yannick Vanhove. Plusieurs formulations de béton auto-plaçant vont être caractérisées rhéologiquement aux temps t0, t30 et t30* afin de déterminer les seuils de cisaillement et les viscosités plastiques. Les essais au tribomètre seront faits en parallèle à plusieurs vitesses de plaque afin d'observer et d'analyser les courbes de frottement obtenues.

Un chapitre est en cours de finalisation sur cette thématique dans l'équipe RILEM MRP266 intitulé "STATE OF KNOWLEDGE OF INTERFACE RHEOMETRY".

L'étude du frottement à l'interface coffrage/béton par l'utilisation d'un tribomètre plan/plan nous a permis de simuler la mise en oeuvre du béton dans le coffrage. Cette technique a montré que les agents de décoffrage à base végétale étaient performants malgré de faibles épaisseurs de film appliquées. Ce dispositif pourrait également servir à positionner certaines thixotropies de béton alors que cela était réservé aux rhéomètres. Pour finir, il a permis de dégager des mécanismes se déroulant à l'interface que je présente dans la partie suivante.

2.3 Compréhension des mécanismes intervenant à l'interface paroi/agent de décoffrage/béton

L'intérêt des démarches effectuées précédemment est de comprendre les mécanismes se déroulant à l'interface coffrage/béton en présence d'un agent de démoulage. Les caractérisations s'appuient notamment sur l'utilisation de deux techniques pour étudier les phénomènes physico-chimiques, la tribométrie [80] réalisée sur un béton traditionnel sans adjuvantation et la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) en présence d'un électrolyte reproduisant le béton [68, 99, 109].

Comme expliqué précédemment, le tribomètre plan/plan reproduit les effets de la vitesse de glissement et de la pression de contact du béton sur une surface, des essais avec et sans agents de décoffrage ont été effectués. La SIE conduit à évaluer la résistance de polarisation du film vis-à-vis de la paroi. Les mesures SIE peuvent être effectuées non seulement au potentiel de corrosion, mais également dans le domaine anodique ou cathodique. Je vais vous détailler le protocole expérimental des mesures réalisées en collaboration avec le Pr. Nadine Pébère [109]. Les résultats obtenus classent dans le même ordre la performance des différentes formulations d'agents de démoulage testées.

Dans notre cas, la nuance d'acier choisie est E24. Les plaques de $10 \times 10\ cm^2$ ont été fournies par OUTINORD. L'acier a été poli pour éliminer la calamine. Les mesures électrochimiques ont été effectuées en utilisant un montage conventionnel à trois électrodes [68]. L'électrolyte était composé d'une solution 0,5 M de KOH + 0,1 M de NaOH. Cette solution présentait un pH de 13,2, qui reproduisait le pH d'une solution de pores de béton. L'électrode de travail était formée par la plaque d'acier recevant l'huile, à appliquer avec une raclette en caoutchouc de manière à obtenir un film homogène de 1 μm. Une fois l'huile mise en place, la plaque a été fixée sur un tube cylindrique en plexiglas (S = 240 cm2) pour maintenir l'électrolyte. La contre-électrode était une plaque de platine de grande taille. Enfin, une électrode au calomel saturé a servi d'électrode de référence (Figure 2.52).

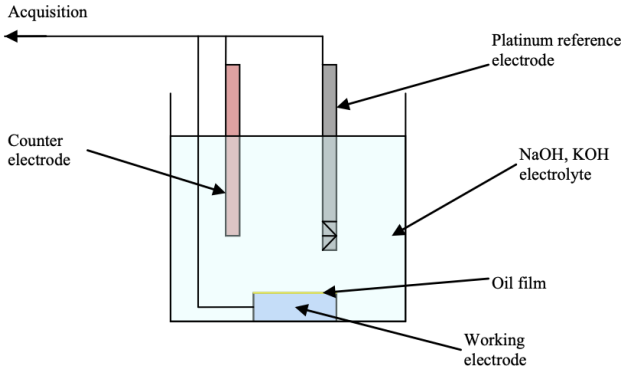


FIGURE 2.52 – Montage SIE [68]

La SIE a été utilisée durant ma thèse et le contrat de recherche OUTINORD. La figure 2.53 montre un exemple de résultats obtenus pour les 4 huiles détaillées au paragraphe 2.1. Afin de comparer les mesures effectuées, deux huiles de références, une huile minérale (M1) et une huile végétale (V1) avec des impédances connues [100, 109] ont été insérées dans le graphique. La dispersion est de $\pm$ 500 (Ωcm^2). Nous avons des similitudes dans les tendances de courbe pour les deux huiles à base végétale (V1 et Oil 1), ainsi que pour les deux huiles minérales (M1 et Oil 3). La formulation semi-végétale/synthèse (Oil 4) présente une résistance à la corrosion très efficace malgré la présence d'éléments synthétiques dans sa formulation. Notons que les formulations à base végétale produisent des valeurs de résistance plus élevées que les formulations minérales. La formulation synthétique (Oil 2) se situe à une valeur intermédiaire.

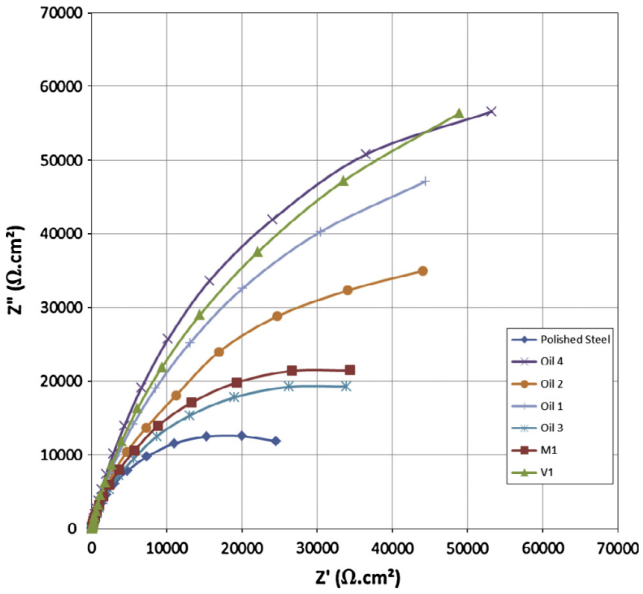


FIGURE 2.53 – Diagrammes SIE obtenus au potentiel de corrosion après 1 h d'immersion dans l'électrolyte [68]

La corrélation des résultats obtenus par les deux techniques (Tribomètre et SIE) nous a conduit à mieux comprendre les mécanismes physico-chimiques se déroulant à l'interface coffrage/béton [68, 100].

Finalement, il a été montré que les mécanismes intervenant à l'interface sont :

— pour les **huiles à base minérale** (Figure 2.54), un film physique hydrophobe empêche le béton d'adhérer sur le coffrage, nous obtenons un effet « barrière ». C'est par conséquent l'épaisseur qui est le paramètre prépondérant. De plus, en présence d'acidifiant, il a été montré que le film d'huile avait tendance à se solubiliser. Le savon a un effet détergent sur le film d'huile.

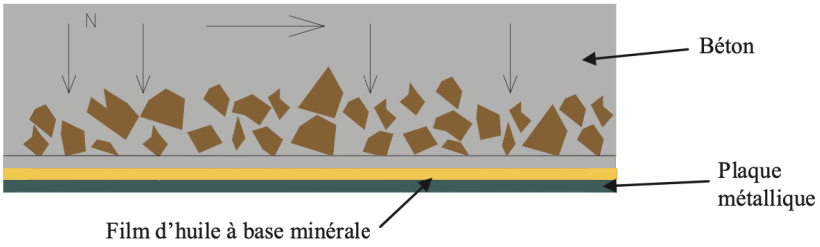


FIGURE 2.54 – Schéma représentant le glissement du béton sur le film d'huile [100]

— pour les **huiles à base végétale** (Figure 2.55), la formation de carboxylates (savons) à partir de l'ester est catalysée par la formation de savon à partir de l'acidifiant. De plus, grâce à leur caractère amphiphile, l'huile et le savon sont chimisorbés à l'interface pour former une double couche, organisation moléculaire qui confère au film ses propriétés spécifiques.

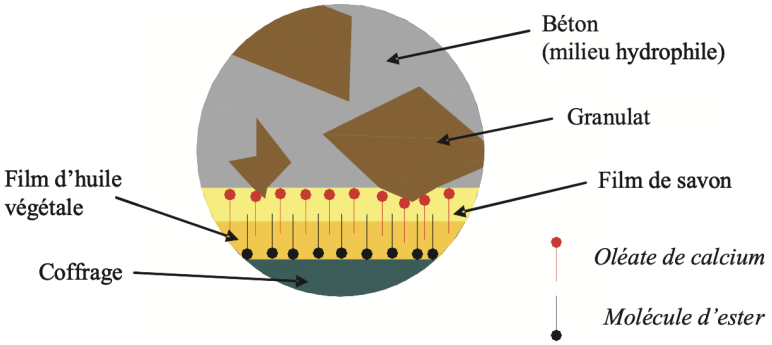


FIGURE 2.55 – Organisation d'un film de savon à l'interface béton/coffrage [100]

— pour des **formulations mixtes** composées de plusieurs esters (Figure 2.56), nous avons vu que deux couches de savon se créent, l'une générée par triglycérides et l'autre issue de l'ester synthétique [68]. Cette double couche représente une organisation du film à l'interface béton/coffrage qui le rend plus performant.

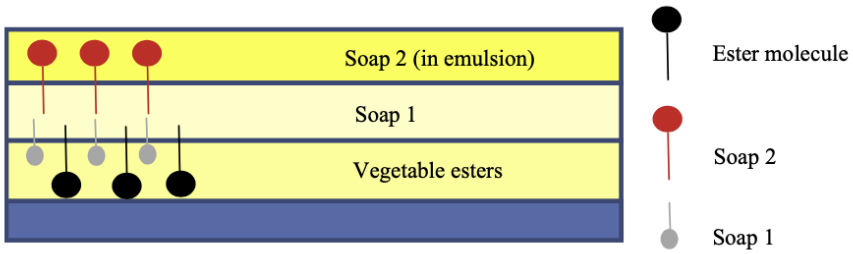


FIGURE 2.56 – Organisation de l'interface savon/huile [68]

Ces mécanismes ont été développés dans le cadre de la thèse de S. Bouharoun [53, 82] avec l'emploi d'un béton avec superplastifiant. Une analyse de l'interface est présentée figure 2.57.

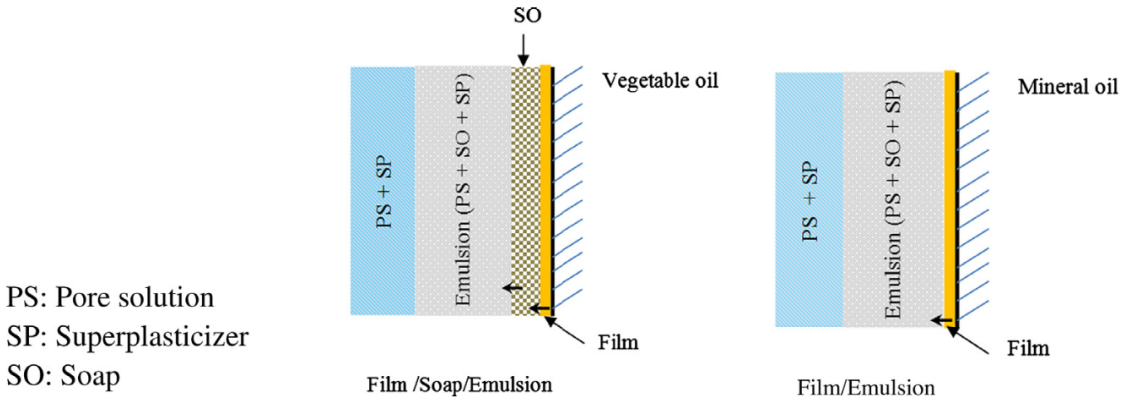


FIGURE 2.57 – Organisation de l'interface superplastifiant/savon/huile [82]

La partie suivante sera dédiée exclusivement à l'application des agents de démoulage et à l'analyse de l'esthétique des parements. Je présenterai les évolutions faites depuis la thèse jusqu'à maintenant.

2.4 Esthétique des parements en béton en lien avec les agents décoffrants

L'esthétique des parements est le but ultime après le décoffrage du béton. Le parement doit être d'excellente qualité sans défaut. Les architectes demandent de plus en plus un parement brut en béton pour leur ouvrage. Comme présenté en introduction, des études se sont déroulées de 2000 à 2010 sur la maîtrise de l'esthétique des parements en béton coulés en place [49, 50, 51, 52, 53]. De nombreux facteurs entrent en jeu pour obtenir une bonne qualité du parement en béton : les conditions climatiques, la vibration, la composition du béton (choix des additions), le type de coffrage, l'agent de décoffrage, l'opérateur, la cure, ... Des guides ont été élaborés pour aider les intervenants du BTP [61, 110]. Les résultats présentés sont tirés de ma thèse, de mes compléments de recherche, des stages de **Master 2 recherche d' A. Aggoun et de M. A. Lalhou** et des stages de recherche en 2e année CESI de David Boyer, Muriel Riou, François Marette et Raphaël Lacroix .

Dans cette recherche, les agents de décoffrage ainsi que la mise en oeuvre dans le coffrage ont été analysés. Il est important de bien contrôler l'application des agents de décoffrage et de rester dans les recommandations des fournisseurs. Par exemple, il faut attendre 15-20 min après application d'une émulsion [79]. Pour étudier cette partie, des coffrages modulaires 30 x 30 x 30 cm^3 ont été fabriqués avec des parois directement d'une surface de coffrage employée chez OUTINORD (Figure 2.58). Le type de paroi peut être en acier neuf, en acier usagé ou en bois bakélisé. Ra est le paramètre de rugosité international le plus utilisé : il s'agit de la moyenne arithmétique des déviations de profil par rapport à une ligne moyenne. Les valeurs moyennes de rugosité Ra des surfaces étudiées [76] sont : Ra = 1,30 μm pour la surface en acier neuve, 1,70 μm pour la surface en acier usagée et 0,65μm pour la surface en bois bakélisée. Un autre paramètre est intéressant à prendre en compte, il s'agit de Rt. Il correspond à la hauteur totale du profil de l'écart vertical entre la hauteur maximale des pics et la profondeur maximale des vallées sur la longueur de mesure. Pour ce paramètre, l'acier neuf a une valeur moyenne de Rt de 9 μm, pour l'acier usagé de 12 μm et pour le bois bakélisé de 12,6 μm.



FIGURE 2.58 – Moule fabriqué par OUTINORD

L'agent de démoulage peut être appliqué par la pulvérisation de façon horizontale et ordonnée (toujours de la même façon) à l'aide de la buse conique ou plate ; puis, selon les essais, le film déposé est raclé. La pulvérisation doit être homogène sans surplus ni coulure [51, 105]. Les outils employés sont soit un pulvérisateur de type Ecospray soit un pulvérisateur de chantier (Figure 2.59).

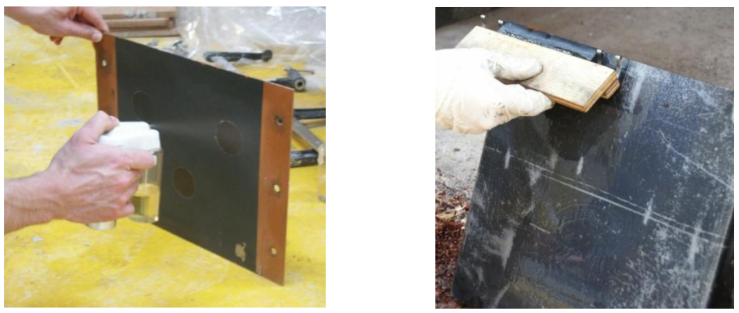


FIGURE 2.59 – Application des huiles (a) Pulvérisation directe, (b) Pulvérisation suivi d'un raclement

Pour déterminer l'épaisseur du film déposé, un échantillon de coffrage de 5 x 3 cm^2 est utilisé. L'agent de démoulage est déposé par pulvérisation et éventuellement suivie d'un étalement. L'épaisseur du film d'huile a été déterminée par pesée. Cette méthode a été validée par la mise en œuvre d'une technique analytique basée sur le rayonnement alpha (PIXE) [111]. Les résultats ont montré un haut degré de concordance entre ces deux méthodes de mesure.

Connaissant la masse volumique de l'huile et la surface de la plaque, l'épaisseur de l'échantillon peut être simplement déterminée par pesée. L'incertitude de mesure s'élevait à +/- 0,15 μm, en supposant une erreur de mesure de la pesée de 5%. Après pulvérisation, nous avons obtenu des épaisseurs de film comprises entre 3 et 5,5 μm. La buse conique a tendance à produire un film plus épais que la buse plate. Les films raclés donnent des épaisseurs comprises entre 0,6 et 1 μm. Le film avec l'huile synthétique présente la plus faible épaisseur, tandis que les huiles contenant des esters végétaux donnent lieu aux applications les plus épaisses. Finalement, dans nos études, nous avons pu constater qu'un film pulvérisé compris entre 2 et 4 μm suffisait pour réaliser le décoffrage du béton.

Concernant les agents de décoffrage en émulsion et comme expliqué au paragraphe 2.1, ils sont donc pulvérisés sur le support, laissés à l'air libre afin de visualiser d'éventuelles modifications d'aspect du film formé. La couleur blanche facilite la répartition de l'émulsion sur le support. Au cours du temps, l'eau s'évapore laissant un film d'huile uniforme, il devient homogène entre 15 et 20 min. Les mesures effectuées montrent une épaisseur finale entre 1,5 et 2 μm [79]. Comme expliqué précédemment, cette faible épaisseur permet une bonne réduction du frottement par l'ancrage du film dans les aspérités de la surface. L'utilisation des émulsions comme agent de décoffrage est une alternative intéressante et performante ; elle permet au film d'huile de se structurer en interagissant avec la rugosité du coffrage. Ce processus évite ainsi le raclage des films à base d'huile végétale. L'application des agents décoffrants sous forme d'émulsion devrait se développer sur les chantiers dans les années à venir. En effet, ces formulations associent à la fois des performances techniques et une moindre consommation de matières actives.

Dès que les coffrages sont préparés en laboratoire (T = 20 °C et ω = 50%), nous pouvons couler le béton à l'intérieur. Suivant le béton à mettre en oeuvre, le protocole de malaxage (Figure 2.60 et 2.61) est différent [68, 71, 72, 79, 82, 105, 112], suivant la norme NF P 18-404 :

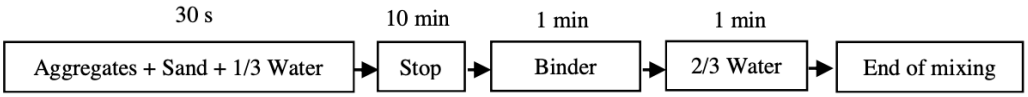


FIGURE 2.60 – Protocole de malaxage pour un béton traditionnel

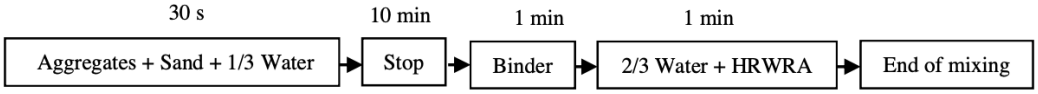


FIGURE 2.61 – Protocole de malaxage pour un béton auto-plaçant (BAP)

Ensuite, le coulage se fait soit en deux couches vibrées en cinq points pour le béton traditionnel soit en continu pour un béton auto-plaçant. On parle de frottement statique. Il est important de bien respecter et de reproduire le protocole de mise en oeuvre. Le décoffrage se réalise 12h après le coulage. Les cubes de béton sont laissés à l'air libre dans le laboratoire.

Je vais vous présenter maintenant l'évaluation des parements en béton et des surfaces de coffrage. Les critères de notation de départ étaient ceux utilisés par la société CHRYSO pour tester l'influence des formulations sur la qualité de parement.

L'aspect du parement, le microbullage, le poussiérage, l'encrassement et les points d'accroche sont les paramètres qui vont caractériser la qualité du décoffrage (Figure 2.62). La notation se réalisait 1h après le décoffrage. Elle a évolué au fil des ans pour devenir de plus en plus précise et pour différencier l'influence des paramètres les uns des autres.

Abréviation	Aspect de la pièce en Béton	Abréviation	Aspect du moule
Pa	Aspect du parement	Pom	Poussiérage
B	Microbullage	E	Encrassement
Pop	Poussiérage	Pt Ac	Points d'accroche

FIGURE 2.62 – Abréviations utilisées pour évaluer les performances de démoulage

En effet, par la suite, nous avons intégré le paramètre de couleur d'ombrage "Shading color". La grille initiale était basée sur les notes avec des "+" et des "-" (Figure 2.63) [112], puis nous avons amélioré la notation avec une échelle de notes entre 1 et 6 (Figure 2.64) [68], pour finir en 2015, sur une échelle entre +3 et -3 (Figure 2.65). Le micro-bullage a été précisé avec des pourcentages de présence sur la surface. De plus, dans cette grille et afin de donner davantage de poids à l'aspect du parement, une notation entre -9 et 9 (Figure 2.65) a été appliquée. La notation est surtout basée sur l'analyse à vue des parements. Il est donc important que toute l'étude se fasse avec le ou les même opérateur(s).

Micobullage Poussiérage Encrassement Points d'accroche	Degrés d'importance	Aspect du Parement
Sans	(- -)	Mauvais
Léger	(-)	Moyen
Important	(+)	Bien
Très important	(+ +)	Très Bien

FIGURE 2.63 – Critères de notation utilisés en 2006 [112]

Micro-bubbling, dusting, dirtying, attachment point	Degree of importance	Facing aspect
None	1	Excellent
Very slight	2	Very good
Slight	3	Good
Moderate	4	Average
Important	5	Bad
Very important	6	Insignificant

FIGURE 2.64 – Critères de notation utilisés à partir de 2012 [68]

Micro-bullage	Poussiérage, encrassement et points d'accroche	Note	Aspect de parement	Note
0 / 0,2%	Sans	3	Parfait	9
0,40%	Léger	2	Excellent	8 / 6
0,60%	Faible	1	Bon	5 / 3
0,80%	Normal	0	Moyen	2 / 0
1,00%	Beaucoup	-1	Acceptable	-1 / -3
1,20%	Important	-2	Dégradé	-2 / -6
> 1,20%	Très important	-3	Très dégradé	-7 / -9

FIGURE 2.65 – Critères de notation utilisés à partir de 2015

De même, durant la thèse, l'observation se faisait juste après le décoffrage, nous avons amélioré l'analyse en intégrant le paramètre temps. Désormais, l'analyse se fait à 1 jour, 3 jours et 7 jours. En effet, il est courant de voir des améliorations de la variation de teinte du parement après plusieurs jours.

Pour finir, des analyses du taux de bullage et de la variation de teinte ont été développées à partir de 2015 par des analyses d'images grâce aux logiciels GIMP et ImageJ. Je me suis servi des connaissances développées durant la thèse M.A. Kenai [20] sur cette technique et d'une méthode développée au LCPC [113]. L'analyse d'images a été appliquée sur les parements en béton obtenus par les émulsions [71] et les huiles recyclées [72]. Le logiciel GIMP sert à recadrer et à retoucher les photos prises des parements en béton et ImageJ sert à déterminer le taux de bullage et le taux d'ombrage. Dans un premier temps, la photo est ajustée pour obtenir une image sans arrière-plan pouvant influencer l'analyse d'images. Dans un deuxième temps, la teinte, la luminosité et la saturation sont améliorées, puis une binarisation par seuillage est réalisée. Pour la variation de la teinte, il est important de prendre la nuance de gris 1 ou 2 de l'échelle du CIB "Tolérances sur les défauts d'aspects du béton" comme référence [64]. Deux exemples sont présentés à la figure 2.66 pour une émulsion et à la figure 2.67 pour une huile végétale recyclée.



FIGURE 2.66 – Exemple d'une analyse d'image pour une émulsion directe à 1 jour (a), 3 jours (b) et 7 jours (c) [71]

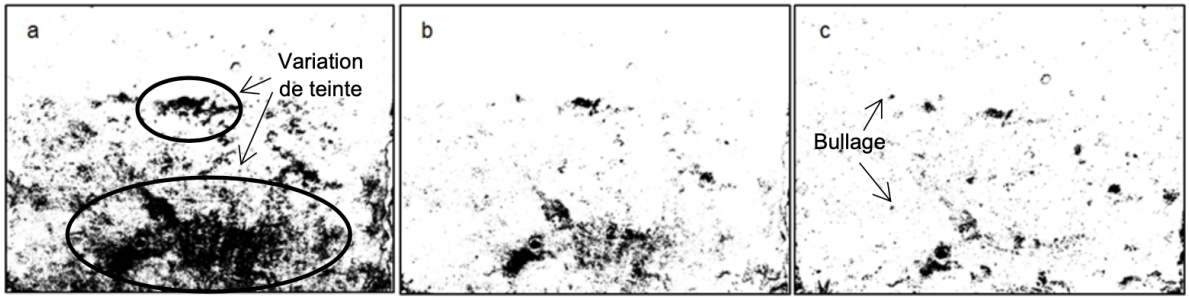


FIGURE 2.67 – Exemple d'une analyse d'image pour une huile végétale recyclée à 1 jour (a), 3 jours (b) et 7 jours (c)[72]

L'analyse d'images complète la notation à vue, elle permet de suivre l'évolution de la qualité du parement. Une évolution de la teinte se manifeste mais elle atteint souvent une teinte homogène au bout de 7 jours. Il est donc recommandé de noter ou de valider un parement de béton au minimum 7 jours après son décoffrage.

Actuellement des analyses se poursuivent sur des surfaces bakélisées et sur des surfaces autoadhésives sans application d'agents de démoulage.

Dans la dernière partie, je vais détailler les recherches effectuées sur les matériaux argileux et les sous-produits à base de cendres volantes.

3 Etude des matériaux cimentaires à base de sous-produits

Cet axe de recherche est le plus récent pour moi. Des travaux sur la valorisation de la sciure de peuplier dans les matrices cimentaires ont déjà été étudiés par notre équipe avant mon arrivée, par la thèse de JG Ndong Endone [114] et le stage post-doctoral de Zhi Xing [115]. Ils ont travaillé sur la mise en forme de briques et de blocs de béton par extrusion ou vibrocompaction en substituant une partie du sable par des sciures de peuplier. Depuis 2018, des recherches se poursuivent sur l'intégration de fibre Alpha [116] ou de lin dans les matrices cimentaires ou encore sur la confection de brique par l'intermédiaire de pulpe de betterave.

De mon côté, une opportunité de collaboration est intervenue avec l'Université de Yaoundé sur l'étude des matériaux argileux et des propriétés pouzzolaniques (Bourse Erasmus Mundus) avec la thèse (T3) effectuée par **Claudia Charlotte Tchamo Leussa** en 2015. Cette collaboration a permis à l'équipe de renforcer ses connaissances en analyses minéralogiques et chimiques et en activité pouzzolanique des mélanges cimentaires avec sous-produits. Les recherches faites se sont portées sur la caractérisation mécanique et physico-chimique d'un mortier composé d'hydroxyde d'aluminium et d'un produit local du Cameroun, le kaolin.

Les caractérisations ont été faites sur deux types de kaolins : un kaolin du Cameroun et un kaolin commercial afin d'élaborer un nouveau matériau de construction. Tout d'abord, après des analyses minérales et chimiques, l'étude a été faite par substitution du ciment par de l'argile de kaolinite commerciale afin d'identifier les formulations les plus intéressantes pour optimiser celles faites avec le kaolin du Cameroun. Pour ce faire, des formulations de mortier ont été réalisées et une analyse par indice d'activité a été faite à 7 et 28 jours. Dans un second temps, le kaolin commercial a été substitué par l'hydroxyde d'aluminium amorphe à 10% et 20%. L'étude consiste à développer un produit utilisable dans la construction et valoriser une partie des produits locaux du Cameroun.

De plus, pour développer l'étude sur les matériaux cimentaires avec sous-produit, j'ai, en 2016, monté et déposé avec le Professeur Chafika Djelal, un dossier **ADEME GRAINE** en vue de valoriser les cendres de biomasse. Le dossier avait été retenu en phase 1 mais non financé en phase 2. En avril 2018, l'ADEME nous sollicite pour financer ce projet via quelques améliorations, en intégrant par exemple un centre technique (CERIB). Le projet est intitulé « Valorisation des cendres de chaudière BIomasse dans l'élaboration de Matériaux composites pour le Génie Civil ». Il a démarré en septembre 2018 pour une durée de 24 mois et un budget total de 480 000 €TTC.

L'idée forte de ce projet est de permettre la fabrication de blocs de béton dont une partie de ciment a été substitué par des cendres volantes de biomasse. L'étude passe par plusieurs étapes de caractérisation, de la cendre, du mortier et du béton sec avec des essais en laboratoire et en chaîne industrielle.

Pour mener à bien ce projet, un **ingénieur de recherche (Issam Laiymani)**, un **stagiaire en Master 2 (Manh-Hung Nguyen)** et un **stagiaire post-doctoral (Vincent Dappe)** ont été recrutés.

En effet, l'Union Européenne s'est fixée l'objectif de satisfaire 20% de sa consommation finale d'énergie par les énergies renouvelables à l'horizon 2020. Cette ambition se traduit par une cible de 23% pour la France déclinée par filière : chaleur (géothermie, biomasse, solaire, pompes à chaleur, part renouvelable des déchets) à 33%, électricité à 27% et transports à 10,5%. Le développement de la filière biomasse entraîne donc de plus en plus de production de cendres. La société DALKIA, Bois Energie France, possède 450 chaudières biomasse en France. Celles-ci produisent de la chaleur (chauffage et eau chaude sanitaire) à partir de la combustion de bois de palettes non traitées ou de broyat avec pour conséquence directe une production d'environ 50 000 tonnes de cendres de deux types : les cendres sous-foyers (90%) et les cendres volantes 10%). La filière agricole est actuellement la principale voie de valorisation. Mais les coûts de stockage ou les frais d'épandage conduisent à trouver d'autres voies d'utilisation. La filière BTP serait une possibilité pour valoriser ces sous-produits.

Un consortium s'est créé avec trois laboratoires, un centre technique industriel et deux entreprises : l'ER3 du LGCgE (Université d'Artois), le Laboratoire Cyclann de l'EME (Bretagne), le pôle Sciences des Matériaux de la Faculté Polytechnique de Mons (Belgique), le CERIB (Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie du Béton), l'entreprise Biallais Industries fabricant de blocs béton et Dalkia Bois Energie Nord-Ouest leader du service énergique. Le pilotage du projet est assuré par l'équipe ER3 - Université d'Artois (Pr. Chafika Djelal et Dr. Laurent Libessart).

Je me suis particulièrement investi dans les LOT 4 et LOT 5 qui correspondent à la caractérisation des mortiers et des bétons secs à base de cendres volantes de biomasse (CVB). L'ingénieur de recherche Issam Laiymani et un collègue, nommé en septembre 2018, (Dr. Jonathan Page) ont également participé à cette étude. Les formulations de mortiers ont été caractérisées aux états frais et durci à des taux de 0 à 100% de substitution de ciment par les cendres (**Stage de M2 de Manh-Hung Nguyen**). De plus, durant ce stage de Master, l'étude a été également orientée sur la demande en eau des cendres, sur les essais calorimétriques et sur l'ouvrabilité des mortiers. La partie sur les blocs de béton a été développée avec le Post-doc de Vincent Dappe.

Pour continuer sur la thématique, en 2020, un second projet a été déposé par Pr. Chafika Djelal et Dr. Jonathan Page à l'ADEME GRAINE et accepté sous l'intitulé "Valorisation des cendres de biomasse en tant que granulats et filler dans des blocs de construction" et la **thèse de Florian Schlupp** (T4) a démarré le 1 octobre 2020 sur cette même problématique. Le but étant de valoriser les cendres de sous-foyers des centrales biomasse bois en substituant une partie du sable des formulations de blocs de bétons creux.

Pour ces études, les équipement utilisés pour les caractérisations minéralogiques et chimiques des matières premières sont donnés dans le tableau 2.2. La majeure partie des analyses minéralogiques et chimiques ont été faites à UMONS par l'intermédiaire du Pr. Maurice Gonon. Mais, au vu des appareils utilisés et des projets en cours, notre équipe a investi, en 2019, dans l'achat d'un ATG 2500 Regulus de NETSCH afin de pouvoir réaliser les mesures directement au laboratoire.

Appareil	**Paramètre mesuré**
DRX - Diffractométrie de Rayons X	Analyse minéralogique
ATG - Analyse Thermo Gravimétrique	Analyse de la variation de masse
Blaine	Surface spécifique des poudres
MEB - Microscope Electronique à Balayage	Analyse d'images
MEB - EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)	Analyse chimique élémentaire

TABLE 2.2 – Dispositifs de caractérisations minéralogique et chimique utilisés

Le tableau 2.3 présente, quant à lui, les équipements nécessaires pour la caractérisation des pâtes et des mortiers à l'état frais et à l'état durci.

Appareil	**Paramètre mesuré**
Sonde Vicat	Temps de prise et demande en eau
Essai La Chapelle "Modifié"	Activité pouzzolanique
Table à secousses	Ouvrabilité des mélanges cimentaires
Calorimètre isotherme	Temps de début et fin de prise
Presse hydraulique	Résistances à la traction et la compression
MEB - EDS	Analyse chimique élémentaire
ATG - Analyse ThermoGravimétrique	Analyse de la variation de masse

TABLE 2.3 – Dispositifs de caractérisation des pâtes et des mortiers à base de sous-produit

Pour résumer, la première étude consiste à mettre au point un co-produit argile et hydroxyde d'aluminium afin de valoriser une partie des produits locaux du Cameroun enrichi en minéraux argileux (gibbsite) dont le diamètre est inférieur à 20 μm sans calcination. Deux types de kaolins, l'un commercial acheté en France et l'autre prélevé à l'état brut au Cameroun, ont été caractérisés par des analyses chimiques, minéralogiques et thermiques avant d'être enrichis en hydroxyde d'aluminium amorphe à des substitutions de 10% et 20%.

La deuxième étude porte sur les cendres volantes de biomasse pour les incorporer dans une matrice cimentaire. Les méthodes de formulations basées sur la substitution au ciment ou l'addition ont été analysées afin de trouver le meilleur taux d'incorporation de cendre. Comme pour les argiles, les cendres volantes ont été caractérisées par des analyses chimiques, minéralogiques, thermiques et mécaniques.

3.1 Etude des propriétés minéralogiques et chimiques des sous-produits

Suite à l'arrivée d'une nouvelle économie basée sur l'utilisation des ressources naturelles pour limiter la pollution environnementale, la valorisation des matériaux argileux apparaît comme une solution économique et durable à ce problème dans le domaine de la construction depuis quelques décennies.

Au Cameroun, il existe de vastes gisements de minéraux argileux et plus particulièrement de kaolins qui n'ont pas encore été étudiés comme matériaux de construction [117, 118, 119, 120]. Certains gisements contenant du kaolin/gibbsite sont déjà utilisés dans la fabrication des matériaux réfractaires. Les argiles kaolinites, par la réactivité qu'offre leur structure lorsqu'elle se trouve à l'état amorphe, sont les matériaux les plus utilisés pour l'élaboration de ciment. Les argiles kaolinitiques du Cameroun enrichies en gibbsite possèdent une structure quasi amorphe. Cette structure leur confère de fortes propriétés mécaniques qui atteignent les valeurs proches de leurs produits calcinés à 700°C [117, 121].

En France, la valorisation de sous-produits industriels fait partie intégrante du paysage du Génie Civil. En effet, les apports de ses composés améliorent nettement les performances du béton comme par exemple l'emploi des cendres volantes des centrales thermoélectriques [125]. En effet, elles peuvent être intégrées en tant que granulats, dans les bétons et mortiers, et venir en substitution du ciment [126]. Dans le cadre de cet usage, elles doivent répondre aux exigences de qualité proposées par la norme NF EN 450 – Octobre 1995 – (Classement P18-050) et son annexe nationale – « Cendres volantes pour béton – Définition, exigences et contrôle de qualité ». Elles sont employées avec un taux de l'ordre de 80 à 100 kg/m^3 de béton. En effet, du fait de leur activité pouzzolanique consommant la portlandite, les cendres volantes augmentent les résistances mécaniques à long terme des bétons, améliorant de fait leurs résistances aux attaques chimiques et donc leur durabilité. Ces deux avantages proviennent également de la compacité que fournit au béton leur ajout (effet filler) [127].

Au vu des recherches faites sur les cendres, l'utilisation des cendres volantes de biomasse peut donc être une source intéressante de valorisation pour le Génie Civil. Par exemple, un groupe de chercheurs du département Génie Civil de l'Université de Grenade vient de développer un béton autocompactant à partir de cendres provenant de la combustion de granulés fabriqués avec les restes d'élagages d'oliviers [128]. Ils pensent au vu des résultats de cette étude que l'utilisation de cendres volantes de biomasse en tant que filler dans le béton autocompactant est possible.

En France, en 2016, le CERIB [129] a réalisé une étude sur une valorisation croisée de co-produits industriels (papeterie et fonderie). Une cendre de biomasse était présente. Ils ont montré l'intérêt de son emploi sur l'amélioration de la rhéologie des mortiers ainsi qu'en tant que liant sur une substitution du ciment à des taux inférieurs à 10% en confection de béton auto-plaçant. Une dernière étude récente a été réalisée au Québec (Sherbrooke) [130] en 2016 sur l'optimisation des cendres volantes et grossières de biomasse pour les bétons compactés au rouleau et dans les bétons moulés à sec. Ils ont réalisé des substitutions de 15% à 30% de cendres dans diverses compositions.

Quelles que soient les études menées, il est important au départ de connaître les compositions minéralogiques et chimiques des composés présents dans le co-produit à valoriser.

Au vue de la bibliographie, nous nous sommes basés, dans un premier temps, sur la norme ASTM C618 pour connaître les caractérisations nécessaires pour définir si les matériaux sont pouzzolaniques :

— $\%\ SiO_2 + \%\ Al_2O_3 + \%\ Fe_2O_3 > 70\ \%$;
— Son indice d'activité I est : $0{,}67 < \mathrm{I} < 1$;
— Sa teneur en verre $> 34\ \%$.

Pour identifier les phases cristallines présentes dans les matériaux, la diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée par comparaison avec un fichier de références J.C.P.D.S. (Joint Committee on Powder Diffraction Standard). Il est également possible de calculer leur degré de cristallinité et les paramètres de mailles associés. La diffractométrie de Rayons X a été faite par l'intermédiaire du Pr. Maurice Gonon à UMons sur les échantillons K, Kc, et AH_3 à l'état brut et sur les matériaux cimentaires obtenus à partir des différents échantillons bruts [122, 123]. La figure 2.68 présente les mesures obtenues sur les trois échantillons étudiés dans la thèse de CC Tchamo Leussa.

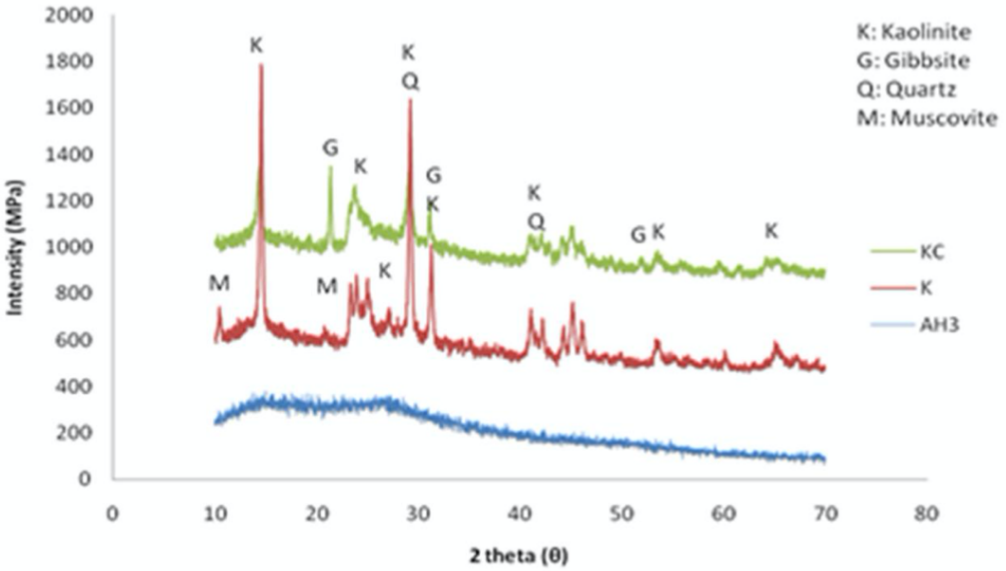


FIGURE 2.68 – Exemple de diffractogrammes (DRX) du Kaolin commercial, du Kaolin du Cameroun et de l'Hydroxyde d'aluminium [122]

Il ressort que le kaolin commercial K et le kaolin du Cameroun Kc contiennent d'après les fiches J.C.P.D.S comme minéral principal, la Kaolinite. Les minéraux secondaires sont la Muscovite et le Quartz pour le kaolin commercial et la Gibbsite et le Quartz pour le kaolin du Cameroun. L'analyse chimique faite par analyse EDS-MEB a également montré une somme des oxydes (SiO_2 + % Al_2O_3 + % Fe_2O_3) de 97,49% et 97,94% respectivement pour K et Kc. Ainsi, ces matériaux peuvent convenir pour une réaction pouzzolanique. Les oxydes Al_2O_3 et SiO_2 sont les ingrédients fondamentaux pour une réaction pouzzolanique. Durant cette réponse, ces oxydes réagissent avec le CaO du ciment ou de la chaux pour donner les gels de CSH ou de CASH qui provoquent une compacité du matériau et le rend ainsi plus résistant.

Concernant les cendres volantes de biomasse, les analyses DRX des échantillons de cendres provenant de la chaufferie biomasse de la ville de Calais (62) ont révélé la présence de phases cristallines attendues pour ce type de cendres, à savoir majoritairement CaO (39 – 55%), $CaCO_3$ (37 – 50%) et SiO_2 (8 – 12%). D'autres phases cristallines sont également présentes dans des proportions bien moindres ($Ca_{10}K(PO_4)_7$; $Mg_2P_2O_7$; $Ca_3(PO_4)_2$; Ca_2SiO_4). L'allure du diffractogramme (Figure 2.69) ne laisse pas présumer la présence d'une quantité significative de phase amorphe (pas de dôme amorphe nettement visible).

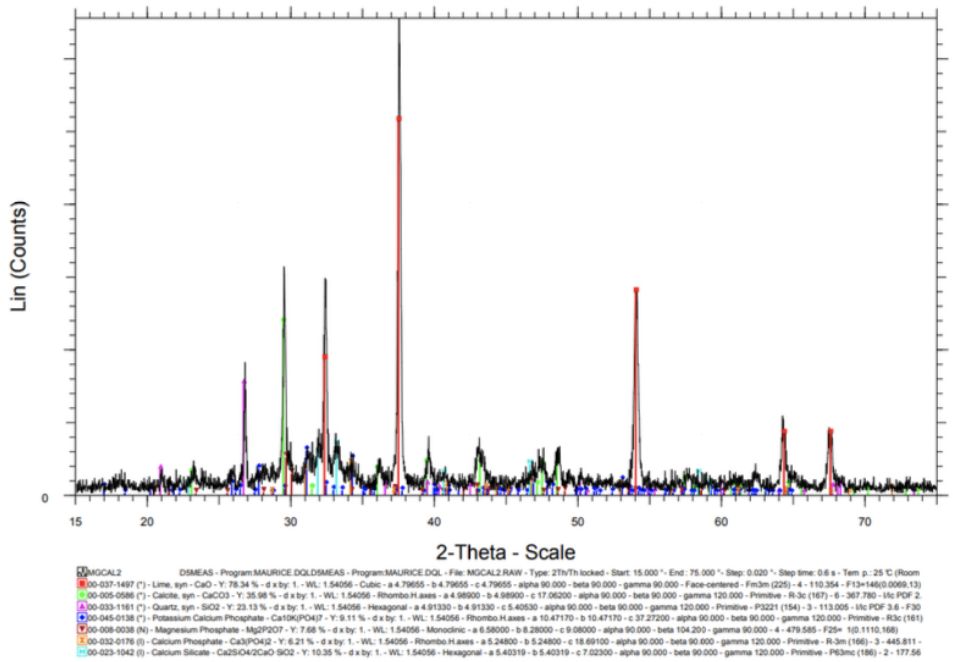
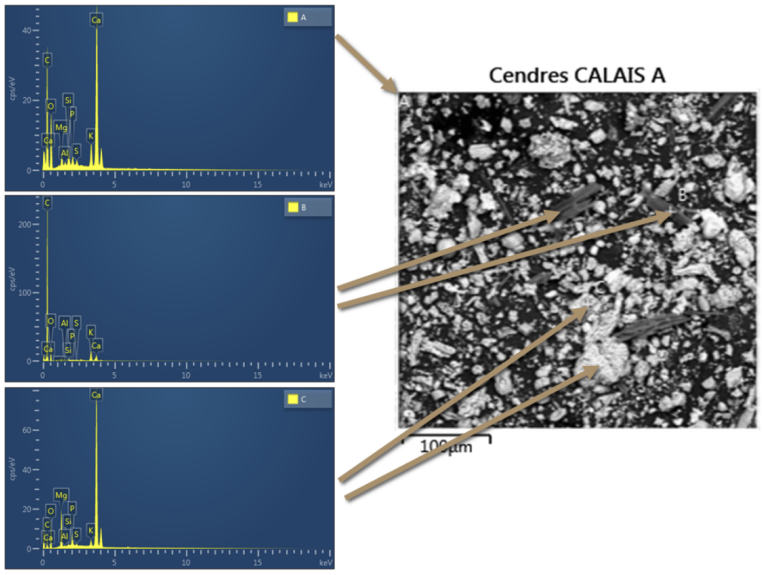


FIGURE 2.69 – Exemple de diffractogrammes (DRX) des cendres volantes de biomasse étudiée

Pour compléter les connaissances sur les matériaux, une acquisition d'image de la morphologie des cendres a été réalisée par microscopie électronique à balayage (UMons), la figure 2.70 présente un exemple sur les cendres volantes de la biomasse de Calais.



	A	B	C
Élément	% masse	% masse	% masse
C	0,00	94,57	22,58
Mg	5,27	0,32	11,97
Al	0,66	0,04	0,08
Si	4,91	0,07	0,29
P	2,94	0,05	3,21
S	2,02	0,07	0,48
K	8,38	3,02	1,95
Ca	75,81	1,87	59,44
Total:	100,00	100,00	100,00

FIGURE 2.70 – Images SEM et analyses EDS des cendres provenant de la chaufferie de Calais

La figure 2.70 montre bien la présence importante de calcium (Ca) et la présence d'imbrulés (en B).

Dans notre cas, au vu des analyses ICP (UMons), les cendres volantes étudiées ont un très faible effet pouzzolanique (SiO_2 + % Al_2O_3 + % Fe_2O_3 = 21,6%). Elles pourraient avoir un effet d'hydraulicité latente à long terme de part la présence de chaux (CaO). De même, il est important de contrôler la présence de métaux lourds et pour nos cendres, la somme des éléments As, Ba, Cd, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Zn, Hg est inférieure à 0,103%.

Pour confirmer certains résultats sur les matériaux argileux, des analyses thermogravimétriques ont été réalisées à l'aide d'un appareil NETZSCH STA 409 sous flux d'air de 75 L min^{-1} avec élévation de température de 5°C min^{-1}. Sur la figure 2.71, nous pouvons voir les courbes obtenues sur les argiles K et Kc, qui présentent la perte de masse de 5,5% due à la décomposition de la gibbsite autour de 300-350°C en Kc et la perte de masse caractéristique liée à la kaolinite entre 400 et 700°C qui est de 11,5% pour K et 10,5% pour Kc.

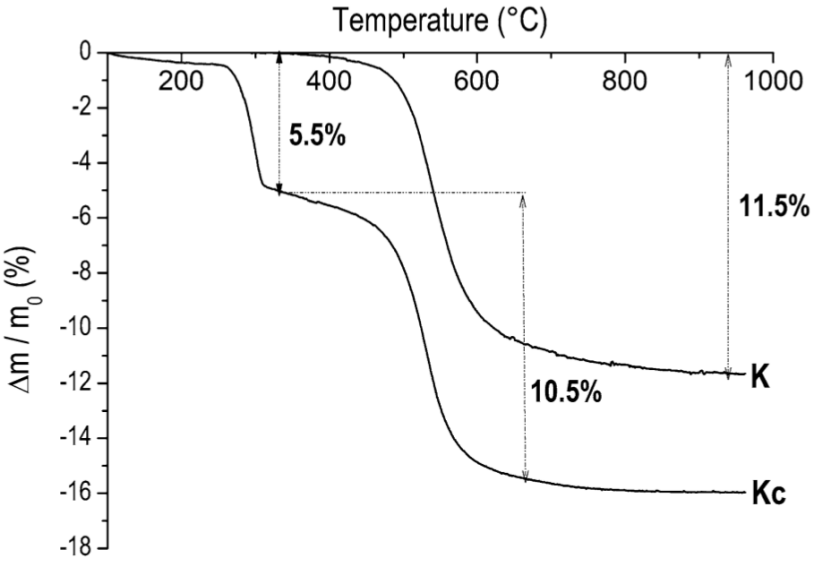


FIGURE 2.71 – Courbes ATG pour les argiles K et Kc

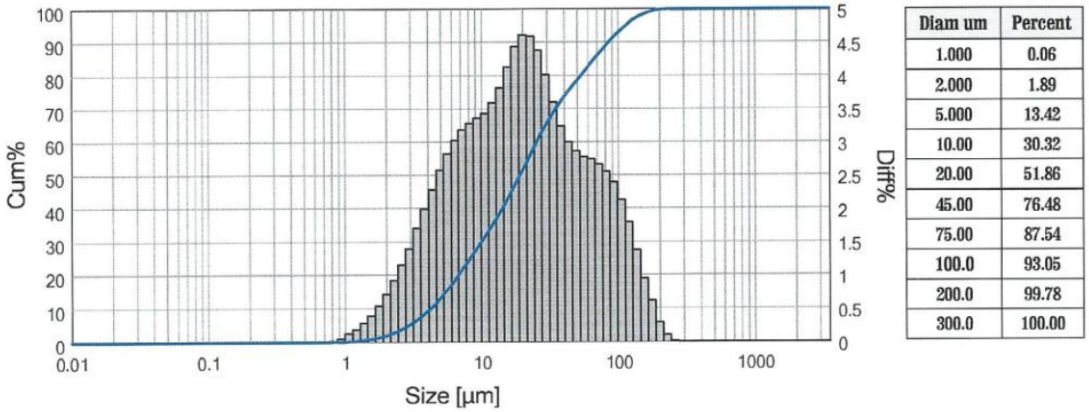
Il ressort que la composition minéralogique du Kaolin du Cameroun diffère de celui commercialisé par la présence de 8% de gibbsite dans sa structure et d'une kaolinite à l'état semi-amorphe.

Concernant l'étude des cendres volantes de biomasse et pour compléter ces mesures minéralogiques, il peut être intéressant de déterminer des paramètres physiques importants pour la composition du béton tels que la masse volumique absolue, la surface spécifique et la demande en eau. En effet, pour avoir une idée de la demande en eau des cendres, la connaissance de la surface spécifique Blaine (cm^2/g) est impérative. Elle représente la surface totale par unité de masse du produit accessible aux atomes et aux molécules. La demande en eau croit proportionnellement à la surface spécifique. Le perméabilimètre de Blaine permet la mesure de la surface spécifique des ciments selon les normes EN 196-6 et ASTM C204.

Avant la mesure, il est nécessaire de déterminer la masse volumique absolue des cendres par le densitomètre "Le Chatelier". Le liquide employé ne doit pas être réactif avec le ciment (chaux). La moyenne de la masse volumique absolue mesurée après trois essais est de 2,54 g/cm^3. Cette valeur est proche de celle des cendres volantes de charbon (2,6 g/cm^3).

Concernant les cendres volantes étudiées, la surface spécifique Blaine mesurée est de 6290 cm^2/g. Elle est plus de deux fois supérieures à celle du ciment (3000cm^2/g pour un CEMI 42.5) ce qui indique une forte demande en eau. Il est important dans un premier temps de déduire la quantité d'eau absorbée par les cendres volantes pour en prendre compte lors des formulations sur mortiers [131].

Afin de déterminer la courbe ganulométrique des cendres volantes de biomasse de Calais, une granulométrie laser a été faite à l'Ethanol. La figure 2.72 montre la répartition des diamètres. En comparaison au ciment, les cendres volantes utilisées sont dans la même gamme de diamètre. Les CVB peuvent donc intéressantes dans le cas de la substitution du ciment.



Diam um	Percent
1.000	0.06
2.000	1.89
5.000	13.42
10.00	30.32
20.00	51.86
45.00	76.48
75.00	87.54
100.0	93.05
200.0	99.78
300.0	100.00

FIGURE 2.72 – Courbe granulométrique laser des cendres volantes de biomasse

3.2 Valorisation des sous-produits dans les matériaux cimentaires

Caractérisation des matériaux en laboratoire

Il est désormais important de comprendre comment les sous-produits vont se mettre en œuvre dans les matrices cimentaires.

Pour la valorisation des cendres volantes de biomasse (CVB), la norme NF EN 450 d'octobre 2005, « Cendres volantes pour béton - Partie 2 : Evaluation de la conformité » va nous servir de base pour vérifier leur conformité. Cette norme est accompagnée du fascicule de documentation FD CEN/TR 15840, qui date de février 2009. La suite des études a été réalisée sur des pâtes et des mortiers . **Issam Laiymani** et **Manh-Hung Nguyen** ont participé à cette partie.

Dans un premier temps et comme vu précédemment, la valeur de la perméabilité de Blaine nous indique que les cendres de biomasse auront une plus forte demande en eau que le ciment. Il est donc nécessaire de déterminer la demande en eau des cendres volantes de biomasse (CVB) avec la norme EN 193-3 avec la sonde Vicat sur des pâtes de ciment. L'essai consiste à varier la quantité d'eau jusqu'à obtenir un enfoncement de la tige tel que d= 6mm ± 1mm. Ceci permet d'atteindre une consistance dite normalisée. Dans notre cas, nous avons déterminé une correction d'eau de 22,1% pour les différents taux de substitution [132]. Ensuite, les formulations de mortiers ont été basées sur la norme NF EN 196-1. Pour chaque étude, une formulation de référence est créée (MR ou Mc) qui correspond à un mortier dont la formulation est calquée sur celle d'un mortier normalisé. Les formulations de mortiers à base de cendres volantes sont créées avec un E_{tot}/L = 0,5 et des taux de substitution de ciment par les CVB de 10%, 20%, 30%, 40% et 50%. Pour l'étude sur l'argile du Cameroun, l'incorporation du kaolin et de l'hydroxyde d'aluminium est faite par substitution massique du ciment. Par exemple, le mortier M(Ka)b signifie que le ciment a été substitué à hauteur de b% par le kaolin de référence substitué lui-même à hauteur de a% par l'hydroxyde d'aluminium amorphe. Plusieurs auteurs ont indiqué que la substitution optimale du ciment avec du Métakaolin dans le mortier est de 20% avec des rapports E_{tot}/L de 0,5 à 0,55 [132]. Il a été décidé de prendre pour nos formulations un E_{tot}/L égal à 0,55 sans correction d'eau.

Le mélange de mortier est ensuite coulé dans un moule pour la préparation de trois éprouvettes prismatiques de dimension 4x4x16cm. Les éprouvettes sont démoulées 24h après leur fabrication et sont conservées hermétiquement dans une armoire humide maintenue à une température de 20°C ± 1°C et une humidité relative supérieure à 90%. Les éprouvettes prismatiques obtenues peuvent être ensuite être testées à la flexion et à la compression à 7, 14, 28 et 90 jours suivant les conditions de l'étude. L'essai de rupture est réalisé selon la norme NF EN 196-1 sur trois éprouvettes identiques.

Pour l'étude sur le kaolin du Cameroun (Kc), l'activité pouzzolanique des différentes formulations a été évaluée par méthode indirecte en mesurant l'indice d'activité (Rapport de la résistance à la compression des formulations avec la résistance du mortier de référence) des différents échantillons, les résultats sont présentés à la figure 2.73.

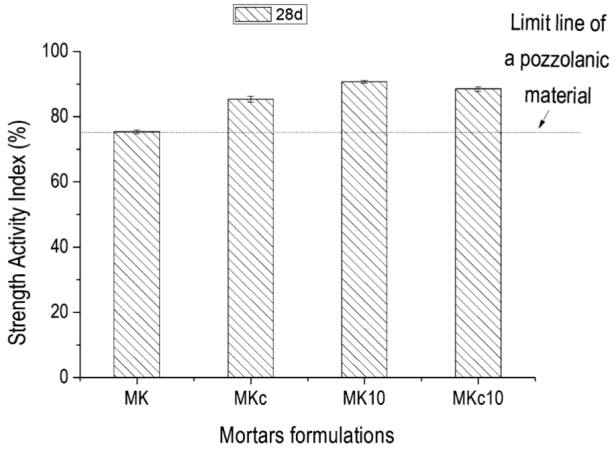


FIGURE 2.73 – Activité pouzzolanique par la méthode de l'indice d'activité à 28 jours [123]

La méthode directe est réalisée par l'essai «Chapelle modifié» [123]. Il révèle que les deux kaolins (Figure 2.74), lorsqu'ils sont enrichis en hydroxyde d'aluminium amorphe présentent une activité pouzzolanique. De même, le kaolin du Cameroun (Kc) substitué à 10% d'hydroxyde d'aluminium est plus pouzzolanique [121].

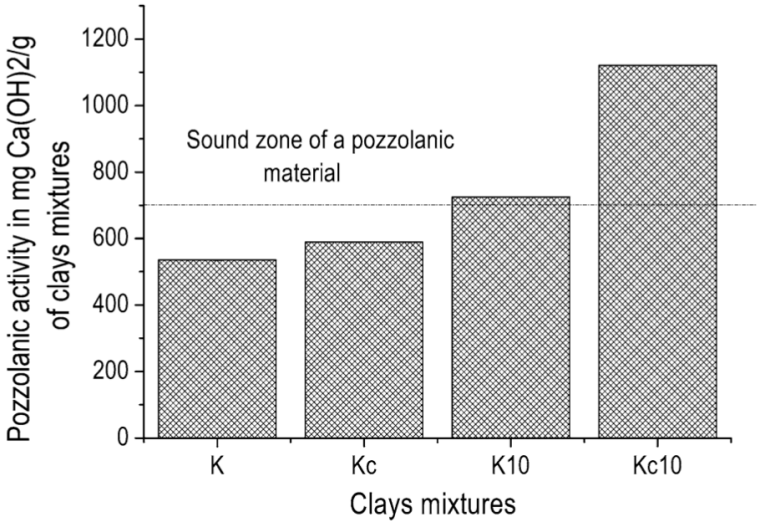


FIGURE 2.74 – Activité pouzzolanique par essai de Chapelle des argiles (K et Kc) et des mélanges d'argiles - 10% en poids d'hydroxyde d'aluminium amorphe (K10 et Kc10) [123]

Concernant les essais mécaniques, ils ont montré que la substitution du ciment par le kaolin commercial (K) contenant 10% d'hydroxyde d'aluminium amorphe améliore les propriétés mécaniques des mortiers au 28ième jour par rapport à ceux faits de kaolin commercial seul ou substitué à 20% d'hydroxyde d'aluminium amorphe. Il confirme l'existence d'un seuil maximal d'hydroxyde d'aluminium à introduire dans les formulations. Le kaolin du Cameroun (Kc) quant à lui présente une activité pouzzolanique à 7 et 28 jours et des indices d'activité supérieurs à la formulation enrichit à 10% d'hydroxyde d'aluminium.

Pour compléter l'analyse des sous-produits argileux, les mesures à la Diffractométrie de Rayons X et à la Microscopie Electronique à Balayage faites sur les mortiers (Figure 2.75) ont montré que plus l'hydroxyde d'aluminium amorphe est substitué au ciment, plus il bloque la formation de C-S-H dans les mortiers. Celui-ci en se libérant plus tard augmente les résistances en compression des mortiers à long terme. Je conseille au lecteur de se référer à l'annexe 4 article G pour davantage de détails.

Il a donc été montré que l'incorporation d'hydroxyde d'aluminium amorphe a favorisé l'amélioration de l'activité pouzzolanique des argiles kaolinitiques. Elle était plus grande lorsque l'argile contenait à l'origine du gibbsite. L'hydroxyde d'aluminium amorphe a stimulé la formation de phases hydratées métastables en inhibant temporairement les réactions d'hydratation du ciment à un âge précoce. Avec le temps, le processus de transformation graduelle a conduit à la formation de phases hydratées plus stables. Les argiles kaolinitiques brutes contenant de l'hydroxyde d'aluminium sont des matériaux de remplacement prometteurs lorsqu'ils sont mélangés avec du ciment Portland.

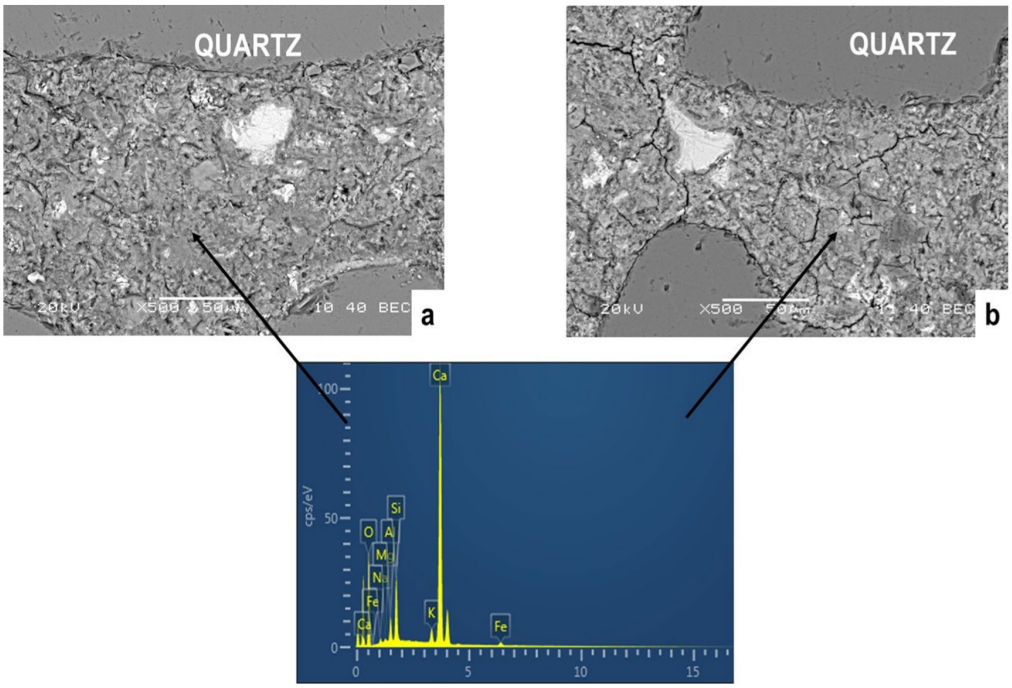


FIGURE 2.75 – Images MEB du mortier de ciment poli de MK10 (a) et MKc10 (b) avec courbe EDX des zones de la matrice. [123]

Pour l'étude sur les cendres volantes de biomasse (CVB), les essais à la compression sur les éprouvettes prismatiques ont eu lieu à 7, 28 et 90 jours [131, 133]. La figure 2.76 illustre les ruptures obtenues pour des taux de substitution de 10% et 20%. La figure 2.77 présente les résultats à la compression de mortiers faits à base de CVB avec et sans correction d'eau. Pour les mortiers sans correction de l'eau, la résistance à la compression diminue de 30% pour un taux de substitution de 20% de CVB, et de 79% pour 40% de CVB. Ainsi, plus le taux de substitution de cendres volantes augmente, plus la diminution de la résistance est importante. Dans le cas des mortiers avec la correction d'eau, la chute de résistance est davantage prononcée pour les faibles taux de substitution (10% et 20%). Par comparaison, la résistance à la compression diminue de 40% pour un taux de CVB de 20%, et de 63% pour 40% de CVB. Par ailleurs, la correction d'eau permet d'aller jusqu'à un taux d'incorporation de 50% de cendres de biomasse, ce qui était impossible sans la correction d'eau, du fait de la consistance du mortier [133].



FIGURE 2.76 – Photos de la rupture d'une éprouvette prismatique composée de cendre de biomasse à 10% et 20% (MC10 et MC20)

Au vu de ces résultats, les conclusions sont de limiter le taux de substitution à 25%, de ne pas corriger la quantité d'eau et de réaliser des essais sur béton en substitution et en addition avec des pourcentages de 10% et 20%.

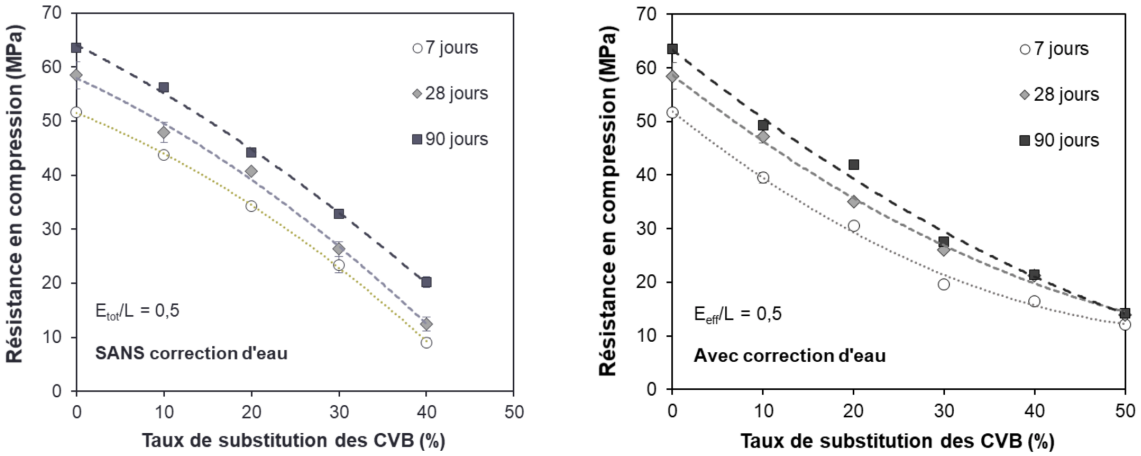


FIGURE 2.77 – Évolution résistance à la compression des formulations à base de CVB sans (a) et avec correction d'eau (b) [132]

Valorisation industrielle de sous-produits

Pour la suite de l'étude sur les cendres de biomasse, des essais sur des blocs creux de béton ont été réalisés. La formulation de ce type de béton pour du bloc vibrocompacté est très différente de celle d'un béton coulé en place. Elle se fait en conformité avec la norme NF EN 771-3 CN. C'est pourquoi le CERIB apporte son expertise sur la formulation des bétons. La formulation est basée sur celle de l'entreprise Biallais pour la confection de blocs B60 c'est à dire que les blocs doivent atteindre plus de 6 MPa de résistance à 7 jours. L'étude venant de se finir (janvier 2021), je ne pourrai pas présenter tous les résultats obtenus mais j'essaierai de donner les principales conclusions.

Dans un premier temps, le béton est mis en forme par vibocompactage au laboratoire avec l'arrivée de **Vincent Dappe**. Au vu des résultats sur mortier, les taux d'addition (A) ou de substitution (S) de CVB de 10% et 20% ont été retenus. Une dernière formulation composée d'une substitution de 10% de CVB couplé avec 20% d'addition de CVB a été également étudiée. Les formulations seront nommées S10, S20, A10, A20 et S10/A20).

La fréquence, la durée de vibration et la force de compression ont été optimisées afin de respecter au mieux les conditions de fabrication industrielle [114]. Les paramètres étudiés sont un temps de vibration de 5s, 10s et 15s et une force de compression de 1kN, 2kN et 4kN avec 3 éprouvettes par condition. Pour notre étude, il a été retenu un temps de vibration de 10s et une force de compression de 2kN (Figure 2.78). La confection des éprouvettes est basée sur la masse volumique des blocs industriels.



FIGURE 2.78 – Dispositif de vibrocompactage (gauche) - Eprouvettes réalisées (droite)

Pour finir, la chaîne de production de l'entreprise Biallais a été utilisée pour valider ce couple formulation/process (Figure 2.79). La production des blocs de béton est entièrement automatisée. Les différents matériaux nécessaires à la formulation des bétons (gravillons, sable et ciment) sont acheminés via des trémies équipées de pesons, ce qui permet de délivrer la quantité nécessaire de chaque matériau dans le malaxeur. Un panneau de contrôle permet d'introduire les quantités désirées de chaque matériau.

Le mélange est effectué à sec (sans rajout d'eau) dans un premier temps afin d'homogénéiser l'ensemble. En effet, les différents matériaux étant stockés à l'extérieur des bâtiments, ils possèdent déjà une teneur en eau initiale. A la fin de cette première étape de malaxage, une partie du mélange présent dans le malaxeur est prélevé par un opérateur afin de déterminer la teneur en eau du mélange. La teneur finale en eau devant être de 5%, il est donc nécessaire de rajouter (dans la plupart des cas) un complément d'eau afin d'atteindre cette valeur. Un temps de malaxage de 45 secondes après ajout d'eau a été choisi suite à l'ajout des cendres pour permettre une hydratation homogène et complète du mélange.



FIGURE 2.79 – Presse vibrante Biallais Ind. (gauche) - Blocs réalisés (droite)

Au laboratoire la rectification des éprouvettes testées est réalisée avec des membranes en caoutchouc (Figure 80a). Chez Biallais Ind., les essais de compression sont réalisés sur des blocs dont les surfaces sont rectifiées au soufre (Figure 80b) afin de les rendre planes.

Le surfaçage permet d'exercer une force uniforme sur l'ensemble de la surface du bloc.

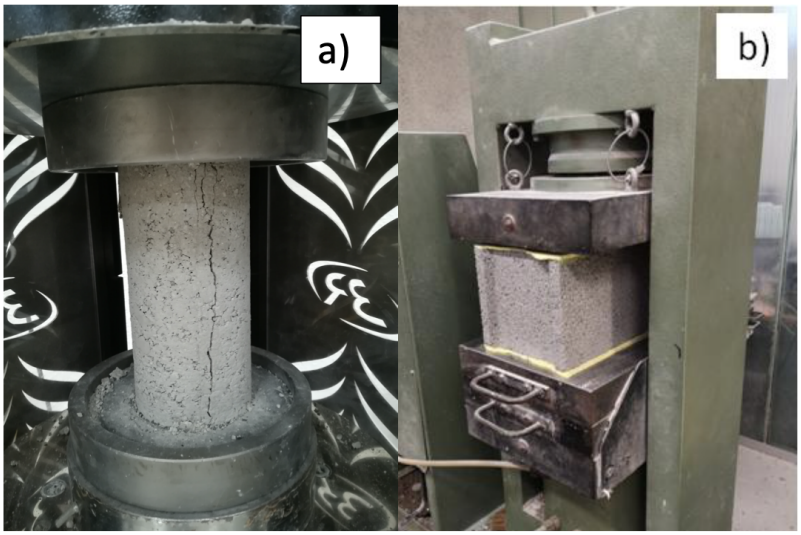


FIGURE 2.80 – Eprouvette cylindrique de laboratoire (a) - Bloc de béton industriel (b)

Les mesures réalisées après confection sur la presse vibrante de Biallais Ind. présentent les même variations en terme de réduction des résistances par rapport au témoin. Plusieurs mélanges ont atteint les 6MPa de résistance demandée à 7 jours. Sur les cinq formulations étudiées seule la S20 ne remplit pas le critère des 6MPa à 7 jours. Les premiers retours montrent une tendance similaire au laboratoire (Figure 2.81) sur les résistances à la compression. Néanmoins, les résistances des éprouvettes vibrocompactées en laboratoire sont supérieures à celles obtenus sur les blocs en industrie. En effet, certains paramètres industriels sont différents du laboratoire (Blocs creux vs éprouvette cylindrique pleine, vibration verticale en industrie vs vibration horizontale au laboratoire, ...).

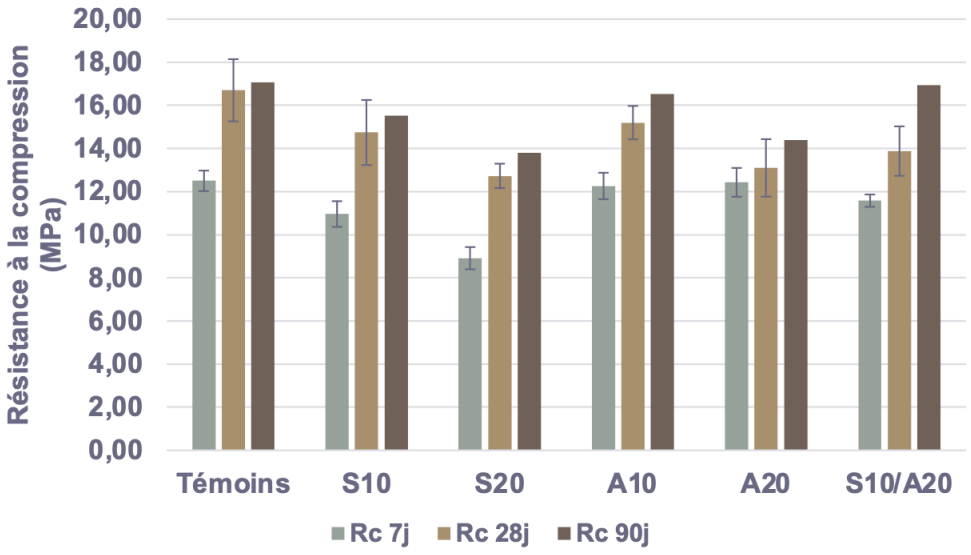


FIGURE 2.81 – Résistances à la compression des éprouvettes vibrocompactées en laboratoire

Pour finir, les mesures de variations dimensionnelles réalisées au CERIB montrent une stabilité des blocs dans le temps, aucun bloc n'a dépassé la valeur seuil de 0,45mm/m (gonflement - retrait) de la norme NF EN 772-14. L'étude vient de se terminer et les premières conclusions sont positives. En effet, il a été possible de mettre en forme en filière industrielle des blocs de béton creux à base de cendre volante de biomasse. Cette étude pourrait être également étendue à d'autres sous-produits plus complexes (hétérogénéité élevée). A cette date, le rapport a été finalisé et envoyé à l'ADEME. Une étude économique est à réaliser plus en détail afin de chiffrer l'impact de l'incorporation de CVB dans les blocs de béton.

Comme énoncé précédemment, pour développer cette thématique, un dossier ADEME GRAINE 2020 a été déposé et accepté. De même, une thèse a débuté en octobre 2020 par le recrutement de **Florian Schlupp**, "Valorisation des cendres de biomasse en tant que granulats et fillers dans des blocs de construction" sous la direction de Pr. Chafika Djelal et avec les co-encadrements de Dr. Laurent Libessart et de Dr. Jonathan Page. Pour ces suites, nous nous orientons davantage sur les cendres de sous-foyers en les utilisant comme substitution au sable dans le béton.

Chapitre 3

Conclusion et perspectives

Ce chapitre a pour but de résumer les apports de mes travaux tout en essayant de dégager les perspectives envisagées à plus ou moins longs termes. En effet, les travaux menés au cours de ces dernières années ont été consacrés, comme vous l'avez lu, à trois thèmes dans deux équipes de recherche du LGCgE (ER3 etER5). Le premier est basé sur des recherches en thermique de l'habitat, par l'étude des matériaux fibreux et des murs végétalisés. Le deuxième thème s'intéresse à l'interface coffrage/béton et le décoffrage du béton. Le dernier porte sur la valorisation de sous-produits pour les matériaux cimentaires.

Dans le premier thème, j'ai présenté mes travaux en thermique de l'habitat. Les deux thèmes de recherche traités au cours de mon poste à HEI sont les matériaux fibreux et les murs végétalisés. L'aspect expérimental est très présent associé à de la modélisation. Pour les caractériser, j'ai pu participer à la mise en place de dispositifs expérimentaux en laboratoire et in-situ, au développement de modèles numériques et de protocoles d'essais et à l'analyse de données.

Les travaux sur les **murs végétalisés** ont permis des avancées sur la compréhension des composants formant les murs végétalisés complexes et sur les échanges thermiques entre le mur et la paroi d'un bâtiment. La mise en oeuvre et le développement de moyens expérimentaux permettant la mesure des **paramètres des échanges thermiques** ont été un apport important de cette recherche. De plus, des valeurs concrètes des conductivités thermiques ont pu être déterminées grâce à un dispositif simple. Les résultats publiés ont déjà été repris une dizaine de fois par des auteurs. Ensuite, la création de dispositifs expérimentaux en extérieur comportant du Lierre ou de la Vigne vierge ont donné de nombreux résultats et informations utilisables pour les bureaux d'études et les poseurs de murs végétalisés. Ils possèdent des atouts indéniables pour réduire la surchauffe durant l'été. Les modèles développés et la modélisation réalisée ont confirmé ces tendances et permettent maintenant de prédire et d'évaluer les apports des murs végétalisés sur un bilan thermique global. Finalement, il est conseillé, en cas de façade exposé au Sud, de disposer de la végétation à feuilles caduques afin de protéger la façade de la surchauffe l'été et de récupérer la chaleur du soleil en hiver.

Pour compléter cette étude, il faudrait instrumenter d'une habitation réelle avec murs végétalisés sur une période longue, prendre en compte les phénomènes convectifs par le modèle de prédiction, évaluer l'impact de rafraichissement des plantes dû aux autres phénomènes (évapotranspiration, photosynthèse,..) et modéliser de l'influence des murs végétalisés à l'échelle urbaine.

Les travaux sur les **matériaux fibreux** ont servi à développer des compétences sur la **caractérisation du rayonnement thermique** par des méthodes optiques. Il a été possible de quantifier la proportion de rayonnement suivant différentes épaisseurs de matériaux par l'utilisation de la méthode inverse au moyen de mesures expérimentales infrarouge de réflexion et de transmission dans les longueurs d'ondes 2-20 µm. Cette technique a été utilisée sur différents matériaux : chanvre, laine de verre, ouate de polyester, textile recyclé et PMMA et il a été montré que la participation moyenne de la conductivité radiative au sein de la ouate de polyester est de 26% par rapport à la conductivité totale, celle de la laine de verre est de 23% et pour la laine de chanvre de 4%.

Pour développer ces résultats, l'étude pourrait se poursuivre sur l'exploitation des résultats des mesures bidirectionnelles pour identifier les paramètres de la fonction de phase (g1λ, g2λ ,f1λ ,f2λ), sur la comparaison de nos résultats avec la méthode directe qui consiste à utiliser la théorie de Mie.

Dans le deuxième thème, j'ai exposé mes travaux sur l'interface coffrage/béton et plus particulièrement sur les agents de démoulage. Beaucoup d'outils expérimentaux ont été utilisés et valorisés. J'ai pu participer à la mise en place de protocoles d'essais et d'analyses de données sur la **caractérisation des agents de démoulage** (huile et émulsion). Malgré la complexité des phénomènes se déroulant à l'interface, des mécanismes ont été présentés et développés pour les huiles entières d'origine minérale ou végétale grâce à l'utilisation d'un tribomètre plan/plan associé à des mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique. Il a été montré qu'il est important de maîtriser l'application des agents de démoulage et de respecter les recommandations des fournisseurs pour les formulations en émulsions. Nous avons vu qu'une épaisseur de 3 à 5 µm d'huile de décoffrage suffit pour obtenir un **décoffrage de qualité**. De même, le film des émulsions est performant malgré une épaisseur plus faible (1 à 2 µm) car il s'intègre parfaitement dans les aspérités du coffrage (Etat de Wenzel). Ces avancées constituent un guide pour les formulateurs et les industriels afin d'optimiser la mise en oeuvre des agents de décoffrage sur les chantiers.

Mes travaux ont aussi contribué à mieux comprendre **l'interaction des agents de démoulage sur le coffrage**. Des outils simples de caractérisation (Tensiomètre et Goniomètre) ont permis d'émettre des recommandations pour la formulation des produits de décoffrage afin de rendre le film déposé plus résistant aux passages du béton dans les coffrages. De même, pour l'évaluation de la qualité esthétique des parements et des surfaces de coffrage, une grille de notation a été créée et développée ainsi qu'une méthode par analyse d'images.

Au niveau des perspectives, à court terme, des études sont à mener sur la **valorisation d'huile recyclée industrielle ou agro-alimentaire** pour formuler des agents de décoffrage. En effet, une première étude avec l'entreprise CILA a déjà montré des propriétés intéressantes de ces huiles pour le décoffrage du béton. Une deuxième étude se développe avec l'entreprise GECCO pour valoriser des huiles de fritures. Un stage de Master 2 va débuter début mai 2021. Pour ce projet, les connaissances acquises durant les recherches vont nous permettre de créer des formulations efficaces. D'un point de vue physico-chimique, il sera nécessaire d'avoir une viscosité dynamique entre 25 et 50 mPa.s, une tension de superficielle L/V supérieure à 30 mN/m et un angle de goutte inférieur à 30 °. Sa performance lors de la mise en oeuvre du béton dans le coffrage pourra être

validée par des essais de frottement au tribomètre plan/plan. De plus, il serait important de prendre en compte d'autres propriétés des agents de décoffrage tels que la pureté du produit, la protection contre la corrosion ou la maîtrise de l'application sur le coffrage.

De même, afin d'avoir une meilleure compréhension de l'adhésion des agents de démoulage sur leur support, une étude à l'échelle microscopique voire nanoscopique associée à la rugosité des parois de coffrage est à développer pour mieux **appréhender les phénomènes de mouillabilité** des agents de décoffrage par rapport aux états de Cassie ou de Wenzel. Une collaboration avec l'Unité de Chimie et de Catalyse su Solide de Lens pourrait être intéressante à développer.

De plus, dans la continuité des travaux menés sur la qualité esthétique des parements, l'élaboration de bétons biosourcés, de bétons avec granulats recyclés ou encore de bétons avec cendres de biomasse nécessite une étude sur la **qualité et la durabilité des parements** associée à l'interaction avec les agents de décoffrage.

A moyen terme et malgré l'utilisation efficace des agents de décoffrage, il sera intéressant de **développer d'autres systèmes de décoffrage** par des matrices imperméables facile à mettre en oeuvre sur chantier et pouvant durer dans le temps. Le tribomètre a montré son intérêt durant la collaboration avec l'ENSAM d'Aix en Provence sur les travaux de N. Spitz. Un article est en soumission à la revue *Construction Building Materials*. Un paramètre important à étudier avec le tribomètre plan/plan sera la reproduction du frottement du béton en mode cyclique sur la paroi. En effet, il sera possible d'analyser et de prédire l'usure du revêtement. Le développement de notre collaboration avec l'ENSAM avec mesures par interférométrie pourrait nous donner des informations précises sur l'évolution de la rugosité après passage du béton. Pour débuter dans ce domaine, des contacts ont été pris avec les entreprises "FIBERTEX" et "MAXFRANK", des essais de caractérisation sont prévus sur des matrices existantes de type "Formtex" ou "Zemdrain".

Concernant les travaux sur la rhéologie des bétons et dans la suite du RILEM Round Robin Test 2018 (RRT 2018) réalisés à Béthune, les perspectives de recherche portent sur l'utilisation du tribomètre plan/plan. En effet, en plus d'avoir améliorer mes connaissances en rhéologie des bétons, les premiers résultats obtenus sont prometteurs. Le tribomètre pourrait comme le rhéomètre **déterminer la thixotropie des bétons**. Des essais complémentaires seront tout de même à effectuer pour faire varier les paramètres de vitesse et de pression, réaliser des essais de répétabilité sur d'autres formulations de bétons thixotropiques et corréler les résultats avec des rhéomètres (ICAR, RhéoCad).

Dans ce domaine, un article est en cours de finalisation avec les membres de la RILEM TC-266 : RRT sur les essais réalisés lors du RRT 2018. De même, je participe à la rédaction d'un chapitre d'ouvrage : TC-266 : MRP Members RILEM, "Procedures and Interpretation" - Chapitre 7, "State of knowledge of interface rheometry". J'interviens dans les deux cas sur la partie tribologie.

Pour finir, **avec le dernier thème**, j'ai présenté mes avancées sur la valorisation du kaolin et des cendres volantes de biomasse. L'ajout de sous-produits ou d'éco-produits dans les matrices cimentaires est depuis plusieurs années une habitude des industriels. En effet, ils peuvent apporter des performances intéressantes pour les bétons (cendre volante de charbon, fumée de silice, laitier de haut fourneaux, ...). Dans notre cas, nous

nous sommes intéressés au kaolin (et hydroxyde d'aluminum) et aux cendres volantes de biomasse. Grâce aux recherches effectuées, j'ai ainsi pu développer des connaissances sur les **analyses minéralogiques et chimiques** ainsi que la formulation et la caractérisation de mortiers et de blocs de béton. La force de ces recherches est la possibilité d'associer l'échelle laboratoire et l'échelle industrielle. De plus, l'utilisation de différentes techniques issues de la chimie et du génie civil nous permet de mieux appréhender les **réactions d'hydratation** pouvant se dérouler dans les matrices cimentaires à base de sous-produits. De même, il est possible de déterminer l'activité pouzzolanique soit par l'essai Chapelle soit par mesure indirecte (Indice d'activité). Des collaborations seront à développer avec nos collègues du département de Chimie de Béthune et de Lens.

Les perspectives de recherches dans ce thème sont nombreuses. A court terme, l'étude sur les cendres volantes de biomasse est à développer pour affiner les premiers résultats obtenus et permettre la commercialisation de blocs de bétons. La rédaction du rapport ADEME Graine "BIMGC" est finalisé et il a été envoyé à l'ADEME. De même, la valorisation des **cendres de biomasse issue des sous-foyers** va être étudiée en substitution des granulats. Cette étude sera développée par l'obtention d'une thèse qui a démarrée en octobre 2020 et par l'acceptation du second projet ADEME Graine "BIOGRAFIC" (2021-2024). Des études de formulations de béton (fluide ou blocs) seront à mettre au point. Les cendres de sous-foyers étant souvent récupérées sous forme d'agglomérats. L'équipe s'est dotée d'un broyeur afin de créer les courbes granulométriques les plus efficaces dans le mélange. Une **étude morphologique des cendres** sera à prévoir pour déterminer leur interaction dans le squelette granulaire. Dans le cas de béton fluide, l'étude pourra se poursuivre sur des analyses rhéologiques et tribologiques. L'analyse de la qualité esthétique est également à prévoir du fait de la teinte noire des cendres de sous-foyers.

Des études seront également à réaliser sur la **qualité des cendres** obtenues. En effet, suivant le combustible, les cendres peuvent apportées des performances intéressantes. L'étude réalisée en 2012 de GODBOUT et al. *«Avenues pour la valorisation des cendres de combustion de la biomasse agricole»* a montré que les cendres de la graminée *Panic Erigé* pourraient avoir des compositions similaires à celles issues des centrales à charbon. En associant les chaufferies alimentées en biomasse et les usines de fabrication de béton, tout une économie locale pourrait se développer.

A moyen terme, une suite porterait sur l'étude des **formulations innovantes par extrusion**. L'incorporation de sous-produit ou d'éco-produit dans des mélanges ternaires à base de kaolin et de ciment serait une voie à explorer pour les valoriser. La compréhension de la mise en forme et des frottements ainsi que l'étude de la durabilité des produits finis pourrait être intéressant à explorer et développer.

Dans cette même voie, des **projets transversaux** entre les équipes ER3 "Matériaux" et ER5 "Thermique de l'habitat" pourraient se mettre en place associant les produits finis (brique, blocs ou béton), l'esthétique des parements et la performance thermique, par l'étude :

— de matériaux à base d'éco-produit,
— de parements de façade en matériaux biosourcés,
— de bétons plus isolants,
— ...

Bibliographie

[1] Lassue S., Zalewski L., Libessart L., Hérin Ph., "Instrumentation for experimental study on heat transfer coefficient for external surface of building", *International Conference Urban Engineering*, Lille, 12-13 October 2005

[2] Zalewski L., Chantant M., Lassue S., Duthoit B., "Experimental thermal study of a solar wall of composite type", *Energy and Buildings*, (1)25, 7-18, 1997

[3] Jayamaha S.E.G., Wijeysundera N.E., Chou, S.K., "Measurement of the Heat Transfer Coefficient for Walls", *Building and Environment*, (5)31, 399-407, 1996

[4] Taki, A. H., Loveday, D. L., "External convection coefficients for framed rectangular elements on building facades", *Energy and Buildings*, (2)24, 147-154, 1996

[5] Ito N., Kimura K., Oka, J., "A field experimental study on the convective heat transfer coefficient on exterior surface of a building", *ASHRAE Transactions*, 78, 1972

[6] Dubernard A., "Instrumentation pour la séparation des transferts thermiques couplés à la surface d'un paroi : application à la gestion d'ambiances", *Thèse de doctorat de l'Université d'Artois*, 2000

[7] Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., «Impact énergétique d'un mur végétalisé sur les performances thermiques d'une paroi de bâtiment», *XIIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes*, Saint-Lô, France, mai 2017

[8] Manso M., Castro-Gomes J., "Green wall systems : a review of their characteristics", *Renewable Sustainable Energy Reviews*, 41, 863–871, 2015

[9] Blanc P., Vertical Garden Patrick Blanc. "The Vertical Garden, from Nature to Cities - a Botanical and Artistic Approach", 2005

[10] Wong N.H., Kwang Tan A.Y., Chen Y., Sekar K., Tan P.Y., Chan D., Chiang K., Wong N.C., "Thermal evaluation of vertical greenery systems for building walls", *Building and Environment* ,45, 663–672, 2010

[11] Mazzali U., Peron F., Romagnoni P., Pulselli R.M., Bastianoni S., "Experimental investigation on the energy performance of Living Walls in a temperate climate", *Building and Environment*, 64, 57-66, 2013

[12] Haggag M., Hassan A., Elmasry S., "Experimental study on reduced heat gain through green façades in a high heat load climate", *Energy and Building*, 82, 668–674, 2014

[13] Djedjig R., Belarbi R., Bozonnet E., "Experimental study of green walls impacts on buildings in summer and winter under an oceanic climate", *Energy and Building*, 150, 403–411, 2017

[14] Cuce E., "Thermal regulation impact of green walls : an experimental and numerical investigation", *Applied Energy*, 194, 247–254, 2017

[15] Gago E.J. , Roldan J., Pacheco-Torres R., Ordonez J., "The city and urban heat islands : a review of strategies to mitigate adverse effects", *Renewable Sustainable Energy Reviews*, 25, 749–758, 2013

[16] Eniolu Morakinyoa T., Lai A., Ka-Lun Lau K., Ng E., "Thermal benefits of vertical greening in a high-density city : Case study of Hong Kong", *Urban Forestry and Urban Greening* 37, 42–55, 2019

[17] Sheweka S., Magdy A.N., "The living walls as an approach for a healthy urban environment", *Energy Procedia*, 6, 592–599, 2011

[18] Susca T., Gaffin S.R., Dell'Osso G.R., "Positive effects of vegetation : urban heat island and green roofs", *Environmental Pollution*, 159, 2119-2126, 2011

[19] Libessart L., Kenai M.A., "Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions", *Journal of Building Engineering*, 19, 258-265, 2018

[20] Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of plants occultation on energy balance : Experimental study", *Energy and Buildings*, 162, 208-218, 2018

[21] Filali M., "Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesures", *Thèse de doctorat de Université de Toulouse*, 2006.

[22] Delacre E., Defer D., Antczak E., Duthoit B., "Identification by thermal impedance : application to wet materials", *High Temperature - High Pressures*, 33, 337–344, 2001

[23] Kenai M. A., "Caractérisation, analyse et gestion optimale des échanges énergétiques entre un mur végétalisé et son environnement", *Thèse de doctorat de Université d'Artois*, 2016.

[24] Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "An experimental investigation of the thermal effects of green walls : impact of plants obscuration on energy balance", *8th ENERGY FORUM on Advanced Building Skins*, Bressanone, Italy, 28-29 October 2014

[25] Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of plants occultation on energy balance : Theoretical and numerical study", *Journal of Building Engineering*, 29, 101112, 2020

[26] Ouldboukhitine S-E., Belarbi R, Sailor D.J., "Experimental and numerical investigation of urban street canyons to evaluate the impact of green roof inside and outside buildings", *Applied Energy* 114, 273-282, 2014

[27] Ávila-Hernández A., Simáa E., Xamán J., Hernández-Pérez I., Téllez-Velázquez E., Chagolla-Aranda M.A., "Test box experiment and simulations of a green-roof : Thermal and energy performance of a residential building standard for Mexico", *Energy and Buildings*, 209, 109709, 2020

[28] Zeng C., Bai X., Sun L., Zhang Y., Yuan Y., "Optimal parameters of green roofs in representative cities of four climate zones in China : A simulation study", *Energy and Buildings*, 150, 118-131, 2017

[29] Choab N., Allouhi A., El Maakoul A., Kousksou T., Saadeddine S., Jamil A., "Review on greenhouse microclimate and application : Design parameters, thermal modeling and simulation, climate controlling technologies", *Solar Energy*,191,109-137, 2019

[30] Shen J., Lassue S., Zalewski L., Huang D., "Numerical study on thermal behavior of classical or composite Trombe solar walls", *Energy and Buildings* 39, 962–974, 2007

[31] Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Développement d'un modèle sous TRNSYS de l'impact énergétique de murs végétalisés sur une maison ancienne en période hivernale", *AJCE - RUGC*, 38, 2020

[32] Tilioua A., "Etude de l'enveloppe des bâtiments en présence de textiles innovants pour une réhabilitation performante - Caractérisation du transfert thermique conducto-radiatif", *Thèse de l'Université d'Artois*, 2013

[33] Bhattacharyya R.K., "Heat-transfer model for fibrous insulations", *Thermal Insulation Performance, American Society for Testing and Materials*, 272-286, 1980

[34] Zhao S.Y. , Zhang B.M. ,Du S.Y., "An inverse analysis to conductive and radiative properties of a fibrous medium", *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 110, 1111-1123, 2009

[35] Kaemmerlen A., Asllanaj F., Sallée H., Baillis D. and Jeandel G., "Transient modeling of combined conduction and radiation in wood fibre insulation and comparaison with experimental data International", *Journal of Thermal Sciences*, 49, 2169-2176, 2010

[36] Lee S.C., Cunnington G.R., "Conduction and radiation heat transfer in high-porosity fiber thermal insulation", *Journal of Thermophysic and Heat Transfer* 14(2), 121-136, 2000

[37] Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S., Monod B., Jeandel G., "Determination of physical properties of fibrous thermal insulation", *EPJ Web of Conferences - 2nd European Energy Conference*, 02009, 2012

[38] Cheheb Z., Albouchi F., Ben Nasrallah S., "Measurement of thermal and conductive properties of semitransparent materials using a photothermal crenel method" *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 109, 620-635, 2008

[39] Nicolau VP, Raynaud M., Sacadura JF., "Spectral radiative properties identification of fiber insulating materials", *International Journal of Heat and Mass Transfer* 37, 311-324, 1994

[40] Milandri A., Asllanaj F., Jeandel, G. "Determination of radiative properties of fibrous media by an inverse method-comparison with the Mie theory", *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* ,74, 637-653, 2002

[41] Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S., «Etude de textiles innovant pour une réhabilitation performante des enveloppes de bâtiments : Modélisation du transfert thermique dans les matériaux textiles», *Xème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes*, Saguenay, juin 2011

[42] Tilioua A., Libessart L., Joulin A., Lassue S. «Etude des propriétés thermo-physiques des isolants fibreux textile», *Annales du BTP*, 2012

[43] Tilioua, A. Libessart L., Lassue S., "Characterization of heat transfer through polyester batting insulation", *International Journal of Chemical and Environmental Engineering*, 7(1), 15-18, 2016

[44] Tilioua A., Libessart L., Jeandel G., Lassue S., "Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurements", *Applied Thermal Engineering*, 105, 594-604, 2016

[45] Tilioua A., Libessart L., Lassue S., Monod B., Jeandel G., «Caractérisation et modélisation du thermique au sein du matériau isolant fibreux», *Journées AUGC et IBPSA France*, 6-8 juin 2012

[46] Tilioua A., Libessart L., Lassue S., "Characterization of the thermal properties of fibrous insulation materials made from recycled textile fibers for building applications : Theoretical and experimental analyses", *Applied Thermal Engineering*, 142, 56-67, 2018

[47] Tilioua A., Libessart L., Jeandel G., Lassue S., "Characterization of heat transfer through Metisse insulation", *EUROTHERM*, Krakow, 19-23 June 2016

[48] Tilioua A., Libessart L., El Amrani A. Lassue S., "Optical and thermal properties of polymathy-methacrylate based plexiglass", *International Symposium : Architectural Patrimony and Local building materials*, Errachidia, Marocco, 12-14 october 2017

[49] Lallemant I, "Hétérogénéités de teinte des parements en béton : caractérisation et identification des mécanismes", *Thèse de doctorat de l'université de Cergy-Pontoise*, 2001

[50] Lemaire G., "Contribution à la maîtrise de la qualité des parements de béton", *Thèse de doctorat de l'université de Toulouse*, 2003

[51] Libessart L. "Influence de la composition des agents de démoulage à l'interface coffrage-béton : impact sur l'esthétique des parements en béton", *Thèse de doctorat de l'université d'Artois*, 2006

[52] Martin M. "Étude de la texture de la surface coffrée des parements verticaux en béton", *Thèse de doctorat de l'université de Cergy-Pontoise*, 2007

[53] Bouharoun S., "Comportement tribologique des huiles de décoffrage à l'interface béton / coffrage - Influence de la formulation du béton", *Thèse de doctorat de l'université d'Artois*, 2011

[54] Sptiz N., "Développement d'un procédé frugal de démoulage in situ des parois de coffrage – Etude des signatures fonctionnelles des parois de coffrage", *Thèse de l'ENSAM*, 2019

[55] Chadfeau C., "Caractérisations multiéchelles de surfaces cimentaires de parement en fonction de différentes surfaces coffrantes", *Thèse de l'Université de Strasbourg*, 2020

[56] Goudjil N., "Développement d'un nouveau procédé de décoffrage basé sur la polarisation du béton : Etude de l'aspect des parements en béton", *Thèse de doctorat de l'université d'Artois*, 2012

[57] Cuicui C., Jianzhong L., Gong C., Jiaping L., Effect of controlled permeability formwork on the improvement of concrete performance, *Procedia Engineering*, 27, 405-41, 2012

[58] Coutinho J.S., "Effect of controlled permeability formwork (CPF) on white concrete", *ACI Materials Journal* 98, 148-158, 2001

[59] Kothandaraman S., Kandasamy S., "The effect of controlled permeable formwork (CPF) liner on the surface quality of concretes", *Cement and Concrete Composites*, 76, 48-56, 2017

[60] Jiaping Liu , Changwen Miao, Cuicui Chen "Effect and mechanism of controlled permeable formwork on concrete water adsorption", *Construction and Building Materials*, 39,129–133, 2013

[61] CimBéton, « La maîtrise esthétique des parements en béton » T49 – CTC, 2005

[62] Binick A, "Le démoulage des bétons – Comment utiliser au mieux les produits de décoffrage", *Cahiers Techniques du bâtiment*, 38, 76-80, 1981

[63] AFNOR P18-503, "Surface et parements de béton – Eléments d'identification", 1989

[64] CIB, "Tolérances sur les défauts d'aspect du béton", *Rapport n° 24 – n°1189*, 1973

[65] Classification SYNAD, Syndicat National des Adjuvants pour Bétons et Mortiers, 2015

[66] de Caro P, "Utilisation de bases végétales pour le démoulage de matériaux", *Service de documentation de l'ADEME*, 2000

[67] Projet SUMOVERA, "Application of Vegetable-Oil based Concrete Mould Release Agents", *State of the Art Document*, 1999

[68] Libessart L., Djelal C., de Caro P., "Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facing aesthetics", *Construction and Building Materials*, 68, 391-401, 2014

[69] Libessart L., Djelal C., de Caro P., Cavrot J-P., "Physicochemical and tribological characterization of release agents", *Symposium Fib - Concrete Structures*, Avignon, 2004

[70] de Caro P., Djelal C., Libessart L., Dubois I. « Influence of the nature of demoulding agent on the properties of the formwork/concrete interface », *Magazine of Concrete Research*, 59(2), 141-149, 2007

[71] Libessart L., Lahlou A., Djelal C., Vanhove Y., Mateo S., "Influence of the emulsions to the interface formwork/concrete", *ACI - Special Publication*, Vol. 326, 1-10, 2018

[72] Libessart L., Djelal C., Joly N., Depraetere D., Martin P., Vanhove Y., "Utilisation des huiles recyclées pour le décoffrage du béton- Étude de l'esthétique des parements", *10ème édition des Journées d'Etudes Techniques* (JET 2018), Marrakech, Maroc, 2-4 may 2018

[73] Bulletin du ciment, "L'adhérence du béton au coffrage" N°8, 38e année, août 1970

[74] Zisman W.A., "Relation of the Equilibrium Contact angle to Liquid and Solid Constitution", 1-51, 1963

[75] de Gennes P.G. "Wetting : statics and dynamics", *Reviews of modern physics* , 57(3) 827-863, 1985

[76] Libessart L., de Caro P., Djelal C., Dubois I., "Correlation between adhesion energy of release agents on the formwork and demoulding performances", *Construction and Building Materials*, 76, 130-139, 2015

[77] Bormashenko E., "Progress in understanding wetting transitions on rough surfaces", *Advances in Colloid and Interface Science*, 222, 92-105, 2015

[78] Bormashenko E. "Apparent contact angles for reactive wetting of smooth, rough, and heterogeneous surfaces calculated from the variational principles", *Journal of Colloid and Interface Science* 537, 597–603, 2019

[79] Libessart L., Djelal C., de Caro P., Laiymani I., "Comparative study of the tribological behaviour of emulsions and demoulding oils at the concrete/formwork interface", *Construction and Building Materials*, Vol. 239, 117826, 2020

[80] Djelal C., Vanhove Y., Magnin A., "Tribological behaviour of self compacting concrete", *Cement Concrete Research* 34, 821–828, 2004

[81] Vanhove Y., Djelal C., Magnin A., "Prediction lateral pressure by self-compacting concrete on formwork", *Magazine of Concrete Research*, 56(1), 55-62, 2004

[82] Bouharoun S., de Caro P., Dubois I., Djelal C., Vanhove Y., "Effect of a superplasticizer on the properties of the concrete/oil/formwork interface", *Construction and Building Materials*, 47,1137-1144, 2013

[83] Georges J.-M., "Frottement, usure et lubrification, la tribologie ou science des surfaces", CNRS Editions, Editions Eyrolles éd., *Collection Sciences et Techniques de* l'Ingénieur, 2000

[84] Ngo T.T., Kadri E.H., Bennacer R., Cussigh F., "Use of tribometer to estimate the concrete boundary layer composition during the fluid pumpability", *Construction and Building Materials*, 24, 1253-1261, 2010

[85] Feys D., Khayat K.H., Perez-Schell A., Khatib R., "Development of a tribometer to characterize lubrication layer properties of self-consolidating concrete", *Cement Concrete Composite*, 54, 40-52, 2014

[86] Tattersall G.H. and Banfill P.F.G. , "The rheology of fresh concrete", *Pitman Advanced Pub. Program*, p. 356, 1983

[87] Wallevik J.E., "Thixotropic investigation on cement paste : Experimental and numerical approach", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 132(1), 86-99, 2005.

[88] de Larrard F., Ferraris C.-F. , Sedran T., "Fresh concrete : A HerscheI-Bulkley material", *Materials and Structure* 31(7), 494-498, 1998

[89] Ferraris C. F. "Measurement of the Rheological Properties of High Performance Concrete : State of the Art Report", *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 104(5), 461–478, 1999.

[90] Vanhove Y., Djelal C., Magnin A., "Device for studying fresh concrete friction", *Cement Concrete and Aggregates*, 26(12), 35-41, 2004

[91] Tanigawa Y., Mori H., Tsutsui K., Kurokawa Y., "Constitutive law and yield condition of fresh concrete", *Transaction of the Japan Concrete Institute*, 9, 47-54, 1987

[92] Fujiwara H. and Nagataki S., "Study on self-compactibility of high-fluidity concrete", *Procedings of the first international RILEM Symposium*, 1999

[93] Proske T., "Frischbetondruck bei Verwendung von Selbstverdichtendem Beton - Ein wirklichkeitsnahes Modell zur Bestimmung der Einwirkungen auf Schalung und Rüstung", *Thèse Univ.. Technol. Darmstadt*, 2007.

[94] Kwon S.-H. , Phung Q.-T. , Park H.-Y. , Kim J.-H., Shah .-P. , "Experimental Study on Effect of Wall Friction on Formwork Pressure of Self-Consolidating Concrete", *6th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Montreal, Canada, 773–782, 2010

[95] Ngo T.T., Kadri E.H., Bennacer R., Cussigh F., « Practical tribometer to estimate pumpability of fresh *Journal of Asian Architecture and Building Engineering (JAABE)*, 9(1), 229-236, 2010

[96] Djelal C., "Designing and perfecting a tribometer for the study of friction of a concentrated clay-water mixture against a metallic surface", *Materials and Structure*, 34, 51–58, 2001

[97] Beaumel C., "Extrusion des pâtes d'argiles", *Thèse d'Université de Grenoble*, 1998

[98] El Cheikh K., Djelal C., Vanhove Y., Pizette P., Remond S., "Experimental and numerical study of granular medium-rough wall interface friction", *Advanced Powder Technology*, 29(1), 130-141, 2017

[99] Laiymani I., Libessart L., Hammouni S., Djelal C., Vanhove Y.,"Emulsions effects on the friction on the formwork/concrete interface", *International RILEM Workshop on Rheological Measurements of Cement-based Materials* - IRWRMC 2018 , UA-LGCgE, Arras, France, 30-31 May 2018

[100] Djelal C., De Caro P., Libessart L., Dubois I., Pébère N., "Comprehension of demoulding mechanics at the formwork/oil/concrete interface", *Materials and Structure*, 41(3), 571-581, 2008

[101] Vanhove Y., Djelal C., "Friction mechanisms of fresh concrete under pressure", *International Journal of Civil Engineering and Technology* 4(6), 67-81, 2013

[102] Bilberg P.H., Roussel N. et al, "Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC", *Cement and Concrete Composites* 54, 70-79, 2014

[103] Roussel N. and Ovarlez G., "A Physical Model for the Prediction of Pressure Profiles in a Formwork", *Proceedings of the 2nd North American conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete (SCC 2005) and the 4th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Chicago, USA, 2005.

[104] Graubner C.-A. and Proske T., «Formwork Pressure : A New Concept for the Calculation,» *Proceedings of the 2nd North American conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete (SCC 2005) and the 4th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Chicago, USA, 2005

[105] Djelal C, Vanhove Y., Libessart L., "Analysis of friction and lubrication conditions of concrete/formwork interfaces", *International Journal of Civil Engineering and Technology*, 7(3), 18-30, 2016

[106] Spitz N., Coniglio N., Libessart L., El Mansori M., Djelal C., "Characterizing Fresh Concrete Tribological Behavior at Formwork Surfaces", *Construction and Building Materials*, en soumission

[107] Feys D., Sonebi M., Amziane S., Djelal C., ElCheikh K., Fabbris F., Fataei S., Greim M., Ivanova I., Keller H., Khayat K., Libessart L., Mechtcherine V., Navarrete I., Perrot A., Secrieru E., Vanhove Y.,"An overview of RILEM TC MRP round-robin testing of concrete and mortar rheology in Bethune, France, May 2018", *RheoCon2 Conference and SCC9 Symposium*, Dresden, september 2019

[108] Libessart L., Djelal C., Vanhove Y., "Influence of concretes thixotropy on the tribological properties", *One-day Feedback - Round Robin Test - Comparison of Concrete Rheometers - International Tests at the Artois University (IUT Bethune)*, FNTP Paris, 8th November 2019

[109] Libessart L., Pebère N., Jorcin J-B, de Caro P., Djelal C., Dubois I., Mateo S., "Comparaison des propriétés anticorrosion d'huiles minérales et végétales par spectroscopie d'impédance électrochimique", *17e Forum sur les impédances électrochimiques*, Paris, 31 janvier 2005

[110] Parements de qualité des parois en béton, *Collection Technique Syndicat français de l'échafaudage et de l'étaiement* , p.32, 2005

[111] Djelal, C., Vanhove, Y., Chambellan, D., Brisset P., "Influence of the application method of release agents on thickness of mould oils", *Materials and Structure*, 43, 687–698, 2010

[112] Libessart L., Djelal C., de Caro P., Dubois I., "Recommendations on the application of release agents to enhance facing aesthetics", *Concrete Plant International*, issue 4, 140-148, 2006

[113] Vanhemelsdaele G. Le Roy R., Rouanet D., "Définition d'un mode opératoire pour la caractérisation de l'homogénéité de teinte et de texture d'un parement en béton", *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 51-73, 2007

[114] Ndong Engone J-G, Vanhove Y., Djelal C., Kada H., "Optimizing mortar extrusion using poplar wood sawdust for masonry building block", *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 95, 9-12, 2018

[115] Xing Z., Djelal C., Vanhove Y., Kada H., "Wood Waste in Concrete Blocks Made by Vibrocompression", *Environmental Processes*, 2, 223–232, 2015

[116] Ajouguim S., Djelal C., Page J., Waqif M., Abdelouahdi K., Saâdi L., "Experimental investigation on the use of alpha fibres as reinforcement of cementitious materials", *Academic Journal of Civil Engineering*, 37(2), 557-563, 2019

[117] Njopwouo D., "Minéralogie et physico-Chimie des argiles de Bomkoul et de Balengou (Cameroun). Utilisation dans la polymérisation du styrène et dans le renforcement du caoutchouc naturel", Doctorat d'état, *Thèse de l'Université de Yaoundé*, 1984

[118] Decarreau, "Matériaux argileux : Structure, propriétés et applications", *Société Française de Minéralogie et Cristallographie*, 1990

[119] Nkoumbou C, Njoya A, Njopwouo D, et Wandji R, "Intérêts économiques des matériaux argileux", *Acte de la première conférence sur la valorisation des matériaux argileux du Cameroun*, Yaoundé, 11-12, 1-12, 2001

[120] Callère S, Hénin S, Rautureau M, "Minéralogie des argiles", Tomes 1 et 2, *INRA Actualités scientifiques et agronomiques*, Masson Paris,184 pp, 1982

[121] Njiomou Djangang C., Kamseu C., Tchamo Leussa C.C., Kapsoni D., Elimbi D., Njopwouo D., "Sustainable binder from high amount of gibbsite associated with kaolinitic clay", *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 39(1-2),75-91, 2015

[122] Libessart L., Tchamo Leussa CC., Djelal C., Gonon M., Djangang Njioumou C., Elimbi A., "Effect of aluminium hydroxide on clay mortars properties", *2nd International RILEM/COST Conference on Early Age Cracking and Serviceability in Cement-based Materials and Structures* - EAC2, ULB-VUB, Brussels, Belgium, 12-14 September 2017

[123] Tchamo Leussa C.C., Libessart L., Djelal C., Gonon M., Njiomou Djangang C., Elimbi A., «Mise au point d'un produit de construction à base d'argile du Cameroun - Influence de l'hydroxyde d'aluminium», *XXXVèmes Rencontres de l'AUGC*, ECN/UN, Nantes, 22 au 24 mai 2017

[124] Tchamo Leussa, C.C., Libessart, L., Djelal, C. et al., "Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide", *Scientific Reports* 10, 13230, 2020

[125] Ayrinhac F., « Valorisation des cendres volantes de chaudière à lit fluidisé circulant dans la filière du génie civil », *Thèse de doctorat de l'INSA de Toulouse*, 2005

[126] PREDIS Nord-Pas-de-Calais : Guides techniques régionaux relatifs à la valorisation des déchets et des co-produits industriels

[127] Salvo M., Rizzo S., Caldirola M., Novajran G., Canonico F., Bianchi M., Ferraris M., "Biomass ash as supplementary cementitious material (SCM)", *Advances in Applied Ceramics*, 114, 3-10, 2015

[128] Cuenca J., Rodriguez J., Martin-Morales M., Sanchez-Roldan Z., Zamorano M., "Effects of olive residue biomass fly ash as filler in self-compacting concrete", *Construction and Building Materials*, 40, 702-709, 2013

[129] Petipain M., Économie circulaire : Projet valorisation croisée de co-produits industriels, 364.E, *Etudes et Recherches*, CERIB, 2016

[130] Lessard J.-M., Omran A., Tagnit-Hamou A., Gagne R., “Plant biomass ashes in cement- based building materials. Feasibility as eco-efficient structural mortars and grouts”, *Construction and Building Materials*, 132 ,565–577, 2017

[131] Page J., Libessart L., Djelal C., Gonon M., Laiymani I., ”Feasibility of Using Biomass Fly Ash in Cementitious Materials”, *1st International Conference on Smart Materials for Sustainable Construction*—SMASCO 2019, Luleå, Sweden, 10–12 December 2019

[132] Alaa M. R., ”Metakaolin : fresh properties and optimum content for mechanical strength in a comprehensive overview”, *Reviews on Advanced Materials Science*, 40, 15-44, 2015

[133] Page J., Libessart L., Djelal C., Gonon M., ”Use of biomass fly ash in cementitious materials”, *Advanced Materials for Sustainable Infrastructure Development*, Gordon Research Conference, Ventura, USA, 23-28 February 2020

Table des figures

2.1 Dispositif expérimental en conditions extérieures [1] 39
2.2 Courbes des valeurs brutes de flux et températures [1] 40
2.3 Positionnement de nos corrélations par rapport aux relations existantes [1] . . . 41
2.4 Objectifs du projet Bâti et Biodiversité Positive 43
2.5 Schéma de principe d'un mur simple 44
2.6 Schéma de principe d'un mur complexe 44
2.7 Box des mesures de conductivités thermiques 46
2.8 Principe de mesure 47
2.9 Photos dispositif avec la vigne vierge et le lierre 48
2.10 Conductivité du compost, de la mousse de sphaigne et du substrat CVF en fonction de la teneur en eau [19] 48
2.11 Montage du box in-situ 50
2.12 Isolation par l'intérieur de l'enveloppe et montage de la paroi Sud 50
2.13 Test d'occultation par la végétation ; (a) : vue générale ; (b) : répartition des parois végétalisées ; (c) : disposition des capteurs 50
2.14 Flux thermique externe sur les trois box [20] 51
2.15 Température de surface extérieure sur les trois box [20] 52
2.16 Éléments du bilan énergétique ; (a) cas l'occultation artificiel ; (b) cas du masquage par la végétation [25] 52
2.17 Occultation controlée [24] 53
2.18 Comparaison entre les températures théoriques et mesurées ($occ_{50\%}$) [25] 53
2.19 Analyse d'images (a) Pré-traitement des couleurs ; (b) binarisation [25] 54
2.20 Comparaison des températures des surfaces extérieures (référence / VW1 / VW2) en été [24] 54
2.21 Modélisation d'une maison [19] 55
2.22 Modélisation d'une maison en brique [31] 56
2.23 Principe du couplage entre le modèle du mur végétalisé et le modèle multizone du bâtiment 57
2.24 Comparaison des besoins en énergie de chauffage entre une maison ordinaire et une maison avec murs végétalisés pour le Lierre (a) [31] 58
2.25 Comparaison des besoins en énergie de chauffage entre une maison ordinaire et une maison avec murs végétalisés pour la Vigne vierge (b) [31] 58
2.26 Micrographies électroniques à balayage de fibre d'échantillon d'isolant en ouate de polyester 60
2.27 (a) Photo MEB de la ouate de polyester, (b) Image binarisée, (c) Images simulées en augmentant le diamètre de fibre, (d) Images maillées sous Abaqus CAE [41] . 61
2.28 (a) Mode d'investigation, position de l'échantillon dans la sphère d'intégration et (b) mesure de transmittance directe au LEMTA. 62

2.29 (a) DHTk ;exp, (b) DHRk ;exp and (c) DTk ;exp de la ouate de polyester en fonction de la longueur d'onde pour différentes épaisseurs [44] 63
2.30 Schéma du montage expérimental LGCgE 64
2.31 Micrographies électroniques à balayage de fibres d'échantillons d'isolants en textile recyclé à des grossissements de 100× (a, b), 200× (c) et 500x (d)[46] 64
2.32 (a) La conductivité thermique radiative du textile recyclé en fonction de l'épaisseur des échantillons, (b) l'effet de l'épaisseur sur la conductivité thermique radiative et phonique [46] 65
2.33 Schéma du dispositif cône/plan [68] 69
2.34 Evolution de la viscosité dynamique suivant la température pour quatre agents de décoffrage [68] 70
2.35 Représentation vectorielle de Young [76] 70
2.36 Tensiomètre - TensioCad [71] 71
2.37 Goniomètre PGX 72
2.38 Représentation schématique des profils de rugosité en fonction de l'angle de contact [76] 73
2.39 Evolution schématique des émulsions directes dans l'état de Wenzel [79] 73
2.40 Evolution schématique des émulsions inverses dans l'état de Wenzel [79] 73
2.41 Evolution du film après pulvérisation (a) d'une huile à base végétale (V) et (b) de l'émulsion EDV [79] 74
2.42 Evolution de la mouillabilité des émulsions dans le temps [71] 75
2.43 Valeurs des énergies d'adhésion (mN/m) pour les formulations en émulsion dans le temps [71] 75
2.44 Etat de surface après pulvérisation [79] 76
2.45 Cinétique d'évaporation de l'eau pour les émulsions étudiées [79] 76
2.46 Schéma de principe du tribomètre plan/plan [99] 78
2.47 Représentation schématique de l'interface béton/coffrage métallique [105] 79
2.48 Application de l'émulsion sur la plaque 80
2.49 Contraintes de frottement dynamique en fonction de la pression de contact pour les agents de démoulage étudiés (v = 0.84 mm/s) [79] 80
2.50 Contraintes de frottement dynamique du béton standard en fonction des surfaces de coffrage étudiés [54] 81
2.51 Contraintes de frottement dynamique en fonction de la pression de contact des bétons auto-plaçants SCC2 et SCC3 à t= 10min et t= 40min (v=0,84 mm/s) . . 82
2.52 Montage SIE [68] 84
2.53 Diagrammes SIE obtenus au potentiel de corrosion après 1 h d'immersion dans l'électrolyte [68] 84
2.54 Schéma représentant le glissement du béton sur le film d'huile [100] 85
2.55 Organisation d'un film de savon à l'interface béton/coffrage [100] 85
2.56 Organisation de l'interface savon/huile [68] 86
2.57 Organisation de l'interface superplastifiant/savon/huile [82] 86
2.58 Moule fabriqué par OUTINORD 87
2.59 Application des huiles (a) Pulvérisation directe, (b) Pulvérisation suivi d'un raclement 87
2.60 Protocole de malaxage pour un béton traditionnel 88
2.61 Protocole de malaxage pour un béton auto-plaçant (BAP) 88
2.62 Abréviations utilisées pour évaluer les performances de démoulage 89
2.63 Critères de notation utilisés en 2006 [112] 89
2.64 Critères de notation utilisés à partir de 2012 [68] 90

2.65 Critères de notation utilisés à partir de 2015 90
2.66 Exemple d'une analyse d'image pour une émulsion directe à 1 jour (a), 3 jours (b) et 7 jours (c) [71] 91
2.67 Exemple d'une analyse d'image pour une huile végétale recyclée à 1 jour (a), 3 jours (b) et 7 jours (c)[72] 91
2.68 Exemple de diffractogrammes (DRX) du Kaolin commercial, du Kaolin du Cameroun et de l'Hydroxyde d'aluminium [122] 96
2.69 Exemple de diffractogrammes (DRX) des cendres volantes de biomasse étudiée . 97
2.70 Images SEM et analyses EDS des cendres provenant de la chaufferie de Calais . 97
2.71 Courbes ATG pour les argiles K et Kc 98
2.72 Courbe granulométrique laser des cendres volantes de biomasse 99
2.73 Activité pouzzolanique par la méthode de l'indice d'activité à 28 jours [123] . . 100
2.74 Activité pouzzolanique par essai de Chapelle des argiles (K et Kc) et des mélanges d'argiles - 10% en poids d'hydroxyde d'aluminium amorphe (K10 et Kc10) [123] 101
2.75 Images MEB du mortier de ciment poli de MK10 (a) et MKc10 (b) avec courbe EDX des zones de la matrice. [123] 102
2.76 Photos de la rupture d'une éprouvette prismatique composée de cendre de biomasse à 10% et 20% (MC10 et MC20) 102
2.77 Évolution résistance à la compression des formulations à base de CVB sans (a) et avec correction d'eau (b) [132] 103
2.78 Dispositif de vibrocompactage (gauche) - Eprouvettes réalisées (droite) 104
2.79 Presse vibrante Biallais Ind. (gauche) - Blocs réalisés (droite) 104
2.80 Eprouvette cylindrique de laboratoire (a) - Bloc de béton industriel (b) 105
2.81 Résistances à la compression des éprouvettes vibrocompactées en laboratoire . . 105

Liste des tableaux

1.1 Détail des matières et des modules du domaine de formation EHE pour l'année 2009-2010 18

2.1 Principaux appareils de caractérisation physico-chimique utilisés 68
2.2 Dispositifs de caractérisations minéralogique et chimique utilisés 94
2.3 Dispositifs de caractérisation des pâtes et des mortiers à base de sous-produit . 94

Annexes

Afin de compléter ce mémoire, j'ai sélectionné dans les annexes suivantes les articles les plus représentatifs de mes travaux de recherche. j'ai découpé en 4 parties.

Article	**Code**
Annexe 1 : *Etude des murs végétalisés*	
Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions	A
Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., "Impact of plants occultation on energy balance : Theoretical and numerical study"	B
Annexe 2 : *Etude des matériaux fibreux et semi-transparents*	
Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurements	D
Characterization of the thermal properties of fibrous insulation materials made from recycled textile fibers for building applications : Theoretical and experimental analyses	E
Annexe 3 : *Etude de l'interface béton/huile/coffrage*	
Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facings aesthetics	F
Comparative study of the tribological behaviour of emulsions and demoulding oils at the concrete/formwork interface	H
Annexe 4 : *Etude des éco-matériaux*	
Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide	J
Feasibility of Using Biomass Fly Ash in Cementitious Materials	K

Annexe 1

Cette annexe présente les articles :

(A) Libessart L., Kenai M.A., **"Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions"**, *Journal of Building Engineering*, 19, 258-265, 2018

(B) Kenai M.A., Libessart L., Lassue S., Defer D., **"Impact of plants occultation on energy balance : Theoretical and numerical study"**, *Journal of Building Engineering*, 29, 101112, 2020

Ces articles illustrent les apports faits sur les murs végétalisés tant sur la caractérisation thermique des constituants que sur leurs échanges thermiques avec un bâti extérieur. J'indique par la suite, les mots clefs importants associés aux références des articles.

Mots clefs : Conduction (A, B), Conductivité thermique (A), Convection (B), Fluxmètre (A, B), Indice foliaire (B), Milieux poreux (A), Modèle numérique (B), Modélisation (A), Murs extensifs (A, B), Murs intensifs (A), Occultation (B), Rayonnement solaire (B), Substrats (A), Température de surface (B), Thermocouple (A, B).

Journal of Building Engineering 19 (2018) 258–265

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Building Engineering

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jobe

Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions

Laurent Libessart[a,*], Mohamed Amine Kenai[b]

[a] Univ. Artois, EA 4515, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), F-62400 Béthune, France
[b] YNCREA-Ecole des Hautes Etudes d'Ingénieur, LGCgE, F-59000 Lille, France

ARTICLE INFO

Keywords:
Thermal conductivity
Green wall
Living wall
Humidity
Substratum
Insulation
Thermal simulation

ABSTRACT

This study is the first stage of a larger multidisciplinary research program about the environmental performances and functions of green walls in urban ecosystems. It aims to determine how green-walls contribute to the thermal insulation of buildings by measuring the thermal conductivities of green-walls' components in controlled conditions. The study focused on complex green-wall systems, i.e. with a structure containing substrate in opposition with green-walls based on climbing plants. The four substrates were materials found in commercial substrate combinations. To compare, the thermal conductivities on two plants are carried out. In dry conditions, they showed conductivities of 0.062 W/m °C for sphagnum moss (*Sphagnum cristatum*), 0.060W/m °C for outdoor planting mix, and 0.105 W/m °C for clay balls and 0.051 W/m °C for substrate from a green-wall. Vegetation conductivities were also measured for ivy (*Hedera helix*) and Virginia creeper (*Parthenocissus quinquefolia*). As expected, conductivities were quite high (between 0.220 and 0.274 W/m °C). With the building thermal simulation, green-walls are technically able to improve buildings' insulation.

1. Introduction

There exist two types of green-walls: simple green-walls (intensive) and complex green-walls (extensive) [1]. The simple green-walls use climbing plants of standard ivy which come "to invade" the wall. It is necessary to wait several years to get the desired result. The complex green-walls, generally claiming an intensive maintenance technique, are working in terms of design. In fact, there exist several processes of implementation. Several manufacturers dispute the market and propose various construction processes. But overall, the principle remains the same one: a system of reinforcement is fixed on the wall, leaving a blade of air between this one and the wall. These reinforcements make it possible to place a substrate in the structure to accommodate the plants.

The concept of reconciliation ecology represents one of the major challenges for the future of urban areas [2]. The ecological engineering techniques of living roofs and walls represent a great potential for reconciliation ecology [2]. But, this task is not easy because it faces two main socioeconomic barriers to their constructions: the cost and the cultural perception of nature [2]. Moreover, a French study [3] showed conflicting interests among citizens. Urban populations express a need for natural spaces and intimacy as well as a need for social contacts with a surrounding environment providing many services such as stores, recreation activities or transport network. Several studies examined the effects of green walls on the temperatures of façades [4]. They have a certain cooling efficiency on the immediate environment [5]: they decrease the temperatures more than on a control facade without vegetation [6–8]. Several factors influence the observed differences of temperatures. They are grouped around three basic mechanisms. The first is the sunlight ray blocked by the vegetation, which creates a shadow and influences facade temperatures. The importance of this mechanism depends on the density and homogeneity of the foliage. The second is the thermal insulation induced by plants and substrate. The thickness, the density and moisture content of the substrate, the foliage density, the air movement in the intermediate spaces, and the capacity to stop the wind are all factors that affect this mechanism. The third is the facade protection against wind. The effectiveness of this last mechanism depends on the facades orientation, the direction and speed of the wind, and the foliage density [5,6,9–12]. Precisions on their component's thermal behavior were given by a model on the thermodynamic transmission process of the vertical ecosystem [13]. But no measurements were found in the literature. The screening effect by the plants of a building was studied recently [14]. The process developed by prediction of the thermal behavior of buildings envelopes in the presence of simple green-walls was applied to a virtual house located at Lille.

The green-walls are put up more and more on the buildings

* Correspondence to: IUT, 1230 rue de l'université, 62408 Béthune Cedex, France.
E-mail address: laurent.libessart@univ-artois.fr (L. Libessart).

https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.05.016
Received 30 November 2017; Received in revised form 6 May 2018; Accepted 11 May 2018
Available online 15 May 2018
2352-7102/ © 2018 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Table 1
Models developed for the simple granular mediums.

Parallel	$\lambda_{app} = \sum \varepsilon_i \lambda_i$	Medium made up in several states parallel between them
Series	$\lambda_{app} = (\sum \frac{\varepsilon_i}{\lambda_i})^{-1}$	Medium made up in several states in series between them
Hashin-Shtrikman	$\frac{\lambda_{app_{min}}}{\lambda_f} = \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \frac{\varepsilon}{\frac{1}{1-\lambda_s/\lambda_f} + \frac{\alpha}{3\lambda_s/\lambda_f}}$ $\frac{\lambda_{app_{max}}}{\lambda_f} = 1 + \frac{\alpha}{\frac{1}{\lambda_s/\lambda_f - 1} + \frac{\varepsilon}{3}}$	The medium is isotropic
Maxwell	$\lambda_{app} = \frac{\varepsilon\lambda_f(2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha\lambda_s\lambda_f}{\varepsilon(2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha\lambda_f}$	Particles are spherical and no mutual interaction between the particles
Hamilton	$\frac{\lambda app}{\lambda f} = \frac{\lambda_s + (n_h - 1)\lambda_f - (n_h - 1)\varepsilon(\lambda_f - \lambda_s)}{\lambda_s + (n_h - 1)\lambda_f + \alpha(\lambda_f - \lambda_s)}$	An extension of the Maxwell model to particles ellipsoidal

Where.
n = Number of contact per particle.
ε = Porosity of the granular layer.
α = Relative density.
λ_i, λ_{app} = Apparent thermal conductivity of porous media, W/m K.
λ_s = Thermal conductivity of the solid phase, W/m K.
λ_f = Thermal conductivity of the fluid to the atmospheric pressure, W/m K.
ψ = Sphericity referring to the spherical geometry with $n_h = 3/\psi$.

frontages. As this background shows, green-walls are creating a growing interest in research, and they are approached using different methods and scales. Nevertheless, their thermal benefit still not yet completely mastered in thermal simulation. They are always more used for their aesthetic aspect. Many gaps still remain about their ecological and environmental value. More generally, the required design to optimize their ecological, thermal, acoustic and sensory functions still has to be elucidated. Finally the suppliers of green-walls are interested by the determination of the thermal conductivities values to develop their products.

The aim of this study is to develop the integration of the green-walls on the building and to show its benefits on the building frontage. Firstly, the measurement of the thermal conductivity of different substrates for extensive green-wall (sphagnum moss (*Sphagnum cristatum*), clay balls and substrate of a green-wall CVF are made for manufacturers. Secondly, many walls in France are covered with ivy (*Hedera helix*) or Virginia creeper (*Parthenocissus quinquefolia*), it is interesting to look at their thermal interest. Can the green-wall replace a standard thermal insulation? Which thickness of green-walls is it necessary to allow a profitable insulation? Finally, the thermal conductivities knowledge is an asset to develop the databases of the software and thus create more precise thermal simulations.

2. Methodology and theory

2.1. Conduction and conductivity

The thermal transfer through an environment is made possible thanks to three different heating transfer reactions: conduction, convection, and radiation [15]. For the conductivity measurements, the transfer reaction by conduction was used.

The term of conduction describes the distribution inherent to the internal shocks without transport of material. For example, when two solids with different temperatures enter into contact, the element which the highest temperature is placed into the one with a lower temperature.

Such a transfer always shows itself when a material is subject to a gradient of temperature. A heat flux goes across the region where the temperature is the highest towards the region where the temperature is the lowest. The conduction theory rests on the Fourier law. The flow density is proportional in the temperature gradient:

$$\overrightarrow{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{grad} \quad (T) \tag{1}$$

Where

φ = Flux density (W/m^2)
λ = Thermal conductivity (W/m K)
T = temperature (Kelvin)

The energy preservation depends on thermal properties: the thermal conductivity, the thermal diffusivity, and the geometry of the environment. Heat transfer in an opaque, homogeneous solid, without term of source and isotropic is translated by the following equation:

$$\frac{1}{a}\frac{\partial T}{\partial t} = \nabla^2 T \tag{2}$$

Such as: 'a' represents the thermal diffusivity which is only a function of λ (thermal conductivity) and ρCp (heat volume).

To resolve the heat equation of any environment, it is indispensable to know two parameters; the thermal conductivity and the heat volume. They characterize the thermal transfer in the environment. This project relied on the measurement of thermal properties, especially thermal conductivity of the porous media. The measure is complex because it depends on more parameters as the material, the contact resistance, the measurement time and the thickness.

2.2. Thermal conductivity of porous media

From the resolution of the energy equation [16,17] many models of calculations of thermal conductivity were developed (Table 1). The models found in literature can give good results for the calculation of the apparent thermal conductivity of porous media. They are predictions tools developed to know the mechanisms of thermal transfer in porous media. It is necessary to specify that the models suggested relate to only the diphasic granular mediums. The solid phase consists of only one phase represented by solid particles. In addition, the fluid is represented by pores filled exclusively with air.

The problem is complex. It is necessary to develop models, bringing in different physical phenomena (transfer / condensation, contact law between particles, conduction, and convection) and to verify the microstructure of the environment (size, shape of the particles) and to study the state of the constituents of the environment (conductive phase).

Not knowing the thermal conductivity of materials, the bibliographical references validated the experimental models. The measurement of apparent thermal conductivity is interested in taking into account two phases: solid and fluid. It is necessary to consider the problem of resistance to contact which can intervene during the measurement.

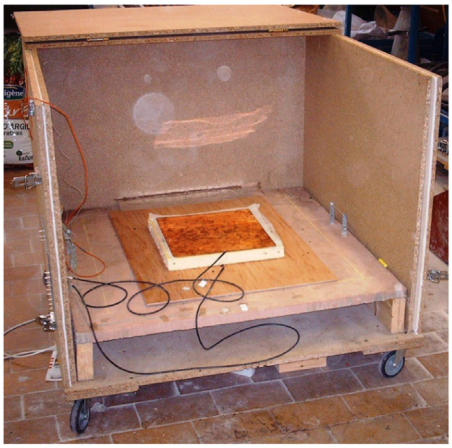


Fig. 1. Overview of the wood box and the device of measure.

2.3. Experimentation

To characterize materials, the used device is a horizontal system by the guarded hot plate method [18,19]. It is an experiment in permanent transfer mode (ISO 8302) where one imposes on a plane sample a one-way heat flow, and measures the difference in temperature at the boundaries of the sample. This method rests on the use of a thin plate compared to the dimensions of the sample. The implementation of materials tested is easier. The purpose of this experimentation is to measure thermal conductivities. It is necessary to prevent the thermal transfer by convection by the creation of closed wood box (Fig. 1). Its composition is detailed below.

The sensors used are a " tangential gradient type ". The tangential gradient fluxmeter intrinsically generates temperature variations in the plane of measurements. Then, these gradients are detected by a great number of thermoelectric junctions connected in a series. Indeed, the sensor generates a Seebeck electro motive forces (EMF) which is proportional to the heat flow. These fluxmeters have a highly conductive copper surface which tends to homogenize the surface temperature and thus to provide average values.

Two fluxmeters with a sensitive area of $30 \times 30\,cm^2$ are used for this experiment. A first fluxmeter ($\Phi 1$) measures the flow, which enters (Fig. 2) and the second ($\Phi 2$) measures the flow, which goes out. The average calibration is 262 $\mu V/(W/m^2)$ for the first and 258 $\mu V/(W/m^2)$ for the second, where Φ is the flux density (W/m^2).

To measure the temperature difference in the borders of the samples, K type thermocouples are used. Its composition is Chromel (alloy nickel + chrome) and Alumel (alloy nickel + aluminum (5%) + siliceous). It allows a measure in a range of wide temperature from -250 to 1372 °C. It is stuck on the surface to measure the temperature (T1).

To allow a unidirectional flow and to avoid the flow loss on the sides, a guard zone was installed around each sensor (Fig. 3).

After the second thermocouple is arranged on its surface (T2), the

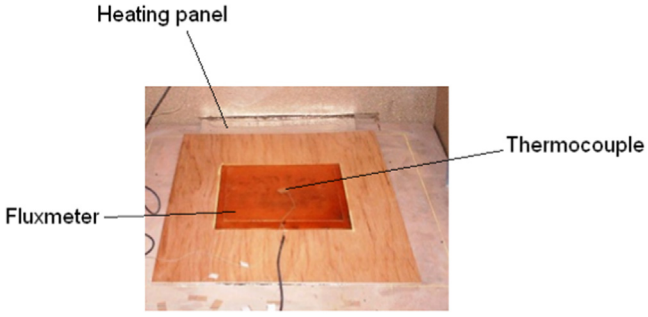


Fig. 2. Detail of the device of measure.

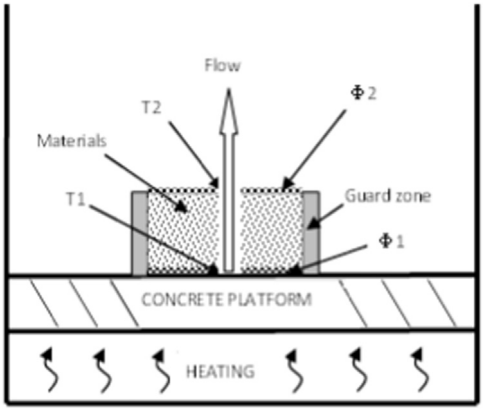


Fig. 3. Principal plan.

temperature difference can be measured for the Fourier Law resolution.

To generate the heat flow two devices are necessary. Heating plates heat the surface of concrete to a maximal temperature of 40 °C. And a heating resistance homogenizes the temperature of the surface. Furthermore, it will serve for the delicate measurements of plants to obtain a lower temperature (20 °C) to avoid the drying of the plants. As a reminder, the measure of conductivity is based on the principle of the guarded warm plate method and the fluxmetric method. It is realized in steady state. The heat flow must be constant in time and uniform in space.

The conductivity value (λ) is calculated by using Fourier Law (3). For it, two temperatures have been measured on the borders of the sample (ΔT) for a surface (S) of 1 m^2 and with a thickness (e) gives the following equation [20,21]:

$$\lambda = \frac{\phi . e}{\Delta T . S} (W/mK) \quad (3)$$

The measurements are carried out with a portable multimeter and are correct when the device reached the steady state.

The experimental protocol is carried out in the following manner:

- To put on the hotplates and it is necessary to wait a few hours to reach the steady state.
- To make sure of the uniformity of the temperature of the concrete slab. The ΔT should not exceed 1 °C. Three thermocouples are distributed on the concrete slab.
- To place the fluxmeter in the center of the concrete slab (a layout is envisaged)
- To place material to be studied with the top of the fluxmeter.
  - For a solid material
    To place the material directly at the top of the fluxmeter.
  - For a granular material

To place the polyurethane framework of which the interior is covered with geotextile. To put the material to be studied within the framework, to fill it to the brim without packing (the material should beforehand be weighed).

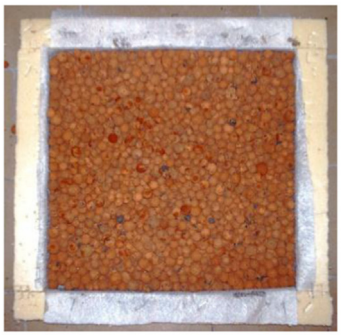
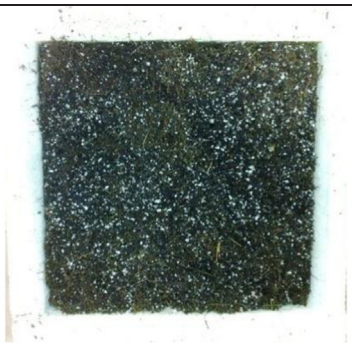
To cover the framework with a film of geotextile in order to avoid resistances of contact

- To place the second fluxmeter at the top
- Lastly, to close the box and to expect the steady state.

2.4. Green-wall components

The substrate characterization for complex green-wall are presented in Table 2 and in Table 3 for the two climbing plants (Ivy, Virginia creeper).

Table 2
Substrate characterization.

Universal potting substrate	Composition: composted bark, fair peat, plant compost Material dries / total : 35% Material organic/dries : 55% Capacity of retention in water : 600ml/l of substrate pH : 6.5	
Clay balls	The expanded clay is industrially made from natural clay which will successively be dried, reduced to flour, will in some water then will in ovens what gives after all balls or blocks with clay balls. This material has a density between 350 and 700 kg/m^3.	
Sphagnum moss	It possesses a big absorption capacity and retention of the water, the sphagnum moss is a moss which can store 20× its volume in water grace to its very light texture. It is antibacterial what allows a protection against the decay, the diseases and the parasites and it has a pH naturally acid of 4.8.	
Substrate CVF	Industrial composition: Approximately 90 % coconut matting, approximately 10 % of perlite, fertilizer of synthesis	

2.5. Thermal simulation

To complete this study, a modeling was carried out in order to look at the influence of the thermal conductivity of the ivy on consumption energy of a standard house. To determine the influence of the green-wall of a dwelling, the thermal software of simulation instigates TRNSYS 17 has been used. The study case considered thereafter is a house on under floor space. This house is called “House MOZART”: it is a “standard” house representing the average of the French houses in main home. It was defined by EDF in 1994 in co-operation with the CSTB (French Scientific and Technical Center for Building) and GDF.

The thermal simulation is based on the thesis of Mr. Gossard [22] and a study carried out by the CSTB [23] (for comparison purposes) and to have the data necessary to model the “House Mozart”. The total space of this house is of 100.86 m^2 with a height under ceiling of 2.3 m. The results are presented in paragraph 3.5.

Table 3
The vegetal palet.

Vegetal (%)	Pictures
Ivy	
Virginia creeper	

3. Results and discussion

3.1. Device validation

To validate the device, two materials have been used: a plain plate extruded polystyrene and sand. The extruded polystyrene has a conductivity value (supplied by the manufacturer) of $\lambda = 0.036$ W/m.K. The measurement gives a conductivity value of $\lambda_{measured} = 0.0377$ W/m K. For this validation, an error of the conductivity value of the polystyrene extruded is about 4%. Furthermore, ΔT must be higher for 20 °C as required by the trial standard [20]. For the sand, Fillali [16] found a value of thermal conductivity of dry sand of $\lambda = 0.225$ W/m K. The measurement gives a conductivity value of $\lambda_{measured} = 0.229$ W/m K. The thermal conductivity of sand was measured. The experimental device is validated for porous media.

3.2. Dry substrate

Every material was allowed to dry for 48 h in a steam room. The basic materials of green-walls were chosen as well as a composition used directly as substrate.

Table 4 presents the results obtained by the measurement of thermal conductivity for an average of three tests. The thickness of the samples is 4 centimeters. The steady state was obtained after 10 h.

According to the French standards, an insulating material is recognized as a heat insulator if its thermal conductivity is lower than 0.06 W/m K. In our case and in the dry state, the outdoor planting mix, the sphagnum moss and the substrate CVF can be considered as heat insulators. But, numerous heat insulators with lower thermal conductivity are available on the market. In fact, the traditional heat insulators have a thermal conductivity included generally between 0.035 and 0.045 W/m K. Furthermore, if the substrate is dry, it is very likely that no plant can push above.

Table 4
Values of thermal conductivity for substrate testing.

Substrate	Thermal conductivity (W/m K)
Sand	0.225
Universal plant mix	0.062
Clay balls	0.105
Sphaignum	0.060
Substrate CVF	0.051



Fig. 4. Mix ball of clay and plant mix.

- *Mixture of outdoor planting mix and clay balls*

Formulations of substrate of green-walls can contain clay balls. A mixture of outdoor planting mix and clay balls has been realized in the dry state. The results obtained are presented in the following figures (Figs. 4 and 5).

The graph gives us as relation (4):

$$\lambda_{mixture} = 0.00025 \quad (\%_{Clayballs} - \%_{Plantmix}) + 0.08675 \tag{4}$$

3.3. Wet substrate

The next stage consists of studying the substrate in the wet state, here are the results obtained for the outdoor planting mix (Fig. 6) and the sphagnum moss for a 4-centimeter thickness (Fig. 7). The steady state was obtained after 13 h.

The water presence makes the visible density of some compost decrease. Between 150 kg/m^3 and 250 kg/m^3, a decline of conductivity of about 33% is noted by 50 kg/m^3.

$$Apparentdensity_{plantmix} = -0.6851 \times w_{plantmix}(\%) + 260.89 \tag{5}$$

What a moisture content w > 10% as average relation gives us (6) :

$$\lambda_{Plantmix} = 0.0013 \times w_{Plantmix}(\%) + 0.07737 \tag{6}$$

And for the sphagnum moss relation (7) :

$$\lambda_{sphagnum_moss} = 0.000206 \times w_{sphagnum_moss}(\%) + 0.071892 \tag{7}$$

And for the substrate CVF relation (8):

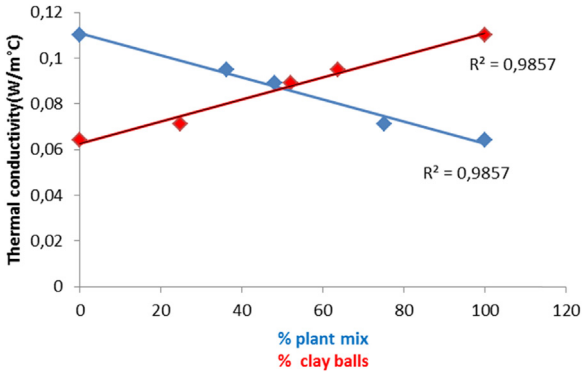


Fig. 5. Variation of the conductivity according to the % of plant mix and clay balls.

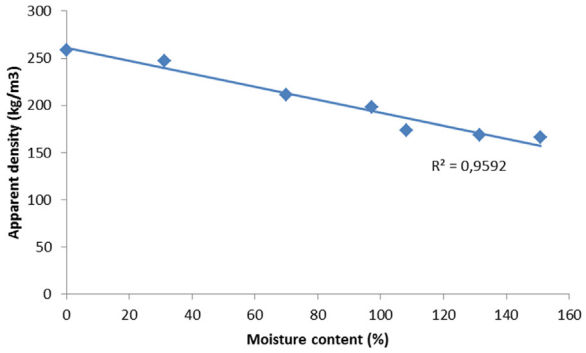


Fig. 6. Apparent densities of the plant mix according to moisture content.

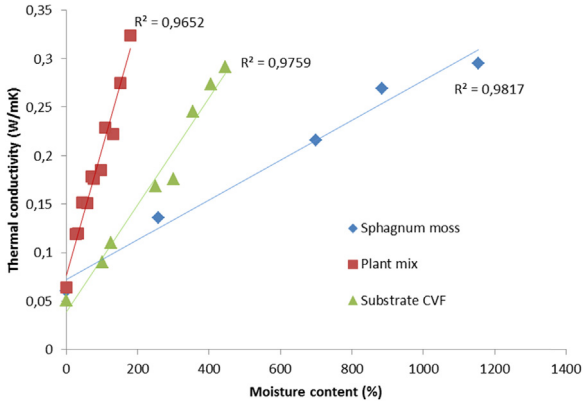


Fig. 7. Conductivity of the compost, the sphagnum moss and substrate CVF according to moisture content.

$$\lambda_{substrateCSV} = 0.000540 \times w_{substrateCVS}(\%) + 0.04328 \quad (8)$$

Despite the important water presence, the sphagnum moss preserves a low thermal conductivity. Indeed, for a 890% moisture content, its conductivity is equal to 0.28 W/m °C, compared with the outdoor planting mix, it corresponds approximately to a 150% moisture content. These results show the importance of the choice of the substrate for the green-wall creation. It is important to control moisture content.

With the relations (3 and 4), the thermal conductivity of materials can be determined with a measure of moisture content (Fig. 8).

The separation between the measured and calculated conductivities can result from the measure of the moisture content, where a sampling is taken from the global mass.

3.4. Plant palette

To avoid the dry out of plants and to avoid the loss of moisture, the paving concrete was warmed slightly to create a temperature difference

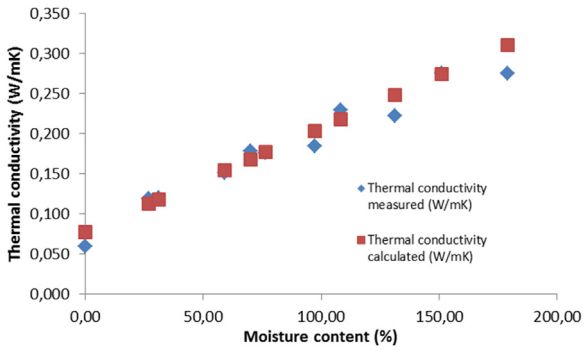


Fig. 8. Comparison between thermal conductivity measured and calculated.

Table 5
Measure of the vegetal palet.

Vegetal (%)	Thermal conductivity (W/m K)
Ivy	0.239–0.265
Virginia creeper	0.220–0.274

of about 10 °C. After measurement, the plant was always in the same state. The plant arrangement was realized so as to reproduce a green-wall thickness of 10 centimeters. The foliage implementation is realized to feign a green-wall consisted of sheets and air. Measured thermal conductivities are presented Table 5.

It is not easy to reproduce the test with the plants. Five tests were carried out to have this measurement range. The results show that the plants don't bring real thermal insulation. On the other hand, they can help to reduce overheating on the walls in summer [14]. In order to quantify the contribution of a green-wall on a dwelling a modeling on TRNSYS is carried out.

3.5. Thermal simulation

The modeling of the house Mozart was carried out on SketchUp in order to export it on TRNSYS 17 (Fig. 9).

To take into account the green-wall (Fig. 10), TRNBuild determined these specific properties (λ = 0.25 W/m °C, ρ = 16 kg/m^3 and a heat capacity of 150 W h/m^3 K).

The assumptions of simulation are

Heating:

- 19 °C except for garage, roofs and underfloor space
- Power = limited to 7.5 kW per zone
- Radiative share = 70%

Occupation:

- 3 people present of 17:00 at 8:00 the week and all the day the safe weekend in the garage, roofs and underfloor space

Internalloads:

- Illumination: 5 W/m^2, leaves convective = 40% fluorescent tube
- Use cooks: 240W, radiative share 90% to 777.6 kJ/h (from 19:00 to 20:00 the week and 11:00–12:00 the weekend)

Not air-conditioning
Ventilation

- Kitchen: 0.4 vol/h
- Bathroom: 0.2 vol/h

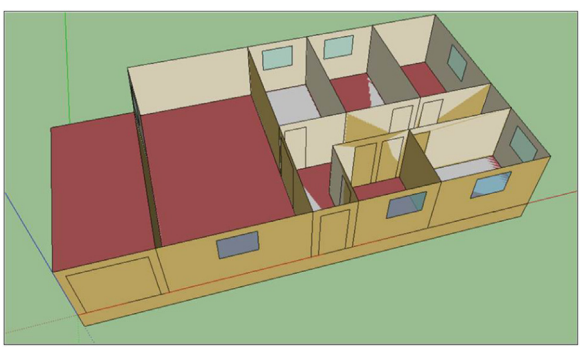


Fig. 9. Modeling of the house Mozart on SketchUp.

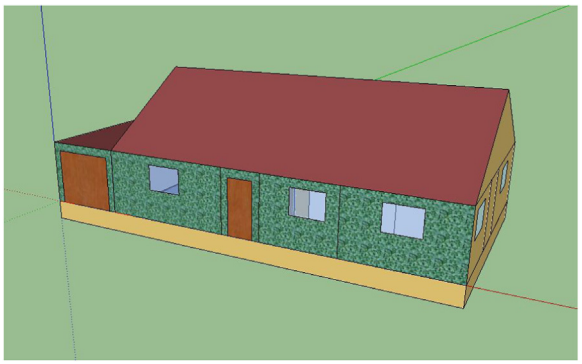


Fig. 10. Modeling of the green-wall of the house Mozart on SketchUp.

Table 6
Comparison of the annual statements with and without ivy.

House Mozart Annual statement in kW h/an					
Needs for heating	Solar contributions	Internal contributions	Losses by the walls	Losses by ventilation	Losses by the infiltrations
Without green-wall					
8454	3147	1442	− 8734	0	− 4309
Green-wall in the south (5 cm of Ivy)					
8204	3147	1442	− 8449	0	− 4344
Green-wall in the south (10 cm of Ivy)					
8167	3147	1442	− 8417	0	− 4340

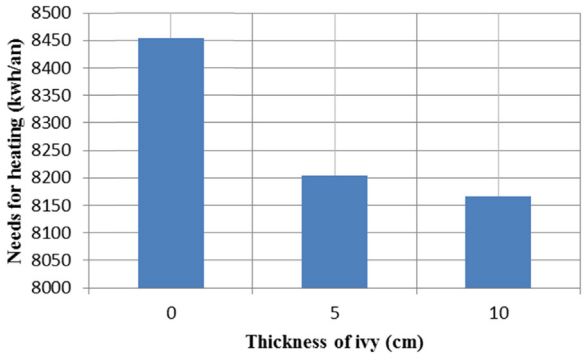


Fig. 11. Comparison for heating with or without ivy.

Infiltration

- Heated zones: 0.1 vol/h
- Not heated zones: 1 vol/h

The results are given in Table 6.

Fig. 11 presents the reduction of heating of housing with presence of a green-wall.

By modeling the green-wall, a reduction in the production of heating of 3% has been noted which remains low. An ivy addition of 5 cm does not make it possible to have a better performance in insulation. It is necessary to do a more complete study of the thermal performances of the green-walls and integrated the influences of the other phenomena related to the presence of the vegetation [4,14,24].

4. Conclusion

This study gives concrete values of thermal conductivity of the components of the complex green-walls for manufacturers. This preliminary study enabled us to find conductivity apparent being able made up a green-wall. This approach remains in conditions controlled with measurements in the laboratory. The measures bring thermal knowledge for the manufacturing of complex green-walls. The manufacturers can develop their product. The green-walls made up of sphagnum have the best thermal conductivities in wet condition. Moreover, it is important to control the moisture of the substrates to obtain the best thermal conductivity. The manufacturers can add sensors moisture in the substrate to find a balance between thermal conductivity, moisture and growth of the plants.

The green-wall materials cannot be used as a replacement to classic types of insulation. On the other hand, they can be used to complement other types of insulation. Their presence controls the solar thermal radiations and thus ~~to~~ avoid overheating in summer.

Concerning the simple green-wall, to obtain a wall respecting the wall insulation ($R = 3\,m^2\,K/W$) with 20 cm of ivy or Virginia creeper and with a veil in concrete of 20 cm would be to add a complementary insulation ($\lambda = 0.04\,W/m\,K$) of:

- For the Virginia creeper : 8.2 cm
- For the Ivy : 8 cm

The thermal insulation investigation shows that 5 cm of ivy makes it possible to reduce the needs for heating. The increase of the ivy thickness to 10 cm does not make real improvement of the insulation. The first results of thermal simulation show the interest of the green-walls on the building. It is important to take them into account in thermal simulations in design offices.

Furthermore, the measure of thermal conductivity is realized on rough materials and provides an intrinsic value of the material; it does not take into account its use. It would be necessary to pursue experiments on exposed sites to measure its influence on the thermal comfort of the house.

References

[1] M.A. Kenai, L. Libessart, S. Lassue, D. Defer, Impact énergétique d'un mur végétalisé sur les performances thermiques d'une paroi de bâtiment, XIIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois sur la thermique des Systèmes, Saint-Lô.
[2] R.A. Francis, J. Lorimer, Urban reconciliation ecology: the potential of living roofs and walls, J. Environ. Manag. 92 (2011) 1429–1437.
[3] T.N.S. SOFRES Les français et leur Habitat : perception de la densité et des formes d'habitat. Observatoire de la ville, ⟨http://www.observatoire-de-la-ville.com/publications/les-etudes-tns-sofres.html⟩.
[4] R. Djedjig, R. Belarbi, E. Bozonnet, Experimental study of green walls impact son buildings in summer and winter under an oceanic climate, Energy Build. 150 (2017) 403–411.
[5] N. Hien Wong, A. Yong Kwang Tan, Y. Chen, et al., Thermal evaluation of vertical greenery systems for building walls, Build. Environ. 45 (2010) 663–672.
[6] C.Y. Cheng, K.K.S. Cheung, L.M. Chu, Thermal performance of a vegetable cladding system on façade walls, Build. Environ. 45 (2010) 1779–1787.
[7] T. Sternberg, H. Viles, A. Cathersides, Evaluating the role of ivy (*Hedera helix*) in moderating wall surface microclimates and contributing to the bioprotection of historic buildings, Build. Environ. 46 (2011) 293–297.
[8] N. Hien Wong, A. Yong Kwang Tan, P. Yok Tan, K. Chiang, N. Chung Wong, Acoustics evaluation of vertical greenery systems for building walls, Build. Environ. 45 (2010) 411–420.
[9] E. Alexandri, P. Jones, Temperature decreases in an urban canyon due to green walls and green roofs in diverse climates, Build. Environ. 43 (2006) 480–493.
[10] K.L. Getter, B. Rowe, The role of extensive green roofs sustainable development, Hortscience 41 (2006) 1276–1285.
[11] H.F. Castleton, V. Stovin, S.B.M. Beck, J.B. Davison, Green roofs, building energy savings and the potential for retrofit, Energy Build. 42 (2010) 1582–1591.
[12] K.J. Kontoleon, E.A. Eumorfopoulou, The effect of the orientation and proportion of a plant-covered wall layer on the thermal performance of a building zone, Build. Environ. 45 (2010) 1287–1303.
[13] C.Y. Jim, H. He, Estimating heat flux transmission of vertical greenery ecosystem, Ecol. Eng. 37 (2011) 1112–1122.
[14] M.A. Kenai, L. Libessart, S. Lassue, D. Defer, Impact of plants occultation on energy balance: experimental study, Energy Build. 162 (2018) 208–218.
[15] Y. Cherif, A. Joulin, L. Zalewski, S. Lassue, Superficial heat transfer by forced convection and radiation in a horizontal channel, Int. J. Therm. Sci. 48 (9) (2009) 1696–1706.
[16] M. Filali, Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques: modélisation et mesures (Ph.D. Thesis), Polytechnic institut of Toulouse, 2006.

[17] E. Delacre, D. Defer, E. Antczak, B. Duthoit, Identification by thermal impedance: application to wet materials, High. Temp. - High. Pres. 33 (2001) 337–344.
[18] S. Lassue, L. Zalewski, L. Libessart, P. Herin, Instrumentation for experimental study on heat transfer coefficient for external surface of building. Intern. Conf. Urban Engin., Lille, 2005.
[19] B. Martin, J.F. Durastanti, B. Peureux, Méthode d'identification de la conductivité thermique des matériaux isolants, Entrop 147 (1994) 47–52.
[20] SD EN 12667 et SD EN 12664 Normes caractérisation de la conductivité thermique des matériaux.
[21] F. De Pont, S. Klarsfeld, Conductivité thermique des isolants, Technique de l'ingénieur, 2002.
[22] D. Gossart, Impact de l'enveloppe sur la performance énergétique des bâtiments : de la caractérisation jusqu'à l'optimisation (Ph.D. Thesis) 3 University of Toulouse, 2011.
[23] CSTB, «Inertie thermique des logements et confort d'été, Collect. Techn. Cimbéton, 2001.
[24] M.A. Kenai, Caractérisation, analyse et modélisation des échanges énergétiques entre un mur végétalisé intensif et son environnement (Ph.D. Thesis), University of Artois, 2016.

Journal of Building Engineering 29 (2020) 101112

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Building Engineering

journal homepage: http://www.elsevier.com/locate/jobe

Impact of plants obscuration on energy balance: Theoretical and numerical study

Mohamed-Amine Kenai [a], Laurent Libessart [b,*], Stephane Lassue [b], Didier Defer [b]

[a] YNCREA-Ecole des Hautes Etudes d'Ingénieur, LGCgE, F-59000, Lille, France
[b] Univ. Artois, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), EA 4515, F-62400, Béthune, France

ARTICLE INFO

Keywords:
Green walls
Obscuration effect
Model adaptation
Thermal effect analysis

ABSTRACT

This article presents the numerical simulation of the energy effect of a solar mask created by a green wall on the thermal performance of a building envelope in a temperate climate in order to integrate it into thermal calculation codes. The document describes primarily the adaptation of a simplified prediction model. The simplified model was developed and validated on the basis of tests carried out with an experimental controlled occultation device by integrating all external parameters influencing heat exchanges (conduction, convection and radiation). A first validation of the numeric resolution algorithm of the preliminary model was realised. Then the model was supplemented by considerations related to the characteristics of the selected plants: ivy and Virginia creeper, such as the semi-transparent appearance of foliage plants and their geometric distribution. The numerical prediction was very close to the experimental values, and the mean error was about 1 °C. This difference makes it possible to validate the developed model.

1. Introduction

The issue of reducing energy consumption is a major factor in solving contemporary environmental problems. From the first world conference on the environment (Stockholm, 1972) to the recent climate conference (Cop 21, Paris 2015), passing by the Kyoto agreements (1997) and the various inter-state negotiations around the world, the building sector has been identified as one of the most important targets on which energy saving efforts must be made [1]. The vegetation of building envelop by creating Green Walls (GW) or Vegetal Walls (VW) is among the various solutions for the optimization of energy consumption in buildings [2–5] and some well publicized projects have given a very good image of the process (Quai Branly Museum in Paris for example [6]). This tendency mainly came from Germany in the early 1970s. Although it is a very old technique, the main driver of its development remains, to this day, the aesthetic aspect and the desire to provide originality to buildings [7]. However, green walls can also have very positive effects on the improvement of the sound insulation [8–10] and the thermal performance of buildings [11–20]. According to numerous studies, green walls contribute to the improvement of air quality [21–26], bring biodiversity to urban centres and limit the development of the heat island phenomenon [27–30]. In addition to the described properties that are common to both types of green walls, the complex types (Substrate + Plants) introduce evapotranspiration phenomena that give them a cooling capacity [31–34]. In this case, the substrate, if it is regularly irrigated, is the seat of an evaporation phenomenon and feeds the transpiration of the plants. This transformation of water from its liquid phase to its gaseous phase requires energy that contributes to the consumption of heat flux at the outer surface area of the wall. The energy required to convert 1 m^3 of water (at 20 °C) to steam is equivalent to about 680 kWh (latent heat). The transpiration of the plants is a function of the stomata resistance, it is a characteristic peculiar to the plants which allows them to self-regulate physiologically. Stomata give plants the ability to adjust the flow of water through them, so these flows are regulated according to the size of the stomata opening, which in turn depends on the different atmospheric conditions and physiological state of the plant. In case of water deficit the stomata close to compensate for the lack of water supply. Jim and He [35] evaluated the process of transmitting green walls using a solar projection principle. The results showed that the thermal efficiency of the shading effects varies with the orientation, in the case of the south-facing wall the latter had reached a higher coefficient (0.31) compared to the north-facing wall. The south wall exchanged lower heat flows (in both directions) than the north wall. It was more effective than the north wall due to amplification of the effects of canopy evapotranspiration [35]. In the case of "simple"

* Corresponding author.
E-mail address: laurent.libessart@univ-artois.fr (L. Libessart).

https://doi.org/10.1016/j.jobe.2019.101112
Received 7 September 2019; Received in revised form 2 December 2019; Accepted 5 December 2019
Available online 9 December 2019
2352-7102/© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Nomenclature

Symbols

T	temperature, K
GW	green wall
$Is^{\downarrow}$	incident solar radiation, W/m^2
$Ir^{\downarrow}$	infrared radiation, W/m^2
c_p	specific heat, J.kg^{-1}.K^{-1}
d_0	height of movement, m
df	average leaf thickness, m
F	leaf cover index
h_{cv}	convective exchange coefficient, W.m^{-2}.K^{-1}
hf	height of vegetal canopy, m
k	constant of Von Karman
ra	aerodynamic resistance, s.m^{-1}
rc	« resistance » to sensible thermal transfer, s.m^{-1}
uc	flow velocity within the plant layer, m/s
U_m	wind speed, m/s
z_{0H}	roughness lengths « sensitive heat », m
z_{0m}	roughness lengths « amount of movement», m

Greek letters

A	solar absorption coefficient
β_{zen}	solar zenith angle
ϕ	flux density, W/m^2
σ	constant of Stefan-Boltzmann $5.67 \times 10^{-8} W/m^2.K^4$
σ_{occ}	coverage rate, [0,1]
ε	emissivity, [0,1]
τ	transmissivity, [0,1]
σ_{vw}	coverage rate, [0,1]
μ^*	solar extinction coefficient

Indices / Exponents

CC	cellular concrete
vw	vegetal wall
Eq	equivalent
sol	solar
R_{env}	infrared exchanges with the environment
R_{occ}	infrared exchanges with the GW
R_{env}	infrared exchanges with the environment
R_{occ}	infrared exchanges with the GW
$R_{env\text{-}vw}$	infrared exchanges with the environment
$R_{cc\text{-}vw}$	infrared exchanges with the green wall
Cv	convection
Tr	transmitted
Th	theoretical
AG	air gap
SWR	short-wave radiation, W/m^2
LWR	long-wave radiation, W/m^2

green walls that will be addressed in this work (low transpiration, lack of substrate), this cooling effect is negligible compared to the impacts on short wavelengths and long wavelengths radiation and on thermal convection.

To complete the aim of the study, there are very few studies proposing numerical and analytical tools for evaluating the thermal effects of green walls on buildings [36]. Dynamics simulation software's don't take into account the effect of green walls on the thermal balance. Some experimental studies have shown the beneficial effect of masking made by plants [37]. In order to develop digital thermal simulation tools, it is necessary to create a code integrating the parameters of the green walls. A simplified model was therefore developed on artificial masking to determine the theoretical evaluation of the thermal impact according to its coverage rate. The numerical code has been developed from the balance of energy exchanges through the integration of radiative and convective parameters. The introduction of the envelope characteristics and the meteorological data enabled the equations to be solved. The artificial masking device was then replaced by real vegetation (Ivy and Virginia creeper) and the theoretical study was supplemented by the integration of plant properties: the semi-transparent appearance of foliage plants and their geometric distribution. The differences between artificial masking and plants are discussed and interpreted as new parameters in the different equations. This work aims to evaluate the thermal impact of the "simple" green walls by digital and theoretical tools. The paper presents modelling of the thermal effect of plants. Prototype-scale validation was then presented to pave the way for the creation of a real-scale predictive thermal model.

2. Methods

2.1. Experimental approach

This part presents the evaluation of the energy effect of a solar mask created by a GW as described in Ref. [37]. The aim was to evaluate the impact of vegetation on the thermal performance of building envelope under a temperate climate, in summer and winter. This wall was equipped with a device simulating the masking effect of a vegetal cover by an artificial material. This approach allowed the listing and evaluation of the principal transfer phenomena that occur between the wall and its environment. Thus, a relatively simplified model was validated from the comparison between numerical simulations and experimental results obtained for the thermal labs which are under natural constraints. These cubic cells of reduced size each consisted of five thermally insulated walls and a test wall, facing south, equipped with heat flux and temperature sensors (as described in Refs. [1,37]) which were then equipped with green walls (Fig. 1). The central prototype "Lab 1" serves as a reference, while Lab 2 and Lab 3 are respectively equipped with an evergreen (Ivy) plant and a deciduous plant (Virginia creeper).

The experimental results [37] showed clearly the effect of masking on reducing surface and air temperatures. It was found a significant decrease in the thermal heat flux through the south oriented wall depending on the increase of the coverage rates.

2.2. Preliminary theoretical model

A preliminary theoretical model was developed to identify the parameters that affect the heat flow received by an occult wall. This model was created by performing an energy balance to determine the heat flux resulting from various transfer phenomena between the outer wall and the environment, which are conditioned by the presence of a partial occultation (Fig. 2).

2.2.1. Energy exchange balance

The heat flux at the outer wall (ϕcc) obtained by the balance of the radiative and convective exchanges SWR and LWR, can be written in the following form:

$$\phi_{CC} = \phi_{sol} - \phi_{R_{env}} - \phi_{R_{occ}} - \phi_{cv} \quad (1)$$

The different terms of the energy exchange balance at the CC wall are detailed below (2.2.2. to 2.2.4.). The transfer equations used are relatively standard in the bibliography [38], the characteristic term of the coverage rate was added here. The radiative characteristics of each of the materials used are given in Table 1.

Calculations were made using meteorological records and measured

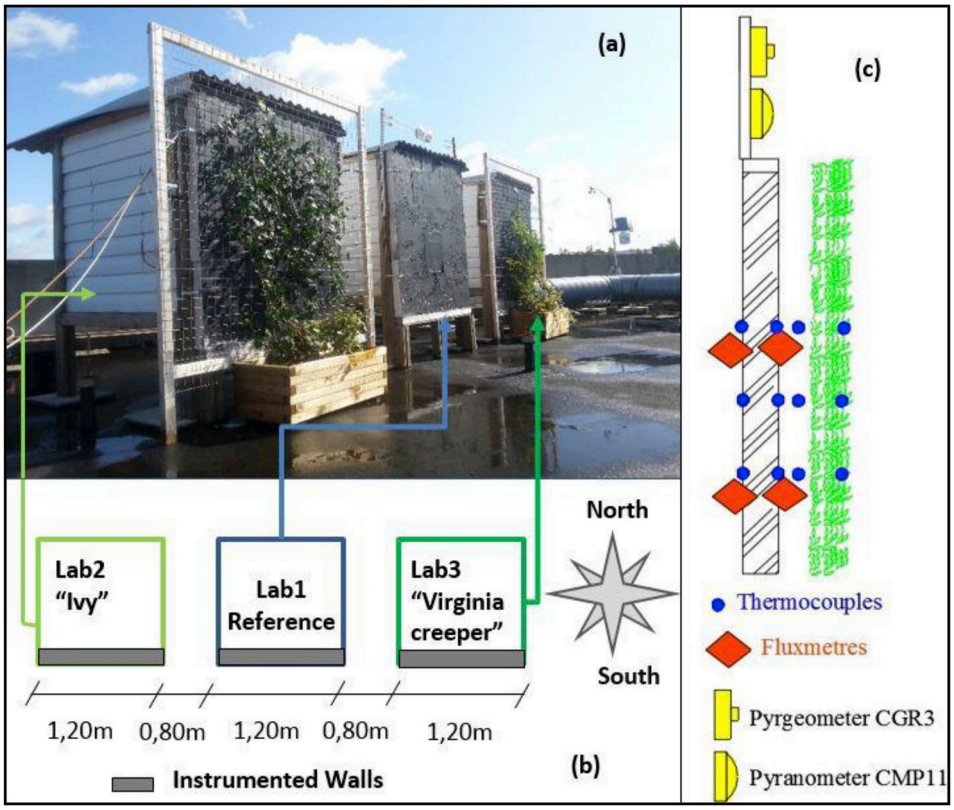


Fig. 1. Test of masking by the vegetation; (a) general view; (b) distribution of vegetated walls; (c) sensors disposition.

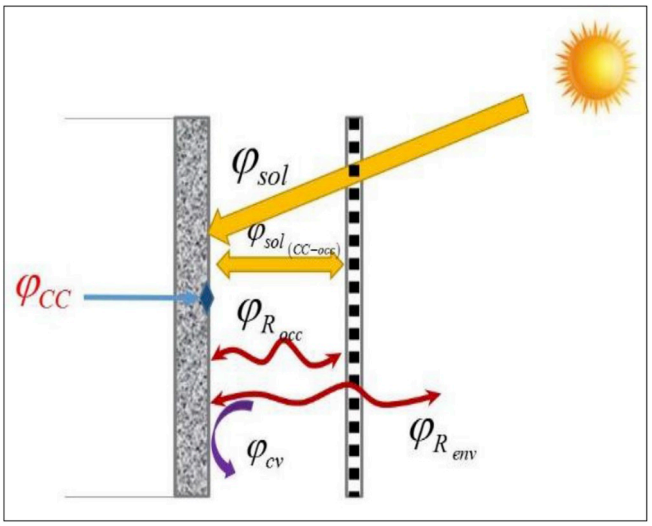


Fig. 2. Energy balance at the outer surface of the CC wall.

Table 1
Radiative properties.

Radiative Properties	α [0/1]	ε [0/1]	τ [0/1]	r [0/1]
Wall CC	0.9	0.9	0	0.1
Masking	0.9	0.9	0	0.1

temperatures on the CC wall surfaces, within the shading device and the air gap.

2.2.2. Solar radiation

The radiation absorbed by the outer surface of the wall is equal to the difference between the radiation which passes through the uncovered part of the occultation $Is^{\downarrow}.(1-\sigma_{occ})$ and the radiation reflected by the wall.

$$\phi_{sol} = \alpha_{CC}(1-\sigma_{occ}) \times Is^{\downarrow} \tag{2}$$

The SWR radiative exchanges between the masking and the outer surface of the cellular concrete are represented by the solar radiation of equation (2) whereas equation (3) takes into account possible multiple reflections between the wall and the inner surface of the masking.

$$\phi_{sol_{(occ-CC)}} = Is^{\downarrow}.\alpha_{CC}\left(1-\sigma_{occ}\right) \times \sum_{n=2}^{\infty} r_{CC}^{n}(\sigma_{occ}.\, r_{occ})^{n-1} \tag{3}$$

The value of n = 2 is largely sufficient here, the surfaces having high solar absorption coefficients (close to 0.9).

2.2.3. Infrared radiation

The radiation (LWR) at the CC wall is the sum of the exchanges between the wall and the environment is $(\phi_{R_{env}})$, and between the wall and the masking is $(\phi_{R_{occ}})$.

$$\phi_{R_{env}} = \frac{\varepsilon_{CC}\sigma.\left(T_{CC}^{4} - T_{EQ}^{4}\right) \times (1-\sigma_{occ})}{1-\sigma_{occ}.(1-\varepsilon_{CC})} \tag{4}$$

The exchanges between the CC wall and the environment are calculated from an equivalent temperature determined using a pyrgeometer placed on a vertical wall and which integrates the combined effect of the "surfaces" constituting the radiative environment at low temperatures (sky, ground, etc.). The equivalent temperature is

obtained by equation (5).

$$T_{EQ} = \left(\frac{Ir}{\sigma}\right)^{\frac{1}{4}} \quad (5)$$

The radiative exchanges LWR between the masking and the CC wall are represented by the following equation:

$$\phi_{R_{occ}} = \frac{\sigma.\left(T_{CC}^4 - T_{occ}^4\right)}{\frac{1-\varepsilon_{CC}}{\varepsilon_{CC}} + \frac{1}{\sigma_{occ}} + \frac{1-\varepsilon_{occ}}{\varepsilon_{occ}} \times \frac{1}{\sigma_{occ}}} \quad (6)$$

2.2.4. Convection

The heat flux exchanged by convection (ϕ_{cv}) is given by the following equation:

$$\phi_{cv} = h_{cv}.(T_{CC} - T_{AG}) \quad (7)$$

The convective heat exchange coefficient h_c was determined from the correlation used by Ref. [39]:

$$h_{cv} = 1.31.|T_{CC} - T_{AG}|^{\frac{1}{3}} + 9 \quad (8)$$

The constant 9 of equation (8) is an experimental factor recommended to take into account the effect of the average wind speed.

2.3. Equations resolution

The equations composing the energy balance at the outer surface of the cellular concrete wall (4), (6) and (8) involve nonlinear terms according to the surface temperature of the cellular concrete wall (T_{cc}).

A resolution of the energy balance equations was performed under Matlab using the Newton-Raphson method. Thus, for each time step, the "theoretical" calculated temperature of the wall surface is evaluated numerically with an iterative calculation. Once this temperature is approximated with an error deemed as acceptable, the program resets the inputs to make the approximation in the next time step and so on, until the last time step entered for the end of the calculations (Fig. 3).

For the functioning of the algorithm (Fig. 3), it is necessary to introduce the characteristics of the envelope and the meteorological data. The heat flux on the outer surface of the cellular concrete wall must also be provided at each time step in order to evaluate the temperature. The temperatures evaluated with this algorithm are validated experimentally in the following section.

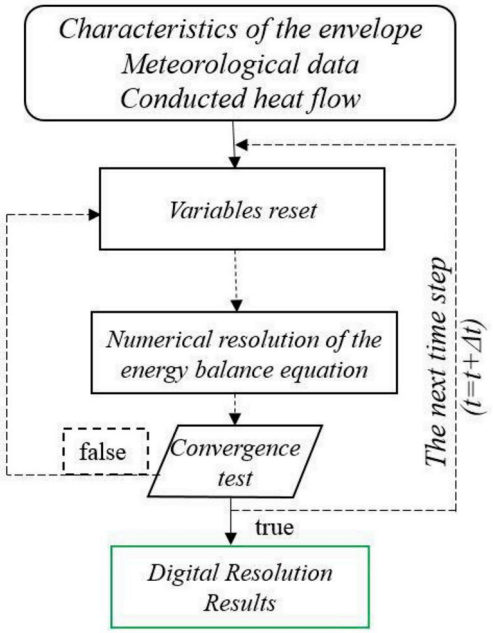


Fig. 3. Diagram of the resolution algorithm.

2.4. Preliminary model validation

A comparison between the theoretical temperatures, represented in orange (T°_theoretical) and the measured temperatures, in blue (T°_measured) was carried out for the different coverage rates (0–100%) in order to validate the preliminary model based on the energy balance equations in the artificial occultation test (Fig. 4).

For all coverage rates, the theoretical model closely reproduces the measured temperature. For example, in the case of coverage rates of 100%, the mean deviation between the theoretical temperatures curve and the experimental curve for a period of 6 days was 0.54 °C.

A typical day was selected to better illustrate the comparison between the numerical results and the experimental results. The coverage rate during this typical day (May 12, 2014) was 50% on the lab3, and the meteorological data used for the chosen day are shown in Fig. 5.

This typical day was selected according to the maximum temperature values and the solar radiation recorded during the period of the test of the controlled occultation rate. The peak of solar radiation was 786 W/m^2 at 16h00, while the ambient air temperature was around a maximum of 16.6 °C for the period and a minimum of 8.1 °C recorded at 5h00. No precipitation was observed during this day, but high humidity values were recorded during the night and in the morning (82%–90% between 1h00 and 10h00). The wind speed was relatively low during the selected sequence (0.9–3.6 m/s).

The results of validation of the theoretical model during the typical sequence are illustrated in Fig. 6.

In this figure, it is observed that the calculated heat flux is globally similar to that measured. The mean deviation between the theoretical and measured temperature is of the order of 1.3 °C. Deviations of up to 3.8 °C were recorded during peaks and in the rapid changes in solar radiation. These deviations coincide with the period when solar radiation is rapidly changing from 500 to 786 W/m^2. During the night and in the morning, the deviations are relatively higher than the mean values, they correspond perfectly to the sequence in which, the relative humidity was very high and the solar radiation not exceeding 200 W/m^2.

Despite these few deviations corresponding to particular sequences (high humidity and rapid change of solar radiation), the influence of the coverage rate was reproduced fairly accurately throughout the test.

The good similarity obtained, between the theoretical model and the experimental results, allowed an appropriate validation of the controlled occultation model. The equations of this model will be used as a basis for the modelling of the behaviour of the green walls.

2.5. Adaptation of equations to the case of vegetation

The energy balance at a wall obscured by vegetation is based on the balance equations of solar radiation exchanges, infrared exchanges and convective exchanges (Equation (9)).

$$\phi_{cc} = \phi_{sol} - \phi_{R_{env-CC}} - \phi_{R_{vw-BC}} - \phi_{cv} \quad (9)$$

Among the major differences between the two types of occultation is the semi-transparent foliage aspect of plants. This involves a new equation quantifying the solar flux (ϕ_{sol-tr}) which crosses the "vegetation cover" and involves several and numerous parameters (only parameters related to the obscuration effect are treated) (Fig. 7).

The second important difference is related to the geometry of the occultation. In the experiment, realised with artificial occultation, the objective was to master the role of the coverage rate. This has been possible by using a relatively simple structure where each of the meshes of the occultation lies in the same plane and thus in two dimensions (2D). In the case of vegetation, the leaves of the plants replace the square meshes. The distribution of plant leaves is not limited by a 2D plan. The thickness of the leaf layer, the density and the number of leaves are new

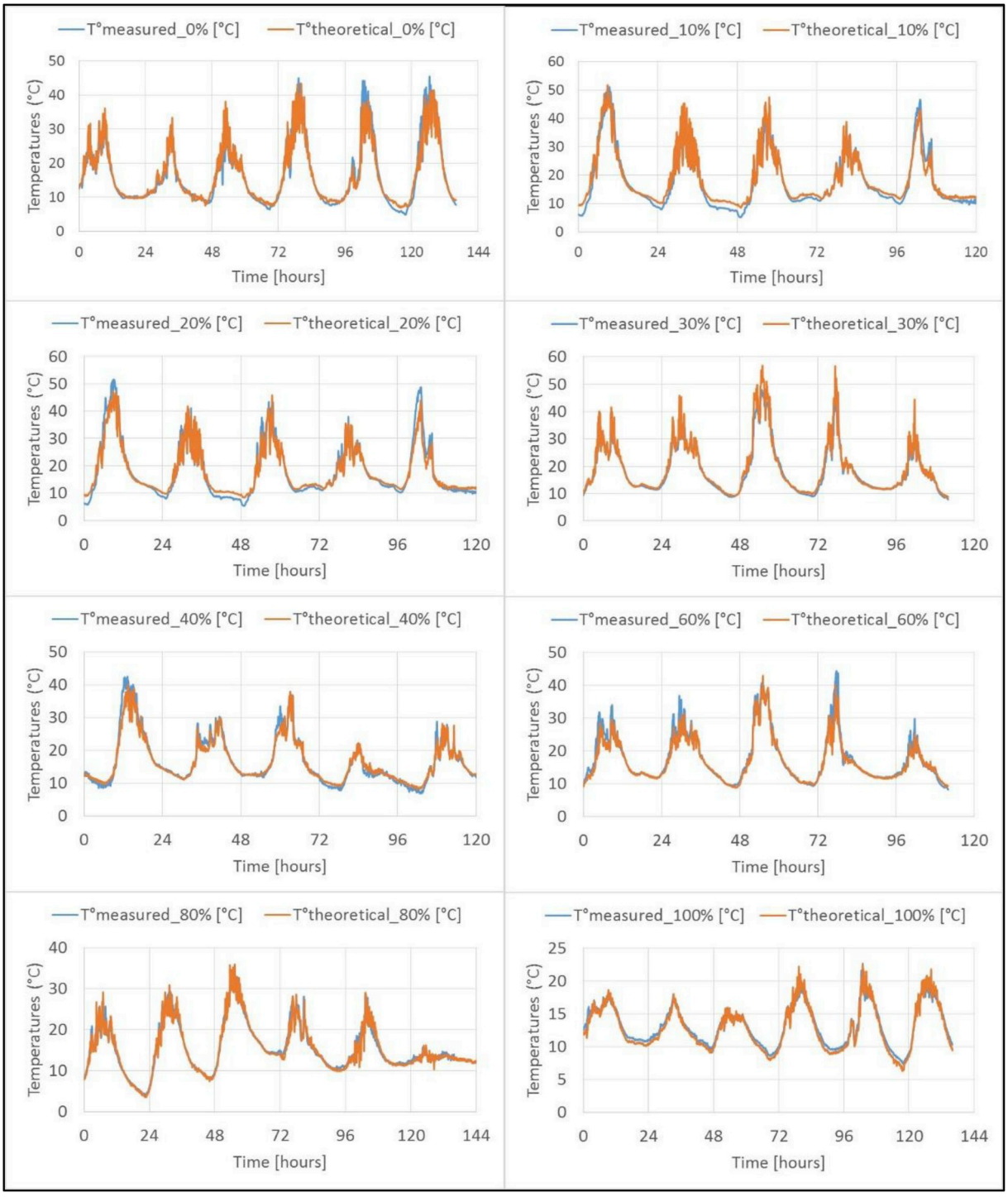


Fig. 4. Comparison of numerical and experimental results.

parameters to be integrated into the energy balance equations. This last aspect requires modification of the transmitted and absorbed solar radiation and an adaptation of the equations of convective exchanges. These convective exchanges are considered in the case of the artificial occultation to be similar to exchanges between two flat surfaces. They are more complex in the case of plants, and it is then necessary to take into account an aerodynamic resistance in the external surface area of the leaf layer and a resistance to the sensible heat transfer within the canopy layer, following its thickness, and the density of leaves.

2.5.1. *Radiative exchanges*

The radiative exchanges balance was adapted according to the characteristics of the plants, no change was made to the infrared radiation equations between the cellular concrete wall (W_{CC}) and the environment (Equation (10)) on one hand and between the GW and the W_{CC} on the other hand (Equation (11)):

$$\phi_{R_{CC-env}} = \frac{\varepsilon_{BC}\sigma \times \left(T_{CC}^4 - T_{EQ}^4\right) \times (1 - \sigma_{vw})}{1 - \sigma_{vw} \times (1 - \varepsilon_{CC})} \tag{10}$$

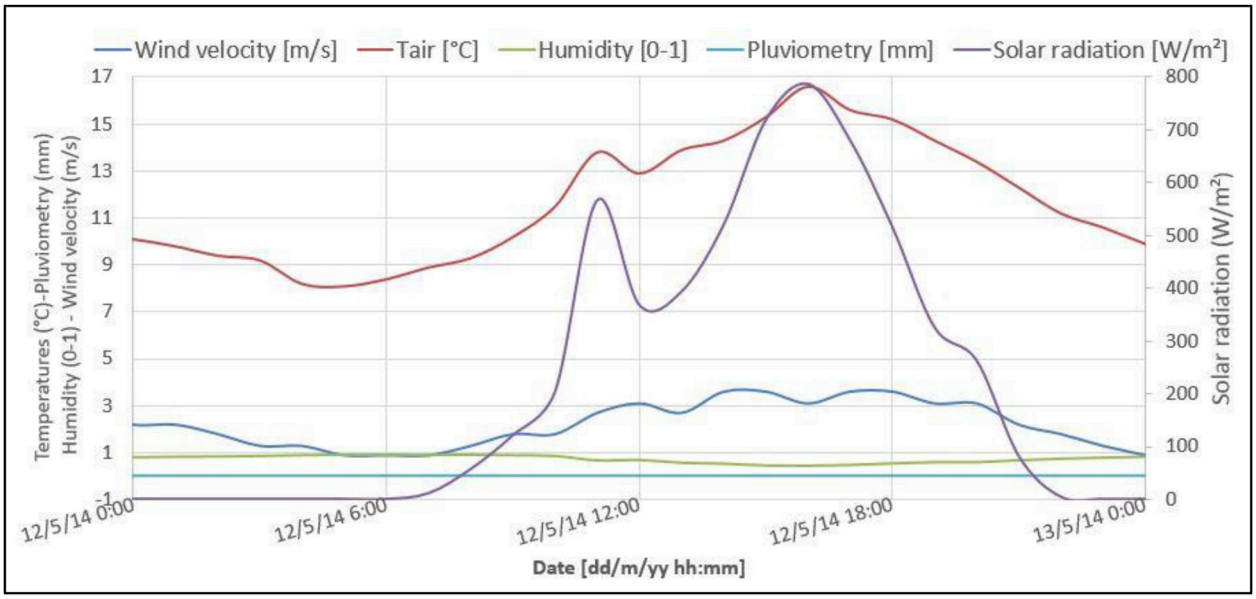


Fig. 5. Meteorological data.

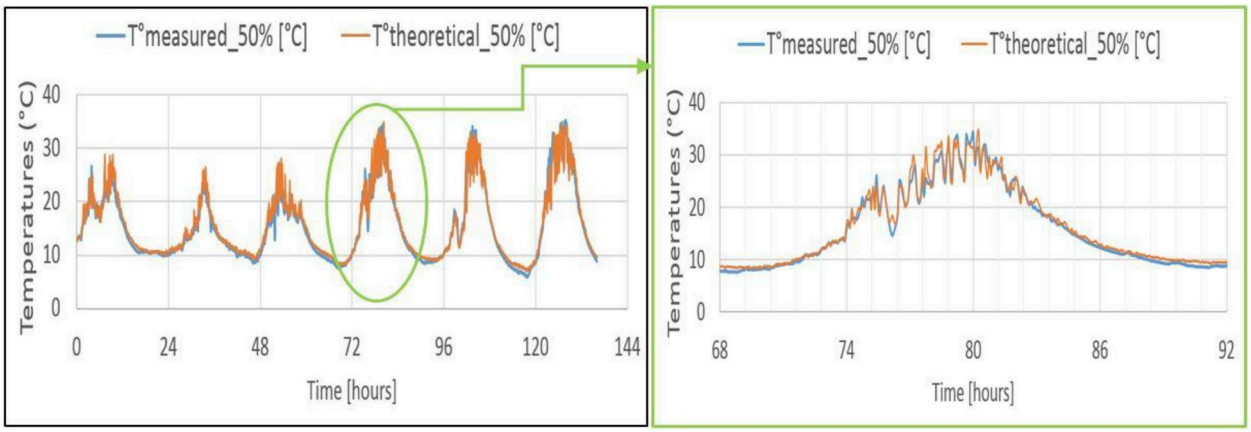


Fig. 6. Comparison between theoretical and measured temperatures (σocc = 50%).

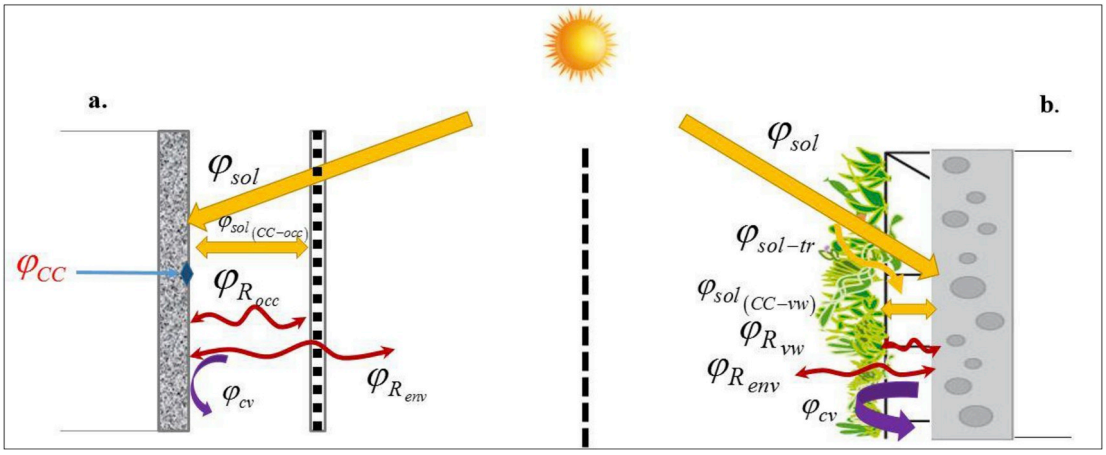


Fig. 7. Elements of the energy balance; (a) case of artificial obscuration; (b) case of masking by the vegetation.

$$\phi_{R_{vw-CC}} = \frac{\sigma \times \left(T_{CC}^4 - T_{vw}^4\right)}{\frac{1-\varepsilon_{CC}}{\varepsilon_{CC}} + \frac{1}{\sigma_{vw}} + \frac{1-\varepsilon_{vw}}{\varepsilon_{vw}} \times \frac{1}{\sigma_{vw}}} \tag{11}$$

Since the leaf layer of plants is considered semi-transparent to solar radiation, a transmitted flux term has been added (ϕ_{sol-tr}). This adds to the direct solar flux and to those exchanged between the masking and the W_{CC} have been expressed respectively by (ϕ_{sol}) and ($\phi_{sol_{(vw-CC)}}$) in equations 12 and 13.

$$\phi_{sol} = \alpha_{CC}(1-\sigma_{vw}) \times Is \tag{12}$$

$$\phi_{sol_{(vw-CC)}} = Is^{\downarrow} \times \alpha_{CC}(1-\sigma_{vw}) \times \sum_{n=2}^{\infty} r_{CC}^{n}(\sigma_{vw} \times r_{vw})^{n-1} \tag{13}$$

The radiative flux transmitted by the foliar layer of plants (ϕ_{sol-tr}), is obtained as a function of the incident solar radiation, the W_{CC} absorption coefficient, the coverage rate of the plant layer and the solar transmission coefficient of the leaf layer (Equation (14)).

$$\phi_{sol-tr} = Is^{\downarrow} \times \alpha_{CC} \times \sigma_{CC} \times \tau_{vw} \tag{14}$$

The foliar solar transmission coefficient τ, is determined according to a simplified approach which consists in assuming the foliar layer as a homogeneous medium in which the radiation is absorbed and not diffused. With this assumption, the Beer-Lambert law can then describe the exponential attenuation of the radiation passing through the leaf layer [28,40]. Thus, the coefficient (τ_{vw}) is calculated as a function of the solar zenith angle (β_{zen}), the leaf coverage index (F) and a solar extinction coefficient (μ^*) which vary according to the radiative properties of the leaves and their mean inclination (Equation (15)).

$$\tau_{vw} = \exp(-\mu^* \times \beta_{zen} \times F) \tag{15}$$

The inclination of the leaves and the radiative properties of the plants (μ^*) determine the depth up to which direct solar radiation (of β zenith angle) can penetrate in the leaf layer without being intercepted. The foliar cover index (F), for its part, is a dimensionless quantity, representing the spatial distribution of the leaf structure in three dimensions. In other words, the index F is taken to be equal to the coverage rate in the case of a spatial distribution in 2D only (case of artificial occultation). It is defined as the ratio between half of the total surface area of the leaves (up and down seeds) and the total surface area (CC wall). Unlike the coverage rate, which is limited to the ratio between the covered area and the total area, the index F is calculated taking into account the total number of leaves, even if they are superimposed (Equation (16)).

$$F = \frac{1/2 \ \ Total\ leaf\ area}{W_{cc}\ area} \tag{16}$$

2.5.2. Convective exchanges

The new model of convective exchanges is inspired by the model validated by Ref. [28]. It is expressed as a function of an aerodynamic resistance of the top layer of the plants (ra) and a resistance to the sensible heat transfer (rc) within the foliage. The introduction of the two "resistances" (in $s.m^{-1}$) is similar to that which is generally used for the modelling of heat transfer by electrical analogy. The new convective flux at the level of the leaf layer, involving these two resistances, is given by the following equation:

$$\phi_c = \frac{\rho_{air} \times cp_{air}}{rc + ra}\left(T_{CC} - T_f\right) \tag{17}$$

The aerodynamic resistance (ra) is defined by the variation of the wind speed above a rough surface. It is determined according to a general model often used by climatologists to describe the wind velocity profile at the upper boundary layer of a plant canopy [41,42]. According to Ref. [28], the aerodynamic resistance (ra) which takes into account the very small deviations between the ambient air temperature and the foliage temperature can be calculated by equation (18):

$$ra = \frac{\left[\ln\left(\frac{(z_U - d_0)}{z_{0m}}\right)\right] \times \left[\ln\left(\frac{(z_U - d_0)}{z_{0H}}\right)\right]}{k^2 um} \tag{18}$$

With (k) the Von Karman constant (k≈ 0.40) and (u_m) the wind speed measured at the distance (z_U). Whereas, the displacement height (d_0) and the roughness lengths (z_{0H}) and (z_{0m}) are calculated, according to Ref. [43], as a function of the height of the plant canopy (h_f):

$$\begin{aligned} d_0 &= 0.701 hf^{0.975} \\ z_{0m} &= 0.131 hf^{0.997} \\ z_{0H} &= 0.1 z_{0m} \end{aligned} \tag{19}$$

The resistance to sensible heat transfer (rc) intervenes inside the plant layer. It is determined as a function of the velocity of the air flow within the plant canopy (uc) using the relationship below [44–46]:

$$rc = \frac{1}{0.004 + 0.012\ \ uc} \tag{20}$$

The air flow velocity within the plant layer (uc) is reduced as function of a specific coefficient of the vegetation layer (a) and is determined according to the following equation:

$$uc = \left[um.\ln\left(\frac{(hf - d0)}{z_{0m}}\right) \Big/ \ln\left(\frac{(zU - d0)}{z_{0H}}\right)\right].e^{-a\left(1-\frac{0.05}{hf}\right)} \tag{21}$$

The coefficient (a) (in eq (21) is calculated according to the foliar surface index (F), the height of the plant canopy (hf) and the average leaves thickness (df):

$$a = \sqrt{0.2F.\frac{hf}{df}} \tag{22}$$

Henceforth, the different equations used in the first part have been adapted to the case of vegetation. They were validated after the determination of the coverage rate by an image analysis method.

3. Experimental validation

The different equations having the wall surface temperature (T_{CC}) as unknown parameter were solved using the Newton Raphson method. Then, in order to verify the relevance of the theoretical model, the results of the calculations were compared with the experimental measurements [37]. The parameters used in the theoretical modelling are grouped in Table 2.

The experimental data used for validation were recorded by the mini thermal lab at the end of the summer period of 2014. The meteorological data entered as inputs to the program are: ambient air temperature, short-wave solar radiation, equivalent environmental temperature and wind speed. In addition, data on precipitation and relative humidity are given only for information. These additional data may be useful for understanding numerical prediction errors, which generally coincide with possible rapid changes in the values for these two parameters (Fig. 8).

During the sequence selected for experimental validation, the air temperature varied between 9 and 24 °C. While the wind speed never

Table 2
Parameters for experimental validation.

Parameters	Value	Parameters	Value
α_{CC}	0.90	ε_{CC}	0.96
σ_{vw}	0.45	σ	$5.67\ 10^{-8}$
r_{CC}	0.1	ε_{vw}	0.95
r_{vw}	0.3	h_f	0.15
μ^*	0.75	d_f	0.001
F	3		

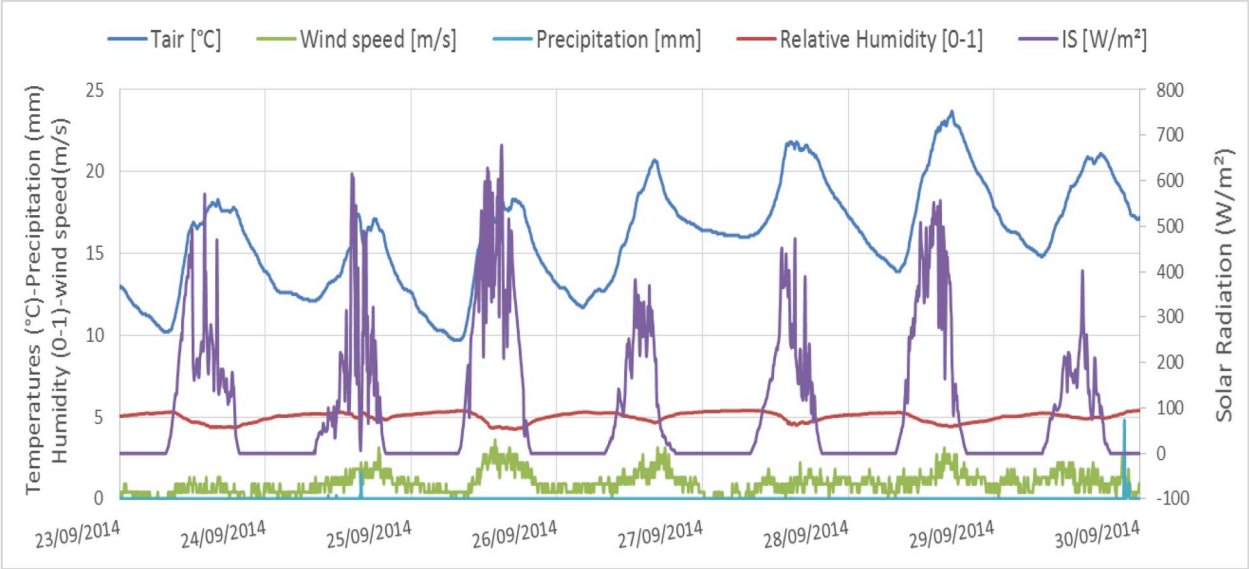


Fig. 8. Meteorological data of the validation sequence.

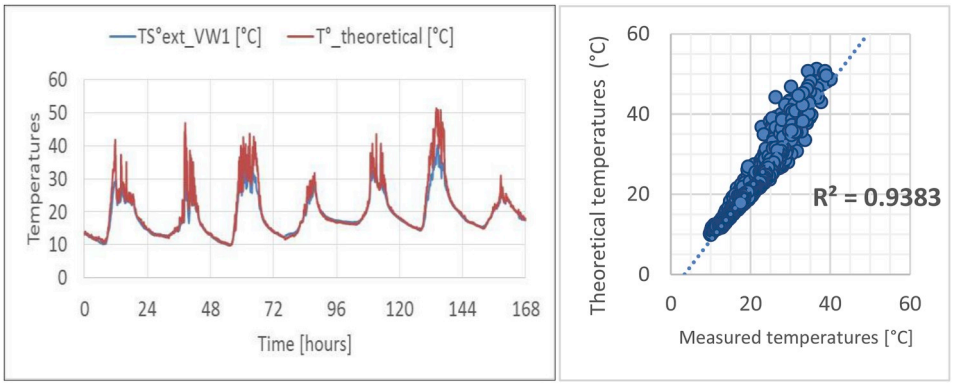


Fig. 9. Comparison of theoretical and measured temperatures.

exceeded 3.6 m/s over the entire validation sequence. As for solar radiation, the maximum values ranged between 400 and 700 W/m^2 with very rapid oscillations during the first three days of validation because of frequent cloud crossings.

The theoretical temperatures obtained for the surface of the CC wall were then compared with the outside surface temperatures recorded by the “Lab 2" (Fig. 9).

From the comparison, it appears that the numerical prediction is generally very close to the experimental values. The temperatures from the numerical calculations correspond to the experimental temperatures within about 1.5 °C.

The average deviation observed corresponds to an average error of ±6.4% throughout the validation sequence. However, it should be noted that the differences between the calculated and the measured temperatures are less than 1 °C over 90% of the values. The error calculated on 90% of the values, which does not take into account the deviations due to the rapid variations of the solar radiation, is less than 4.7% (less than 1 °C). This difference is very acceptable for validations under external conditions.

4. Conclusion

This work presents a new contribution to the numerical evaluation of the thermal effects of green walls. A preliminary theoretical model has been established and the overall behaviour of the heat flux according to the imposed coverage rates has been reproduced very correctly. Modelling of the effects of occultation by a plant screen was introduced by presenting the differences between a plant screen and occultation by an artificial material. New equations incorporating these changes have been added to the established preliminary model. The results of the new model were then compared to the experimental results. The relevance of the numerical model was discussed and confronted to the experimental results. The comparison between theoretical and experimental temperatures made it possible to validate the proposed model on a small scale. This will help predict the effect of plants on the thermal behaviour of a real building in different climates.

The experimental and theoretical approaches demonstrated the thermal interest of simple green walls and highlighted the complexity of transfer phenomena in a plant layer. This will allow for future modelling of the thermal effect of plants on buildings on a real scale. The digital tool has been developed to provide more accuracy on the effects of plants in temperate climate regions and can now be integrated into thermal building simulation software. It will also permit studying the thermal effects of simple green walls in other climates and for different types of constructions.

Acknowledgement

This research was conducted out at the Laboratory of Civil Engineering and Geo-Environment of University of Artois, the Graduate

School of Engineering HEI of Lille in the context of the project “Building and Positive Biodiversity” (2012- 2015), supported by the Catholic University of Lille, the “Nord-Pas-de-Calais” Regional Council and the European Metropolis of Lille.

References

[1] M.A. Kenai, Caractérisation, Analyse et Modélisation des Echanges Energétiques entre un Mur Végétalisé intensif et son environnement (in French), Phd thesis, University of Artois, France, 2016.

[2] Z. Lei, D. Zhichao, L. Lisha, Z. Yu, M.Q.W. Junsong, M. Santamouris, Thermal behavior of a vertical green facade and its impact on the indoor and outdoor thermal environment, Energy Build. (2019) 204, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2019.109502.

[3] J. Yoshimi, H. Altan, Thermal simulations on the effects of vegetated walls on indoor building environments, in: Proceedings of Building Simulation 2011: 12th Conference of International Building Performance Simulation Association, November 2011, pp. 14–16 (Sydney).

[4] E.A. Eumorfopoulou, K.J. Kontoleon, Experimental approach to the contribution of plant-covered walls to the thermal behaviour of building envelopes, Build. Environ. 44 (2009) 1024–1038, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2008.07.004.

[5] H. Rosenlund, A. Kruuse, J. Kronvall, Urban Greenery in Sweden? Implications for Microclimate and Energy Efficiency, World Green Roof Congress, London, 2010.

[6] P. Blanc, Vertical Garden Patrick Blanc. The Vertical Garden, from Nature to Cities - a Botanical and Artistic Approach by Patrick Blanc, 2005. http://www.verticalgardenpatrickblanc.com. (Accessed 1 February 2019).

[7] M. Köhler, Green facades—a view back and some visions, Urban Ecosyst. 11 (2008) 423–436, https://doi.org/10.1007/s11252-008-0063-x.

[8] Z. Azkorra, G. Pérez, J. Coma, L.F. Cabeza, S. Bures, J.E. Álvaro, A. Erkoreka, M. Urrestarazu, Evaluation of green walls as a passive acoustic insulation system for buildings, Appl. Acoust. 89 (2015) 46–56, https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2014.09.010.

[9] T. Van Renterghem, D. Botteldooren, Reducing the acoustical façade load from road traffic with green roofs, Build. Environ. 44 (2009) 1081–1087, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2008.07.013.

[10] N.H. Wong, A.Y. Kwang Tan, P.Y. Tan, K. Chiang, N.C. Wong, Acoustics evaluation of vertical greenery systems for building walls, Build. Environ. 45 (2010) 411–420, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2009.06.017.

[11] S.W. Peck, C. Callaghan, B. Bass, M.E. Kuhn, Greenbacks from green roofs: forging a new industry in Canada. http://commons.bcit.ca/greenroof/files/2012/01/Greenbacks.pdf, 1999.

[12] N.H. Wong, A.Y. Kwang Tan, Y. Chen, K. Sekar, P.Y. Tan, D. Chan, K. Chiang, N. C. Wong, Thermal evaluation of vertical greenery systems for building walls, Build. Environ. 45 (2010) 663–672, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2009.08.005.

[13] U. Mazzali, F. Peron, P. Romagnoni, R.M. Pulselli, S. Bastianoni, Experimental investigation on the energy performance of Living Walls in a temperate climate, Build. Environ. 64 (2013) 57–66, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.03.005.

[14] M. Haggag, A. Hassan, S. Elmasry, Experimental study on reduced heat gain through green façades in a high heat load climate, Energy Build. 82 (2014) 668–674, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.07.087.

[15] R.W.F. Cameron, J. Taylor, M. Emmett, A Hedera green façade – energy performance and saving under different maritime-temperate, winter weather conditions, Build. Environ. 92 (2015) 111–121, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2015.04.011.

[16] R. Djedjig, R. Belarbi, E. Bozonnet, Experimental study of green walls impacts on buildings in summer and winter under an oceanic climate, Energy Build. 150 (2017) 403–411, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.06.032.

[17] R. Djedjig, E. Bozonnet, R. Belarbi, Analysis of thermal effects of vegetated envelopes: integration of a validated model in a building energy simulation program, Energy Build. 86 (2015) 93–103, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.09.057.

[18] Y. He, H. Yu, A. Ozaki, N. Dong, S. Zheng, An investigation on the thermal and energy performance of living wall system in Shanghai area, Energy Build. 140 (2017) 324–335, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2016.12.083.

[19] E. Cuce, Thermal regulation impact of green walls: an experimental and numerical investigation, Appl. Energy 194 (2017) 247–254, https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2016.09.079.

[20] T. Safikhani, M. Baharvand, Evaluating the effective distance between living walls and wall surfaces, Energy Build. 150 (2017) 498–506, https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.06.029.

[21] A. Atta-Boateng, G.P. Berlyn, C.S. O'Hern, A.J. Felson, Suitability of wetland macrophyte in green cooling tower performance, Ecol. Eng. 127 (2019) 487–493, https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2018.08.002.

[22] M. Ottelé, H.D. van Bohemen, A.L.A. Fraaij, Quantifying the deposition of particulate matter on climber vegetation on living walls, Ecol. Eng. 36 (2010) 154–162, https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2009.02.007.

[23] S. Wismer, L. Knowles, P. MacLean, M. Rosato, C. Stanley, S. Volpe, D. Yousif, Living Wall A Feasibility Study for the SLC, University of Waterloo, 2002. http://environment.uwaterloo.ca/research/watgreen/projects/library/f02livingwall.pdf.

[24] S. Sheweka, A.N. Magdy, The living walls as an approach for a healthy urban environment, Energy Procedia 6 (2011) 592–599, https://doi.org/10.1016/j.egypro.2011.05.068.

[25] L. Kong, Z. Shi, L.M. Chu, Carbon emission and sequestration of urban turfgrass systems in Hong Kong, Sci. Total Environ. 473 (2014) 132–138, https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2013.12.012.

[26] C. Gromke, A vegetation modeling concept for Building and Environmental Aerodynamics wind tunnel tests and its application in pollutant dispersion studies, Environ. Pollut. 159 (2011) 2094–2099, https://doi.org/10.1016/j.envpol.2010.11.012.

[27] E. Alexandri, P. Jones, Temperature decreases in an urban canyon due to green walls and green roofs in diverse climates, Build. Environ. 43 (2008) 480–493, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2006.10.055.

[28] R. Djedjig, Impacts des enveloppes végétales à l'interface bâtiment microclimat urbain (in French), Phd thesis, University of La Rochelle, France, 2013.

[29] T. Susca, S.R. Gaffin, G.R. Dell'Osso, Positive effects of vegetation: urban heat island and green roofs, Environ. Pollut. 159 (2011) 2119–2126, https://doi.org/10.1016/j.envpol.2011.03.007.

[30] E.J. Gago, J. Roldan, R. Pacheco-Torres, J. Ordóñez, The city and urban heat islands: a review of strategies to mitigate adverse effects, Renew. Sustain. Energy Rev. 25 (2013) 749–758, https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.05.057.

[31] T. Koyama, M. Yoshinaga, K. Maeda, A. Yamauchi, Transpiration cooling effect of climber greenwall with an air gap on indoor thermal environment, Ecol. Eng. 83 (2015) 343–353, https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.06.015.

[32] R.D. Brochu, Water and Surface Energy Balances Ont Two-Generation Simulated of the Canadian Regional Climate Model for the Mississippi and Columbia Watersheds (Master of Science in Atmospheric Sciences), University of Quebec, Montreal, 2006.

[33] G. Pérez, L. Rincón, A. Vila, J.M. González, L.F. Cabeza, Green vertical systems for buildings as passive systems for energy savings, Appl. Energy 88 (2011) 4854–4859, https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.06.032.

[34] S. Onmura, M. Matsumoto, S. Hokoi, Study on evaporative cooling effect of roof lawn gardens, Energy Build. 33 (2001) 653–666, https://doi.org/10.1016/S0378-7788(00)00134-1.

[35] C.Y. Jim, H. He, Estimating heat flux transmission of vertical greenery ecosystem, Ecol. Eng. 37 (2011) 1112–1122, https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2011.02.005.

[36] L. Libessart, M.A. Kenai, Measuring thermal conductivity of green-walls components in controlled conditions, Journal of Building Engineering 19 (2018) 258–265, https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.05.016.

[37] M.A. Kenai, L. Libessart, S. Lassue, D. Defer, Impacts of plants occultation on energy balance : experimental study, Energy Build. 162 (2018), https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.12.024, 208-2018.

[38] A.-M. Bianchi, Y. Fautrelle, J. Etay, Transferts Thermiques, 1ère Édition, PPUR, 2004.

[39] J.M. Blanco, P. Arriaga, E. Roji, C. Cuadrado, Investigating the thermal behavior of double-skin perforated sheet façades: Part A: model characterization and validation procedure, Build. Environ. 82 (2014) 50–62, https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2014.08.007.

[40] J.L. Monteith, M.H. Unsworth, Principles of Environmental Physics, fourth ed., Academic Press, 2013. http://denning.atmos.colostate.edu/readings/Monteith.and.Unsworth.4thEd.pdf.

[41] W.P. Kustas, B.J. Choudhury, K.E. Kunkel, L.W. Gay, Estimate of the aerodynamic roughness parameters over an incomplete canopy cover of cotton, Agric. For. Meteorol. 46 (1989) 91–105, https://doi.org/10.1016/0168-1923(89)90114-7.

[42] G. Gosse, Profil de vent au-dessus d'un gazon en régime de neutralité thermique : détermination des coefficients d'échange. http://horizon.documentation.ird.fr/exl-doc/pleins_textes/divers11-05/06869.pdf, 1971.

[43] L.K. Balick, R.K. Scoggings, L.E. Link Jr., Inclusion of a simple vegetation layer in terrain temperature models for thermal infrared (IR) signature prediction. http://www.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/a104469.pdf, 1981.

[44] G.S. Campbell, J.M. Norman, An Introduction to Environmental Biophysics, second ed., Springer, 1998.

[45] J. Goudriann, Crop micrometeorology. http://edepot.wur.nl/166537, 1977.

[46] J.M. Norman, W.P. Kustas, K.S. Humes, Source approach for estimating soil and vegetation energy fluxes in observations of directional radiometric surface temperature, Agric. For. Meteorol. 77 (1995) 263–293.

Annexe 2

Cette annexe présente les articles :

(C) Tilioua A., Libessart L., Jeandel G., Lassue S., **"Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurement"**, *Applied Thermal Engineering*, 105, 594,-604, 2016

(D) Tilioua A., Libessart L., Lassue S., **"Characterization of the thermal properties of fibrous insulation materials made from recycled textile fibers for building applications : Theoretical and experimental analyse"**, *Applied Thermal Engineering*, 142, 56-67, 2018

Ces articles illustrent les apports faits sur les matériaux fibreux et semi-transparents (ouate de polyester, matériau textile et plexiglas) sur leurs propriétés optiques et sur leur caractérisation thermique par rayonnement.

Mots clefs : Conductivité radiative effective (C, D), Conductivité thermique (C, D), Epaisseur (C, D), Fluxmètre (C, D), Isolant (C, D), Méthode inverse (C, D), Ouate de polyester (C), Propriétés radiatives (C, D), Réflectance (C, D), Transmittance (C, D), Textile recyclé (D).

Applied Thermal Engineering 105 (2016) 594–604

Contents lists available at ScienceDirect

Applied Thermal Engineering

journal homepage: www.elsevier.com/locate/apthermeng

Research Paper

Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurements

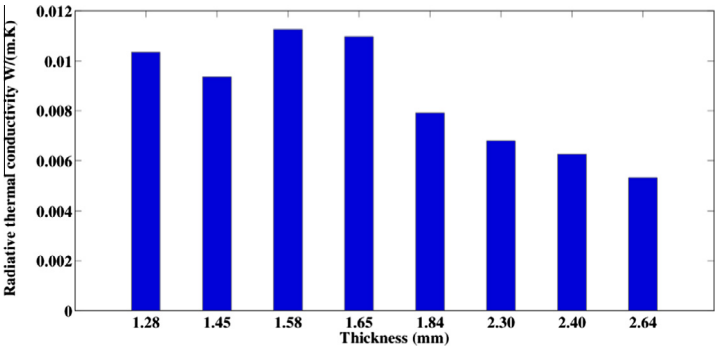
Amine Tilioua [a,b,*], Laurent Libessart [c], Gérard Jeandel [d], Stéphane Lassue [e]

[a] LPSMS, Department of Physics, Faculté des Sciences et Techniques d'Errachidia, Université Moulay Ismaïl, BP 509, Boutalamine, Errachidia, Morocco
[b] MMESA, Department of Physics, Faculté des Sciences et Techniques d'Errachidia, Université Moulay Ismaïl, BP 509, Boutalamine, Errachidia, Morocco
[c] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE)-Lille Nord de France (EA 4515), IUT de Béthune, 1230 Rue de l'Université, F-62400 Béthune, France
[d] LEMTA, Université de Lorraine, 54500 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex, France
[e] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (EA-4515), Faculté des Sciences Appliquées-Université d'Artois, Technoparc Futura, 62400 Béthune, France

HIGHLIGHTS

- The radiative properties of the polyester batting material have been investigated.
- The radiative conductivity was determined with the Rosseland approximation.
- The radiative properties of polyester batting insulation depend mainly on the wavelength.
- The radiative conductivity depends on the material thickness.

GRAPHICAL ABSTRACT



ARTICLE INFO

Article history:
Received 13 October 2015
Accepted 9 March 2016
Available online 21 March 2016

Keywords:
Insulation
Polyester batting
Radiative properties
Inverse method
Radiative conductivity

ABSTRACT

This work presents a study on the thermal characterization of semi-transparent polyester batting insulation material for building application. This material is consisting of recycled plastic waste based polyester fibers with constant diameters. Thus, the effective thermal conductivity of this material is determined using fluxmeter devices. The radiative properties of the polyester batting (i.e. albedo, optical thickness, absorptance, etc.) have been obtained for different thicknesses of the material with the inverse method, which is based on infrared experimental measurements of reflection and transmission in the wavelengths range of 2–21 μm using a Fourier Transform Infrared Spectrometer. Thus, the radiative conductivity is determined by the Rosseland model. The radiative conductivity varies as a function of material thickness; this variation is due to the fiber density effect.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The sustainable development and the energy efficiency concepts remain of a great interest for researchers community in particular in the thermal building field. Thus, the main objective is to bring new solutions the environment protection as well as to reduce the high energy consumption involved for the buildings process. In addition, the optimization and adoption of new alternative materials may offer important advantages for building applications. Indeed, recycled plastic can be used as potential candidate for insulation materials, since the plastic waste production

* Corresponding author.
E-mail addresses: tiliouamine@yahoo.fr, a.tilioua@fste.umi.ac.ma (A. Tilioua).

http://dx.doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.03.050
1359-4311/© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Nomenclature

C_p	specific heat capacity of the medium, J kg^{-1} K^{-1}
T	temperature, K
ΔT	temperature difference, K
t	temps, s
k_e	effective thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_c	phonic thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_{cv}	convective thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_r	radiative thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_g	gas thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_s	solid thermal conductivity, W m^{-1} K^{-1}
k_{sf}	thermal conductivity of the fibers, W m^{-1} K^{-1}
k_g^*	thermal conductivity of the gas at atmospheric pressure, W m^{-1} K^{-1}
Q_t	total heat flux, W m^{-2}
Q_g	gas heat flux, W m^{-2}
Q_s	solid heat flux, W m^{-2}
Q_r	radiative heat flux, W m^{-2}
f	fiber volume fraction
f_v	solid fraction ratio
L_c	characteristic length, m
p_r	reflective power, %
d_f	fiber diameter, m
d_g	gas collision diameter, m
Pr	Prandtl number
Kn	Knudsen number
P	pressure, Pa
P_λ	spectral phase function
L_λ	spectral radiation intensity, W m^{-2} μm^{-1} sr^{-1}
L_o	incident radiation intensity, W m^{-2}
L°	blackbody radiation intensity, W m^{-2}
T_λ	spectral transmittance

Greek symbols

α	thermal accommodation coefficient
β_λ	spectral extinction coefficient, m^{-1}
β_λ^*	weighted extinction coefficient, m^{-1}
σ_λ	scattering coefficient, m^{-1}
τ_λ	optical thickness of the medium
ω_λ	albedo
κ_λ	absorption coefficient, m^{-1}
$\alpha_{\lambda,\exp}$	spectral absorptance, %
λ	wavelength, m
μ	cosine of the polar angle
μ_1	first direction
γ	specific heat ratio
ρ	density of the medium, kg m^{-3}
ρ_s	density of the solid constituting the fibers, kg m^{-3}
$d\Omega_o$	solid angle, sr
$\sum \varphi$	sum of flux, W m^{-2}

Superscripts

$*$	weighted coefficient

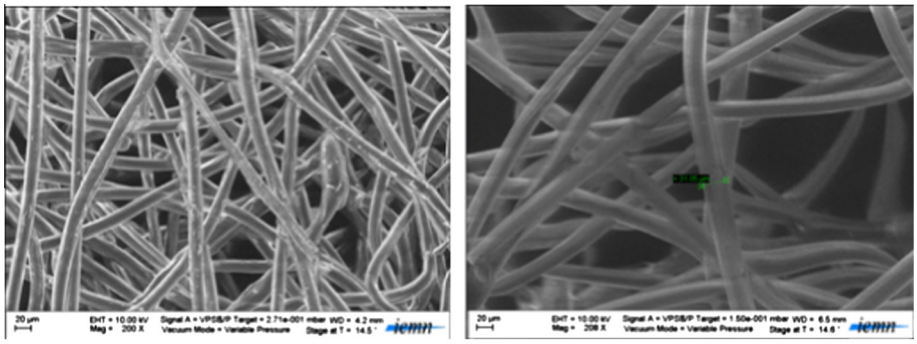
Subscripts

λ	spectral
E	thickness, m

Physical constants

σ	Stefan–Boltzmann constant, 5.67040×10^{-8} W m^{-2} K^{-4}
C_1	radiation constant, 1.19×10^{-16} W m^{-2}
C_2	radiation constant, 1.4388×10^{-2} m K

in of great increases is all countries [1]. The performances optimization of these new materials requires a good knowledge of basic phenomena on the heat and mass transfer that coexist in a complex medium geometrically. The fibrous materials traditionally used for building insulation are of porous media family, where the contribution of the convection can be often neglected [2]. In order to optimize the energy efficiency of the insulation materials, in particular the fibrous insulating material, it is important to control the radiative as well as conductive heat transfer. Thus, the heat transfer by radiation can play an important role in fibrous media with low density. In addition, several research works have been reported concerning the problem of radiative transfer inside the porous materials in order to determine the radiative parameters based on the inverse method that allows to study different types of complex materials [3–6]. Moreover, two approaches for determining the radiative properties have been proposed by Baillis and Sacadura [7]; the microscopic approach based on Maxwell's equations solutions and geometric optics combined with diffraction theory, and the macroscopic approach based on the minimization of the quadratic differences between the theoretical values and measurements of directional reflectance and transmittance combined with of the radiative transfer equation (RTE) solutions. Thus, several studies have focused on the modeling of radiative properties of fibrous media for insulation. Indeed, Milandri et al. [8] calculated the radiative properties of the silica wool from the Mie theory applied to an infinity long circular cylinders for the fibers that are distributed randomly in planes parallel to the boundaries of the sample. The determined radiative properties were compared to those obtained by inverse method based on experimental measurements of bidirectional reflection and transmission of silica wool samples taking into account several simplifying assumptions axial symmetry (i.e. axial symmetry, no emission, medium considered as being isotropic and the limits of the phase function usually used Henyey–Greenstein phase function associated with the function of Lorentz). Thus, Sacadura [9] presented a method combining both theoretical prediction and experimental identification of the radiative properties of semi-transparent materials. Moreover, a few works have been reported for the heat transfer through the polyester insulating; McKay et al. [10] have been used the Mie theory to determine the extinction coefficient and absorption of the polyester fiber with randomly oriented fibers. Also the refractive index of the fibers were determined from transmittance and reflectance measurements on the material in thin films form. Thus, the radiative properties obtained are used to determine the radiative thermal conductivity with the Rosseland approximation and have allowed to estimate the total heat flux through the medium between two parallel plane plates at different temperatures. In addition, Zhao et al. [11] have used the macroscopic approach based on Monte Carlo method for the modified radiative properties, such as the extinction coefficient, the scattering albedo and phase function, by estimation analysis parameters using measured transient temperature data taken from the fibrous sample, which one surface of the sample is heated by graphite radiant; it was found that the estimated radiative properties become time-independent after about $t = 3000$ s. However, Nicolau et al. [12] proposed an inverse method to determine the radiative properties of fiber glass and silica fibers-cellulose with random distribution, considering the



(a) (b)

Fig. 1. (a) Scanning electron micrographs of fibrous insulation sample polyester fiber and (b) scanning electron micrographs of fibrous insulation sample polyester fiber showing the diameter fiber.

following simplifying assumptions (i.e. azimuthal symmetry without emission term). The radiative properties are determined by minimizing the square of the differences between measured and calculated bidirectional transmittances, which the phase function is represented with Henyey and Greenstein. Baillis et al. [13] have been reported the radiative properties of open cell polyurethane foam from directional–directional transmittance, directional–hemispherical transmittances and reflectances measurements in the wavelength infrared region of 2–15 μm. The discrete ordinates method is used to solve the radiative transfer equation. Moreover, Zhao et al. [14] have determined the modified factor of extinction coefficient and the equivalent albedo of scattering taking into account anisotropic scattering in fibrous insulation, and a modified factor of extinction coefficient and equivalent albedo of scattering are defined. Thus, Lee and Cunnington [15] presented an improved theoretical model that predict the radiative properties and heat transfer by radiation in fibrous thermal insulation with high porosity. The investigated radiation heat-transfer model is based on the diffusion approximation using a modified Rosseland mean coefficient. This model was validated comparing numerical predictions with spectral transmittance and reflectance experiments data. Then, Lee [16] have developed a radiation model based on the two-flux approximation for fibrous media with fibers spatial orientation. The radiation model is developed in order to evaluate the effect of fiber orientation on the radiative heat transfer through fibrous media between parallel planar diffuse boundaries. Thus, the analysis of this study reveals that the polar orientation of the fibers strongly affects both the backscatter factor and radiative heat transfer, and the radiative heat transfer is independent of the azimuthal direction of the fibers. Kaemmerlen et al. [17] presented the radiative properties of the wood wool with inverse method based on infrared experimental measurements of reflection and transmission, which have taken into account some hypotheses to solve the Radiative Transfer Equation (RTE). The emitted radiation by the medium is not taken into account in the RTE, because the incident radiation is modulated at the FTIR spectrometer source output. It was assumed that there is an axial symmetry in the distribution of fibers in the planes parallel to the boundaries and in the radiative boundary conditions (i.e. quasi-normal incidence); the azimuthal dependence in the RTE was neglected.

The aim of this work is to study mainly the conductive and radiative heat transfer inside a polyester batting particular material, and to determine the contribution of each mode of heat transfer. The studied material was obtained from the recycled post-consumer polyethylene terephthalate (PET) bottles [18]. This material is composed of the cylindrical fibers distributed more or less randomly in plane (Fig. 1), which is considered as the semi-transparent, absorbing and scattering material. To our knowledge this is the first time that the inverse method was used to investigate the radiative properties of the polyester batting. For the thermophysical measurements of materials, we have used the fluxmeter devices. The radiative properties of materials will be determined by the inverse method from the directional–hemispherical transmittance and reflectance measurements with FTIR spectrometer.

2. Physical model

The large majority of the fibrous materials generally used for the buildings insulation are of the family of porous media. The total thermal conductivity (i.e. effective conductivity) within the fibrous materials is consisting of conduction, convection and radiation [8]:

$$k_e = k_c + k_{cv} + k_r \tag{1}$$

The investigated fibrous media in the present work are made of two phases, solid matrix containing fibers and gas phase formed of air. Indeed, the thermal transfer can take place by conduction, natural convection and radiation. However, at ambient temperature, the air may be considered at rest, and consequently no convection movement; the heat transfer by convection through the fibrous material can be neglected at room temperature, and the heat exchange is governed only by conduction and radiation. Therefore, two modes of heat transfer occur simultaneously for the fibrous medium; the conductive transfer through the fibrous matrix and gas phase (i.e. Q_s and Q_g), and the radiative heat transfer (i.e. Q_r). Indeed, the total heat flux becomes [19]:

$$Q_t = Q_g + Q_s + Q_r \tag{2}$$

The conduction and radiation heat transfers are governed by the conservation of energy and radiative transfer equations. The total thermal equilibrium can result from energy conservation equation that defines the coupling between the conductive heat transfer and radiative one, which is obtained from an energy balance in a volume element associated to the total thermal energy conservation. For only conductive and radiative heat transfers, the energy conservation equation can be written as the following formula:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(k_c \frac{\partial T}{\partial x}\right) - \frac{\partial Q_r}{\partial x} \tag{3}$$

$$Q_r = -k_r \frac{\partial T}{\partial x} \tag{4}$$

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(k_c \frac{\partial T}{\partial x}\right) \tag{5}$$

$$k_e = k_c + k_r \tag{6}$$

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -\mathrm{div}(Q_t) = -(\mathrm{div}(Q_c) + \mathrm{div}(Q_r)) = -\frac{\partial}{\partial x}\left(k_c \frac{\partial T}{\partial x}\right) - \frac{\partial Q_r}{\partial x} \tag{7}$$

2.1. The conductive heat transfer

The heat transfer by conduction in the fibrous media is a complex phenomenon, which the complicated structure of the media is constituted of a fluid as well as solid phase. However, when the fluid pore size is very small compared to the macroscopic dimensions of the medium, the propagation of conduction heat may be taken into account using a simple Fourier's law as that used for homogeneous materials. For $1-D$ heat transfer, the conductive heat flux density is expressed more simply by the following formula:

$$Q_c = -k_c \frac{\partial T}{\partial x} \tag{8}$$

The heat transfer is effected by conduction through the solid fibrous matrix and the immobile interstitial gas (i.e. absence of natural convection), and by radiation. Thus, the phonic thermal conductivity k_c of the fibrous medium depends strongly on the thermal conductivities of the two phases k_s and k_g, which are the thermal conductivities of solid and gas inside the fibrous material, respectively. The phonic thermal conductivity may depends also on the morphology of the fibrous medium, in particular on the porosity, the degree of division of the solid phase and the thermal contact resistance between the fibers:

$$k_c = k_g + k_s \tag{9}$$

The effective thermal conductivity k_e is obtained by superposition of the thermal conductivities of solid conduction, gas conduction and radiation:

$$k_e = k_g + k_s + k_r \tag{10}$$

In addition, the heat transfer by conduction depends on a large number of parameters such as the conductivity of solid and fluid phase, the morphology of the solid matrix, the proportion and distribution of each phase. Karamanos et al. [20] have reported the equation for calculating the total thermal conductivity by conduction as [21,22]:

$$k_c = k_s + \frac{k_g - k_s}{1 + \frac{f}{1+f}\cdot\left[1 + z\cdot\frac{k_g - k_s}{k_g + k_s}\right]} \tag{11}$$

where f the fiber volume fraction and z a coefficient; $z = 1$ when the fibers are vertically oriented to the direction of the heat flux, $z = \frac{2}{3}$ when the fibers are oriented at random, and $z = \frac{5}{6}$ when 50% the fibers are vertically oriented to the direction of the heat flux and the 50% remaining randomly oriented. In addition, Daryabeigi [23] has reported the following formula:

$$k_c = (1-f)k_g + f^3 k_{sf} \tag{12}$$

2.2. Solid conduction

For solid conduction heat transfer, Karamanos et al. [20] have proposed a more interesting equation for the thermal conductivity across the fibers as:

$$k_s(T) = f^2 k_{sf}(T) \tag{13}$$

f is the fiber volume fraction:

$$f = \frac{\rho}{\rho_s} \tag{14}$$

2.3. Gas conduction

Daryabeigi et al. [24] presented a thermal conductivity of the gas, which is not pressure depending, and the exchange of heat from gas molecules to adjacent solid surfaces is influenced by the environmental pressure in the rarefied and transition flux transport regimes. Thus, the effective thermal conductivity of the gas is defined by the following formula:

$$k_g = \frac{k_g^*}{\Phi + 2\cdot\Psi\cdot\frac{\chi}{Pr}\cdot Kn} \tag{15}$$

The parameter χ is defined as

$$\chi = \frac{2-\alpha}{\alpha}\cdot\frac{2\gamma}{\gamma+1} \tag{16}$$

Kn the Knudsen number, which is given as:

$$Kn = \frac{\Lambda}{L_c} \tag{17}$$

While mean free path on gas is:

$$\Lambda = \frac{K_B T}{\sqrt{2}\pi d_g^2 P} \tag{18}$$

The Φ and Ψ parameters depend on the Knudsen number: $\Phi = 1$, $\Psi = 0$ for $K_n < 0.01$ (continuum regime), $\Phi = 1$, $\Psi = 1$ for $0.01 < K_n < 10$ (transition regime), $\Phi = 0$, $\Psi = 0$ for $K_n > 10$ (free molecular regime). To define the pore size L_c as well as to estimate the gas conduction contribution in the fibrous insulation, we can use an empirical formulation as:

$$L_c = \xi\frac{d_f}{f_v} \tag{19}$$

The value of the constant ξ is of 0.524 for fibers randomly oriented in space, and of 0.785 for fibers randomly oriented in planes [24]. We can take the value 0.785 because the material fibers studied in or work are randomly oriented in a plane.

2.4. Determination of the radiative properties

The radiative properties provide informations on the behavior of the fibrous medium such as the optical thickness and albedo. For the radiative properties investigation, we have used the inverse method based on the experimental measurements. These radiative properties were identified from the three following physical quantities: directional hemispherical reflectance ($DHR_{\lambda,th}$) (Eq. (20)), directional hemispherical transmittance ($DHT_{\lambda,th}$) (Eq. (21)) and direct transmittance ($DT_{\lambda,th}$) (Eq. (22)). Thus, the radiative properties of the medium were characterized for each wavelength by in optical thickness (calculated for $x = E$ in Eq. (26)), the albedo and the phase function. $DHR_{\lambda,th}$, $DHT_{\lambda,th}$ and $DT_{\lambda,th}$ are theoretically given by:

$$DHR_{\lambda,th} = -2\pi\frac{\int_{-1}^{0} L_\lambda(0,\mu)\mu\, d\mu}{L_o\, d\Omega_o} \tag{20}$$

$$DHT_{\lambda,th} = -2\pi\frac{\int_{0}^{1} L_\lambda(E,\mu)\mu\, d\mu}{L_o\, d\Omega_o} \tag{21}$$

$$DT_{\lambda,th} = \frac{L_\lambda(E,\mu_1)}{L_o} \tag{22}$$

In order to calculate the radiative intensity variation in directions characterized by μ, we resolved the RTE equation (26). The radiative intensity variation depends on three parameters; optical thickness τ_λ, albedo ω_λ and phase function P, which are defined as:

$$\tau_\lambda = \beta_\lambda z \tag{23}$$

and

$$\omega_\lambda = \frac{\sigma_\lambda}{\beta_\lambda} \tag{24}$$

The monochromatic extinction coefficient can be written as the sum of absorption κ_λ and scattering coefficients σ_λ:

$$\beta_\lambda = \kappa_\lambda + \sigma_\lambda \tag{25}$$

Several methods exist to solve the RTE equation and to determine the radiative properties; in our case we chosen the matrix method. For a non-gray absorbing, emitting, and anisotropic scattering medium of thickness E, assuming heat transfer in the x-direction, with an axial symmetry like that reported by Modest and Özışık [25,26]; the RTE becomes as follows:

$$\mu\frac{\partial L_\lambda(x,t)}{\partial x} = \kappa_\lambda L^0_\lambda(x,\mu) - \beta_\lambda L_\lambda(T) + \frac{\sigma_\lambda}{2}\int_{-1}^{1} P_\lambda(\mu'\to\mu)L_\lambda(x,\mu')d\mu' \tag{26}$$

for $0 < x < E$, $\mu \in [-1,1]$, $\lambda > 0$.

In this equation, the terms on the right hand side describe the internal emission, extinction phenomena and the intensity, respectively of the scattering in the μ-direction. $L^0_\lambda(T)$ is the monochromatic intensity of the black body at the temperature T, given by Planck's law as:

$$L^0_\lambda(T) = \frac{C_1}{\lambda^5\left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right)-1\right)} \tag{27}$$

$P(\mu',\mu)$ is the scattering phase function, which is the fraction of radiative energy scattered into the outgoing direction μ from the incoming direction μ'. We have adapted this method to our problem neglecting the internal emission. The discretization of the RTE gives:

$$\mu_j\frac{\partial L_\lambda(\tau_\lambda,\mu_j)}{\partial\tau_\lambda} = -L_\lambda(\tau_\lambda,\mu_j) + \frac{\omega_\lambda}{2}\sum_{k=1}^{m} P_\lambda(\mu_k\to\mu_j)L_\lambda(\tau_k,\mu_k)C^\mu_k \tag{28}$$

for $1 \leqslant j \leqslant m$. Where C^μ_k is the associated weight with the direction μ_k for the used quadrature. The hypotheses used are as follows:

- The symmetry is azimuthal at the level of the radiative boundary conditions (i.e. near normal incidence).
- The azimuthal angle ϕ is not depending in the radiative transfer equation.
- The internal emission of medium is neglected.
- The boundaries of the sample are supposed transparent due to the high porosity of the medium.

From simplifying hypotheses and introducing new quantities (albedo and optical thickness), the RTE may be written as:

$$\mu\frac{\partial L_\lambda(\tau_\lambda,\mu)}{\partial\tau_\lambda} = -L_\lambda(\tau_\lambda,\mu) + \frac{\omega_\lambda}{2}\int_{\mu'=-1}^{1} P_\lambda(\mu'\to\mu)L_\lambda(\tau_\lambda,\mu')d\mu' \tag{29}$$

The boundary conditions are as follows:

At the front surface of the sample, $L_\lambda(z=0,\mu>0) = L_0$ for $\mu_0 < \mu < 1$ and $L_\lambda(z=0,\mu>0) = 0$ elsewhere. μ_0 represents the direction of the incident beam, which depends on the experimental setup.

At the back of the sample, $L_\lambda(z=0,\mu<0) = 0$.

For the present calculations, isotropic scattering phase function P was used for the numerical inversion taking into account the Henyey–Greenstein model and direct transmittance measurements. The inverse method consists of determining of the medium radiative properties by minimizing the average standard deviation between theoretical and experimental DHR, DHT and DT; the minimization is performed by the Lsqcurvefit method [27]. Thus, a method was developed with MATLAB software, which the minimization calculation involves the gradient of F calculated from a derivation of the RTE compared to each sought parameters. The function to be minimized is then written as:

$$F = \left[\frac{DHR_{\lambda,th} - DHR_{\lambda,exp}}{DHR_{\lambda,exp}}\right] + \left[\frac{DHT_{\lambda,th} - DHT_{\lambda,exp}}{DHT_{\lambda,exp}}\right] + \left[\frac{DT_{\lambda,th} - DT_{\lambda,exp}}{DT_{\lambda,exp}}\right] \tag{30}$$

Theoretical values of $DHR_{\lambda,th}$, $DHT_{\lambda,th}$ and $DT_{\lambda,th}$ were calculated by solving Eq. (29) as a function of μ and wavelength λ. A numerical quadrature similar to the one used by Kaemmerlen et al. [17] was employed, using a Gauss quadrature with 44 points equally spaced between 0 and 180 for the angular discretization. Thus, the solid angle was determined with the bidirectional and hemispherical reflectances measurements. The calculation method of solid angle was described by Milandri et al. [8]. The solid angle of the beam was obtained by the following formula: $d\Omega = 2\pi(1-\cos\theta_0) = 0.0038$, where $\theta_0 = 2.8$ being the divergence half-angle of the incident beam used for the sample illumination. The spectral absorption and scattering coefficients σ_λ and κ_λ could be recovered using Eqs. (24) and (23). The experimental data for the transmission and reflectance given by the FTIR were obtained for wavelengths of 2333. Moreover, we retained 50 values in order to present the total evolution of the experimental transmission and reflectance according to the spectrum.

2.5. The radiative conductivity

The spectral extinction coefficient can be obtained from Eq. (31) using the measured spectral transmittance; it is plotted as a function of wavelength. Experimental measurements on the spectral transmission with FTIR are performed for different thicknesses of polyester batting fibrous insulation material; radiative heat conductivity was determined by calculating extinction coefficient using Beer's Law as [28]:

$$T_\lambda = \exp\left(-\int_0^E \beta_\lambda dx\right) \tag{31}$$

For a homogeneous sample, β_λ is not depending on the sample thickness, then Eq. (31) can be reduced to β_λ:

$$\beta_\lambda = -\frac{\ln(T_\lambda)}{E} \tag{32}$$

And the radiative conductivity k_r as:

$$k_r = \frac{16\sigma T^3_m}{3\beta_R} \tag{33}$$

β_R is the Rosseland mean extinction coefficient given by:

$$\frac{1}{\beta_R} = \int_{\lambda=0}^{\infty}\frac{1}{\beta^*_\lambda}\frac{dL^\circ_\lambda(T_m)}{dL^\circ(T_m)}d\lambda \cong \int_b^a \frac{1}{\beta^*_\lambda}\frac{dL^\circ_\lambda(T_m)}{dL^\circ(T_m)}d\lambda \tag{34}$$

In order to take into account anisotropic scattering by insulation, a weighted spectral extinction coefficient β^*_λ substitutes the real spectral extinction coefficient. The β^*_λ was defined as $\beta^*_\lambda = \kappa_\lambda + \sigma^*_\lambda$ and $\sigma^*_\lambda = \sigma_\lambda(1-g_\lambda)$ [29]. The optical thickness and weighted spectral extinction coefficient can be given as:

$$\tau_\lambda^* = \beta_\lambda^* z \quad \text{and} \quad \omega_\lambda^* = \frac{\sigma_\lambda^*}{\beta_\lambda^*} \tag{35}$$

The radiative conductivity is conventionally calculated with the Rosseland mean.

$$k_r = \frac{16\sigma T^3}{3}\int_b^a \frac{1}{\beta_\lambda^*}\frac{dL_\lambda^\circ(T_m)}{dL^\circ(T_m)}d\lambda \tag{36}$$

3. Experimental details

3.1. The overall thermal conductivity

The used experimental device is based on fluxmeter measurements, which was developed and validated by Duthoit [30] in order to study the behavior of different types of materials for buildings construction field. This fluxmeters device allows to realize several tests on different temperature ranges. In our work, the operating temperature range of the experimental device can range from 10 °C to 60 °C, which allows us to characterize the heat transfer of our fibrous polyester batting material. Thus, through a developed program under LabVIEW environment the temperature may be imposed on two faces of the sample, each sample surface was contacted with an exchange plate connected to a thermostated bath. This latter allows to circulate a fluid coolant at fixed temperature inside the exchange plates. Each exchange plate (50 cm × 50 cm) is connected to a type T thermocouple, which have a sensitivity of the order of Θ = 40 μV/°C. These thermocouples gives us measured temperature values on each sample surface. The polyester batting was cut in the form of parallelepipedic plate (dimension 30 cm × 30 cm) with thickness E, which is placed between two plane plates compared temperatures (T_c and T_f). A heat flux settles then between the two plates. Indeed, we have used the following relationship:

$$Q_t = -k_e\frac{\Delta T}{\Delta z} \Rightarrow k_e = \frac{|Q_t|\Delta z}{\Delta T} = \frac{|Q_t|E}{\Delta T} \tag{37}$$

where Q_t (W/m^2) is the average surface heat flux Q_{tc} and Q_{tf} measured at the level of the hot and cold plates, respectively.

$$Q_t = \frac{Q_{tc} + Q_{tf}}{2} \tag{38}$$

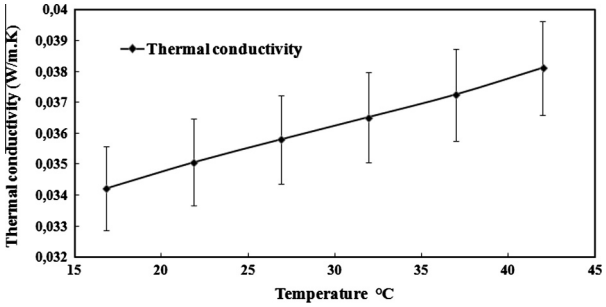


Fig. 3. Thermal conductivity according to temperature.

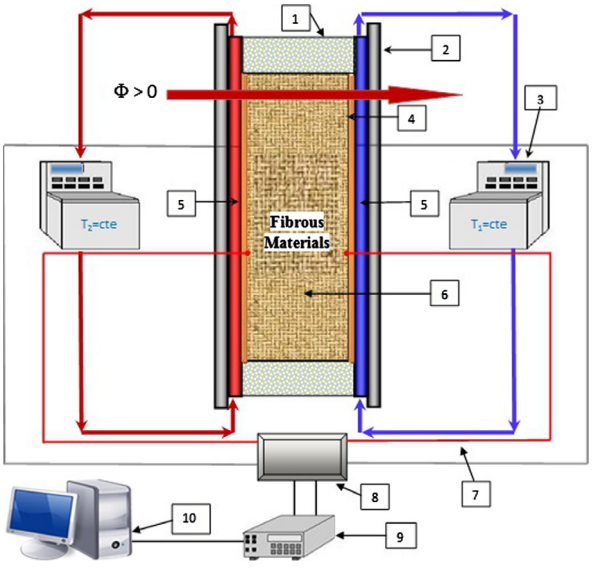
Concerning the heat flux measurements, two fluxmeter types "Tangential gradients" with a sensitivity of the order of 6.445 μV/(W/m^2) and with surface of 15 × 15 cm^2 are placed on the two exchange plates. Fig. 2 shows an illustration of the experimental device. We have linked the fluxmeters and thermocouples to a multimeter (Keithley 2700) and a computer in order to visualize the measured signals. Before proceeding with the measurements we have achieved the calibration of fluxmeters as well as of the two fluxmeters that gives a sensitivity of the right fluxmeter equal to 154.4 μV/(W/m^2) and the sensitivity of the left fluxmeter equal to 156.2 μV/(W/m^2). For the fibrous material thermal conductivity estimation, we imposed a temperature difference between the two faces of the sample until a steady state, which the value of the apparent can be extracted the following relationship:

$$k_e = \frac{E\sum\varphi}{2\Delta T} \tag{39}$$

where ΔT is the difference temperature, E is the thickness of the sample and $\sum\phi$ the sum of flux. The uncertainty on the conductivity can be calculated from the following formula:

$$\frac{\delta k}{k_e} = \left(\left(\frac{\delta Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta T}{\Delta T}\right)^2\right)^{0,5} \tag{40}$$

The heat transfer which was established within the insulation was one-dimensional $(1-D)$, and the edge effect is negligible. The parameters that can influence the measured value of the thermal conductivity are the error on the measurement of the



1. Insulation (foam)
2. Insulation
3. Thermo regulated baths
4. Heat flux sensors
5. Exchange plates
6. Polyester batting
7. Thermocouples (type T)
8. Junction boxes
9. Data Acquisition Unit
10. Computer

Fig. 2. Experimental fluxmeter device.

temperatures of hot and cold plates, the spectral emissivity of the hot and cold plates, the thickness of the tested sample and the samples moisture content.

As expected, the overall conductivity can be deduced from the relation (39) that links k_t to the total heat flux Q_t, the thickness of the sample E and the temperature difference between the two sides of the insulator. We noticed a value of $k_t = 0.036$ W/m K (Fig. 3), which is lower of 4% compared to the experimental one, due to the radiative conductivity that is underestimated by 4% when considering the radiative properties determined by the predictive model for the average size of the polyester batting; this has a little influence on the calculated heat flux.

3.2. Experiment details RDH & TDH

The spectroscopic properties of fibrous materials have been investigated in order to achieve our characterization, and to clarify the behavior of fibrous media for radiation. Indeed, we have performed measurements on different thicknesses of the fibrous polyester insulating material. Thus, we presented the transmission and reflection hemispherical measurements, which are made from 5000 averaged scans to limit the noise measurements. The measurements will be carried out on a range of wavelength 2–20 μm. The VERTEX 80 V Brucker Fourier Transform Spectrometer was used in the investigated study. The out beam from the spectrometer focused on the sample and then collected by an integrating sphere after transmission or reflection. The sphere is specifically dedicated to the infrared range with a coating of infragold with reflective power of 0.95 reflectivity (i.e. manufacturer specifications). The diameter of the sphere (15 cm) and the size of the beam (the diameter of a circle is 1.8 cm) are widely superior to the observed inhomogeneities on samples (of the order of the mm). Thus, the detector is of MCT type, cooled with liquid nitrogen; the maximum wavelength range is 0.83–11.76 μm. The fibrous material has been placed in the sample holder ensuring their perpendicular holding to the input window of the integrating sphere. Indeed, the samples are kept in the rings at the edges and the measurements were made directly on the material without the need for maintaining by a transparent window, which avoids any parasitic reflection problem on the sample holder. The basic method include the measurements on open sphere in input without sample and is closed in output $\Phi_{\text{reference}}$, the measurements of "zero": sphere open input and output without sample in reflection Φ_0, and the measurements with sample in transmission and reflection (Φ^r_{sample} and Φ^t_{sample}). The directional–hemispherical transmittances and reflectances $\text{DHT}_{\lambda,\text{exp}}$ and $\text{DHR}_{\lambda,\text{exp}}$ were then evaluated by:

$$\text{DHR}_{\lambda,\text{exp}} = p_r \frac{\Phi^r_{\text{sample}} - \Phi_0}{\Phi^r_{\text{reference}} - \Phi_0} \tag{41}$$

$$\text{DHT}_{\lambda,\text{exp}} = \frac{\Phi^t_{\text{sample}}}{\Phi^t_{\text{reference}}} \tag{42}$$

Two experiment types have been carried out for the specular and hemispheric measurements. Fig. 4(a) and (b) illustrates the protocols of hemispherical measurements for the three sizes DH, DHT and DT. At the detector level, we will retrieve the reflected or transmitted radiation through the sample in all directions, the deflector shown in Fig. 4(a) allows to avoid direct illumination of the detector. In order to obtain a value of absolute reflectivity, the evaluation of ρ_λ, the reflectivity value of 0.95 was introduced.

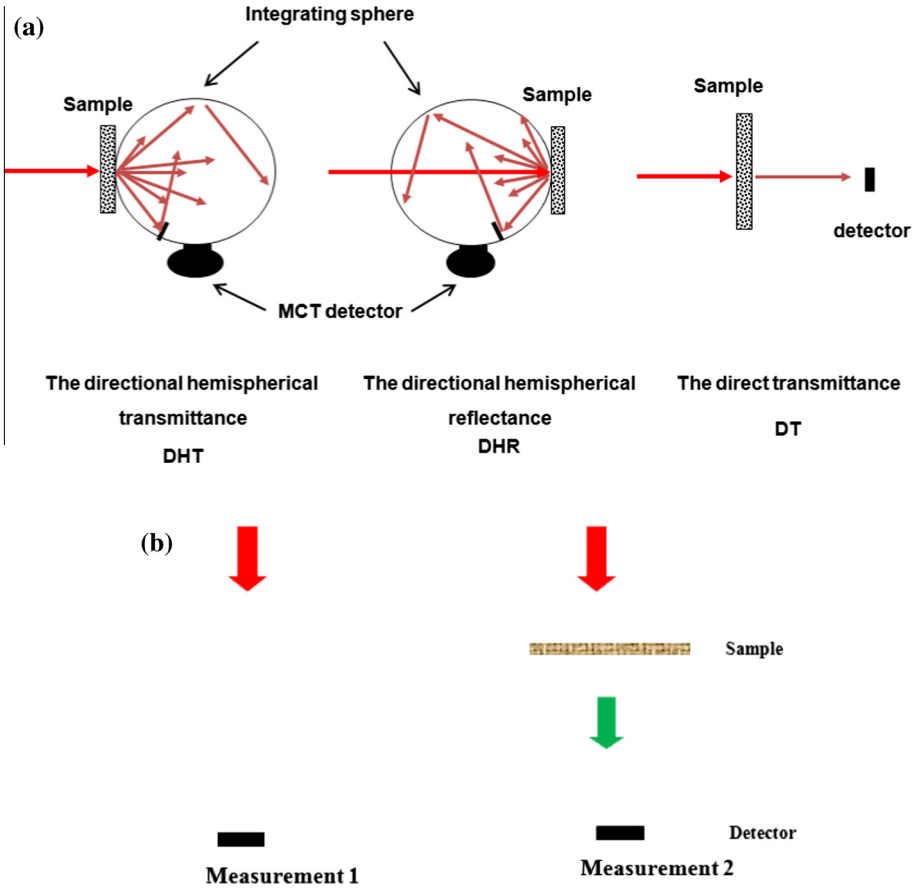


Fig. 4. (a) Investigation mode, sample position in the integrating sphere and (b) direct transmittance measurement.

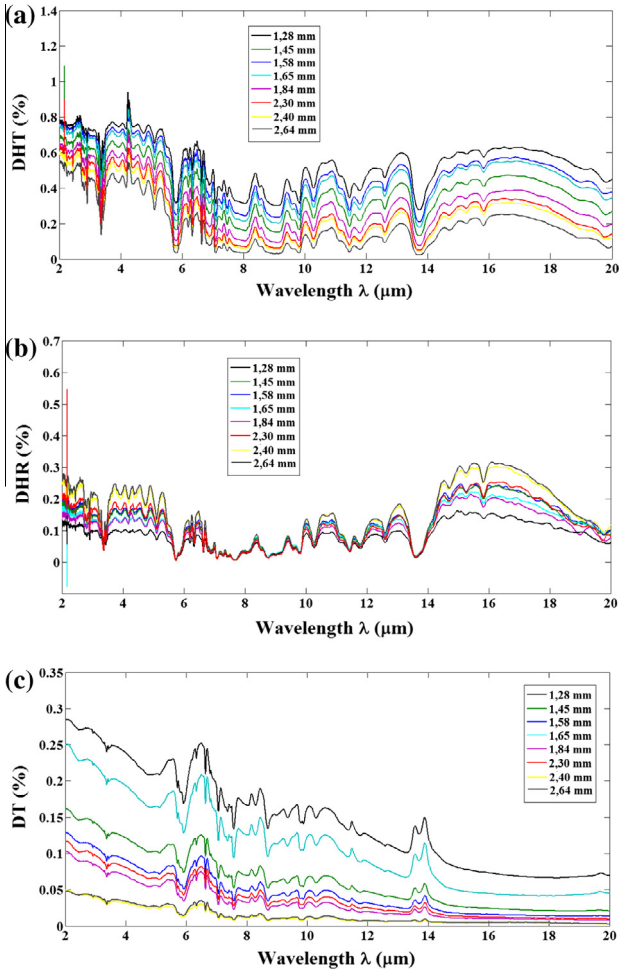


Fig. 5. (a) $DHT_{\lambda,exp}$, (b) $DHR_{\lambda,exp}$ and (c) $DT_{\lambda,exp}$ of polyester batting versus wavelength for different thicknesses.

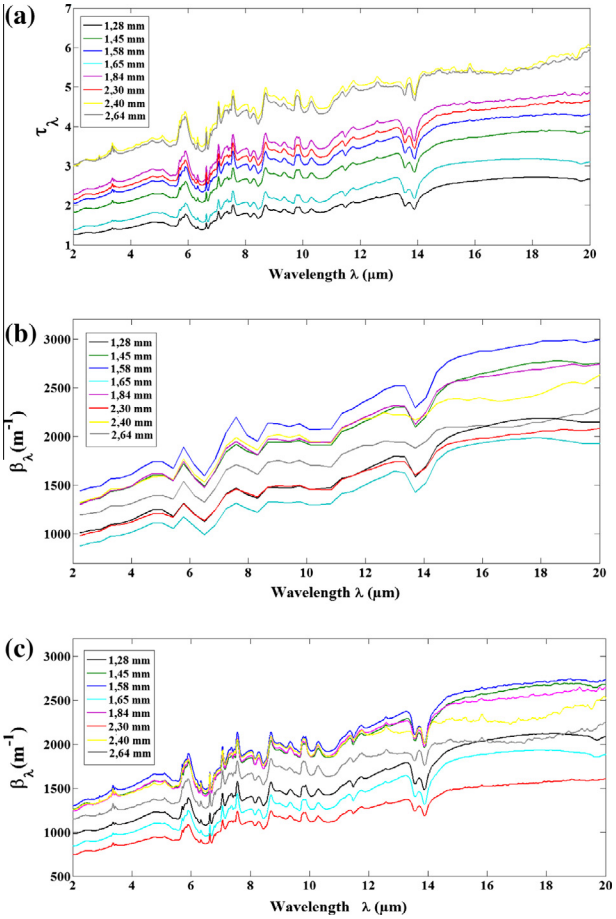


Fig. 6. Radiative properties of polyester batting versus wavelength for different thicknesses: (a) the optical thickness of polyester batting, (b) identified extinction coefficient, and (c) calculated extinction coefficient.

This value corresponds to the reflection coefficient of the reference material to close the hole of the sphere in the absence of sample. In case of transmission this procedure is not valid, because the ratio between the reference and sample measurements gives directly the absolute transmittance. The spectral absorptivity of the samples is then deducted and analyzed as a function of the wavelength. The conservation of energy equation (the radiative energy balance) is written as:

$$\alpha_{\lambda,exp} + DHT_{\lambda,exp} + DHR_{\lambda,exp} = 1 \quad (43)$$

4. Results and discussion

4.1. Hemispherical spectral transmittance and reflectance

Hemispherical–directional spectral transmittance and reflectance have been measured using a Brucker FTIR spectrometer with integrating sphere, which all the measurements have been made in a vacuum vessel, at different infrared wavelengths ranging from 2 to 21 μm (i.e. from 500 to 5000 cm^{-1}). These spectral measurements cover a large number of wavelengths in order to observe the overall evolution of the properties and to reduce the computing time. We observed that no spectral information was lost of the evolution of the spectral measurements. Thus, the similar dependence on the wavelength was noticed for each thickness of the polyester batting. Fig. 5(a) and (b) shows DHR and DHT measurements of the polyester batting for different thicknesses of 1.28 mm, 1.45 mm, 1.58 mm, 1.65 mm, 1.84 mm, 2.30 mm, 2.40 mm and 2.64 mm. The DHT (Fig. 5(a)) varied between 90% and 8% and that of DHR varied between 0% and 32%. The direct transmittance measurements can help assessment of the phase function shape [31] and allows to identify the extinction coefficient by the law Beer Lambert (Eq. (31)). The results of DT related to the thicknesses are plotted in Fig. 5(c) we noticed the presence of three peaks of transmission for thicknesses of 1.28 mm, 1.65 mm and 1.45 mm; the peaks are observed around the wavelengths of 7, 9 and 14 μm, respectively, which they are due to the spectral attenuation of the albedo and the phase function. A significant decrease of the transmission was observed for each thickness between 15 μm and 19 μm (Fig. 5(c)), which is due to the effect of diffusion. Thus, the falls of hemispherical directional reflectance is observed around the wavelength of 5.5 μm and 7.5 μm was noticed, which is corresponds to the Christiansen effect. The reflectance and transmittance are extremely low around the wavelengths 5.75, 7.5 and 13.76 μm; the polyester batting strongly absorbs the infrared radiation in these wavelengths. In the spectral band 15–20 μm, the polyester batting is purely diffusing or slightly absorbing. We concluded that the sample thickness and the fiber density are two parameters that govern the transmission and reflection.

4.2. Optical thickness and albedo

By using the experimental measurements of DHT and DHR obtained for all samples, an inversion method was applied to find

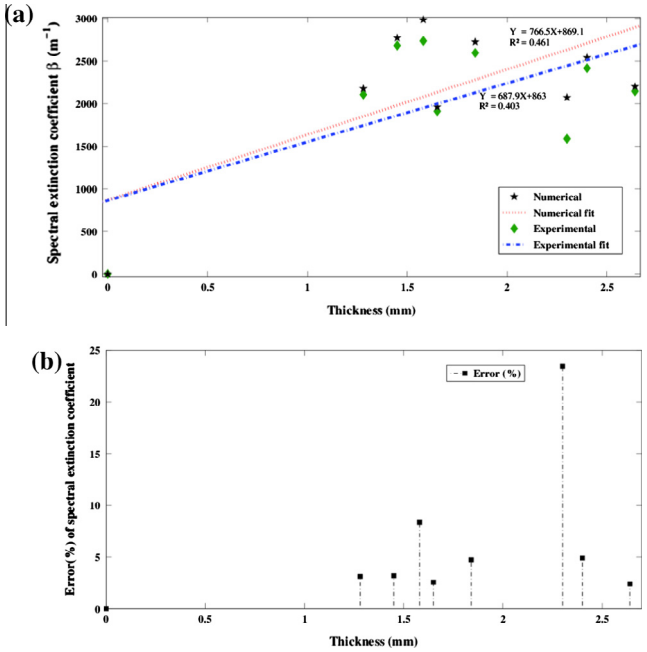


Fig. 7. (a) Variation of spectral extinction coefficient with thickness and (b) error (%) of spectral extinction coefficient with thickness.

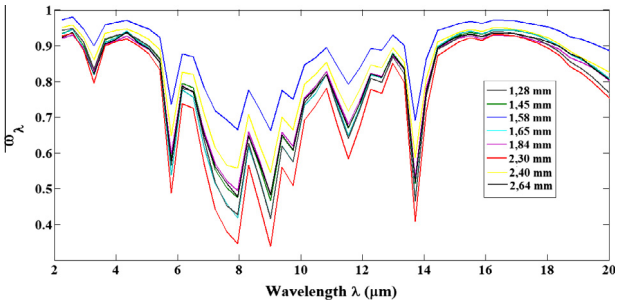


Fig. 8. Albedo of polyester batting versus wavelength for different thicknesses.

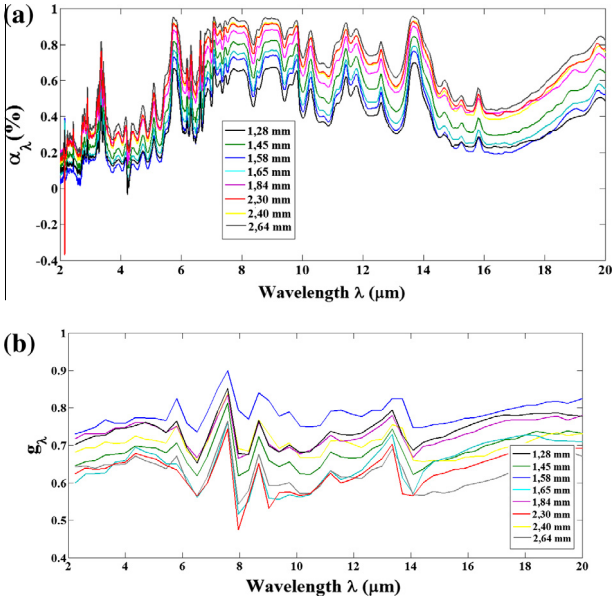


Fig. 9. (a) Absorptance of the polyester batting versus wavelength for different thicknesses and (b) the phase function versus wavelength for different thicknesses.

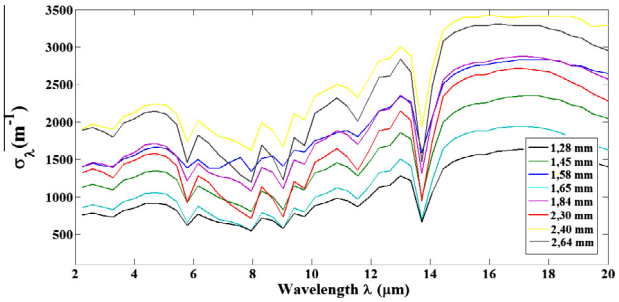


Fig. 10. The scattering coefficient of the polyester batting versus wavelength for different thicknesses.

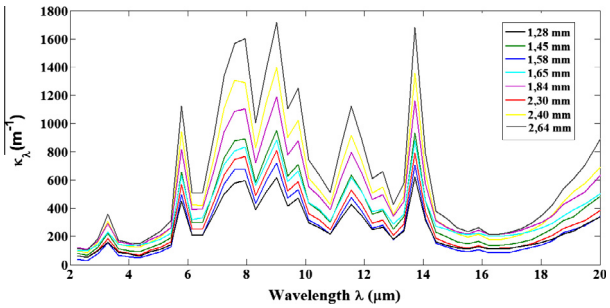


Fig. 11. The absorption coefficient versus wavelength for different thicknesses.

the spectral optical thickness τ_λ, extinction coefficient β_λ and the albedo ω_λ of each material. Fig. 6(a) shows the optical thickness τ_λ of the polyester batting material for different thicknesses (1.28, 1.45, 1.65, 1.58, 2.30, 2.40, 2.64 mm). We noticed that the optical thickness depends mainly on the wavelength. In addition, we have identified the extinction coefficient experimentally and theoretically; Fig. 6(b) and (c) presents the extinction coefficient, calculated from the Beer–Lambert law, and that identified by the inverse method versus wavelength and for different thicknesses. We observed that the values of the extinction coefficient reported by the inverse method are identical to those calculated by the Beer–Lambert law. We also noticed the presence of the peaks of extinction for each thickness around wavelengths of 6, 7.5, 8.6, 10 and 13.8 μm. These peaks correspond to the absorption peaks, beyond the evolution of extinction is monotonous.

The average value of the extinction coefficient have been determined experimentally and theoretically for the wavelength of 18.75 μm. Fig. 7(a) shows the extinction coefficients, which depends on the thickness of the material. We noticed (Fig. 7(b)) that the value is very low except for thickness of 2.4 mm, which the error reached 30%; this not significant. Fig. 8 shows the relative values of the albedo for different thicknesses. The maximum albedo value is about 0.98 for the thickness of 1.58 mm, and the lowest value is of 0.34 for 2.30 mm. We noticed that the same behavior for the different thicknesses, and the observed peaks correspond to the albedo fall, that shows the influence of extinction on the scattering around the wavelengths of 5.8, 8, 9, 10, 11.8, and 13.8 μm. Beyond this, the medium is scattering and absorbing for all thicknesses. Finally, a slight decreases in albedo for wavelength higher than 18 μm was observed for all thicknesses.

Generally, the incident radiation on the material surface may be absorbed, transmitted or reflected. The contributions of the three

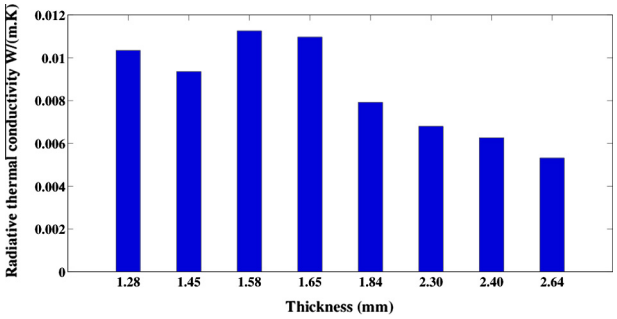


Fig. 12. Thickness effect on the radiative conductivity and the phonic conductivity with a fiber diameter of 31 μm.

phenomena at a wavelength is given by spectral coefficients absorptance α_λ, directional transmission DHT_λ and directional reflection DHR_λ. The determination of the absorptance $\alpha_{\lambda,exp}$ (i.e. from Eq. (43)) is important, knowing that at equilibrium temperature, the Kirchoff's law states that the directional absorptance is equal to the directional emissivity [31]:

$$\alpha_{\lambda,exp} = \varepsilon_\lambda \tag{44}$$

The spectral absorptance of each thickness of the material is plotted in Fig. 9(a). The polyester fiber are strongly absorptive for wavelengths above 3 μm, 5.5 μm, 6.5 μm, 7 μm, 9 μm, 10 μm, 11 μm, 12 μm, 13 μm, 14 μm, 16 μm and 20 μm (Fig. 9(a)). For the Henyey–Greenstein coefficient g (or the anisotropy coefficient) (Fig. 9(b)), the inverse method for different thicknesses was investigated. We noticed the presence of 6 main peaks around wavelengths of about 5.8, 7, 9.8, 10.5, 11.5 and 13.8 μm, which correspond to the albedo fall (Fig. 9(a)) or the scattering decreases; forward scattering for all thicknesses.

4.3. Absorption and scattering coefficients

From Eq. (25), we can extract the diffusion coefficient. Fig. 10 shows the evolution of the diffusion coefficient versus wavelength for different thicknesses. We noticed a fall behavior of the diffusion at the wavelength near 14 μm for all thicknesses. The thermal absorption coefficient may be deduced from Eq. (25); it depends on the wavelength and the medium temperature. Fig. 11 shows that the variations, of the absorption coefficient κ_λ of each thickness of polyester batting material, are extremely interesting, which will appear according to the wavelength λ (of about 1700 m^{-1}). Thus, we noticed the presence of absorption peaks at 5.8, 7.5, 9, 11.6, and 13.8 μm with similar behaviors.

4.4. Effective radiative conductivity

As mentioned above, the radiative conductivity is estimated from the Rosseland approximation (Eq. (33)) with the wavelength range $\Delta\lambda = 2–20$ μm for the polyester batting material, then the phonic conductivity is deduced from Eq. (5). The apparent or effective conductivity is determined experimentally at room temperature using Eq. (39) taking into account the uncertainty measurement (Eq. (40)). Fig. 12 shows the radiative conductivity variation and the phonic conductivity with the material thickness. We observed that the radiative conductivity vary with the phonic conductivity, this variation can be explained by the different density of the fibers for each sample. Thus, the radiative conductivity represents around 26% of the overall thermal conductivity at 20 °C. The uncertainty on the radiative conductivity was estimated to less than 2% with the measured spectral hemispherical reflectance and transmittance.

5. Conclusion

The present work reports the numerical and experimental studies of physical and thermal properties of polyester batting insulator. The investigated media is non-gray, anisotropically absorbing, emitting and scattering. We introduced an inverse method with the aim of determining radiative properties of polyester batting insulation. The radiative conductivity was determined according to the Rosseland approximation. Experimental measurements in directional hemispherical transmittance and reflectance, using a Brucker FTIR Spectrometer with integrating sphere allowed us to determine the absorption, scattering, extinction and phase function coefficients of the polyester batting. The spectral properties of polyester batting insulation have been found strongly depend on the wavelength in 2–21 μm range. Thus, we observed the radiative conductivity increases with thickness. In our future work, we will investigate the radiative properties for comparison with other materials such as glass wool already being studied by other authors as well with hemp wool.

Acknowledgements

The authors acknowledge here the Institute for Electronics Microelectronics and Nanotechnologies (IEMN) of the University of Lille – France, for taking microscopic pictures of polyester batting fibrous material.

References

[1] A. Patnaik, M. Mvubu, S.r. Muniyasamy, A. Botha, R.D. Anandjiwala, Thermal and sound insulation materials from waste wool and recycled polyester fibers and their biodegradation studies, Energy Build. 92 (2015) 161–169.
[2] R. Bhattacharyya, Heat transfer model for fibrous insulations, Thermal Insulation Performance, vol. 718, American Society for Testing and Materials STP, 1980, pp. 272–286.
[3] D. Baillis, M. Raynaud, J.-F. Sacadura, Determination of spectral radiative properties of open cell foam: model validation, J. Thermophys. Heat Transfer 14 (04) (2000).
[4] D. Baillis, M. Arduini-Schuster, J.-F. Sacadura, Identification of spectral radiative properties of polyurethane foam from hemispherical and bi-directional transmittance and reflectance measurements, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 73 (2002) 297–306.
[5] L. Hespel, S. Mainguy, J.J. Greffet, Radiative properties of scattering and absorbing dense media: theory and experimental study, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 77 (2003) 193–210.
[6] H.C. Zhou, Y.B. Hou, D.L. Chen, C.G. Zheng, An inverse radiative transfer problem of simultaneously estimating profiles of temperature and radiative parameters from boundary intensity and temperature measurements, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 74 (2002) 605–620.
[7] D. Baillis, J.-F. Sacadura, Thermal radiation properties of dispersed media: theoretical prediction and experimental characterization, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 67 (2000).
[8] A. Milandri, F. Asllanaj, G. Jeandel, Determination of radiative properties of fibrous media by an inverse method comparison with the Mie theory, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 74 (5) (2002) 637–653.
[9] J.F. Sacadura, Thermal radiative properties of complex media: theoretical prediction versus experimental identification, Heat Transfer Eng. 32 (9) (2011) 754–770.
[10] N.L. McKay, T. Timusk, B. Farnworth, Determination of optical properties of fibrous thermal insulation, J. Appl. Phys. 55 (11) (1984) 4064–4071.
[11] S. Zhao, Z. Boming, D. Shanyi, Effects of contact resistance on heat transfer behaviors of fibrous insulation, Chin. J. Aeronaut. 22 (5) (2009) 569–574.
[12] V. Nicolau, M. Raynaud, J. Sacadura, Spectral radiative properties identification of fiber insulating materials, Int. J. Heat Mass Transfer. 37 (Suppl. 1) (1994) 311–324.
[13] D. Baillis, M. Arduini-Schuster, J.F. Sacadura, Identification of spectral radiative properties of polyurethane foam from hemispherical and bi-directional transmittance and reflectance measurements, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 73 (2002).
[14] S.-Y. Zhao, B.-M. Zhang, S.-Y. Du, An inverse analysis to determine conductive and radiative properties of a fibrous medium, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 110 (13) (2009) 1111–1123.
[15] S. Lee, G. Cunnington, Conduction and radiation heat transfer in high-porosity fiber thermal insulation, J. Thermophys. Heat Transfer 14 (April) (2000) 121–136.
[16] S. Lee, Effect of fiber orientation on thermal radiation in fibrous media, Int. J. Heat Mass Transfer 32 (2) (1989) 311–319.

[17] A. Kaemmerlen, F. Asllanaj, H. Sallée, D. Baillis, G. Jeandel, Transient modeling of combined conduction and radiation in wood fibre insulation and comparison with experimental data, Int. J. Therm. Sci. 49 (11) (2010) 2169–2176.
[18] F. Intini, S. Kuhtz, Recycling in buildings: an LCA case study of a thermal insulation panel made of polyester fiber, recycled from post-consumer pet bottles, Int. J. Life Cycle Assess. 16 (05) (2011).
[19] M. Bomberg, S. Klarsfeld, Semi-empirical model of heat transfer in dry mineral fiber insulations, J. Build. Phys. 6 (3) (1983) 156–173.
[20] A. Karamanos, S. Hadiarakou, A. Papadopoulos, The impact of temperature and moisture on the thermal performance of stone wool, Energy Build. 40 (8) (2008) 1402–1411.
[21] V.G. Petrov-Denisov, V.S. Zholudov, V.V. Gur'ev, A method for estimating heat-shielding properties of mineral wool insulation based on silicate fibrous materials, Glass Ceram. 57 (09) (2000).
[22] R.V.M. Spinnler, E.R.F. Winter, T. Sattelmayer, Theoretical studies of high-temperature multilayer thermal insulations using radiation scaling, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 84 (2004).
[23] K. Daryabeigi, Analysis and testing of high temperature fibrous insulation for reusable launch vehicles, in: 37th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit, AIAA, USA, 1999, pp. 99–1044.
[24] K. Daryabeigi, G.R. Cunnington, J.R. Knutson, Combined heat transfer in high-porosity high-temperature fibrous insulation: theory and experimental validation, J. Thermophys. Heat Transfer 25 (2011).
[25] M.F. Modest, Radiative Heat Transfer, Academic Press, 2013.
[26] M. Necati Özışık, Radiative Transfer and Interactions with Conduction and Convection, Wiley-Interscience Publication, Wiley, 1973.
[27] Dingyu Xue, YangQuan Chen, Solving Applied Mathematical Problems with MATLAB, CRC Press, 2008. 446 pp.
[28] R. Siegel, Thermal Radiation Heat Transfer, fourth ed., Taylor & Francis, 2001.
[29] H. Hottel, A. Sarofim, Radiative Transfer. McGraw-Hill Series in Mechanical Engineering, McGraw-Hill, 1967.
[30] L.O. Duthoit, Application des méthodes de la thèorie des systèmes a la simulation de l evolution des flux thermiques sur les faces d entree et de sortie d une paroi multicouches PhD thesis, University Lille, 1985.
[31] A. Celzard, G. Tondi, D. Lacroix, G. Jeandel, B. Monod, V. Fierro, A. Pizzi, Radiative properties of tannin-based, glasslike, carbon foams, Carbon 50 (7) (2012) 4102–4113.

Applied Thermal Engineering 142 (2018) 56–67

Contents lists available at ScienceDirect

Applied Thermal Engineering

journal homepage: www.elsevier.com/locate/apthermeng

Research Paper

Characterization of the thermal properties of fibrous insulation materials made from recycled textile fibers for building applications: Theoretical and experimental analyses

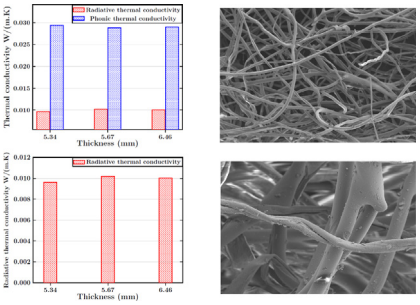
Amine Tilioua[a,*], Laurent Libessart[b], Stéphane Lassue[c]

[a] MMESA, Department of Physics, Faculté des Sciences et Techniques d'Errachidia, Université Moulay Ismail, BP 509 Boutalamine, Errachidia, Morocco
[b] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE)-Lille Nord de France (EA 4515), IUT de Béthune, 1230 Rue de l'Université, F-62400 Béthune, France
[c] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (EA-4515), Faculté des Sciences Appliquées-Université d'Artois, Technoparc Futura, 62400 Béthune, France

HIGHLIGHTS

- The inverse method is used to obtain the radiative properties of the studied material.
- Radiative properties strongly depend on both wavelength and material thickness.
- Phonic thermal conductivity is deduced from the effective thermal conductivity.
- Radiative thermal conductivity is of very little effect.
- Material thickness exerts an influence on radiative and phonic thermal conductivity.

GRAPHICAL ABSTRACT



ARTICLE INFO

Keywords:
Insulation
Recycled textile
Radiative properties
Inverse method
Radiative conductivity
Phonic conductivity

ABSTRACT

The present study focuses on the thermal characterization of an insulation material made from recycled textile fibers for building applications, which qualifies as a semi-transparent medium. Experimental and numerical studies have been carried out to determine the radiative flux ratio for such a recycled textile fiber-based insulation for three thicknesses (5.35 mm, 5.67 mm and 6.64 mm). The inverse method, which relies on reflection and transmission measurements using a Fourier-Transform Infrared Spectrometer coupled to an integrating sphere, has been applied along with a least squares procedure. The relevant radiative properties of recycled textile insulation material are obtained by minimizing the deviation between experimental and theoretical data. The effective thermal conductivity of the fibrous insulation is measured at room temperature by means of a fluxmeter device. The radiative thermal conductivity is estimated by implementing the Rosseland model, while phonic conductivity is derived from the effective thermal conductivity. The radiative thermal conductivity displays a very limited effect in comparison with phonic thermal conductivity; the latter varies according to thickness, which in turn is determined by fiber density and size. Phonic thermal conductivity accounts for 26% of the effective thermal conductivity and moreover constitutes a large share (74%) relative to the radiative conductivity. The maximum radiative thermal conductivity value equals 0.0102 $W\,m^{-1}\,K^{-1}$ for a thickness of 5.67 mm, with this value dropping slightly to 0.010 $W\,m^{-1}\,K^{-1}$ for a thickness of 6.46 mm, and to a minimum value of 0.0096 $W\,m^{-1}\,K^{-1}$ at a 5.35-mm thickness.

* Corresponding author.
E-mail addresses: tiliouamine@yahoo.fr, a.tilioua@fste.umi.ac.ma (A. Tilioua).

https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.06.071
Received 25 August 2017; Received in revised form 26 April 2018; Accepted 21 June 2018
Available online 23 June 2018
1359-4311/ © 2018 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Nomenclature

T	temperature, K
T_c	temperature of cold plate, K
T_h	temperature of hot plate, K
ΔT	temperature difference, K
k_{eff}	effective thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_c	phonic thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_{conv}	convective thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_r	radiative thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_g	gas thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_s	solid thermal conductivity, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_F	thermal conductivity due to conduction in fibers, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
k_G	thermal conductivity due to the gas in the material, $W\,m^{-1}\,K^{-1}$
P_λ	spectral phase function
I_λ	spectral radiation intensity, $W\,m^{-2}\,\mu m^{-1}\,sr^{-1}$
I_o	incident radiation intensity, $W\,m^{-2}$
I°	blackbody radiation intensity, $W\,m^{-2}$
$T\lambda$	spectral transmittance
g	acceleration due to gravity, $10\,m\,s^{-2}$
C_p	specefic heat of air at constant pressure, $kJ\,kg^{-1}\,K^{-1}$
P	permeability of the solid skeleton
Ra^*	modified Rayleigh number
$T^{dh}_{\lambda,th}$	directional hemispherical transmittance
$R^{dh}_{\lambda,th}$	directional hemispherical reflectance
$T^{d}_{\lambda,exp}$	direct transmittance
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
p_r	reflective power, %

Greek symbols

β_λ	spectral extinction coefficient, m^{-1}
β^*_λ	weighted extinction coefficient, m^{-1}
σ_λ	scattering coefficient, m^{-1}
τ_λ	optical thickness of the medium
ω_λ	albedo
κ_λ	absorption coefficient, m^{-1}
α_λ	spectral absorptance, %
λ	wavelength, m
μ	cosine of the polar angle
μ_1	first direction
μ_{air}	dynamic viscosity of air, $kg\,m^{-1}\,s^{-1}$
ρ	density of the medium, $kg\,m^{-3}$
ρ_{air}	masse density of air, $kg\,m^{-3}$
η	volumetric thermal expansion coefficient of air, K^{-1}
$d\Psi_o$	solid angle, sr
$\varepsilon_S,\varepsilon_P,\alpha$	structural parameters dependent of the porosity
ξ_0	half-angle of incident beam
$\phi_{reference}$	reference measurement
ϕ_0	reflection measurement without sample
ϕ^t_{sample}	transmission measurement with sample
ϕ^r_{sample}	reflection measurement with sample

Superscripts

*	weighted coefficient

Subscripts

λ	spectral
E	thickness, m

Physical constants

σ	Stefan-Boltzmann Constant, $5.67040 \times 10^{-8}\,W\,m^{-2}\,K^{-4}$
χ_1	radiation constant, $1.19 \times 10^{-16}\,W\,m^{-2}$
χ_2	radiation constant, $1.4388 \times 10^{-2}\,m\,K$

1. Introduction

Fibrous insulation materials perform well in controlling temperature and moisture for building applications [1]. Such materials allow minimizing the energy input required to maintain a fixed temperature. A low-density fibrous material thus behaves like a semi-transparent medium that remains entirely capable of both absorbing strongly anisotropic scattering and emitting thermal radiation [2]. The semi-transparent behavior of fibrous insulation materials at room temperature is the subject of a large body of studies aimed at describing their thermal properties [3–8]. Generally speaking, heat propagation can take place via various heat transfer modes, namely: (i) conduction in the interstitial fluid, mainly consisting of motionless air, as well as in a fibrous matrix; and (ii) radiation that propagates within the pores and interstices through the dual mechanism of fiber absorption, emission and scattering. It has been demonstrated that convection is often neglected in fibrous insulation materials [9], thus leaving two main modes for the heat transfer of insulation materials, namely radiation and conduction. Thermal radiation is the predominant heat transfer mode in a semi-transparent medium [7]; it is described by radiative properties, such as the extinction coefficient, scattering coefficient, absorption coefficient and scattering phase function, all of which have been defined for each wavelength. Radiative properties can be determined either by predictive methods based on theoretical models or by identification methods based on transmission and reflection measurements. In most previous works, the thermal radiation of fibers was examined by use of a direct method based on the interaction between fiber and radiation via the resolution of Maxwell's equations with the Mie theory [3–4,10–14].

In addition, determining the radiative properties of insulation materials with the inverse method has been reported in many recent investigations [5–6,15–19]. The inverse method is based on experimental infrared measurements of reflection and transmission in order to determine the radiative properties (i.e. albedo, optical thickness and phase function coefficients) of fibrous insulation. Several studies offering varying degrees of complexity were carried out to identify the radiative properties of fibrous insulation. Yajnik et al. [20] developed a powerful method for deriving the spectral scattering and absorption coefficients for two different medium (i.e. glass fibers and expanded polystyrene) from monochromatic directional-hemispherical reflectance and hemispherical-directional reflectance measurements. The nonlinear least squares method seeks to minimize the difference between reflectivity measurements and their theoretical values within the 2–40 μm wavelength range in an effort to identify the coefficient values. It was noted that the scattering albedo is low for glass fibers and high for expanded polystyrene foams. Baillis et al. [8] thus determined the spectral radiative properties (i.e. absorption coefficient, scattering coefficient and phase function) of open-cell polyurethane foam from parameter identification methods. Spectral transmittance and reflectance measurements are conducted in the infrared wavelength region of 2–15 μm with different identification strategies and different types of measurements (directional-hemispherical, combination of directional-directional and directional-hemispherical). The discrete ordinate method was implemented in order to solve the Radiative Transfer Equation (RTE). Similarly, the RTE is also solved by means of a direct method (matrix exponential method) with minimization being

performed by the least squares method using Matlab software. Moreover, Zhao et al. [21] proposed an inverse method that employs the discrete ordinate method to solve the RTE, as well as steady-state and transient temperature measurements to estimate the conductive and radiative properties. The Levenberg-Marquardt iteration and Gauss linearization methods have also been used for performance optimization [5,22,23]. Both are accessible to measure the effective thermal conductivity, yet the radiative thermal conductivity estimation is unable to easily evaluate the radiation contribution in the fibrous insulation material. In our previous work [23], we investigated the effect of the thickness of homogeneous polyester batting fibrous insulation material, whose radiative thermal conductivity, according to our observation, depends on many parameters such as insulation material thickness, fiber density, porosity, fiber size, distribution and arrangement.

The present work reports on the investigation of radiative heat transfer behavior of fibrous insulation materials made from inhomogeneous recycled textile waste (i.e. featuring different fiber types and sizes) used in building applications. The radiative properties of insulation materials are identified in order to determine both the radiative thermal conductivity and effective thermal conductivity. The inverse method yields the radiative properties of recycled textile fibers. Direct calculations like in Mie theory are not applicable to obtaining for inhomogeneous structures the radiative properties from a single fiber of the studied fibrous insulation material because the fibers contain different circular cylinders with complex geometry. Three recycled textile fiber thicknesses have been investigated to evaluate the average radiative thermal conductivity value of fibrous insulation materials. The following section will describe the studied material along with the most effective experimental method for characterizing the thermal properties of a fibrous insulation material made from recycled textile fibers. Next, the various models will be presented as regards the determination of radiative properties according to the inverse method. Lastly, the results obtained for recycled textile fiber samples will be displayed. Furthermore, to the best of our knowledge, this work represents the first time that the radiative properties and both the radiative and phonic conductivity of a fibrous insulation material with an inhomogeneous structure have been investigated using the inverse method.

2. Description of the studied material

In France, 85% of discarded clothing end up in a landfill; hence, each French person throws out on average 12 kg of clothes, shoes and linen every year. Plenty of such clothing waste can be recycled after completing a selection according to condition and composition. Next, the waste is frayed separately depending on fiber type. The fibrous insulation material based on recycled textile serves to reduce energy consumption relative to the heating requirements of every single building in taking into consideration users' comfort and health. The studied insulation material (from “le Relais”) [24–26] is an inhomogeneous medium obtained from discarded recycled textile fibers. It is composed of 85% recycled fibers from the textiles collected (70% cotton, 15% wool and acrylic) [27] and 15% of polyester fibers stemming from post-consumer waste plastic bottles [28], thus ensuring a density of 50 kg m^{-3}. The recycled textile fiber agglomerates homogeneously by entrapping the air in the fiber network, thus constituting

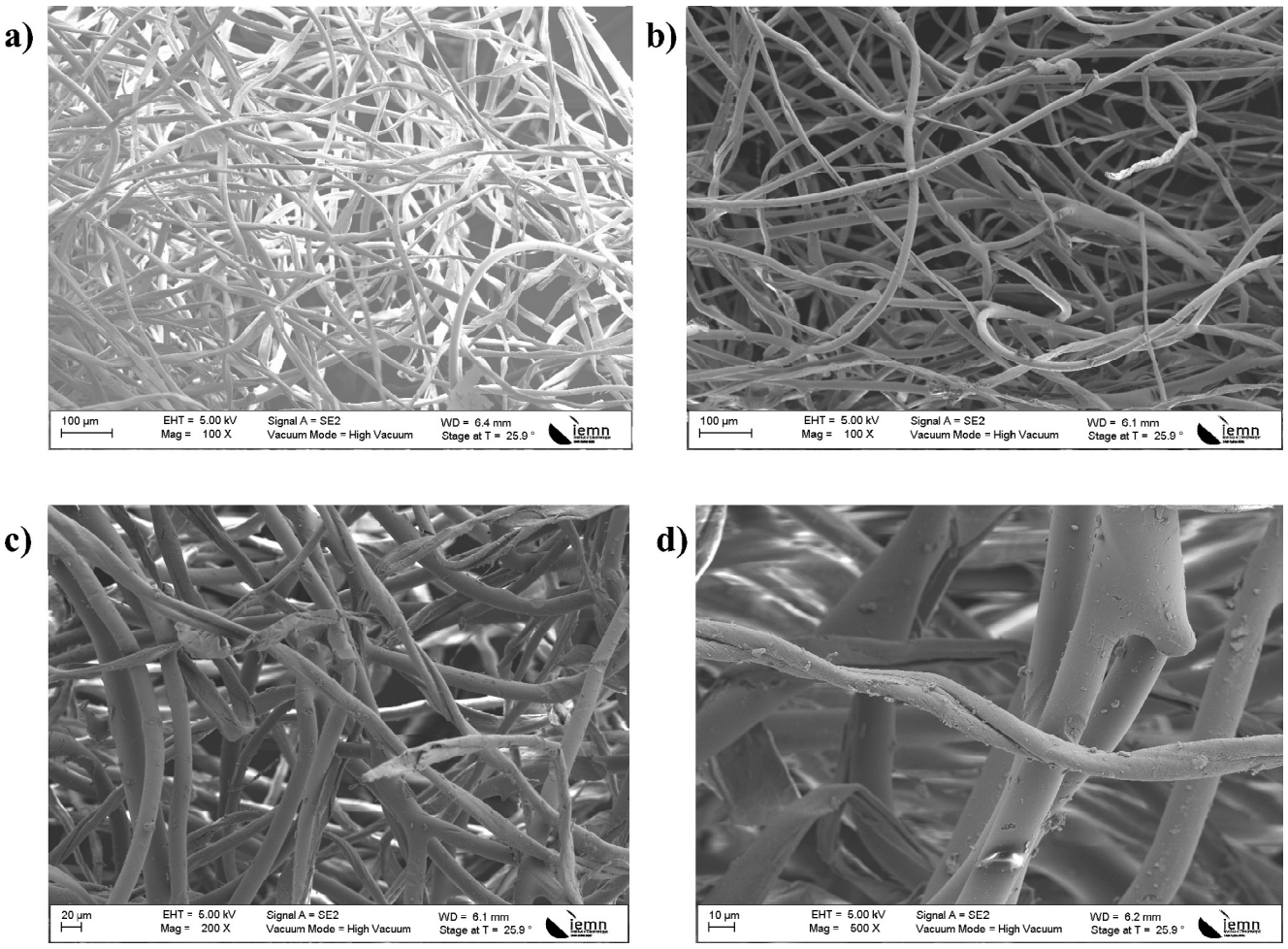


Fig. 1. SEM pictures of fibrous insulation based on recycled textile fibers at magnifications of 100× (a, b), 200× (c) and 500x (d), respectively.

an insulation material. The fibrous structure of the studied material is shown in Fig. 1. From pictures of the SEM (Scanning Electron Microscope) analyses (see Fig. 1a–d), we noted that the fibrous structure was indeed inhomogeneous. The fibrous structure containing various fiber sizes is shown in the Pictures 1a), 1b), 1c) and 1d). Three samples of the recycled textile insulation material were prepared with different thicknesses (5.34 mm, 5.68 mm and 6.50 mm) in order to characterize and compare its thermal properties. A thickness determination is solely based on density, the lateral dimensions of each sample, and the weight method in using a high-precision electronic scale.

3. Physical analysis

The thermal performance of insulation materials can be evaluated by means of thermal conductivity $k_e$for a steady-state and thermal diffusivity$D$in an unsteady state [25]. For the thermal insulation of buildings, the insulation material should be chosen for its low thermal conductivity values. Low thermal conductivity values are required in order to minimize heat losses [29]. However, this physical quantity remains one of the most difficult to measure, with many factors capable of influencing the thermal conductivity of this insulation material, including temperature, density, porosity, moisture and fiber direction. The heat transfer taking place inside the fibrous insulation material is composed of: (1) conduction in the solid matrix and interstitial fluid; and (2) natural convection via movement of the interstitial fluid and radiation [12]. The effective or equivalent thermal conductivity within fibrous materials is thus the sum of three conductivities (conduction (phonic), convection, and radiation) [30–32]:

$$k_{eff} = k_r + k_{conv} + k_c \tag{1}$$

In a fibrous material, convection is present thanks to air movement in the pores between fibers. The existence of convection in a fibrous medium may be estimated by calculating the modified Rayleigh number Ra^* [9,33]; if Ra^* is less than 40, then the convection transfer may be neglected. The modified Rayleigh number is defined by the following formula [9,33]:

$$Ra^* = \frac{g\eta\rho_{air}^2 C_p}{\mu_{air}} \times \frac{P}{k_e} \times \Delta T \times E \tag{2}$$

where $\Delta T = 20K$is the temperature differential between two sides of the sample. We calculated the modified Rayleigh number of recycled textile insulation material; these conditions have led to a modified Rayleigh number that lies around 2.12, so convection can be neglected. The effective thermal conductivity of the fibrous material can then be given as:

$$k_{eff} = k_r + k_c \tag{3}$$

The effective thermal conductivity of fibrous materials can now be divided into various thermal conductivities due to: radiation, solid conduction, and gas conduction [34]:

$$k_{eff} = k_r + k_G + k_F \tag{4}$$

where $k_c$is the phonic thermal conductivity due to conduction in solids (fibers), while $k_F$is the conduction due to gas k_G[35]:

$$k_c = k_F + k_G \tag{5}$$

Fiber density is responsible for 60% of the local thermal conductivity and the fiber orientation perpendicular to the heat flux, and fiber tortuosity accounts for approximately 25% of the effect of thermal conductivity [36]. Several models [1,37–39] have been developed to evaluate the thermal conductivity due to solid conduction and gas conduction; Bankvall [40] proposed a mathematical approach to correlate the effective thermal conductivity of the two-phase solid and gas:

$$k_c = \alpha[\varepsilon_p k_g + (1-\varepsilon_p)k_S] + (1-\alpha)\frac{k_s k_g}{\varepsilon_s k_s + (1-\varepsilon_s)k_g} \tag{6}$$

with the thermal conductivity $k_F$due to conduction in fibers and contact fibers being:

$$k_F = \alpha(1-\varepsilon_P)k_S \tag{7}$$

and $k_G$the thermal conductivity due to gas in the material being:

$$k_G = \alpha\varepsilon_P k_g + (1-\alpha)\frac{k_s k_g}{\varepsilon_s k_s + (1-\varepsilon_s)k_g} \tag{8}$$

3.1. Radiative heat transfer

This section reports on the determination of the radiative properties of recycled textile materials so as to enable both estimating the radiative thermal conductivity by use of the Rosseland approximation and understanding the spectral behavior of insulating materials. As mentioned above, the radiative properties of a fibrous material can be determined in two primary ways: (i) from theoretical models describing the interaction of radiant energy with a particulate medium, based on Maxwell's equation solutions and geometric optics combined with diffraction theory (microscopic approach); and (ii) from identification methods based on minimizing the quadratic differences between the theoretical values and directional measurements of radiation transmitted, reflected or emitted from samples, combined with RTE solutions (macroscopic approach) [7] to describe the radiation inside a semi-transparent medium. The studied medium is inhomogeneous and anisotropic; it is composed of air lying randomly in planes parallel to the boundaries. Our medium is considered to be semi-transparent, and the internal medium emission has been neglected. For a plane slab of a cold semi-transparent medium and an absorbing-scattering-emitting medium, in assuming transfer in the y-direction with azimuthal symmetry, the RTE can be written as follows [6,23]:

$$\mu\frac{\partial I_\lambda(y,\mu)}{\partial y} = I_\lambda(y,\mu) + \frac{\omega_\lambda}{2}\int_{-1}^{1} P_\lambda(\mu' \to \mu) I_\lambda(y,\mu')d\mu' \tag{9}$$

for $0 < y < E$, $\mu \in [-1,1]$, $\lambda > 0$where $\mu = \cos\vartheta$, with ϑbeing the polar angle and $I_\lambda$the spectral intensity of radiation.

The radiative properties of the medium are characterized by the monochromatic coefficients of absorption κ_λ, diffusion $\sigma_\lambda$and phase function P_λ[5,22]. However, the same boundary conditions described in [23] to solve the RTE have been investigated herein. The RTE is indeed difficult to solve since it is an integro-differential equation and involves independent variables in the most general case; also, radiation intensity may depend on the spatial coordinates, angular direction and wavelength. The discretization of RTE is distributed at both angular and spatial discretizations. The angular discretization for choosing a given number of directions is associated with a weighting factor. In our case, the angular discretization is similar to that used in [22,23] with a constant step size of 4° on 44 points between 0° and 180°. This discretization replaces the integral term by a quadrature sum performed on the luminance with respect to the directions. In order to calculate the radiative intensity variation in directions characterized by μ, the same method used in [22,23] to solve RTE (Eq. (9)) has been employed. The solution to the RTE is the spectral intensity field I_λ. This quantity $I\lambda$makes it possible to calculate both the theoretical directional hemispherical reflectance ($R^{dh}_{\lambda,th}$) (Eq. (10)) and the directional hemispherical transmittance ($T^{dh}_{\lambda,th}$) (Eq. (11)), as well as the direct transmittance ($T^{d}_{\lambda,th}$) (Eq. (12)) of the fibrous material.

3.2. Definition of directional hemispherical transmittance and reflectance

$R^{dh}_{\lambda,th}$denotes the ratio of the radiative flux emitted by the fibrous material toward the rear hemisphere to the incident flux, which is theoretically defined as in [22,23] by:

$$R^{dh}_{\lambda,th} = -2\pi \frac{\int_{-1}^{0} I_\lambda(0,\mu)\mu \, d\mu}{I_o \, d\Psi_o} \quad (10)$$

and $T^{dh}_{\lambda,th}$ denotes the ratio of the radiative flux emitted by the fibrous material toward the front hemisphere to the incident flux; it is theoretically defined as:

$$T^{dh}_{\lambda,th} = 2\pi \frac{\int_{0}^{1} I_\lambda(E,\mu)\mu \, d\mu}{I_o \, d\Psi_o} \quad (11)$$

Moreover, the direct transmittance $T^{d}_{\lambda,th}$ is given by:

$$T^{d}_{\lambda,th} = \frac{I_\lambda(E,\mu_1)}{I_o} \quad (12)$$

where $I_\lambda(E,\mu)$ and $I_\lambda(0,\mu)$ are the spectral intensity being transmitted and reflected, respectively. $d\Psi_o$ is the solid angle containing the incidence radiation, which is given by the following formula [5]:

$$d\Psi_o = \frac{2\pi \sum_i (\phi^r_{sample}/\phi^r_{reference})_i \sin\mu_i \Delta\mu}{R^{dh}_{\lambda,exp}(0,\mu)} \quad (13)$$

The solid angle value can be determined from the bidirectional and hemispherical reflectance measurements using the FTIR spectrometer. After a numerical application (Eq. (13)), it becomes possible to obtain the solid angle value $d\Psi_o = 4.88 \times 10^{-3}$sr, where the divergence half-angle of the incident beam ξ_0 is correlated with the incident solid angle [5,22]:

$$d\Psi_o = 2\pi(1-\cos\xi_0) \quad (14)$$

We then found $\xi_0 = 2.35°$ for the sample illumination.

3.3. The radiative diffusion of energy

In an optically dense medium, radiation will only traverse a very small distance before being absorbed, because the mean free path of the photons is small compared to the dimensions of the medium. The Rosseland model (or diffusion model) is mainly defined when the highly absorbing medium is optically dense and isotropic. The radiative conductivity can be deduced from experimental measurements, in particular the mean extinction coefficient, by adopting a Rosseland model; radiative properties could be identified. Application of Beer

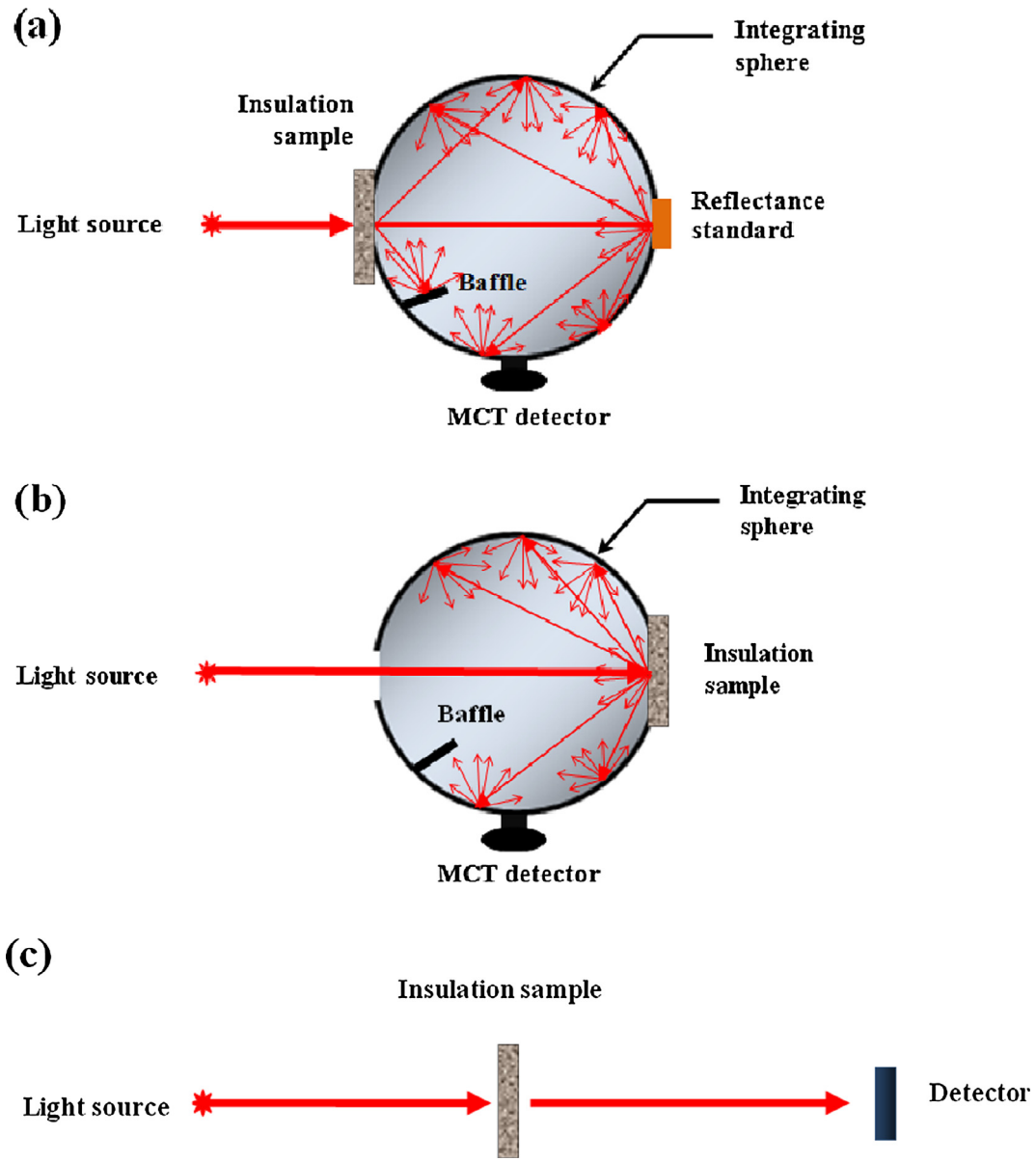


Fig. 2. Investigation mode, (a) procedure for measuring hemispherical transmittance $T^{dh}_{\lambda,exp}$, (b) reflectance $R^{dh}_{\lambda,exp}$ and (c) direct transmittance $T^{d}_{\lambda,exp}$.

Lambert's Law [41] to direct transmission results yields the initial value of extinction coefficient β_λ as:

$$T_\lambda = \exp\left(-\int_0^E \beta_\lambda dy\right) \quad (15)$$

The radiative conductivity k_r of the porous medium is typically given as [42,43]:

$$k_r = \frac{16\sigma T_m^3}{3\beta_R} \quad (16)$$

where β_R is the Rosseland-mean extinction coefficient (m^{-1}) over all wavelengths, as obtained from the monochromatic extinction coefficients by the following formula:

$$\frac{1}{\beta_R} = \int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{1}{\beta_\lambda^*}\frac{dI_\lambda^\circ(T_m)}{dI^\circ(T_m)}d\lambda \cong \int_b^a \frac{1}{\beta_\lambda^*}\frac{dI_\lambda^\circ(T_m)}{dI^\circ(T_m)}d\lambda \quad (17)$$

where $I_\lambda^\circ(T)$ is the black-body intensity at temperature T, given by Planck's Law as:

$$I_\lambda^\circ(T) = \frac{\chi_1}{\lambda^5\left(\exp\left(\frac{\chi_2}{\lambda T}\right)-1\right)} \quad (18)$$

and β_λ^* is a weighted spectral extinction coefficient [44,45].

4. Experimental methodology and radiation parameters

In order to characterize the radiative transfer of an insulation material made from recycled textiles, the determination of the radiative properties of the medium can be investigated according to an identification method based on both experimental measurements and the inverse method. Hence, to better understand the radiative heat transfer through fibrous insulation materials made from recycled textiles, three samples with different thicknesses were characterized using an FTIR

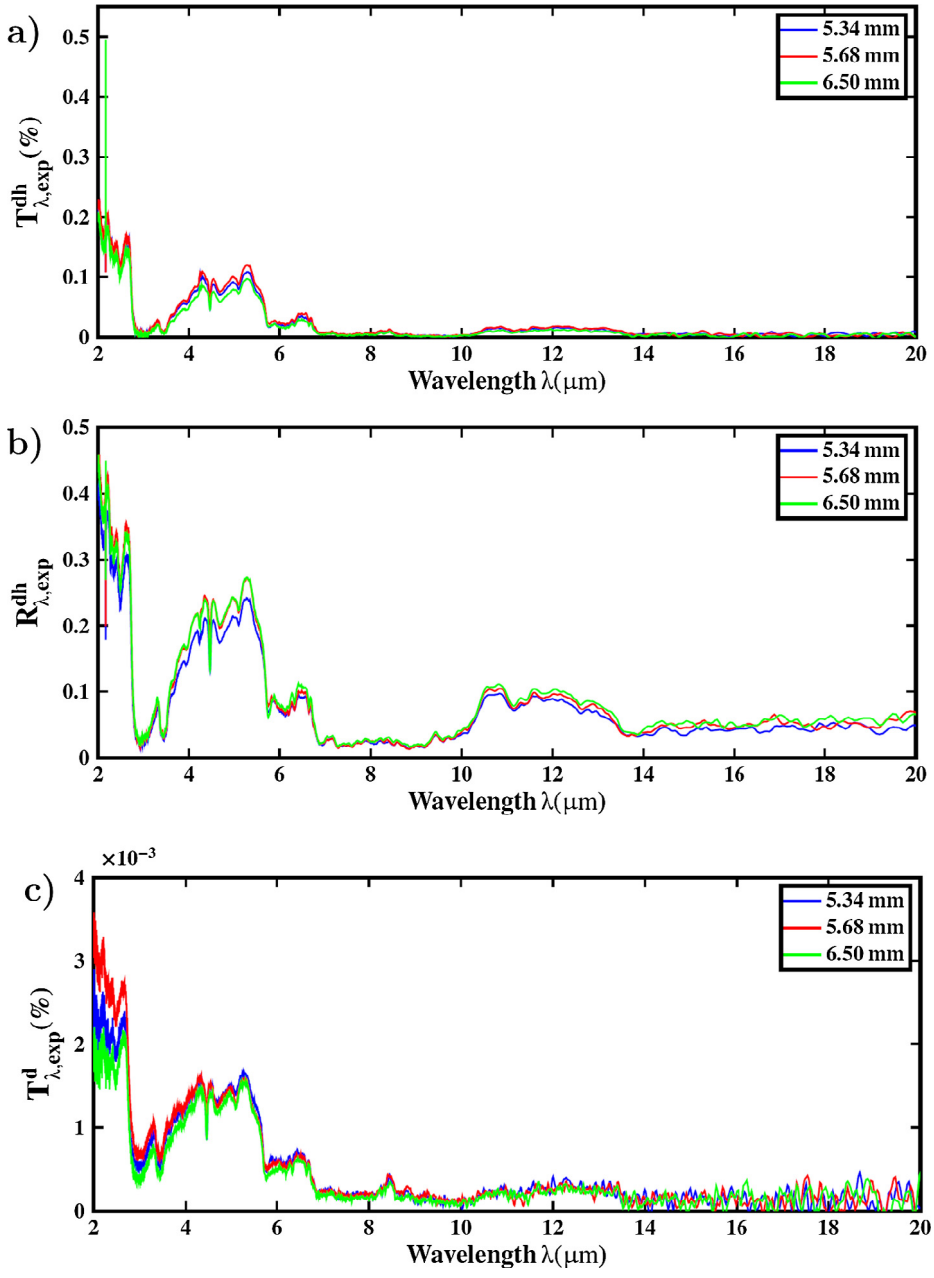


Fig. 3. (a) Experimental directional hemispherical transmittance, (b) reflectance and (c) direct transmittance of insulation based on recycled textile versus wavelength for different thicknesses.

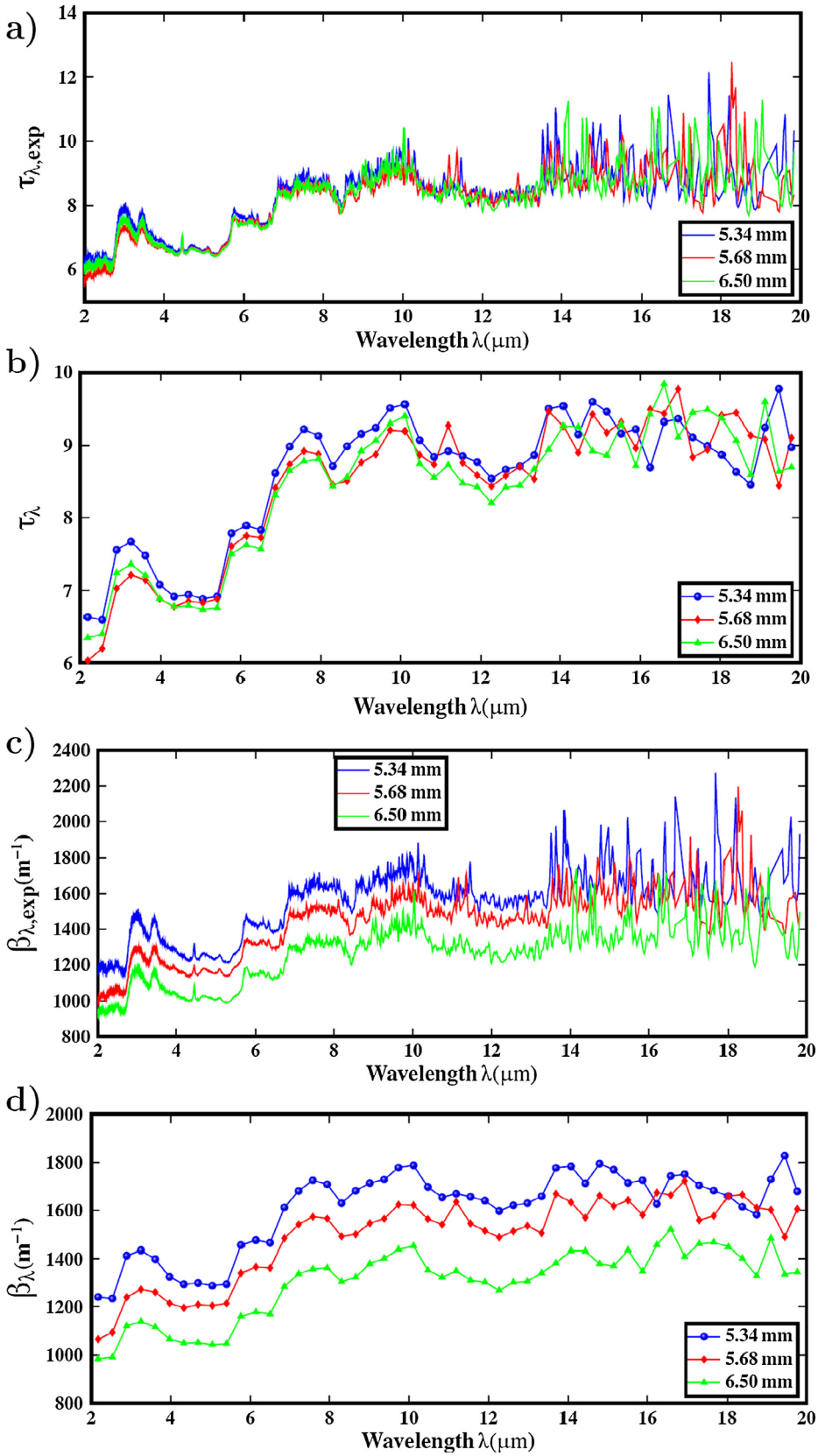


Fig. 4. Radiative properties of insulation material based on recycled textile versus wavelength for different thicknesses, (a) identified optical thickness, (b) calculated optical thickness, (c) identified extinction coefficient and (d) calculated extinction coefficient.

spectrometer for a wavelength range of 2–20 μm. The studied physical quantities are transmittance and reflectance directional-hemispherical monochromatic, plus direct transmittance. The experimental set-up used for the measurement campaign is an FTIR spectrometer built by Bruker, i.e. the VERTEX 80 V model, coupled with an integrating sphere produced by LABSPHERE featuring a coating of the "Infragold" type, which combines a highly reflective surface with a reflective power of 0.95 (i.e. manufacturer's specifications). This sphere has an internal diameter of 15 mm along with an opening diameter of 20 mm. The radiation introduced into an integrating sphere strikes the reflective walls and reproduces multiple diffuse reflections (Fig. 2a and b). The integrating sphere collects the radiation dispersed and measures the flux by use of a detector. The FTIR spectrometer is adapted to the near and mid-infrared measurements (1.5–25 μm), thus allowing for the measurement of directional-hemispherical transmittance and reflectance as well as direct transmittance. It contains a Globar MIR source for producing a broadband beam modulated through a Michelson interferometer [46]. This modulated beam is transmitted throughout the heated cell and is finally detected by a detector. The detector used is an MCT-referenced HgCdT, which is highly sensitive to noise, in particular of a thermal origin. It is cooled by liquid nitrogen, and the maximum range wavelength lies between 0.83 and 22 μm. The detector signal is then converted through a dual-channel A/D converter and ultimately processed and analyzed by OPUS (software for Bruker's FTIR) so as to display the transmittance and reflectance over a range of wavenumbers. The spectral distribution of the source flow is derived by a Fourier transform of this signal. Results are obtained from calculation of the ratio of the signal transmitted or reflected in the presence of the sample to the basic signal characterizing the source radiation, which is measured without a sample. Measurements were performed from 5000 scans averaged to limit the measurement noise. The spectrometer allows acquiring spectral directional transmittance and reflectance at a normal incidence. The interpretation of these spectral output serves to determine a greater number of parameters, in particular the phase function. The main steps of the measurement procedure or protocol of $T^{dh}_{\lambda,exp}$and $R^{dh}_{\lambda,exp}$, as well as $T^{d}_{\lambda,exp}$, are well depicted in [23]. Let's briefly recall the procedure and equipment employed. We successively placed the three samples of recycled textile material into a sample holder in order to maintain them perpendicular to the input window of the integrating sphere, where the direction of incidence is normal to the sample. On the recycled textile material samples, the spectral results of directional-hemispherical transmittance and reflectance were collected by an integrating sphere after transmission or reflection within a wavelength ranging from 2 to 20 μm. $T^{dh}_{\lambda,exp}$and $R^{dh}_{\lambda,exp}$were then however calculated using the following relationships [23]:

$$R^{dh}_{\lambda,exp} = p_r \frac{\phi^{r}_{sample} - \phi_0}{\phi^{r}_{reference} - \phi_0} \tag{19}$$

$$T^{dh}_{\lambda,exp} = \frac{\phi^{t}_{sample}}{\phi^{t}_{reference}} \tag{20}$$

Fig. 2 provides a diagram of the measurement protocols for the three physical quantities of R^{dh}_{λ}, $T^{dh}_{\lambda}$with an integrating sphere using FTIR, and T^{d}_{λ}. As regards the detector, we recovered the radiation reflected or transmitted through the sample in all directions. In order to obtain an absolute reflectivity value, a reflection value of 0.95 was introduced. The experimental data for the transmission and reflectance given by the FTIR were obtained for wavelengths of 2333. Moreover, we selected 50 values to present the total evolution of the experimental transmission and reflectance based on the spectrum.

The incident radiation can be absorbed, transmitted or reflected. The contributions of these three phenomena, according to wavelength, are given by absorptance α_λ, $T^{dh}_{\lambda}$and R^{dh}_{λ}, where the radiative energy balance is written as:

$$\alpha_\lambda + R^{dh}_{\lambda} + T^{dh}_{\lambda} = 1 \tag{21}$$

5. Results and discussion

Our contribution seeks to identify the various thermal properties in the studied insulation material by using a similar previous approach. The radiative properties are identified for each wavelength from the following three physical quantities: $R^{dh}_{\lambda,th}$(Eq. (10)), $T^{dh}_{\lambda,th}$(Eq. (11)), and $T^{d}_{\lambda,th}$(Eq. (12)). The radiative properties of the medium have thus been characterized by: the optical thickness (calculated for y = Ein Eq. (9)), the albedo, and the phase function [22]. Moreover, the Henyey-Greenstein phase function [47] was adopted in this model for numerical inversion [22,23]. The iterative identification method of the radiative properties of semi-transparent medium minimizes the $F_m$function, which represents the average standard difference between theoretical and experimental investigations: R^{dh}_{λ}, $T^{dh}_{\lambda}$and T^{d}_{λ}(Eq. (22)). The minimization routine was performed by the "*lsqcurvefit*" (least squares curve fit) MATLAB function; it's been provided in the Optimization Toolbox available for solving least squares curve-fitting problems [48]. A method has thus been developed with the MATLAB software, whose minimization calculation involves the $F_m$gradient calculated from a derivation of RTE with respect to each target parameter. The function to be minimized is then written as:

$$F_m = \left[\frac{R^{dh}_{\lambda,th} - R^{dh}_{\lambda,exp}}{R^{dh}_{\lambda,exp}}\right]^2 + \left[\frac{T^{dh}_{\lambda,th} - T^{dh}_{\lambda,exp}}{T^{dh}_{\lambda,exp}}\right]^2 + \left[\frac{T^{d}_{\lambda,th} - T^{d}_{\lambda,exp}}{T^{d}_{\lambda,exp}}\right]^2 \tag{22}$$

The function to be minimized was presented in [22], whose theoretical values of $R^{dh}_{\lambda,th}$, $T^{dh}_{\lambda,th}$and $T^{d}_{\lambda,th}$were calculated by solving Eq. (9) relative to $\mu$and λ.

The measurements of directional-hemispherical transmittance and reflectance, as well as direct transmittance, of three thicknesses of insulation made from recycled textiles are plotted in Fig. 3a–c. We have observed that spectral measurements depend on wavelengths. The three samples of recycled textile insulation material all show the same spectral behavior with respect to wavelength with varying amplitudes. In Fig. 3a, we noted that the directional-hemispherical transmittance for the three thicknesses varied between 0% and 50%, which is very weak over the expected 3.03, 3.44, 7.33, 8.65–10.18, 13.75–14.24, 14.72–15.11 and 15.57–20 μm wavelengths. In Fig. 3b however, the directional-hemispherical reflectance varies considerably with wavelength; its minima were observed at wavelengths of 2.91, 3.42, 5.76, 6.86, 7.25, 7.58, 8.82, 9.14, 9.54 and 13.82 μm. Generally speaking, researchers [49,50] attribute the reflectance minima at these wavelengths to the Christiansen effect. The minimum directional-hemispherical transmittance value is observed at around the 3, 3.5, 7–10 and 14–20 μm wavelengths. The insulation material strongly absorbs radiation over this wavelength, as opposed to the 3–3.5, 3.5–4.5, 5–5.5 and 6.25–7 μm wavelengths; the insulation material is purely scattering and less absorbing. Fig. 3c shows the direct transmittance variation of the insulation material vs. wavelength; we noted the presence of peaks around the 2, 2.21, 2.61, 3.3, 4.25, 4.54, 5, 5.3, 6.42 and 8.4 μm wavelengths, with all these peaks corresponding to attenuation of the albedo and to the phase function of the insulation material.

5.1. Radiative properties of insulation made from recycled textiles

By application of the inverse method described in [22,23], the radiative properties (e.g. optical thickness, albedo, phase function, absorptance) of insulation made from recycled textile have been identified. Fig. 4a–d illustrate the variation in both calculated and identified optical thickness for the three thicknesses of recycled textile insulation material. Let's note that optical thickness depends on the wavelength and curves of the three thicknesses, which feature a similar shape at different amplitudes. It was also noted that the appearance of noise in the calculated optical thickness is observed between the 8 μm and 20 μm wavelengths (Fig. 4a). The drop in optical thickness observed

around the 5, 5.5, 6.8, 8.5, 10.8 and 12 μm wavelengths thus results in a radiation decrease at these wavelengths. However, the presence of some optical thickness peaks around the 3, 3.5, 4.5, 5.5, 7.5, 9.5 and 11 μm wavelengths could be noted, as these peaks correspond to high radiation extinction by the medium [22]. Fig. 4c presents the extinction coefficient variation of all three thicknesses of the studied material vs. wavelength. The extinction coefficient is calculated by means of Beer-Lambert's Law (Eq. (15)), and the coefficient identified from the inverse method applied to the three thicknesses of the studied material has been plotted in Fig. 4d. We found that the calculated and identified extinction coefficients showed the same spectral variation vs. wavelength, with the decrease in extinction coefficient being observed around wavelengths 3.2, 4–6, 6.5, 8.5, 10.5 and 12 μm. The extinction coefficient drop at these wavelengths is due to a significant increase in transmittance, while the lowering amplitudes for these wavelengths remain distinct. It was also reported that amplitude dispersions can be observed as of a wavelength of 14 μm. These amplitude variations are due to the upper detection limit established by the MCT detector.

The spectral absorptance of the three thicknesses has been deduced from Eq. (21). Fig. 5 shows the absorptance variation in insulation made from recycled textile vs. wavelength. Different absorptance behaviors dependent on both thickness and wavelength have been observed. The insulation made from recycled textile materials is highly absorbent at wavelengths of 2.16, 2.5, 2.8, 3.4, 4.46, 5.7 and 6.97 μm. Furthermore, it is important to know that the absorptance increase is due to the effects of decreased transmittance and reflectance at these wavelengths, while the absorptance drop is due to an increase in transmittance and reflectance. In addition, absorptance varies slightly between 13.64 and 20 μm and fluctuates from 0.94% to 0.96% at these wavelengths.

An estimation of radiative properties considers the adoption of a model to calculate the phase function. In order to minimize the standard deviation between experimental and theoretical approaches, the theoretical values have been calculated via the direct resolution of RTE. The asymmetry coefficient of phase function $g_\lambda$has been obtained by means of identification from measurements of the $R^{dh}_{\lambda,exp}$, $T^{dh}_{\lambda,exp}$and $T^{d}_{\lambda,exp}$of the insulation material. Measurements were carried out in the vacuum vessel of an FTIR spectrometer. From these measurements, we identified the following three parameters: optical thickness τ_λ, albedo ω_λ, and anisotropy coefficient $g_\lambda$of Henyey-Greenstein's phase function. In general, the phase function may be isotropic or anisotropic. Coefficient $g_\lambda$sets values between -1 and 1, with: $g_\lambda = -1$meaning complete backscattering, $g_\lambda = 0$isotropic scattering, and $g_\lambda = 1$a complete forward scattering. For $g_\lambda>0$, forward scattering is predominant, while for $g_\lambda<0$, backscattering prevails. The identified anisotropy coefficient $g_\lambda$is plotted in Fig. 6 for all three insulation material thicknesses. Let's note that the anisotropy coefficient $g_\lambda$of all three thicknesses display values within the 0.45–0.8 interval, which means that radiation propagation through a sample is directional and moreover that forward scattering dominates.

The albedo describes the proportion of incident radiation reflected by the studied insulation material. Fig. 7 shows the albedo variation in insulation material vs. the wavelength for various thicknesses. Let's note that the three thicknesses of studied material all exhibit the same spectral behavior. The albedo decreases have been recorded around wavelengths 2.9, 7.6, 9.02, 14.1 and 17.7 μm and are due to the extinction influence on the scattering, which corresponds to the Christiansen effect. The albedo peaks are observed around wavelengths of 2.53, 5.42, 6.14, 7.94, 10.83 and 16.94 μm for three thicknesses, owing to the predominant absorption features of the studied material.

The evolution in scattering coefficient relative to wavelength of all three material thicknesses is plotted in Fig. 8; the few drops in the scattering coefficient were repeated at 2.9, 7.6, 9.02, 14.1, 15.9 and 17.7 μm wavelengths for the three thicknesses in comparison with albedo. The scattering coefficient peaks have been observed however at 2.2, 5.42, 6.5, 7.94, 10.47, 15.15 and 16.94 μm.

The absorption coefficient indicates the reciprocity of radiation penetration depth into an insulation material; specifically, it can estimate the amount of absorbed thermal radiation. Fig. 9 shows the absorption coefficient variation $\kappa_\lambda$vs. wavelength. Note that the absorption coefficient reaches its maximum value at 880 m^{-1} and peaks at wavelengths of 2.9, 6.14, 7.6, 9.02, 14.1, 17.7 and 19.45 μm. This coefficient decreases were recorded around wavelengths of 2.53, 3.97, 5.42, 6.5, 8.3, 10.83 and 11.91 μm, with a smaller absorption coefficient suggesting a greater thermal radiation distance being propagated before absorption.

5.2. Thermal conductivities

This section investigates the radiative and effective conductivities, whereby the radiative part was first determined by the Rosseland model. The effective thermal conductivity is determined by an experimental device according to the fluxmeter method. This same device had been used by the authors [24,51–53] to characterize the thermal properties of a phase change material. The sample is placed between a hot plate $T_h$and a cold plate T_c, with the heat flux created by the temperature differential being measured using a heat flux sensor on one of the sample faces. The effective thermal conductivity can thus be obtained under a high thermal gradient. A steady-state heat flux through a fibrous insulation material includes contributions from both conduction and radiation; the thermal measurement technique is detailed in [23]. The effective thermal conductivity equals 0.039 $W\,m^{-1}\,K^{-1}$; this value ranges between 0.036 and 0.042 $W\,m^{-1}\,K^{-1}$ for commercial recycled textile, as proposed in [25]. The radiative thermal conductivity values

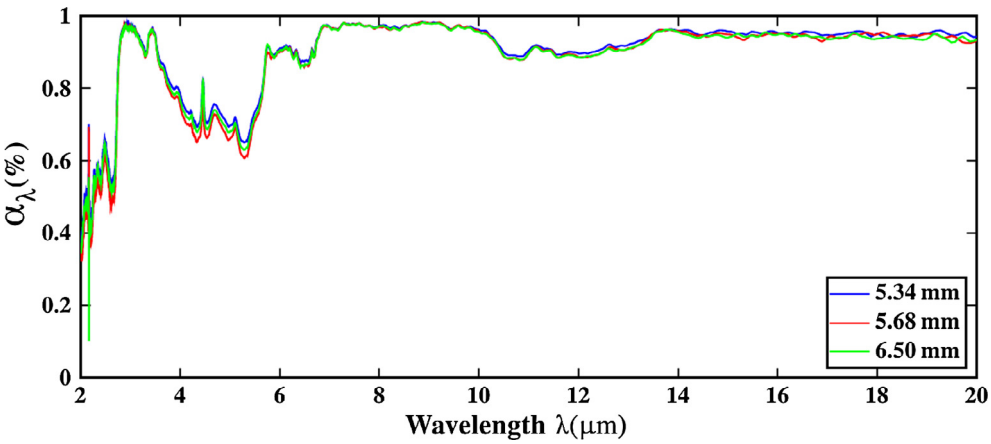


Fig. 5. Absorptance of insulation based on recycled textile versus wavelength for different thicknesses.

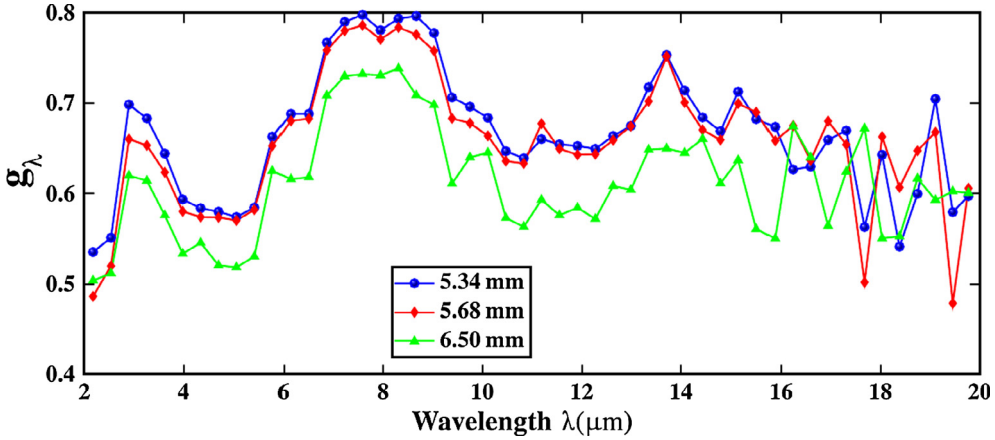


Fig. 6. Phase function versus wavelength for different thicknesses.

have been obtained from a reasonably accurate Rosseland approximation (Eq. (16)) within a range of wavelengths between 2 and 20 μm for the three samples of studied material. As expected, 45% of the black-body radiation is neglected over the wavelength λ = [2–21] μm range when calculating radiative conductivity. In other words, the wavelength range is recommended to estimate the radiative conductivity of fibrous insulation materials at room temperature (λ = [2–45] μm [54], for which only 5% of the black-body radiation was neglected [55]). It should be recalled herein that the three different thicknesses of the studied material all have the same porosity and density. Fig. 10a presents the radiative thermal conductivity values for each thickness. The maximum value of radiative thermal conductivity equals $0.0102\,W\,m^{-1}\,K^{-1}$ for a thickness of 5.67 mm. The radiative thermal conductivity thus slightly decreases to the value $0.010\,W\,m^{-1}\,K^{-1}$ at a thickness of 6.46 mm, and to a minimum value of $0.0096\,W\,m^{-1}\,K^{-1}$ at a thickness equal to 5.35 mm. This decrease may be due to the fiber arrangements; however, it is worth mentioning that the various values obtained of radiative thermal conductivity are also due to the fiber density and different fiber sizes in the three samples.

Once again, these findings are obviously due to the fact that the highly porous fibrous material serves to increase the radiative heat transfer contribution and, as a consequence, increase the radiative conductivity in fibrous insulation. In contrast, the phonic thermal conductivity was deduced from Eq. (1) for the three samples. This conductivity is due to atomic interactions and phonon collisions in the various fibers [56]. Fig. 10b shows the radiative and phonic thermal conductivity relative to the thickness of the studied material. It is observed that this phonic thermal conductivity is predominant compared to radiative thermal conductivity. The average radiative thermal conductivity value equals approx. $0.01\,W\,m^{-1}\,K^{-1}$; this value will be used subsequently as a reference to evaluate the impact of radiative thermal conductivity on transient heat transfer through multilayered building walls.

6. Conclusion

This work has presented a study on the thermal characterization of a fibrous insulation material made from recycled textile waste clothing for building applications. The studied material therefore is not homogeneous but rather composed of different fiber sizes. Moreover, the determination of radiative properties depends on the actual characteristics of the fibrous materials. In our study, the inverse method has been adopted since it allows investigating complex fibrous materials featuring various fiber sizes compared to the Mie theory. The radiative properties have been identified (albedo, optical thickness, phase function) by means of the inverse method based on experimental measurements of hemispherical reflectance and transmittance. These properties also strongly depend on wavelengths and material thicknesses. In addition, our medium is optically thick, and the Rosseland approximation serves to calculate the radiative thermal conductivity through the use of hemispherical measurements with an isotropic phase function. The radiative thermal conductivity of fibrous insulation made from recycled textile has been calculated with the Rosseland mean extinction coefficients, whereby the effective thermal conductivity has been measured by a fluxmeter device, with the phonic thermal conductivity also being deduced from the effective thermal conductivity. An indication of the effect of fibrous insulation thickness on both radiative and phonic thermal conductivities could thus be observed. As

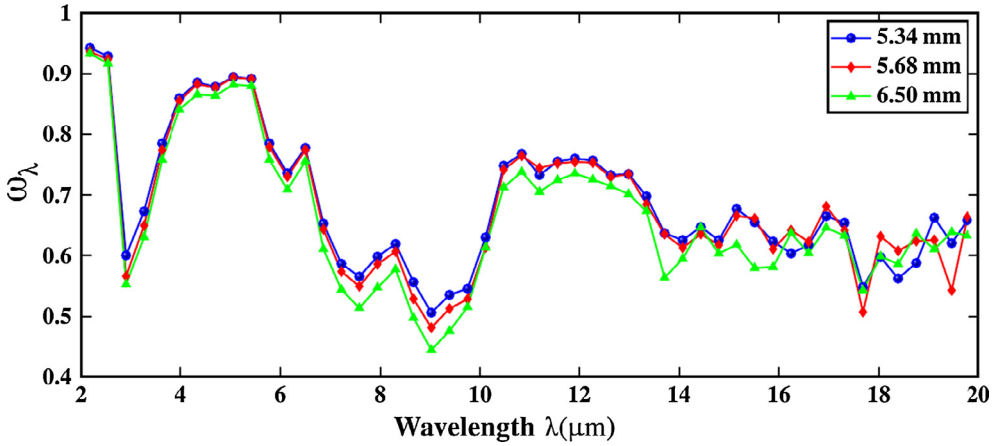


Fig. 7. Albedo of insulation based on recycled textile versus wavelength for different thicknesses.

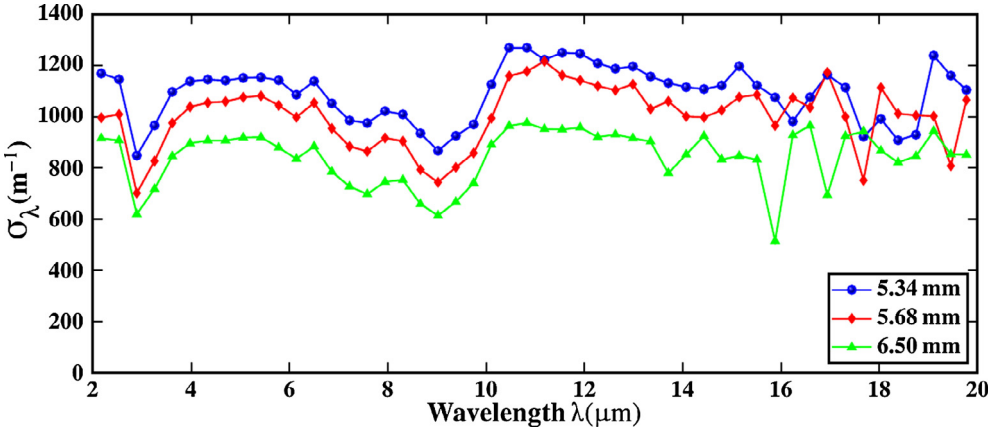


Fig. 8. The scattering coefficient of insulation based on recycled textile versus wavelength for different thicknesses.

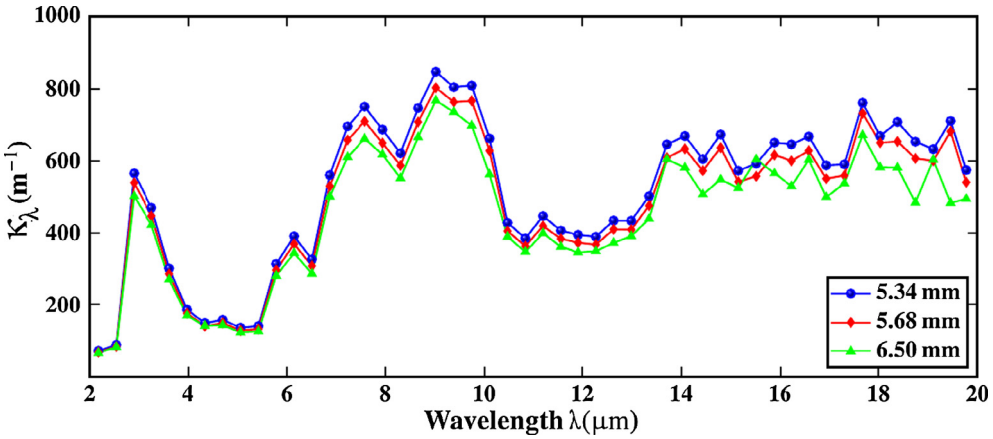


Fig. 9. The absorption coefficient versus wavelength for different thicknesses.

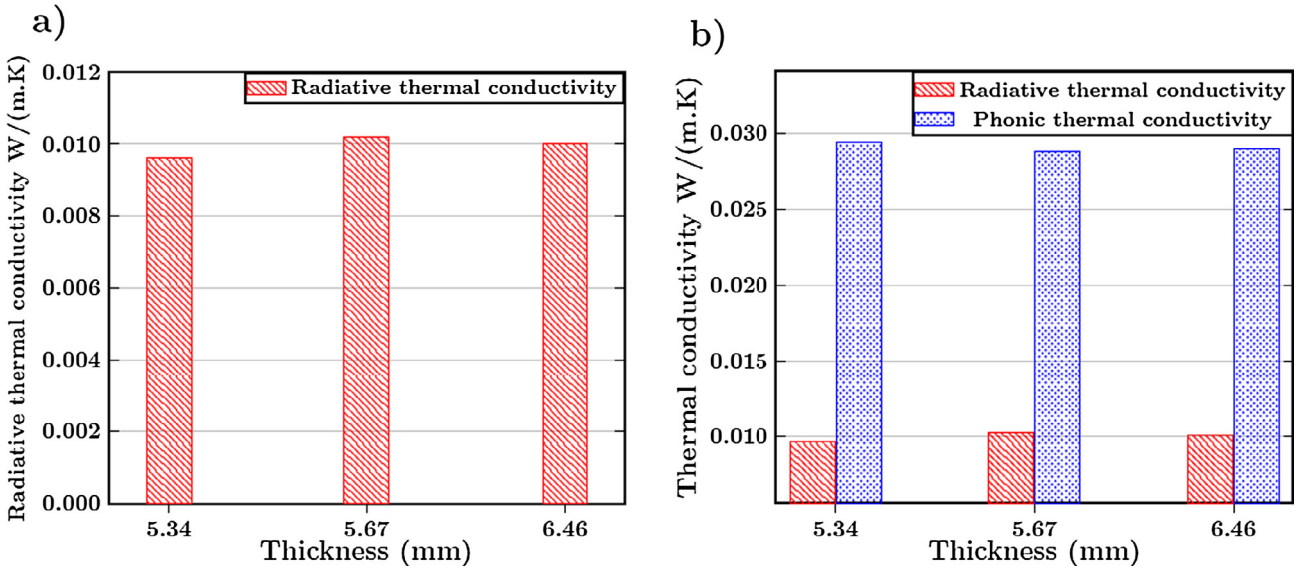


Fig. 10. (a) The radiative thermal conductivity as a function of samples thickness, (b) thickness effect on the radiative and phonic thermal conductivity.

expected, the radiative thermal conductivity is very low compared to phonic thermal conductivity, i.e. representing 26%. However, the phonic thermal conductivity can be improved in order to raise the level of the thermal resistance of fibrous insulation materials by increasing porosity and to reduce the material fiber diameter. The radiation contribution is not negligible when radiative heat transfer is taken into account in the insulation. Future studies will investigate the effect of thermal properties (i.e. radiative, phonic and effective thermal conductivity) of fibrous insulation materials on the thermal behavior of building envelopes.

Acknowledgements

The authors acknowledge here Le Relais for its contribution in this

project as well as the Institute for Electronics Microelectronics and Nanotechnologies (IEMN) of the University of Lille – France, for taking microscopic pictures of fibrous insulation material based on recycled textile. Authors thank Prof. Gérard Jeandel from LEMTA, University of Lorraine for useful discussion of the present manuscript.

References

[1] A. Karamanos, S. Hadiarakou, A. Papadopoulos, The impact of temperature and moisture on the thermal performance of stone wool, Energy Build. 40 (2008) 1402–1411.
[2] G. Wei, Y. Liu, X. Zhang, X. Du, Radiative heat transfer study on silica aerogel and its composite insulation materials, J. Non-Cryst. Solids 362 (2013) 231–236.
[3] G.H. Tang, Y. Zhao, J.F. Guo, Multi-layer graded doping in silica aerogel insulation with temperature gradient, Int. J. Heat Mass Transfer 99 (2016) 192–200.
[4] R. Arambakam, H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, Dual-scale 3-D approach for modeling radiative heat transfer in fibrous insulations, Int. J. Heat Mass Transfer 64 (2013) 1109–1117.
[5] A. Milandri, F. Asllanaj, G. Jeandel, Determination of radiative properties of fibrous media by an inverse method-comparison with the Mie theory, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 74 (2002) 637–653.
[6] S. Le Foll, A. Delmas, F. André, Identification of radiative properties for heterogeneous materials at high temperature, Int. J. Therm. Sci. 120 (2017) 314–320.
[7] D. Baillis, J.F. Sacadura, Thermal radiation properties of dispersed media: theoretical prediction and experimental characterization, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 67 (2000) 327–363.
[8] D. Baillis, M. Arduini-Schuster, J.F. Sacadura, Identification of spectral radiative properties of polyurethane foam from hemispherical and bidirectional transmittance and reflectance measurements, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 73 (2002) 297–306.
[9] R. Arambakam, H. Vahedi Tafreshi, B. Pourdeyhimi, Modeling performance of multi-component fibrous insulations against conductive and radiative heat transfer, Int. J. Heat Mass Transfer 71 (2014) 341–348.
[10] Y.-J. Dai, Y.-Q. Tang, W.-Z. Fang, H. Zhang, W.-Q. Tao, A theoretical model for the effective thermal conductivity of silica aerogel composites, Appl. Therm. Eng. 128 (2018) 1634–1645.
[11] J. Yang, H. Wu, M. Wang, S. He, H. Huang, Prediction and optimization of radiative thermal properties of ultrafine fibrous insulations, Appl. Therm. Eng. 104 (2016) 394–402.
[12] A. Milandri, F. Asllanaj, G. Jeandel, J.R. Roche, Heat transfer by radiation and conduction in fibrous media without axial symmetry, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 74 (2000) 585–603.
[13] J. Yang, H. Wu, M. Wang, Y. Liang, Prediction and optimization of radiative thermal properties of nano TiO2 assembled fibrous insulations, Int. J. Heat Mass Transfer 117 (2018) 729–739.
[14] H.T. Tagne Kamdem, Radiative characteristics of high-porosity media containing randomly oriented fibers in space, J. Therm. Sci. Eng. Appl. 9 (2017) 021014.
[15] H. Liu, X. Xia, X. Xie, Q. Ai, D. Li, Experiment and identification of thermal conductivity and extinction coefficient of silica aerogel composite, Int. J. Therm. Sci. 121 (2017) 192–203.
[16] P. Udayraj, A. Talukdar, R. Das, Alagirusamy, estimation of radiative properties of thermal protective clothing, Appl. Therm. Eng. 100 (2016) 788–797.
[17] J.F. Sacadura, D. Baillis, Experimental characterization of thermal radiation properties of dispersed media, Int. J. Therm. Sci. 41 (2002) 699–707.
[18] S. Zhao, W. Zhang, X. He, J. Li, Y. Yao, X. Lin, Simultaneous reconstruction of thermal degradation properties for anisotropic scattering fibrous insulation after high temperature thermal exposures, Appl. Therm. Eng. 78 (2015) 507–515.
[19] J. Randrianalisoa, D. Baillis, Improved inverse method for radiative characteristics of closed-cell absorbing porous media, J. Thermophys. Heat Transfer 20 (2006).
[20] S. Yajnik, J.A. Roux, Determination of radiative properties of fiberglass and foam insulations, Technical Report, Mississippi University (USA), 1987.
[21] S.Y. Zhao, B.M. Zhang, S.Y. Du, An inverse analysis to determine conductive and radiative properties of a fibrous medium, J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer 110 (2009) 1111–1123.
[22] A. Kaemmerlen, F. Asllanaj, H. Sallée, D. Baillis, G. Jeandel, Transient modeling of combined conduction and radiation in wood fiber insulation and comparison with experimental data, Int. J. Therm. Sci. 49 (2010) 2169–2176.
[23] A. Tilioua, L. Libessart, G. Jeandel, S. Lassue, Determination of radiative properties of polyester batting insulation material from hemispherical transmittance and reflectance measurements, Appl. Therm. Eng. 105 (2016) 594–604.
[24] C. Lacoste, R. El Hage, A. Bergeret, S. Corn, P. Lacroix, Sodium alginate adhesives as binders in wood fibers/textile waste fibers biocomposites for building insulation, Carbohydr. Polym. 184 (2018) 1–8.
[25] S. Schiavoni, F. D'Alessandro, F. Bianchi, F. Asdrubali, Insulation materials for the building sector: a review and comparative analysis, Renew. Sustain. Energy Rev. 62 (2016) 988–1011.
[26] F. Asdrubali, F. D'Alessandro, S. Schiavoni, A review of unconventional sustainable building insulation materials, Sustain. Mater. Technol. 4 (2015) 1–17.
[27] CSTB, European Technical Approval ETA-12/0009 2011.
[28] A. Patnaik, M. Mvubu, S. Muniyasamy, A. Botha, Thermal and sound materials from waste wool and recycled polyester fibers and their biodegradation, Energy Build. 92 (2015) 161–169.
[29] W.N. Dos Santos, J.A. De Sousa Jr, R. Gregorio, Thermal conductivity behaviour of polymers around glass transition and crystalline melting temperatures, Polym. Test. 32 (2013) 987–994.
[30] J.J. Zhao, Y.Y. Duan, X.D. Wang, B.X. Wang, Radiative properties and heat transfer characteristics of fiber-loaded silica aerogel composites for thermal insulation, Int. J. Heat Mass Transfer 55 (2012) 5196–5204.
[31] J. Wang, J. Kuhn, X. Lu, Monolithic silica aerogel insulation doped with TiO_2 powder and ceramic fibers, J. Non-Cryst. Solids 186 (1995) 296–300.
[32] O.J. Lee, K.H. Lee, T.J. Yim, S.Y. Kim, K.P. Yoo, Determination of mesopore size of aerogels from thermal conductivity measurements, J. Non-Cryst. Solids 298 (2002) 287–292.
[33] J. Lux, A. Ahmadi, C. Gobbé, C. Delisée, Macroscopic thermal properties of real fibrous materials: volume averaging method and 3D image analysis, Int. J. Heat Mass Transfer 49 (2006) 1958–1973.
[34] S.A. Lurie, Y.O. Solyaev, D.V. Lizunova, L.N. Rabinskiy, V.M. Bouznik, O. Menshykov, Influence of mean distance between fibers on the effective gas thermal conductivity in highly porous fibrous materials, Int. J. Heat Mass Transfer 109 (2017) 511–519.
[35] C.G. Bankvall, Heat Transfer in Insulation and Insulated Structure, Divison of Building Technology, Lund Institute of Technology, 1972.
[36] M. Faessel, C. Delisée, F. Bos, P. Castéra, 3D Modelling of random cellulosic fibrous networks based on X-ray tomography and image analysis, Compos. Sci. Technol. 65 (2005) 1931–1940.
[37] J.-H. Hao, Q. Chen, K. Hu, Porosity distribution optimization of insulation materials by the variational method, Int. J. Heat Mass Transfer 92 (2016) 1–7.
[38] X. Cao, J. Liu, X. Cao, Q. Li, E. Hu, F. Fan, Study of the thermal insulation properties of the glass fiber board used for interior building envelope, Energy Build. 107 (2015) 49–58.
[39] K. Daryabeigi, Heat transfer in high-temperature fibrous insulation, 8thAIAA/ASME Joint Thermophysics and Heat Transfer Conference, St. Louis, MO 24–26 June 2002.
[40] C.G. Bankvall, Heat transfer in fibrous materials, J. Test. Eval. 1 (1973) 235–243.
[41] R. Siegel, Thermal Radiation Heat Transfer, fourth ed., Taylor & Francis, 2001.
[42] C. Jang, H. Jung, J. Lee, T.H. Song, Radiative heat transfer analysis in pure scattering layers to be used in vacuum insulation panels, Appl. Energy 112 (2013) 703–709.
[43] H. Zhang, X. Wang, Y. Li, Measuring radiative properties of silica aerogel composite from FTIR transmittance test using KBr as diluents, Exp. Therm Fluid Sci. 91 (2018) 144–154.
[44] D. Baillis, M. Raynaud, J.F. Sacadura, Determination of spectral radiative properties of open cell foam: model validation, J. Thermophys. Heat Transfer 14 (2000) 137–143.
[45] A. Öchsner, G.E. Murch, M.J.S. de Lemos, Cellular and Porous Materials: Thermal Properties Simulation and Prediction, WILEY-VCH, 2008.
[46] A. Simon, G. Zachmann, Automatic beamsplitter exchange unit for a research vacuum FT-IR spectrometer, Vib. Spectrosc. 60 (2012) 98–101.
[47] M.F. Modest, Radiative heat transfer, second ed., Academic Press, San Diego, 2003.
[48] D. Xue, Y.Q. Chen, Solving Applied Mathematical Problems with MATLAB, CRC Press, 2008.
[49] J.W. Salisbury, L.S. Walter, Thermal infrared (2.5–13.5μm) spectroscopic remote sensing of igneous rock types on particulate planetary surfaces, J. Geophys. Res. 94 (1989) 9192–9202.
[50] J.W. Salisbury, Chapter 4–Mid-infrared spectroscopy: laboratory data, in: C.M. Pieters, P.A.J. Englert (Eds.), Remote Geochemical Analysis: Elemental and Mineralogical Composition, Cambridge University Press, 1993.
[51] P. Tittelein, S. Gibout, E. Franquet, K. Johannes, L. Zalewski, F. Kuznik, J.P. Dumas, S. Lassue, J.P. Bédécarrats, D. David, Simulation of the thermal and energy behaviour of a composite material containing encapsulated-PCM: Influence of the thermodynamical modelling, Appl. Energy 140 (2015) 269–274.
[52] A. Joulin, Z. Younsi, L. Zalewski, S. Lassue, D.R. Rousse, J.P. Cavrot, Experimental and numerical investigation of a phase change material: Thermal-energy storage and release, Appl. Energy 88 (2011) 2454–2462.
[53] A. Joulin, L. Zalewski, S. Lassue, H. Naji, Experimental investigation of thermal characteristics of a mortar with or without a micro-encapsulated phase change material, Appl. Therm. Eng. 66 (2014) 171–180.
[54] C. Stark, J. Fricke, Improved heat-transfer models for fibrous insulations, Int. J. Heat Mass Transfer 36 (1993) 617–625.
[55] A. Kaemmerlen, Transfert de chaleur à travers les isolants thermiques du bâtiment, Thèse de doctorat, Université Henri-Poincaré, Nancy 1 (Université de Lorraine), 2009.
[56] N. Burger, A. Laachachi, M. Ferriol, M. Lutz, V. Toniazzo, D. Ruch, Review of thermal conductivity in composites: mechanisms, parameters and theory, Prog. Polym. Sci. 61 (2016) 1–28.

Annexe 3

Cette annexe présente les articles :

(E) Libessart L., Djelal C., De Caro P., **"Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facing aesthetics"**, *Construction and Building Materials*, 68, 391-401, 2014

(F) Libessart L., Djelal C., de Caro P., Laiymani I., **"Comparative study of the tribological behaviour of emulsions and demoulding oils at the concrete/formwork interface"**, *Construction and Building Materials*, 239, 2020

Ces articles illustrent les apports faits à l'interface coffrage/béton sur la caractérisation physico-chimique d'agents de démoulage, sur l'esthétique des parements en béton, ou encore sur le frottement du béton. J'indique par la suite, les mots clefs importants associés aux références des articles.

Mots clefs : Application des agents de démoulage (E, F), Corrosion (E), Emulsion (F), Energie d'adhésion (E, F), Epaisseur de film (F), Esthétique des parements (E), Huile (E), Interférométrie (F), Mécanisme à l'interface (E, F), Moule (E), Rugosité (E, F), Spectrométrie d'impédance électrochimique (E), Tension de surface (E, F), Tribologie (F), Viscosité dynamique (E, F).

Construction and Building Materials 68 (2014) 391–401

Contents lists available at ScienceDirect

Construction and Building Materials

journal homepage: www.elsevier.com/locate/conbuildmat

Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facing aesthetics

Laurent Libessart [a,*], Chafika Djelal [b], Pascale de Caro [c,d]

[a] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) – Lille Nord de France (EA 4515), Hautes Etudes d'Ingénieur, 13 Rue de Toul, F-59046 Lille Cedex, France
[b] Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) – Lille Nord de France (EA 4515), IUT de Béthune, 1230 Rue de l'Université, F-62400 Béthune, France
[c] Université de Toulouse, INP, LCA (Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle), ENSIACET, 4 Allée Emile Monso, F-31030 Toulouse, France
[d] INRA, UMR 1010 CAI, F-31030 Toulouse, France

HIGHLIGHTS

- The observed variations in wetting power with respect to the formwork do not appear to be significant for facing quality.
- The film thickness for vegetable-based oils stands out as a critical parameter in controlling the dusting phenomenon.
- The interface structure tends to favour protecting formwork surfaces against corrosion.
- The obtained results reveal a better resistance by vegetable oil-based films.
- The synthetic ester enhances the protective power of the film, resulting from the formation of a double soap layer.

ARTICLE INFO

Article history:
Received 27 January 2014
Received in revised form 16 May 2014
Accepted 29 June 2014

Keywords:
Release agents
Formwork
Physicochemical
Electrochemical spectroscopy of impedance
Aesthetic
Corrosion

ABSTRACT

The quality of the concrete facings results from the implementation of release agents and the casing surface quality. It is interesting to characterize the behaviour of release agents over the lifetime of the formwork. This study is based on the many ones test physicochemical and esthetics realized on two types of surface of formwork like on three types of applications. In complement, the ageing of the casing formwork was characterized by electrochemical spectroscopy of impedance and thanks to the correlation with the aesthetic tests will allow to find from new mechanisms to the interfaces related to the studied oil's formulations.

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

When removing formwork, two distinct elements become clearly apparent, namely the formwork itself which consists of a smooth and stiff material, and a concrete, a water-containing plastic material. From the time of concrete casting, there is an affinity between these two materials, and their interface gives rise to certain physicochemical mechanisms that are still poorly known. Once the concrete has hardened, the two elements can be separated: Such a step is commonly known as formwork removal. In the absence of an anti-adhesive separating layer (release oil), bonding would automatically occur, making its unmolding impossible without altering the facing surface [1]. Consequently, the aesthetics of these facings is directly correlated with the type of concrete/formwork interface.

In order to limit phenomena leading to the corrosion of metal form plates, metal formwork manufacturers (PERI, OUTINORD, SATECO, to name a few) have expressed interest in using new release oil mixes, which are capable of extending the formwork life cycle [2]. For this reason, release agents must be selected on the basis of the type of formwork and its compatibility with formwork skins. Such agents must be applied evenly across the entire formwork, on a clean surface and in thin layers of uniform thickness, before installing reinforcements [3].

It is noted that mineral oils remain very widespread despite their resulting environmental impact. Release agents are actually included in the category of lost lubricants, in particular through leaching into the water table from lubrication zones. Moreover, oil-based release agents cause a number of known nuisances for

* Corresponding author.
E-mail address: laurent.libessart@hei.fr (L. Libessart).

http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.065
0950-0618/© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

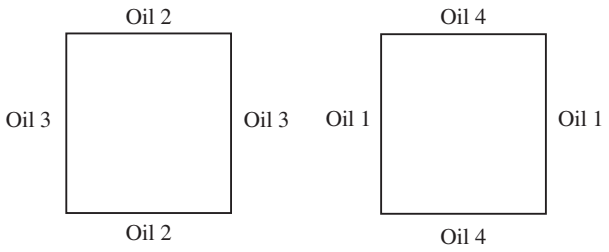


Fig. 1. Application pattern of test oils on the mould walls.

users, and related professional diseases have been catalogued by the French office of public health insurance (skin irritations by cutaneous exposure and inhalation of volatile organic compounds) [4]. To overcome these disadvantages, oils with vegetable-based formulations [5] and synthetic oils, both presumed to be less harmful to humans and the environment, have been developed.

To promote use of these oils in the concrete industry, the national union trade organization, which represents producers of concrete admixtures and mortars (SYNAD), has adopted a new charter on release oils in 2010 [6] having served to revise the year 2000 classification, so as to provide users with greater clarity, while pursuing the same objective of the enhanced use of vegetable oils.

Despite the entry of these new mix designs into the market, data are still insufficient to fully understand the specificities of their respective product families in terms of performance and use conditions. Therefore, the aim of the present study is to assess the influence of release oils on the quality of facings as well as on corrosion protection during outdoor formwork storage. The methodology adopted entails selecting four oil formulations: a vegetable oil (Oil 1), a synthetic oil (Oil 2), a mineral oil (Oil 3), and a vegetable oil associated with a synthetic oil (ester) (Oil 4).

2. Material and methods

2.1. The moulds

Eight 30 × 30 × 30 cm^3 moulds were produced by a formwork manufacturer. The volume of the moulds is of 27 l. The moulds were built with both new and used walls. Two moulds were required per test since the oils are to be applied on mould surfaces according to the following scheme (Fig. 1).

The distribution of the moulds used in these tests was carried out as follows:

- Two new moulds (see Fig. 2) for application by spraying with conic and flat nozzles.
- Two new moulds for application by spraying followed by scraping.
- Two used moulds (see Fig. 3) for application by spraying with conic and flat nozzles.
- Two used moulds for application by spraying followed by scraping.

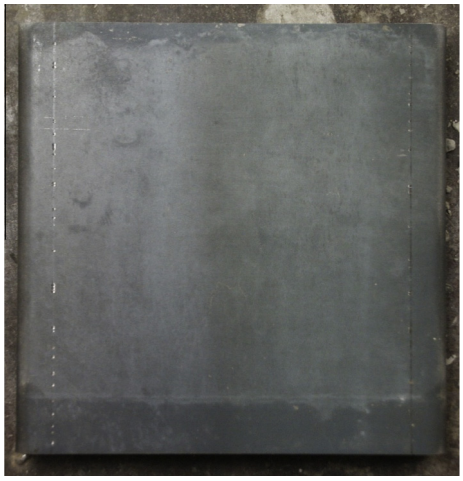


Fig. 2. New formwork surface.

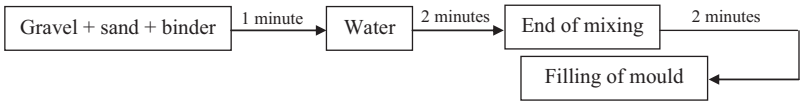


Fig. 3. Used formwork surface.

2.2. The concrete

To avoid the kinds of physicochemical reactions not easily interpreted between release oil ingredients and the admixture sometimes present in concrete, a conventional concrete without any admixtures was prepared for our study. Other studies [7,8] are currently underway using various self-compacting concrete designs in order to examine interactions between chemical compounds in the oils and concrete. For our study, a 10-cm slump has been obtained using the Abrams cone. The composition of the test concrete is gathered in Table 1.

This concrete was produced at a 200 l capacity mixing plant. Mixing was carried out in accordance with the Standard NF P 18-404, entitled "Concretes: Mix design, suitability and inspection tests – Casting and storage of test specimens", which specifies the following operating procedure:



The roughness of a surface is measured by moving a pick-up lift following a direction parallel at average surface to analyze. Measurements are carried out by a roughometer Surtronic 3+. The device precision is ±0.1 μm.

The roughness values of mould surfaces were Ra = 1.30 μm for the new surface and 1.70 μm for the used surface. Ra is the most widely used international roughness parameter: it is the arithmetic average of profile deviations with respect to an average line.

The tests were conducted in the laboratory at room temperature (about 20 °C). The concrete was cast simultaneously in all moulds, with each mould being filled in two layers followed by vibration in 5 places for 10 s per layer.

It should be noted that our study has focused on aesthetic flaws encountered in the concrete facing after formwork removal [9]. The two modes of application described above were analysed from this perspective. In addition, colour variations, micro-bubbling, dusting on the concrete facing, dirtying, and dusting and

Table 1
Concrete composition.

Components	Silex 5/15	Gravel 4/8	Sand 0/4	Cement CEM I 52,5	Fillers	Water	W/B
Quantities (kg/m^3)	761	281	826	258	86	167	0.49

Table 2
SYNAD classification system [6].

Type of oil	Environment	Health	Safety – fire
Oil 1	4/5	3/5	4/5
Oil 2	3/5	3/5	4/5
Oil 3	1/5	1/5	4/5
Oil 4	3/5	3/5	4/5

attachment points on the formwork surface constitute the set of parameters selected to evaluate the appearance of facings and the quality of formwork walls.

2.3. Release oils

It is useful to recall that the classification system adopted by the SYNAD trade organisation [6] demonstrates that vegetable oil (Oil 1) display the best characteristics in terms of protecting the environment and human health (Table 2).

Table 3 lists the characteristics of test oils.

Note that the flash point has been identified, both to assess the product's volatility and to determine the associated safety risks (release of flammable volatile organic compounds).

2.4. Procedure adopted for applying the oils

The procedure to apply the oils on the mould wall is particularly important because it can affect the quality of the surface's facing. It should be noted that, on project sites, it has been observed that an excessive amount of oil often leads to poor facing quality [9]. The release agent has to be applied on to clean surfaces evenly, without missing any spots while avoiding the accumulation of oil build-up. In other words, this procedure should be carried out to establish a continuous and uniform film. During prefabrication, release oil is applied using automated sprayers to provide for better control over the oil deposit, relative to both its quantity and surface area. On worksites, oil is most often sprayed onto formwork or else spread with a rubber scraper after spraying in order to remove any excess oil from the single layer. For this, it is recommended to use stainless steel nozzles to generate a fine mist [10].

For our study, the application step was carried out with a Laser Viton 7 sprayer. Two nozzles have been tested: a conic nozzle 15/10 and a flat nozzle 04/110. Scraping was performed with a rubber scraper after spraying.

2.5. Physicochemical characteristics of the test oils

2.5.1. Viscosity analysis

For this testing campaign, we implemented a cone-plane type HAAKE 401W rheometer, with a cone angle of 1° and consists of a plate and cone of radius R whose axis is perpendicular to the plane of the plate and its apex lies on the plate (Fig. 4). The device precision is ±0.2 mPa s and distances are in mm.

Note that rotational movement is transmitted to the upper part of the measurement geometry via a controlled torque motor. Viscosity values were measured at 0 °C, 20 °C and 40 °C, and results are presented in Fig. 5.

Fig. 5 shows that Oils 1 and 2 display rather similar viscosity profiles, with moderate viscosity variations vs. temperature. In contrast, the viscosity of Oil 4 increases substantially at 0 °C. This behaviour may be ascribed to the ester introduced into the formulation, since it is likely to be a saturated ester (i.e. absence of a double bond on the hydrocarbon chain). Oil 3 exhibits an intermediate behaviour, in accordance with hydrocarbon-based synthetic oils, which are characterised by few intermolecular interactions. Since the vegetable oil remains quite fluid at low temperature, it probably contains a high oleic fraction (a hydrocarbon chain with 18 carbons and one unsaturation), thus yielding an attractive viscosity profile.

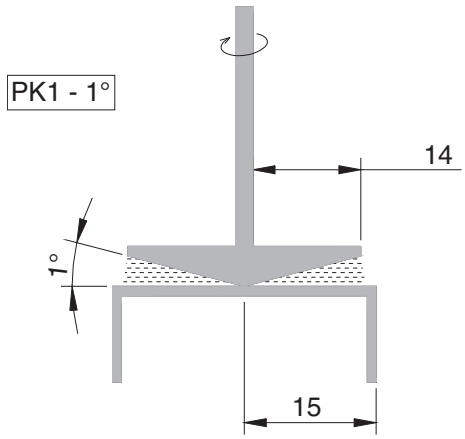


Fig. 4. Close-up of the plane cone.

2.5.2. Evaluation of wetting power relative to the formwork

It was found that insufficient oil wettability may lead to oil flows on the formwork and thus alter the oil film. The capacity of a liquid to spread over a surface can be estimated by its wettability, which is derived by measuring the angle of contact between the liquid and its support (Fig. 6). In the case of release oil, wetting power influences the evenness of the film deposited. The affinity of this film to the support also depends however on viscosity and adhesion energy [11].

The device used for measuring the wettability is known goniometer which consists of a camera, a light source, a display screen, a plate and a motorised piston. A drop of liquid is deposited onto a sample (5×5 cm^2) cut from a new formwork wall. The drop formed using a syringe is placed on a support driven in an upward motion. A photograph is taken at the very instant the drop makes contact with the support. Then, the angle of contact between the tangent of the drop and the support surface is automatically measured. Note that the drop must be spherical and adhere perfectly to the support.

Drop angle values are given in Table 4 at 20 °C, with a dispersion of ±0.5°.

In the case of a new plate, the synthetic oil yielded the smallest drop angle, whereas the other three oils displayed very similar angle values. Oil offers greater wetting power when acting on new surfaces than on other material compositions. In contrast, for the used plate, the mixed vegetable-synthetic oil produced the smallest angle. Let us also note that a low level of wettability can cause oil to flow on the formwork. The reduction in the contact angle could be explained by a higher roughness for the used formwork surface. It is then easier for oil to get into the grooves of wear.

3. Results

3.1. Correlation between film thickness and oil viscosity

The formwork sample is 5×3 cm^2, oil was deposited by spraying and eventually followed by spreading using a scraper. The oil

Table 3
Physicochemical characteristics of the test oils.

Nature	Oil 1 Liquid	Oil 2 Liquid	Oil 3 Liquid	Oil 4 Liquid
Composition	Vegetable oil	Synthetic oil	Mineral oil	Vegetable oil associated with a synthetic oil
Colour	Straw-coloured	Colourless	Umber	Colourless
Flash point (°C)	65	62	67	180
Density	0.85	0.82	0.86	0.88

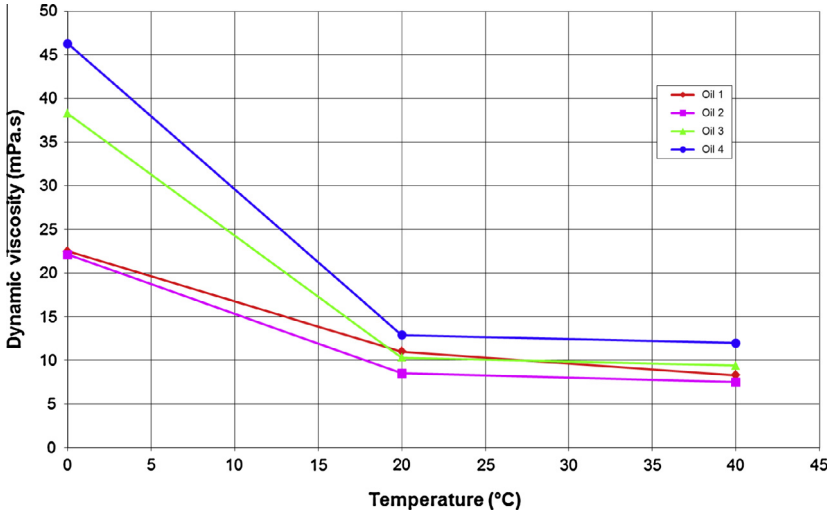


Fig. 5. Variation of dynamic viscosity according to temperature.

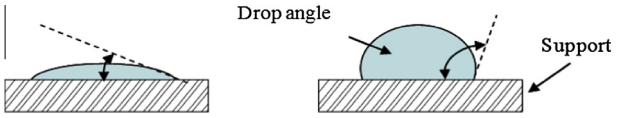


Fig. 6. Determination of the drop angle with respect to its spread.

Table 4
Drop angle values.

	Angle drops θ	
	New formwork surface	Used formwork surface
Oil 1	26.5	21.4
Oil 2	21.6	22.8
Oil 3	25.1	23.3
Oil 4	24.6	14.5

film thickness was determined by weighing. This method was validated by implementing an analytical technique based on alpha radiation [11]. Results indicated a high level of agreement between these two measurement methods.

Knowing the oil mass density and the plate surface area, the sample thickness can simply be determined through weighing.

$$V = S \times e \leftrightarrow e = \frac{V}{S} \quad (1)$$

with

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (2)$$

which yields

$$e = \frac{m}{\rho \times s} \quad (3)$$

Table 5
Film thickness determination according to the weighing method.

Type of oil	Film sprayed with a conic nozzle (μm)	Film sprayed with a flat nozzle (μm)	Film sprayed, then scraped (μm)
Oil 1	4.75	4.47	1.02
Oil 2	3.62	2.93	0.77
Oil 3	4.22	3.64	1.01
Oil 4	5.45	5.45	0.64

S is the sample surface area (in m^2), ρ is the oil mass density (kg/m^3), V is the oil volume (in m^3), m is the oil film mass (kg), and e is the film thickness (m).

Table 5 presents the results of the thickness measurement at 20 °C.

Measurement uncertainty amounted to ±0.15 μm, in assuming a weighing measurement error of 5%. After spraying, we obtained film thickness values lying between 3 and 5.5 μm. The conic nozzle tended to produce a thicker film than the flat nozzle. Scraped films yielded thicknesses of between 0.6 and 1 μm. The film with Oil 2 exhibited the least thickness, while Oils 1 and 4 (containing vegetable esters) gave rise to the thickest applications.

3.2. Assessment of the aesthetics of rough facings

3.2.1. Facing grading system

It should be noted that the grading criteria adopted to evaluate facing quality are based on French Standard P18-503 [12] and listed in Table 6.

3.2.2. Facing appearance

The procedure below explains the sequence between casting, demoulding and the characterization of the surface.



The samples were stored in a laboratory at constant temperature and constant moisture.

The concrete facing is dried two hours after the demoulding. The traces of moisture related to the demoulding have then disappeared.

Table 7 reports the scores obtained when assessing facing appearance vs. type of mould and application system. The dispersion is 0.2 for Tables 7–14.

Examining this table, it appears that, on average, it is the mixed synthetic vegetable oil that provides the best results, followed by vegetable oil.

It is found that the mineral and synthetic oils reveal significant colour variations on the facing surfaces although they always seem to be less influenced by the type of delivery system used.

Table 6
Grading criteria.

Micro-bubbling, dusting, dirtying, attachment point	Degree of importance	Facing aspect
None	1	Excellent
Very slight	2	Very good
Slight	3	Good
Moderate	4	Average
Important	5	Bad
Very important	6	Insignificant

Table 7
Influence of test parameters on facing appearance.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 4.7	1	3.3	3	4.3	3.8	4.8
Oil 6	2	5	4.3	4.8	5.5	5.5
Oil 6	3	4.8	4	4.8	5.3	5.3
Oil 4	4	2.3	2	3.3	2.8	4.3

The photographs exhibited in Figs. 7 and 8 show the appearance of siding resulting from the application of oil using a conical nozzle.

Moreover, the observation of surfaces on facings produced by applying oil with a flat nozzle indicates a lower quality, and this perception remains valid throughout the testing campaign.

3.2.3. Bubbling

Table 8 compares the results derived on bubbling vs. mould type and application system.

For both mould types, bubbling is more pronounced with the flat nozzle. We note that spraying through a conic nozzle produces the same bubbling values as spraying combined with scraping. The oil mixture causes a small amount of bubbles, followed by the vegetable oil and synthetic oil in this order. Mineral oil is the worst performer. It should be noted that adding a synthetic ester to Oil 4 serves to reduce bubbling.

3.2.4. Dusting

The dusting is observed over the facing or the formwork by the appearance of a film of cement dust. Table 9 shows the results obtained for dusting on the facing with regard to the type of mould and application system.

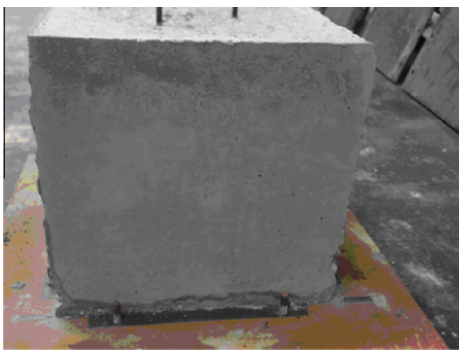


Fig. 7. Facing obtained with vegetable oil.

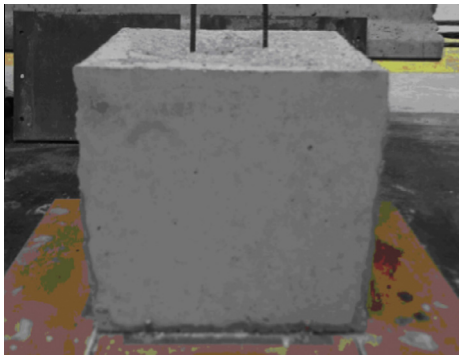


Fig. 8. Facing obtained with mineral oil.

Relatively speaking, less dust formed on the facing removed from the used mould than from the new mould. Note also that the spray pattern associated with scraping application reduces dust accumulation. For the mineral and synthetic oils, no dust formed. Consequently, the presence of vegetable matter in Oils 1 and 4 enhances the tendency to form dust.

3.3. Study of mould surface following formwork removal

3.3.1. Dusting of the mould

Table 10 shows the results recorded for mould dust formation according to both modes of application.

When drawing comparisons with Table 9, let us point out that more dust forms on the walls of used moulds (Figs. 9 and 10). Dust formation is more apparent with the flat nozzle. As before, the use of mineral and synthetic oils led to a smaller deposit on the mould surface.

3.3.2. Dirtying

The dirtying corresponds to dried cement milt.

Table 11 displays the dirtying scores broken down by mould type and application system.

On average, used moulds appear to be cleaner. The application on a mould using a flat nozzle associated with a scraping causes fouling of the mould wall, while the application of a conical nozzle gives better results, although traces oil remain persistent. Vegetable oil produced less dirtying, followed by the mixed oil type. The presence of a synthetic agent in the mixed oil composition improves results when excluding the unfavourable case of scraping. In contrast, mineral and synthetic oils tend to heavily dirtying of the mould.

3.3.3. Attachment points

Attachment points are very localized zones of fixing of concrete on the surface of the formwork.

Table 12 reports the scores obtained on attachment points relative to mould type and application system.

Attachment points appear to be less prevalent on the used mould. The attachment phenomenon is attenuated when spraying with a conic nozzle. The Vegetable oil generates fewest attachment points, with mixed oil responsible for the second fewest. Note that surface defects are twice as high when the other two oils are used.

3.3.4. Overall assessment

Tables 13 and 14 present the overall assessment derived on the basis of the 6 above criteria for the four oil formulations on both types of surfaces under study. For table column entries on a specific application, the score corresponds to the aesthetic impacts on concrete facings and the mould. The last column indicates, for

Table 8
Influence of test parameters on bubbling.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 1	4.3	3.3	5.3	3.3	3.5	5.3
Oil 2	3.5	3.5	5	4.3	3.3	4.3
Oil 3	3.8	3.8	4.8	4	4.3	5.3
Oil 4	2.8	2.3	3	2.3	2.5	3.7

Table 9
Influence of test parameters on facing dusting.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 1	2	1.3	2	1.5	1.5	1.7
Oil 2	1	1	1	1	1	1
Oil 3	1	1	1	1	1	1
Oil 4	2	1.8	2.5	2.8	1.8	2.3

Table 10
Influence of parameters on mould dust formation.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 1	3.8	3.8	5	5.3	4	4.7
Oil 2	1.8	2	3.3	2.8	2.8	3.7
Oil 3	2	2	3.8	2.5	3	3.7
Oil 4	5	5.3	6	5.5	4.8	5.3

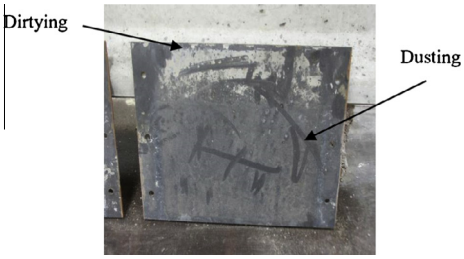


Fig. 9. Formwork obtained with vegetable oil.

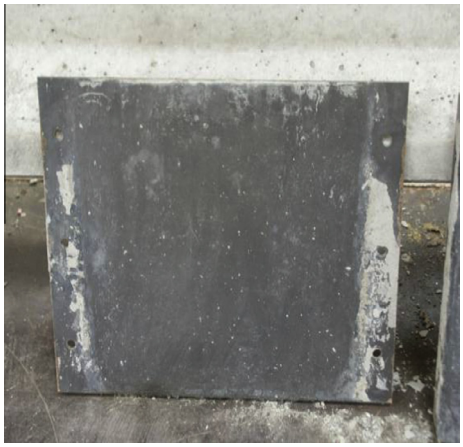


Fig. 10. Formwork obtained with mineral oil.

each oil tested, a composite score from the average of the six evaluations criteria described in detail above.

It can be concluded that Oil 4 offers the highest scores for each criterion evaluated, in significantly outperforming the three other types of oils tested.

For formwork removal with a used wall, we observe that Oils 1 and 4 tie for the best score; hence, introducing a used mould does not lead to a serious deterioration in the facing, while a conic nozzle remains the preferable mode of application.

The mixed oil definitely yields the best overall performance in terms of concrete facing and formwork quality. On the whole, oils containing a vegetable base are more highly rated, except for the dust formation criterion on the facing and mould, yet even this one-time lower score does not generate any fouling phenomena. In this case, applying the oil by scraping serves to minimize film thickness and thereby limits dust formation.

3.4. Mould surface corrosion study

Release oils were applied on plates (dimensions: $1 \times 0.5\ m^2$) by conic spraying, followed on some specimens by spreading using a scraper. The plates were subsequently stored outdoors (Fig. 11).

A rating system was established in order to score the level of corrosion expansion [13] on the new formwork plates (Table 15).

The steel plates were exposed to climatic conditions at the beginning of their outdoor storage period, which lasted for one month starting on March 27th 2006. The amount of precipitation falling on the city of Lille during the months of March and April 2006 is shown in Fig. 12.

The following observations could be recorded (Table 16).

Surface observations reveal that the oils containing a vegetable base better protect the metal surface from corrosion. The synthetic

Table 11
Influence of parameters on mould fouling.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 1	2.8	5.3	3	2.5	3.8	3
Oil 2	4	4.8	4.3	2.3	5.3	5
Oil 3	4.5	5.8	4.8	3.5	5.8	6
Oil 4	2.3	4	1.8	1.5	3.8	2.7

Table 12
Influence of parameters on attachment points.

	New mould			Used mould		
	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle
Four-test averages						
Oil 1	2	1.5	1.5	1	1.3	2
Oil 2	1.5	2.5	3.8	1.3	1.8	3
Oil 3	2.8	2.5	3.5	1.8	2	3.7
Oil 4	1.5	1.8	1	1	1	1.3

Table 13
Average concrete facing quality score/new formwork surface.

	Concrete facing	Mould facing	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Total note
Oil 1	3.2	3.2	3.0	3.0	3.5	3.2
Oil 2	3.2	3.1	2.8	3.0	3.7	3.2
Oil 3	3.2	3.4	2.9	3.2	3.8	3.3
Oil 4	2.4	3.2	2.6	2.8	2.9	2.8

Table 14
Average concrete facing quality score/used formwork surface.

	Concrete facing	Mould facing	Conic nozzle	Spraying and scraping	Flat nozzle	Total note
Oil 1	3.3	3.1	2.9	3.1	3.6	3.2
Oil 2	3.5	3.1	2.8	3.3	3.8	3.3
Oil 3	3.7	3.5	3.0	3.5	4.3	3.6
Oil 4	2.9	3.0	2.6	3.0	3.2	3.0

oil has also provided satisfactory results. Moreover, it is preferable to spray oil without scraping it in order to improve protection against corrosion. Mineral oil displays poor anti-corrosion properties. These observations will be cross-referenced with results from spectroscopic measurements of electrochemical impedance, as well as with findings from a study on interface mixes (see Figs. 13–15).

4. Discussion

4.1. An evaluation of film protection properties using electrochemical impedance spectroscopy (EIS)

EIS measurements can be conducted not only at the corrosion potential, but also within the anodic or cathodic domain.

The selected steel grade was E24. The $10 \times 10\ cm^2$ plates were supplied by the same formwork manufacturer. The steel was polished to remove calamine. Electrochemical measurements were performed using a conventional three-electrode set-up [11]. The electrolyte was composed of a 0.5 M solution of KOH + 0.1 M of NaOH. This solution featured a pH of 13.2, which replicated the pH of a concrete pore solution.

The working electrode was formed by the steel plate receiving the oil, to be applied with a rubber scraper so as to obtain a film with an approx. 1-μm thickness.



Fig. 11. Formwork surface storage zone.

Once the oil was placed, the plate was fastened onto a Plexiglas cylindrical tube ($S = 240\ cm^2$) for holding the electrolyte. The counter electrode was a large-sized platinum plate. Lastly, a saturated calomel electrode has served as the reference electrode (Fig. 16).

A measurement with bare steel yielded the reference curve. Each measurement was performed on a new steel plate and each oil formulation was tested twice to ensure measurement reproducibility. For purposes of comparison, measurements conducted with two of the test oils, a mineral oil (M1) and a vegetable oil (V1) with

Table 15
Average concrete facing quality score.

Corrosion	Magnitude of the studied phenomenon
None	1
Very slight	2
Slight	3
Moderate	4
Significant	5
Very significant	6

known impedances [11] were inserted into the graph. The dispersion is ±500 (Ω cm^2).

Given the layout of these diagrams, the equivalent electrical circuit shown in Fig. 18 was introduced to obtain the characteristic parameters of the metal interface. The slope of the curve log $Z = f(\log f)$ is slightly less than 1, which justifies use of a constant phase element (CPE) instead of a capacitance in the equivalent electrical diagram.

The CPE impedance is given by:

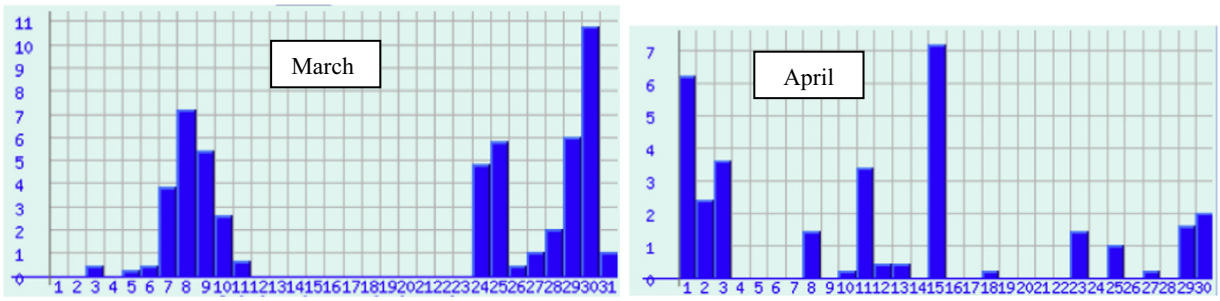


Fig. 12. Precipitation (mm) during March and April 2006 [14].

Table 16
Average concrete facing quality score.

	Exposure time											
	Day + 5		Day + 10		Day + 15		Day + 20		Day + 25		Day + 30	
	Spray	Spray + scrap	Spray	Spray + scrap	Spray	Spray + scrap	Spray	Spray + scrap	Spray	Spray + scrap	Spray	Spray + scrap
Oil 1	1	1	1	1	1	2	1	2	1	2	1	2
Oil 2	1	1	1	1	2	2	2	2	2	3	2	3
Oil 3	2	1	3	2	4	4	5	5	6	6	6	6
Oil 4	1	1	1	2	1	2	1	2	1	3	1	3

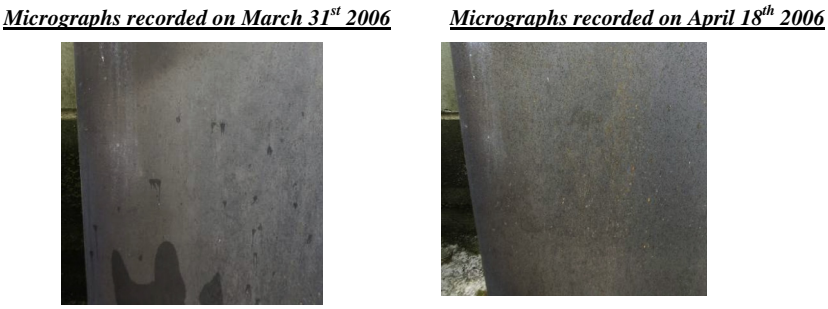


Fig. 13. Micrographs both before and after storage of sprayed oil 3.



Fig. 14. Micrographs both before and after storage of sprayed oil 2.



Fig. 15. Micrographs both before and after storage of sprayed oil 4.

$$Z_{CPE} = \frac{1}{Q\ (j\omega)^{\alpha}} \tag{4}$$

where Q is expressed in $\Omega^{-1}\ m^{-2}\ s^{\alpha}$.

The film capacitance can then be calculated by applying the following equation:

$$C = Q(\mathrm{Re}^{-1} + R^{-1})^{(\alpha-1)/\alpha} \tag{5}$$

C being expressed in Farads.

It is worth noting that parameters of this physical model have been adjusted. The values of parameters R (±500 $\Omega\,cm^2$) and C (±15 $\mu F\ cm^{-2}$) are gathered in Table 17.

Fig. 17 shows similarities in curve trends between the formulations for the two vegetable oils (V1 and Oil 1), as well as for the two mineral oils (M1 and Oil 3). Let us note that the vegetable-based formulations produce higher resistance values than mineral formulations. The synthetic formulation lies at an intermediate value. The following ranking is thus obtained in increasing order of impedance value:

Oil 3 < Oil 2 < Oil 1 < Oil4

Conversely, capacitance values are lower for the vegetable formulations; such observations reflect the fact that vegetable-based oils demonstrate a protective power greater than what can be ascribed to the chemical characteristic of these oils (triglycerides). The presence of an ester in the mixed formulation (Oil 4) seems to enhance anti-corrosion properties. Finally, vegetable based formulations contribute to limit the corrosion of the formwork, which is likely to degrade the performances of demoulding. The lifetime of the formwork is thus longer and preserves the quality of the concrete facing. It is preferable to protect the formwork surface with a vegetable oil during the storage.

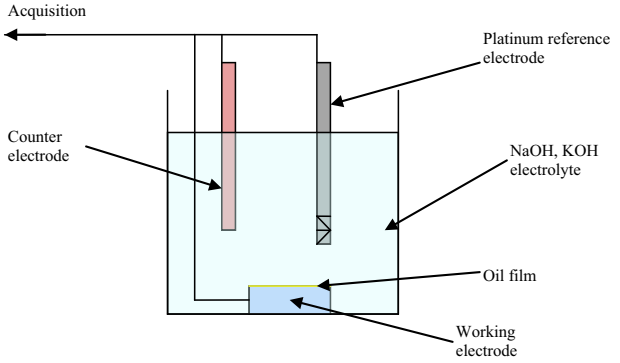


Fig. 16. Diagram of the experimental set-up.

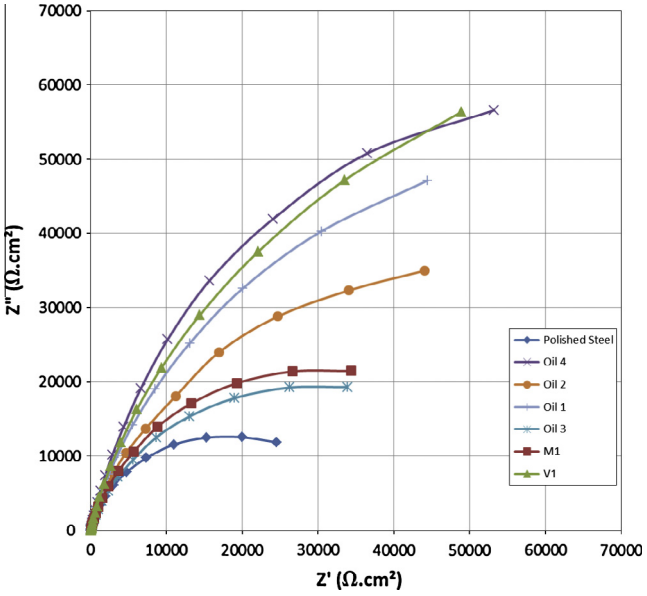


Fig. 17. EIS diagram obtained at the corrosion potential after 1 h of immersion in the electrolyte.

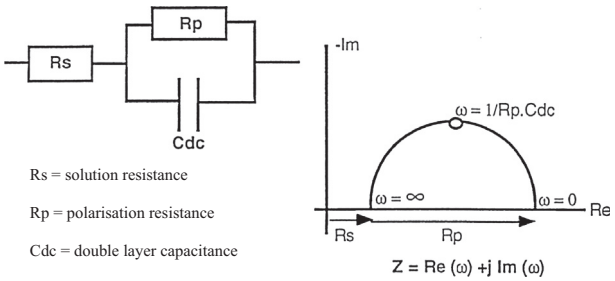


Fig. 18. Example of a choice of simple circuit related to the Nyquist diagram [15].

4.2. Study of interface mixes

In this part, the behaviour of the oil formulations placed in contact with a pore solution was studied. Pore solution was prepared from water and cement. A mix combining 100 g of cement with 500 g of water is left stirring for 3 min and then filtered to derive

Table 17
Resistance and capacitance values for each oil formulation.

	R (Ω cm^2)	C (μF cm^{-2})
Polished steel	29,300	443
M1	48,700	362
V1	134,000	269
Oil 1	111,600	244
Oil 2	82,800	324
Oil 3	45,700	317
Oil 4	135,000	287

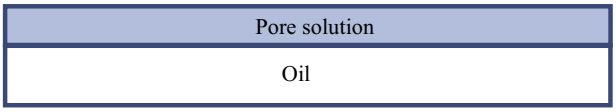


Fig. 19. Schematic configuration of the medium observed for Oils 2 and 3.

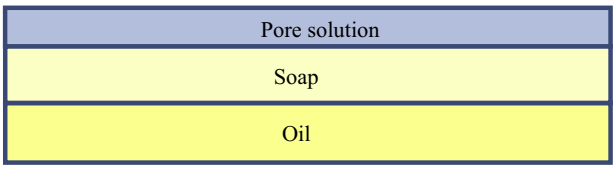


Fig. 20. Schematic configuration of the medium observed for Oil 1.

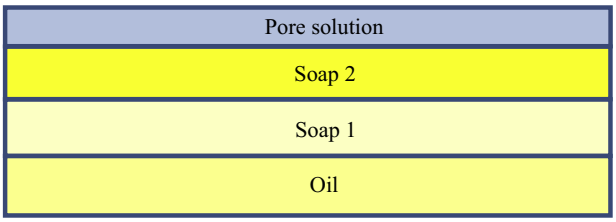


Fig. 21. Schematic configuration of the medium observed for Oil 4.

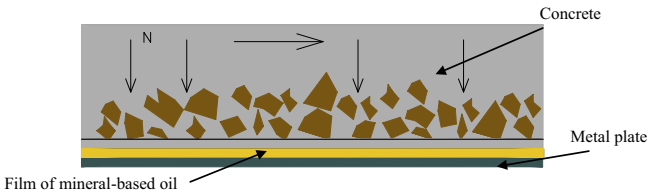


Fig. 22. Diagram depicting the sliding of concrete on the oil film.

a basic aqueous phase loaded with calcium ions. 50 ml of pore solution were added to 10 ml of oil. The mix was then stirred for 15 s and left to rest for one hour.

Following this rest phase, interfacial media prepared are described as follows:

- Oil 1: Formation of 3 phases (oil/soap/water) with little soap.
- Oil 2: Formation of 2 phases (oil/water).
- Oil 3: Formation of 2 phases (oil/water).
- Oil 4: Formation of 4 phases (oil/soap 1/soap 2/water).

In fact, the basic pH pore solution is likely to initiate a chemical process at the interface.

The different layers obtained in the model media are schematically represented in Figs. 19–21.

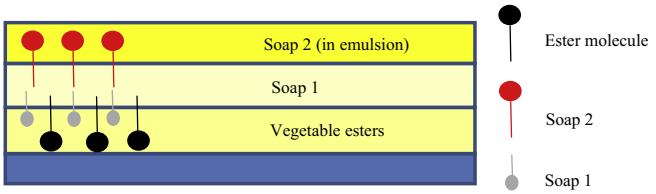


Fig. 23. Organization of the soap/oil interface.

We observe that mineral-based formulations generates a small quantity of soap, as only acidifiers present in the composition as additives, are able to convert into soaps.

We check that lubricating properties are not governed by the soap film, but by the hydrophobicity and the thickness of oil film (Fig. 22).

For vegetable based oils such as Oils 1 and 4, carboxylates salt (soap) is mainly issued from the ester film. Due to their amphiphilic nature, oil and soap are chemisorbed at the interface, thus forming a double layer. This molecular organization confers specific lubricating properties [11,16].

Moreover, Oil 4 displays two soap layers; one is generated from the vegetable oil, and the other derived from a synthetic ester of the formulation. This double soap layer is probably stabilized by oleate calcium (salt of oleic acid used as an acidifier).

This interfacial structure may be at the origin of the performances observed about concrete protection and facing aesthetics (Fig. 23).

5. Conclusion

In this paper, the influence of release oils on the quality of facings as well as on corrosion protection during outdoor formwork storage has been assessed. This multi-criteria study was intended to correlate the choice of a release oil and its application conditions with both formwork removal performance and facing quality. Based on our conducted experiments, the main finding has emerged.

Viscosity measurements between 0 °C and 40 °C revealed that oil viscosity profiles diverge substantially below 20 °C, which can complicate spraying for the most viscous oils. We verified that film thickness was dependent on the viscosity of the oil being sprayed: the more fluid the oil, the thicker the film. Consequently, thickness varies with temperature.

The observed variations in wetting power with respect to the formwork do not appear to be significant for facing quality, at least under the standardised test conditions. Introduction of a used mould does not adversely affect facing aesthetics, though it does cause dust to form on the mould. Scraping the film may offer an attractive solution, in particular for vegetable-based oils, even if the scraping operation tends to foul the mould further.

According to the various test results, it seems that the vegetable oil and mixed oil produce the best aesthetic outcome (in terms of bubbling, colour and appearance), when accompanied by a conic nozzle application. These good findings may be explained by the concrete/formwork interface construction.

The reconstitution of pore mixes has enabled differentiating the way in which oils act. The media obtained have exposed the formation of a soap layer in the case of vegetable-based oil. Moreover, the interface resulting from the mixed oil exhibits a unique configuration due to the formation of two types of soap. This profile appears to promote the desired properties, with the exception of dust formation on the facings and moulds.

The film thickness for vegetable-based oils stands out as a critical parameter in controlling the dusting phenomenon. Depositing

a thin vegetable-based oil film also provides a way to reduce the amounts implemented in order to meet a reasonable cost target per square metre of formwork oil that remains roughly the same as conventional oil.

Furthermore, the interface structure tends to favour protecting formwork surfaces against corrosion, with these properties being evaluated by means of electrochemical impedance spectrometry measurements in the presence of pore mixes.

The obtained results reveal a better resistance with vegetable oil-based films (i.e. Oils 1 and 4). This protective power is enhanced in the presence of the synthetic ester (Oil 4), which shows the efficiency of the double soap layer for concrete hydrophobation. By improving formwork wall protection against inclement weather, it is indeed possible to extend formwork life cycle. It is clear that the performances of formulations associating a vegetable ester with a synthetic ester suggest their application when guaranteeing both the technical performance and eco-compatibility sought when introducing such products.

References

[1] Gawrilow I. Palm oil usage in lubrification. In: 3rd Global oils and fats business forum. Interfacing with the global oils and fats business. USA, October 8; 2003.
[2] Raynaud C. Coffrage métallique; développement d'une stratégie éco-durable. France BTP, juin; 2010.
[3] OUTINORD. Parements de qualité des parois en béton. Collection technique syndicat français de l'échafaudage, du coffrage et de l'étaiement, avril; 2005.
[4] Aide-mémoire juridique TJ19. Les maladies professionnelles – Tableau n°36. INRS; 2012.
[5] Projet SUMOVERA. Application of vegetable-oil based concrete mould release agents. State of the art document; 1999.
[6] Syndicat national des adjuvants pour bétons et mortiers (SYNAD). Classification Synad des agents de démoulage; 2010.
[7] Bouharoun S, Vanhove Y, Djelal C, De Caro P, Dubois I. Interactions between superplasticizer and release agents at the concrete/formwork interface. Mater Sci Appl 2012;3:384–9.
[8] Feys D, Verhoeven R, De Schutter G. Influence of demoulding oil on the rheological properties of fresh self-compacting concrete and its consequences during casting. Concr Plant Int 2009:48–57.
[9] Lemaire G, Escadeillas G, Ringot E. Evaluating concrete surfaces using an image analysis process. Constr Build Mater 2005;19:604–11.
[10] Baty G, Reynolds R. Release agents – how they work. Concr Int 1997:52–4.
[11] Djelal C, De Caro P, Libessart L, Dubois I, Pebere N. Comprehension of demoulding mechanims at the formwork.oil/concrete interface. Mater Struct 2008;41:571–81.
[12] AFNOR P18-503. Surface et parements de béton – Eléments d'identification, nov.; 1989.
[13] Ochoa de Echevarrieta N. Propriété inhibitrices d'un mélange d'amines grasses et de sels d'acide phosphonocarboxyliques vis-à-vis de la corrosion d'un acier de carbone-influence des conditions hydrodynamiques sur le mécanisme d'inhibition. Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse; 2004.
[14] http://www.meteociel.fr/climatologie.
[15] Keddam M. Principes et application des techniques électrochimiques en corrosion – CNRS; 1991. p. 1–14.
[16] Bouharoun S, De Caro P, Dubois I, Djelal C, Vanhove Y. Effect of a superplasticizer on the properties of the concrete/oil/formwork interface. Constr Build Mater 2013;47:1137–44.

Construction and Building Materials 239 (2020) 117826

Contents lists available at ScienceDirect

Construction and Building Materials

journal homepage: www.elsevier.com/locate/conbuildmat

Comparative study of the tribological behaviour of emulsions and demoulding oils at the concrete/formwork interface

Laurent Libessart [a,*], Chafika Djelal [a], Pascale de Caro [b], Issam Laymani [a]

[a] Univ. Artois, EA 4515, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), F-62400 Béthune, France
[b] Univ. Toulouse, Laboratoire de Chimie Agro-industrielle, LCA, INRA, F-31030 Toulouse, France

HIGHLIGHTS

- Adhesion energies are higher for films generated from emulsions.
- Films from emulsions have specificities in term of thickness and uniformity.
- The vegetable-based films generate a reduction of friction on concrete.
- Tribological tests confirms a Wenzel state for emulsions on the formwork.

ARTICLE INFO

Article history:
Received 31 July 2019
Received in revised form 4 December 2019
Accepted 6 December 2019

Keywords:
Tribometer
Friction
Emulsion
Adhesion energy
Interface
Demoulding oil

ABSTRACT

To ensure a performing demoulding, a release agent must resist the friction of concrete on the formwork. Emulsions are interesting alternatives that leads to a reduced consumption of oil on construction sites. The behaviours of two commercial emulsions are compared with two conventional demoulding oils. The adhesion energy calculated were favourable to the emulsions. The water evaporation kinetics leads to the measurements of film thickness. Tests with the tribometer have shown that the films produced from the emulsions generate a friction reduction of 30% and 40% at the concrete/formwork interface. Such performance can be explained by Wenzel's state of wettability, which facilitates the film fit into the formwork roughness.

© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

In the building industry, concrete formwork removal has always been a complex part of construction operations. Current regulations limit the use of formwork release oils to two hours per day and per user, which represents severe constraints for the on-site organisation. Users attempt to make this step easier by implementing new techniques, namely: the polarisation [1], the creation of self-lubricating surface coatings [2], or even the application of a controlled permeable formwork liner at the interface [3]. The adhesion of concrete on the formwork remains an open subject. Permeable coatings still need to develop their re-use to become competitive. The mechanical characteristics of waterproof polymer coatings limit their use. The use of release agents remains the most used process despite its repeatability and costs, as evidenced by the number of published works [4]. Due to environmental and health impacts, the market for vegetable-based products has significantly grown. In order to classify these products, the SYNAD (National Union of Admixtures for Concrete and Mortar) built an abacus [5] based on the product composition and the use-related criteria (safety, health, environment). While the compositions of vegetable-based formulations contribute to an effective concrete setting in the formwork, defects (variation in hues, microbubbling) can nonetheless appear in the event of an overconcentration [6,7]. Emulsions contains about 70% of water, which makes it possible to apply a reduced amount of oil on the formwork surface. Previous works [4,16] have already studied the configuration of films composed of mineral and vegetable oils at the surface of a metal formwork, in connection with their mode of action. In contrast, the behaviour of emulsions has not received much attention in the civil engineering field [8]. Therefore, it seems interesting to investigate the characteristics of the film after the water evaporation. To identify the specificities of the resulting film, comparisons are done between four commercial demoulding agents: two

* Corresponding author.
E-mail address: laurent.libessart@univ-artois.fr (L. Libessart).

https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117826
0950-0618/© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

emulsions and two conventional oils. The resistance of the film to the moving concrete was determined by a plane/plane tribometer that represents concrete casting conditions in a formwork.

2. Emulsions characterization

An emulsion is the dispersion of a liquid in small droplets into another immiscible liquid [9]. Thus, for an oil-in-water emulsion, the oil is the dispersed phase in the water, the continuous phase. The oil dispersion requires a mechanical action (homogeniser) in order to form minuscule droplets [10]. The addition of an emulsifier that lowers the interfacial tension between the two phases, improves the physical stability of the mixture by forming micelle [8] (Fig. 1). Creaming or sedimentation refers to a process leading to a phase separation. Emulsions are widely used in the cosmetics, food processing, paint and construction industries.

Table 1 lists the characteristics of the four demoulding oils supplied by a manufacturer. An invert mineral emulsion (IME) and direct vegetable emulsion (DVE) are compared to a vegetable oil-based product (V) and a mineral oil-based product (M).

The dynamic viscosity is determined using a HAAKE VT550 single-speed viscometer, fitted with a 1° (PK5) cone. A constant volume of oil (v = 0.6 cm^3) is deposited on the plate, and the cone is lowered toward the plate. As expected, the direct emulsion has a lower viscosity than for invert emulsion, due to a lower content in oil.

2.1. Surface state of formwork

Metal formwork is extensively present in the building trades; it serves to streamline concrete setting and enhance worksite productivity. The potential for formwork reuse is substantial for these structural elements repeated throughout a project, i.e. vertical shear walls, floors and columns. A new steel formwork was chosen, and its surface roughness was measured. Samples were cut from the formwork surface to perform microscopy tests and to measure film thicknesses. The parameters (Fig. 2) chosen to evaluate roughness are as follows [11]:

Ra: arithmetic mean of profile deviations relative to the average line.
Rp: average depth over an evaluation length.
Rt: peak height at the maximum profile valley.

Fig. 3 displays a 3D view of the roughness profile of the formwork sample using a white-light interferometry microscope (WLIM) VEECO NT3300 over a 4 × 4 mm^2 area [2]. The surface

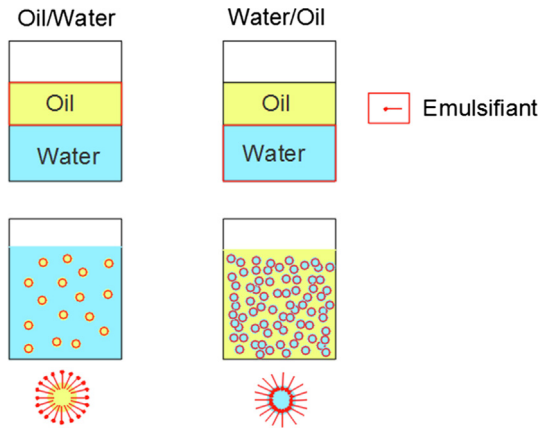


Fig. 1. Diagram of the direct emulsion O/W and invert W/O.

was sampled at 2052 × 2052 points with a 1.9 μm step scale along X- and Y-directions. For this sample, an average roughness value Ra of 1.34 μm, a maximum Rt profile deviation of 18.31 μm, a Rp value of 3.28 μm, and a value dispersion on the image of ±0.02. The profile values between 8 and −10 μm and the low deviation, indicated that the formwork surface has a low roughness, uniform on the sample.

Further measurements have been made on a roughness meter [11] on ten measuring points to obtain a more precise representation of the formwork roughness. The average values are given in Table 2. The dispersion value is ±0.02 μm.

Roughness values obtained by the two methods are in agreement with those of a new formwork surface used on site. [6].

2.2. Interfacial properties

The assessment of release agent performances implies the characterization of the interface in contact with the support. The affinity of oil with the support is a significant property since the oil film acts as a protective coating for the formwork and plays the role of a lubricant during the concrete casting step [6].

As a matter of fact, the liquid/vapor surface tension of a liquid is correlated with the value of the contact angle formed by a drop on a support [12]. Contact angles are a readily observed physical phenomenon related to the more fundamental concepts of energy and surface tension. This insight helps determine the properties of wettability and adhesion of a film, which in turn makes it possible to predict the properties of a coating or detect traces of surface pollutants. As part of a theoretical approach, adhesion energy values are calculated based on contact angle data. It may be considered that the liquid/solid adhesion energy value is representative of the adhesive strength between the liquid and the support.

The liquid/solid adhesion energy value also represents the adhesive force between a liquid and a support. Adhesion energies are calculated according to Zisman's Equation [13]:

$$\omega_{LS} = \gamma_{LV} \times (1 + \cos\theta) \quad (1)$$

The liquid/vapor surface (γ_{LV}) tension was measured using Wilhelmy's plate method at 20 °C. The device employed is a tension meter manufactured by the CAD firm and fitted with a platinum blade. The surface tension is indicated by the meniscus formed along the plate boundary. The material contact angle (θ) was then determined by a PGX type of mobile goniometer. This device measures the contact angle at the interface between a liquid drop and the substrate surface where the drop has been deposited [14].

Table 3 summarises adhesion energy values at 20 °C. We can observe that emulsions have higher adhesion energies than oils, which is a necessary condition to reduce frictions. Higher adhesion energy corresponds to higher surface tension and lower drop angle.

2.3. Formation of the oil film

Demoulding oils were applied in a regular manner at a distance of 15 cm from the surface of a formwork sample (disk with a diameter of 5 cm) using an Ecospray sprayer fitted with a conical nozzle of 1 mm diameter (Fig. 4).

A cloud of white droplets fell on the surface. Then, a latency period occurs during the evaporation of water. The time elapsed has been estimated by the supplier at 15–20 min. During this latency period, the emulsion film formation was in progress and was analysed by means of optical microscopy (Figs. 5 and 6). As the water gradually evaporated, the emulsified medium became structured. On the emulsion micrographs, the white colour denotes the emulsified phase, which tends to disappear in favour of the oily phase. The observations conducted under optical microscopy of a single drop showed that, for the invert emulsion, water disappeared more

Table 1
Properties of release agents.

	DVE	IME	V	M
Type	Direct emulsion	Invert emulsion	Oil	Oil
Composition	Vegetable esters	Paraffinic wax	Vegetable esters	Paraffinic hydrocarbons
Oily phase	Vegetable	Mineral	Vegetable	Mineral
Content of water (%)	80	70	0	0
Flash point °C	>100	96	>100	>100
Viscosity (mPa.s)	38.5 ± 1.5	60.6 ± 3.4	66.6 ± 2.8	24.5 ± 1.7
Density	<1	<1	0.93	0.86

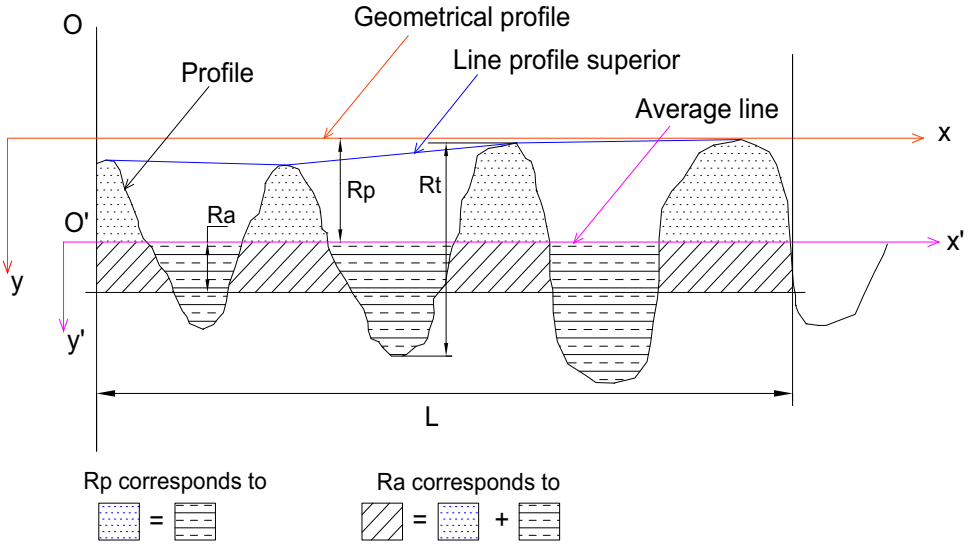


Fig. 2. Scheme of the roughness profile (height vs. length).

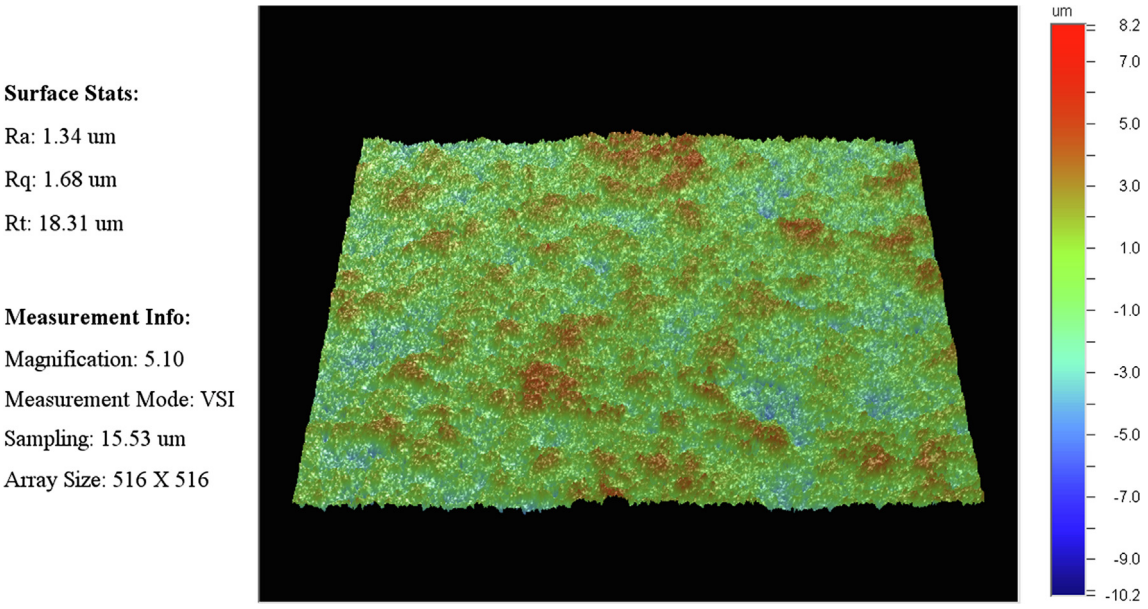


Fig. 3. 3D image of the new formwork roughness profile.

Table 2
Roughness parameters of the formwork sample.

Test	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average
Ra (μm)	1.32	1.23	1.35	1.13	1.41	1.18	1.18	1.38	1.26	1.15	1.26
Rt (μm)	13.53	13.23	15.54	12.53	15.67	13.87	13.65	18.56	16.98	13.23	14.68
Rp (μm)	2.69	3.17	3.76	3.08	4.05	3.45	2.98	3.65	4.12	3.07	3.40

Table 3
Interfacial properties of release agents at 20 °C.

	Surface tension L/V (mN/m)	Contact angle (°)	Adhesion energy L/S (mN/m)
DVE	40.0	33.1	73.50
IME	37.1	22.5	71.35
V	33.4	32.8	61.5
M	30.6	18.5	59.6

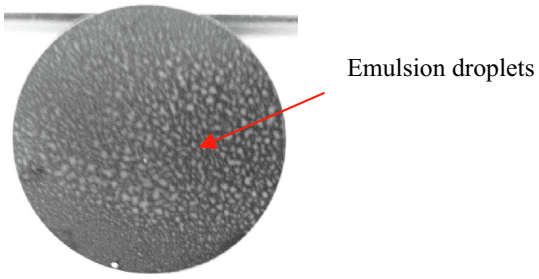


Fig. 4. Surface state after spraying on the formwork.

quickly compared to direct emulsion water (white colour no longer visible). Similarly, the reverse emulsion drop diameter increased rapidly (+20% after 5 min), which indicates that the film began to form at the surface.

Micrographs were taken 20 min after spraying of DVE emulsion and vegetable oil (V) on two formwork samples. After the oil droplets has merged, DVE emulsion has generated a film with a uniform distribution over the formwork surface (Fig. 6). We can observe that the vegetable oil film has a lesser coating rate. In fact, previous works have shown that it was necessary to scrape the vegetable oil film to improve its homogeneity [15].

During the latency period, a monitoring of the emulsion deposited onto the new formwork samples was carried out

The thickness of film (e) depends on the mass (m) of product on the plate, its density (ρ) and the plate surface (S). Weighing was performed with a precision scale of 10^{-4} g [6].

$$V = S \times e \iff e = \frac{V}{S}; \quad V = \frac{m}{\rho}; \quad \text{then} \quad e = \frac{m}{\rho \times S} \tag{2}$$

with S (m^3), ρ (kg/m^3), m (kg), and e the thickness (m).

Previous works have shown that values obtained by the weighing method were very close to measurements carried out by PIXE

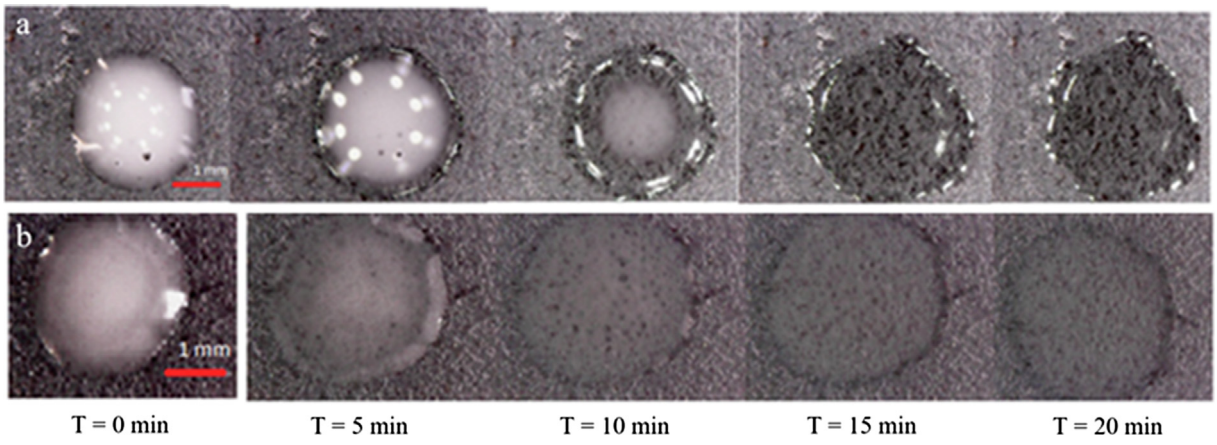


Fig. 5. Evolution of a drop of (a) DVE and (b) IME emulsions during the latency period.

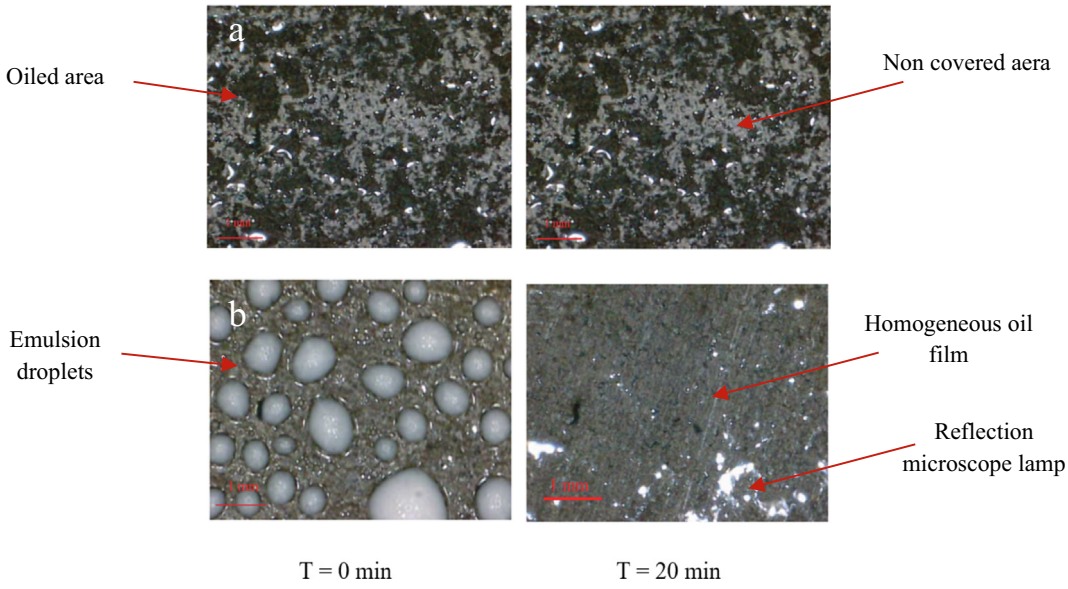


Fig. 6. Film micrographs after spraying (a) the V oil and (b) the DVE emulsion.

[16]. It was found that the film thicknesses for conventional oils are typically between 3 and 4 μm for a mineral oil and between 2 and 3 μm for a vegetable oil [4].

A monitoring of film thickness variation over time was carried out. (Fig. 7). The reproducibility of measurement is based on four tests.

One test was conducted by spraying 0.0168 g of DVE and 0.0101 g of IME on two formwork samples. The lower viscosity of DVE led to deposit a slightly higher mass of DVE.

The final thickness of the oil film after complete water evaporation was determined by weighing. The aqueous phase is completely evaporated when the film mass remained constant, which corresponds to the final oil film thickness. Seven minutes were required for the film formation with the invert emulsion and 16 min with the direct emulsion, which is in agreement with their water content (table 1). Thus, the direct emulsion lost 79% of its initial mass, whereas the decrease of mass was close to 67% for the invert emulsion. The direct emulsion film reached an average thickness of 1.9 ± 0.2 μm, while the invert emulsion film was 1.7 ± 0.2 μm thick (averaged over 4 tests). The difference between the two initial masses was 39.9%, but the final film thicknesses were very close, because of the higher evaporation rate of the direct emulsion. For the mineral emulsion, the reduction in thickness was 47% compared to the mineral oil, whereas the reduction was 14% for vegetable emulsion compared to the conventional vegetable oil. Indeed, the active fractions in VDE is lower compared to that of IME. Finally, in both cases, emulsions generated thin oil films with high adhesion energies, especially for the mineral oil.

3. The friction of the concrete on the formwork

An experimental campaign has been conducted in order to assess the resistance of these films to concrete friction using a plane/plane tribometer. Previous studies [4,15] have shown that this level of resistance is connected to the aesthetic quality of concrete facing and depends on the mechanisms at the interface and on the type of oil. The performances of a mineral film are driven by its thickness. A vegetable-based film contains fatty acids contributing to an interfacial organization in layers.

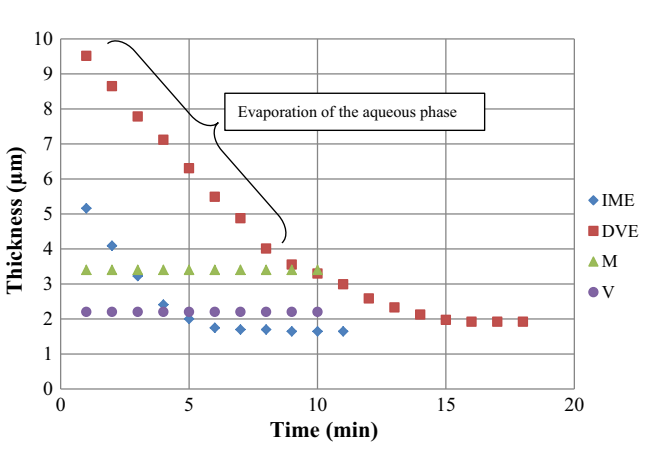
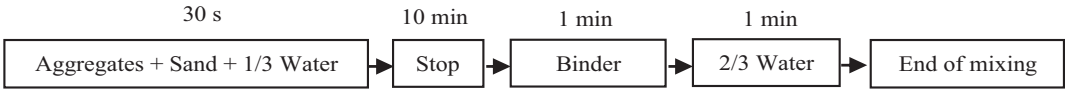


Fig. 7. Water evaporation kinetics for the deposited emulsions.

3.1. The concrete

The concrete used is a traditional mix with a water-to-binder (W/B) ratio of 0.57 and a gravel-to-sand (G/S) ratio equal to 1.27. The workability measured with the Abrams cone, is between 12 and 14 cm, which corresponds to the S3 consistency class (according to Standard NF EN 206-1). The relevant mix design is given in Table 4.

The concrete production requires a well-defined mixing protocol. Standard NF P 18-404, entitled "Concretes - Design, suitability and inspection testing - Specimen production and conservation", was implemented. The mixing procedure was performed with dry materials according to this protocol:



Tests were carried out at a temperature of 20 °C.

3.2. The plane/plane tribometer

A plane/plane tribometer was developed by our team and was patented under the number PCT/EP 2017068017. The principle behind this test set-up (Fig. 8) is as follows [4]: an interchangeable plate slides between two fresh concrete samples, with the movement being carried out using a motor coupled to an auger. The plate speed is controlled by a programmable controller. The samples are pressurised by means of jacks, with the pressure lying between 50 kPa and 500 kPa. A force sensor connected to the plate measures the tangential stresses acting on the plate due to the concrete.

3.2.1. Experimental conditions

For the experimental campaign, the test parameters replicated worksite conditions in order to approximate the stresses being exerted on the oil film by the concrete. The casting speed and pressures at the formwork base constitute the key parameters of the study. Tests were conducted on a plate cut-out from a formwork wall with roughness values of Ra = 1.34 μm. The emulsions were applied by spraying in full compliance with the supplier recommendations.

Table 4
Concrete formulation.

Concrete	(kg/m^3)
Cement CEM I 52,5 CP2	265
Fillers	88
Sand 0/4	792
Gravel 4/8	271
Gravel 6/20	734
Water	201

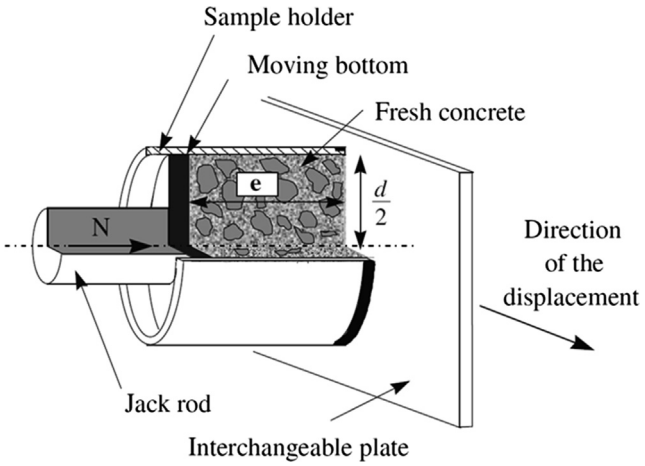


Fig. 8. Concrete tribometer principle [4].

3.2.2. Casting speed

The plate displacement speed corresponds to the casting speed of a concrete shell extending over a certain height. For our testing campaign, a speed of 3 m/h (0.84 mm/s) was used, which corresponds to the speed most commonly practiced on worksites [18].

3.2.3. Contact pressure

The contact pressure of the selected jack corresponds to the concrete pressures being exerted at the formwork base for a given height. The vertical formwork elements are subjected, as a result of the fresh concrete, to a thrust perpendicular to the shuttering surface. The factors capable of influencing this pressure exerted on the formwork consist of: specific gravity of the concrete, workability measured using Abrams' cone, height of fresh concrete, minimum formwork dimension, and filling speed.

Considering fresh concrete as a fluid, the distribution of the pressure is triangular. The hydrostatic thrust (P) is given in Pascal by the following formula:

$$P = \gamma \times h \quad (3)$$

with γ the concrete density estimated at 25 kN/m^3 and h the height of the formwork (m)

Shell heights ranging from 2 to 6 m have been evaluated; they correspond to pressures in the range of 50 to 150 kPa.

4. Analysis of the formwork/concrete interface

Friction stresses vs. contact pressure for the fresh concrete and for formwork release agents are shown in Fig. 9. A Coulomb law is applied in this pressure range:

$$\tau_f = \mu \times P \quad (4)$$

with τ_f the tangential stress (Pa) and P the contact pressure (Pa).

The stress variations vs. contact pressure indicate an average decrease in friction stresses of 30% for IME and up to 40% for VDE, compared to the interface without any demoulding agent. The oil films from emulsions thus contribute to a significant reduction in concrete friction against the formwork, even despite thin films (between 1.5 and 2 μm). We can note that the vegetable-based films (oil or emulsion) prove to be more efficient in contact with concrete, compared to the both mineral films.

A previous study of the oil/concrete interface has described two behaviours: a lubricating effect mainly due to a physical action for mineral oils and a chemical action of the vegetable-based formulations [15]. Thanks to triglycerides, fatty acids and other esters as ingredients in a vegetable formulation, carboxylates (soap) are formed in contact with concrete (basic medium), which can explain the lower frictions observed.

5. Discussion

This study describes the film formation generated from an emulsion and its main characteristics. Before spraying, protected from the air, the direct emulsion (DVE) is stable (Fig. 10), and the oily micelles are dispersed in the emulsion (Fig. 10a). After spraying, a set of droplets forms on the formwork surface; water is still present in a large quantity, and the micelles are still mobile (Fig. 10b). As the water gradually evaporates, the film becomes reconfigured and the micelles are directed towards the formwork surface. Due to their chemical adsorption, the film can adhere to the surface (Fig. 10c). In conclusion, the polarity of the metal surface makes it possible to correctly direct the micelles (Fig. 10d); meanwhile, the droplets combine to form a homogeneous oil film

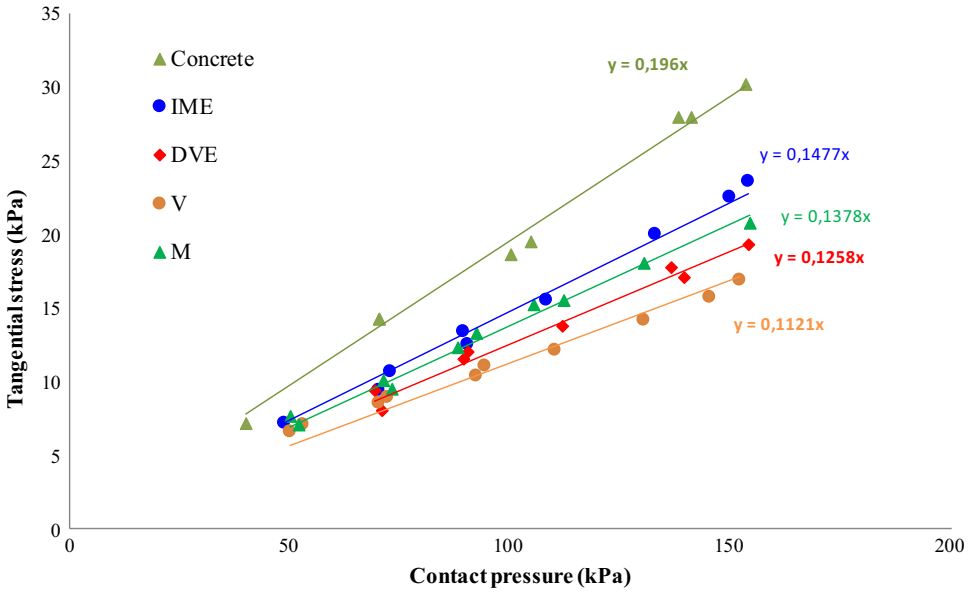


Fig. 9. Dynamic friction constraints according to the pressure (v = 0.84 mm/s).

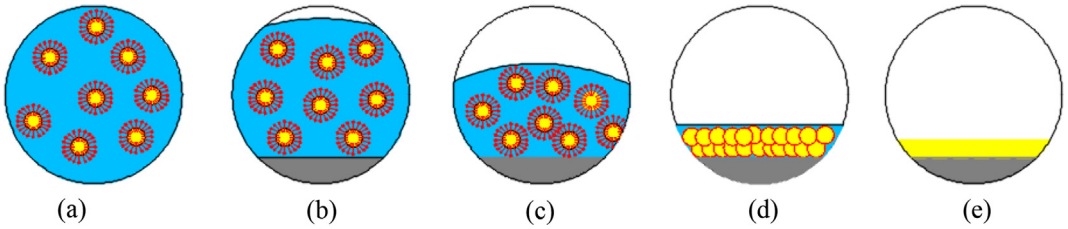


Fig. 10. Evolution diagram of the direct emulsion over time.

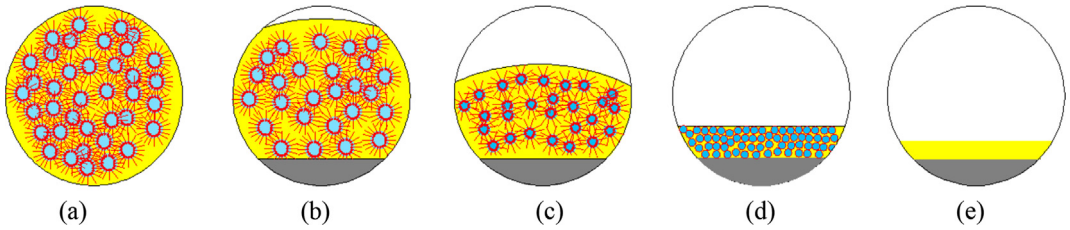


Fig. 11. Evolution diagram of the invert emulsion over time.

on the surface (Fig. 10e) [17]. In the case of the invert emulsion (IME) (Fig. 11), the aqueous phase is composed of smaller-sized and more numerous water micelles compared to the direct emulsion (Fig. 11a). Over time, the water micelles occupy less volume (Fig. 11b, c). This process forces the oily phase to move towards the formwork (Fig. 11d). Ultimately, the water contained in the micelles evaporates and the film becomes homogeneous (Fig. 11e).

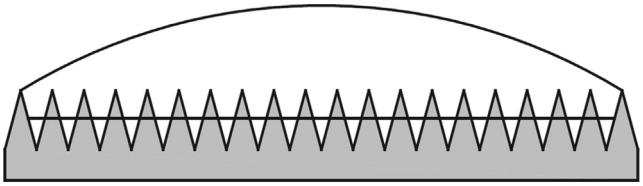


Fig. 12. Schematic representation of the Cassie state for conventional oil on a new formwork [11].

To understand the phenomena at the emulsion/formwork interface, it is necessary to focus on the roughness of the plate. In fact, a sprayed oil tends to remain at the surface of the formwork asperities [11]. In contrast, the micelles (whether direct or invert) in emulsion have a size (0.02 and 0.2 μm) facilitating their insertion into the plate surface roughness (Fig. 2). In this case, the Wenzel wettability state [19] has been reached, as opposed to the conventional oils, which are in a Cassie state [20] (Fig. 12).

The measured surface tensions are greater than the conventional oils, this validates the Wenzel state for emulsions. According to Wenzel state, the film obtained after evaporation of the aqueous phase is totally inserted into the roughness of the plate, thus generating a homogeneous film, covering the whole surface. According to the work of Bormashenko [21,22], Fig. 13 illustrates the Wenzel state for an emulsion. The film of IME is anchored more quickly in the formwork asperities in fact, the micelles of water evaporate

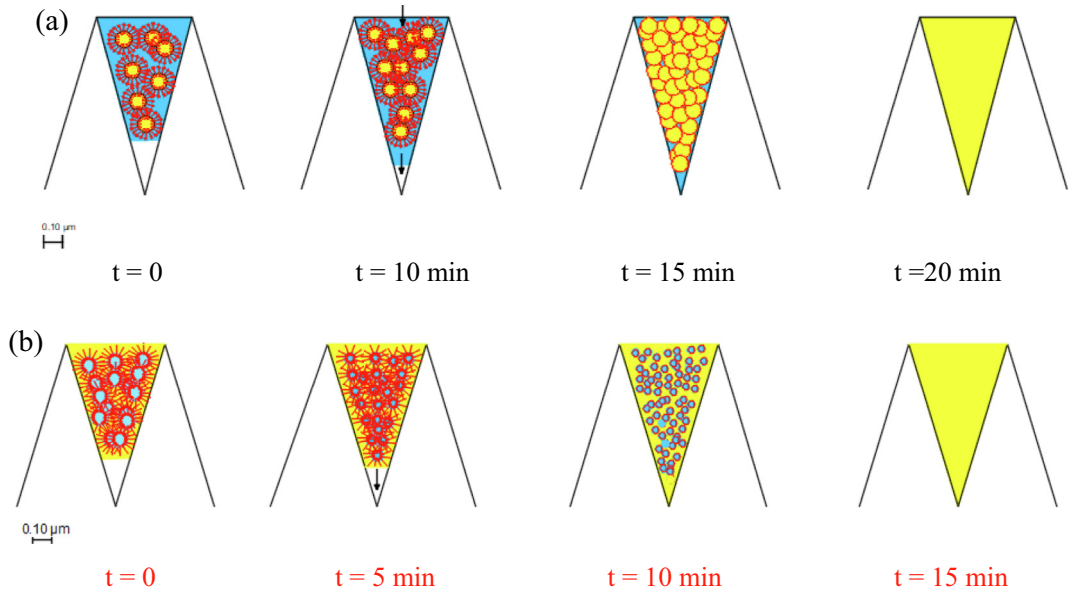


Fig. 13. Schematic evolution of (a) DVE and (b) IME emulsion films towards Wenzel state [21].

faster. In both cases, despite a lower weight, the consequence of this configuration is the formation of an oily film, more resistant to the contact with the concrete.

6. Conclusion

Emulsions exhibit a set of specific physicochemical properties. Their spraying on a formwork surface is followed by a water evaporation phase, along with the oily phase organization, leading to the formation of a rather thin oil film. The water evaporation profile indicated that the latency period may vary from 6 to 15 min, which is in agreement with the time period mentioned by the manufacturers. The film micrographs (20 min after spraying the emulsion) showed that the film formed as the oil droplets merge displayed a homogeneous distribution of oil on the formwork. Furthermore, the emulsions demonstrated a tribological behaviour similar to that of the conventional oils, i.e. resulting in a significant stress reduction. The formation of the lipophilic film as the aqueous phase evaporated is most likely related to micelle migration into the formwork roughness. This process helps improve the lubricating effect between concrete and formwork, as the oil film is reconfigured by interacting with the formwork roughness and do not need to be scrapped. The use of emulsions as a formwork release agent represents an efficient alternative to combine technical performance with a lower content of active ingredients. Vegetable formulations remain more effective compared to mineral formulations. They should continue to develop on worksites over the near term. Other tests could bring further data about the appearance of concrete facings demoulded with emulsions, or by involving other techniques (CPF film, wood formwork, ...).

CRediT authorship contribution statement

L. Libessart: Conceptualization, Data curation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Supervision, Validation, Visualization, Writing - original draft, Writing - review & editing. **C. Djelal**: Conceptualization, Formal analysis, Funding acquisition, Investigation, Methodology, Project administration, Validation, Visualization, Writing - review & editing. **P. de Caro**: Formal analysis, Methodology, Writing - review & editing. **I. Laiymani**: Data curation, Investigation, Resources.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

References

[1] N. Goudjil, C. Djelal, Y. Vanhove, H. Kada, N. Heloun, Impact of temperature on the demoulding of concrete elements with a polarization process, Constr. Build. Mater. 54 (2014) 402–412.
[2] N. Spitz, N. Coniglio, M. El Mansori, A. Montagne, S. Mezghani, On functional signatures of bare and coated formwork skin surfaces, Constr. Build. Mater. 189 (2018) 560–567.
[3] S. Kothandaraman, S. Kandasamy, The effect of controlled permeable formwork (CPF) liner on the surface quality of concretes, Cem. Concr. Comp. 76 (2017) 48–56.
[4] C. Djelal, P. De Caro, L. Libessart, I. Dubois, Comprehension of demoulding mechanisms at the formwork/oil/concrete interface, Mater. Struct. 41 (2008) 571–581.
[5] Syndicat national des adjuvants pour bétons et mortiers (SYNAD) (2014) Classification Synad des agents de démoulage.
[6] L. Libessart, C. Djelal, P. De Caro, Influence of the type of release oil on steel formwork corrosion and facing aesthetics, Constr. Build. Mater. 68 (2014) 391–401.
[7] Liu, Yang, Xie, Factors influencing bugholes on concrete surface analyzed by image processing technology, Constr. Build. Mater. 153 (2017) 897–907.
[8] F.M. Leon-Martinez, E.F. Abad-Zarate, L. Lagunez-Rivera, P.F.de J. Cano-Barrita, Laboratory and field performance of biodegradable release agents for hydraulic concrete, Mater. Struct. 49 (2016) 2731–2748.
[9] F.Y. Ushikubo, R.L. Cunha, Stability mechanisms of liquid water-in-oil emulsions, Food Hydrol. 34 (2014) 145–153.
[10] M. Fingas, B. Fieldhouse, Studies of the formation process of water-in-oil emulsions, Mar. Pollut. Bull. 47 (2013) 369–396.
[11] L. Libessart, P. de Caro, C. Djelal, I. Dubois, Correlation between adhesion energy of release agents on the formwork and demoulding performances, Constr. Build. Mater. 76 (2015) 130–139.
[12] J. Chappuis, J.-M. Georges, Contribution to study of wetting - analysis of a measuring method, J. Chim. Phys. Phys. Chim. Biol. 71 (1974) 567–575.
[13] W.A. Zisman, Relation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution. Advances in chemistry, Am. Chem. Soc. (1964) 1–51.
[14] L. Libessart, C. Djelal, P. De Caro, Y. Vanhove. Influence de l'énergie d'adhésion des huiles de démoulage sur le frottement du béton. 26ème Journées Internationales Francophones de Tribologie, Mulhouse, France, Presse des Mines, (2014), pp189–197.
[15] P. de Caro, C. Djelal, L. Libessart, I. Dubois, Influence of the nature of the demoulding agent on the properties of the formwork–concrete interface, Mag. Concr. Res. 59 (2007) 141–149.
[16] C. Djelal, Y. Vanhove, D. Chambellan, P. Brisset, Influence of the thickness of demoulding oils on the aesthetic quality of facings, Mater. Struct. 43 (2010) 687–698.
[17] G. Gutiérrez, J.M. Benito, J. Coca, Pazos, Evaporation of aqueous dispersed systems and concentrated emulsions formulated with non-ionic surfactants, Int. J. Heat Mass Trans. 69 (2014) 117–128.
[18] N.J. Gardener, Pressure of concrete on formwork, ACI J. (1985) 744–753.
[19] A. Lafuma, D. Quéré, Superhydrophobic states, Nat. Mater. 2 (2003) 457–460.
[20] J. Lee, S.-H. Hwang, S.-S. Yoon, D.-Y. Khang, Evaporation characteristics of water droplets in Cassie, Wenzel, and mixed states on super hydrophobic pillared Si surface, Colloids Surf. A: Phys. Eng. Asp. 562 (2019) 304–309.
[21] E. Bormashenko, Progress in understanding wetting transitions on rough surfaces, Adv. Colloids Interface Sci. 222 (2015) 92–105.
[22] E. Bormashenko, Apparent contact angles for reactive wetting of smooth, rough, and heterogeneous surfaces calculated from the variational principles, J. Colloids Interface Sci. 537 (2019) 597–603.

Annexe 4

Cette annexe présente les articles :

(G) Tchamo Leussa, C.C., Libessart, L., Djelal, C. et al., "Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide", *Scientific Reports* Vol. 10, https ://doi.org/10.1038/s41598-020-70146-3, 2020

(H) Page J., Libessart L., Djelal C., Gonon M., Laiymani I., **"Feasibility of Using Biomass Fly Ash in Cementitious Materials"**, *1st International Conference on Smart Materials for Sustainable Construction—SMASCO 2019*, Luleå, Sweden, 10–12 December 2019

Ces articles illustrent les apports faits sur la valorisation des éco-matériaux et leur intégration dans les matrice cimentaires.

Mots clefs : Activité pouzzolanique (G), Argile (G), Biomasse (H), Cendres volantes (H), Compression (G, H), Demande en eau (H), DRX (G, H), Hydroxyde d'aluminium (H), MEB (G, H), Mortiers (G), Pâte de ciment (H).

SCIENTIFIC REPORTS
nature research

Check for updates

OPEN

Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide

Claudia Charlotte Tchamo Leussa[1,2], Laurent Libessart[1], Chafika Djelal[1], Chantale Njiomou Djangang[2]✉ & Antoine Elimbi[2]

The addition of 10 wt% aluminum hydroxide to two crude kaolinitic clays, a commercial and a natural freshly mined one, has enhanced their pozzolanic activity, more substantially in the natural sample containing gibbsite. The obtained blends were used as replacement of 20 wt% of Portland cement in the formulations of pastes and mortars which exhibited significant decrease of setting time and increase of compressive strength from early age to 28 days. Also, SEM/EDX analyses showed very heterogeneous structures with hydrated phases identified from XRD. Specific interpretation of the role played by aluminum hydroxide revealed its aptitude to promote the formation of metastable hydrated phases (CAH_{10}/C_2AH_8) at early age, which temporally inhibited the hydration of cement. This progressive transformation led to the formation of more stable hydrated phases such as C–A–S–H which favored the increase of mechanical strength of the specimens. The sequence of transformation reactions is fully obtained with limited aluminum hydroxide content in clays. Either added as synthetic or naturally occurring in clays, aluminum hydroxide has close role in the strengthening process of cement. Hence, kaolinitic clays that naturally contain gibbsite are suggested as suitable supplementary cementitious material for partial replacement of cement.

Home ownership is fundamental to man's sense of identity and his commitment to civil society. The use of natural resources to produce low cost construction materials is a cost-effective and sustainable solution to the acute shortage of adequate shelter especially in developing countries where lack of safe, decent and affordable housing is among the greatest impediments to self-fulfillment. In addition to address housing problems, the exploitation of raw minerals is fundamental for socio-economic development. In Cameroon, many studies have identified exploitable kaolinitic clay deposits that are however scarcely used by cement industries[1,2].

In general, the pozzolanic activity of raw clay materials is limited due to some peculiarities such as particles size, Si/Al molar ratio, lime/pozzolana ratio, water to binder ratio, specific surface area or curing conditions. From chemical and mineral points of view, natural clays contain essentially silica and alumina bounded together by strong chemical bonds that do not easily intervene in reactions such as hydration sequences of the cement phases (C_3S, C_2S, C_4AF and C_3A) responsible for mechanical strength[3,4]. Heat treatment is among the alternative methods used to efficiently activate clays to a structure where constitutive phases (silica and alumina) can be easily involved in reactions both at fresh and hardened states of mortars and concretes. From previous studies, the range of 500 – 800 °C constitutes the optimum temperatures that transform kaolinitic clay and aluminum hydroxide into amorphous reactive phases[5–13]. Continuous concern to reduce energy consumption in cement industry led to numerous investigations among which are the effect of mechanical activation and the role of some non-clayed phases in raw clays such as gibbsite in the improvement of pozzolanic activity at ambient or lower calcination temperatures[4,8,14]. On this line, the presence of gibbsite in raw kaolinitic clay can lead to high pozzolanic activity and to simultaneous formation of both C–S–H (Calcium Silicate Hydrate) and C–A–S–H (Calcium Aluminum Silicate Hydrate) phases, which promote good mechanical strength. Additionally, the satisfactory pozzolanic activity of amorphous aluminum was reported[15]. From these references, the improvement of the pozzolanicity using aluminum hydroxide to optimize kaolinitic clay properties known already as potential supplementary cementitious materials is feasible. Furthermore, since explanation on the correlation between pozzolanic activity and mechanical strength through these mineral resources is not clarified enough in literature, and/or the use of clays as supplementary cementitious material requires prior activation, all further investigations are beneficial to respond to the societal need of reducing CO_2 emissions[4,16]. Accordingly, the present study addresses the use of kaolinitic clays in cement production in the context of saving natural resources and reducing CO_2 emissions.

[1]Laboratoire de Génie Civil Et géo-Environnement (LGCgE), Université D'Artois ULR 4515, F-62400 Béthune, France. [2]Laboratory of Applied Inorganic Chemistry, University of Yaounde I, POB 812, Yaounde, Cameroon. ✉email: djangangc@yahoo.fr

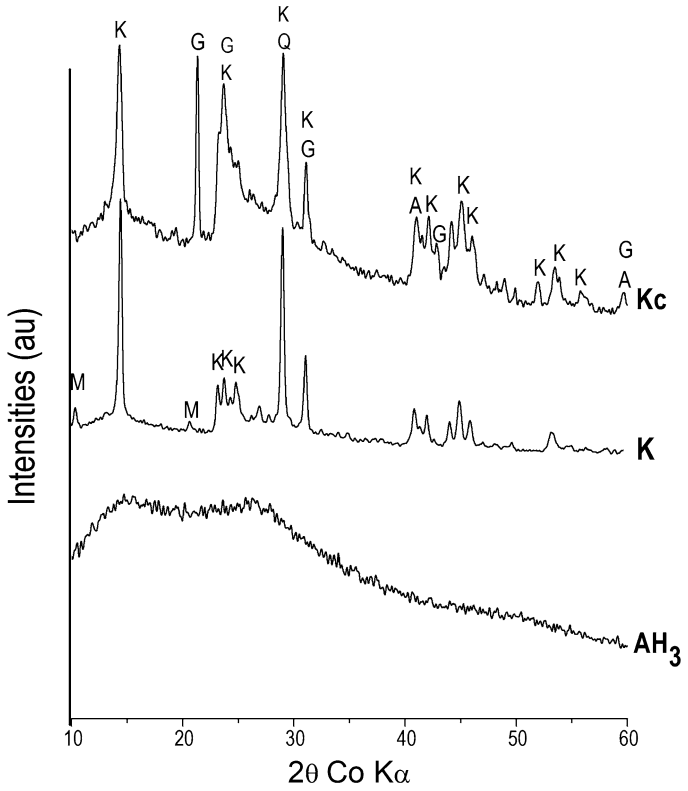


Figure 1. X-Ray Diffraction patterns of starting materials K, Kc and AH_3; K: Kaolinite; A: Anatase; Q: Quartz; G: Gibbsite; and M: Muscovite.

It assesses the effect of amorphous aluminum hydroxide mixed with kaolinitic clays on the strength of pastes/mortars. For this purpose, amorphous aluminum hydroxide was mixed at 10 wt% to two kaolinitic clay materials in order to obtain blends that were used to replace 20 wt% of Portland cement. The pozzolanic activity of the starting kaolinitic clay powders along with their aforementioned mixtures was investigated using the Chapelle test, X-ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy to evaluate the formation of hydrated phases. In addition, setting time of pastes was measured as well as compressive strength and strength activity index of mortars.

Methods

Materials sampling and characterisation. Aluminum hydroxide (AH_3), from Sigma Aldrich (France), was used in addition to two crude kaolinitic clays, one from CERADEL (France) denoted as K and used as received while the other which was quarried in the South Region of Cameroon was wet-sieved < 20 µm and the residue was dried at 105 °C until constant mass to get powder named as Kc. The specific surface area of K, Kc and AH_3 was measured using the BET method. Chemical composition of AH_3 was provided by its supplier, Sigma Aldrich, while those of K and Kc were determined by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy using a Perkin Elmer Spectrometer (Optima 7,000 DV ICP-OES). Structural phases were determined by X-Ray Diffraction using a Siemens D 5,000 diffractometer featuring a Bragg–Brentano assembly with a back graphite monochromator with cobalt Kα 1 radiation (~ 1.78 Å). From the diffractograms obtained (Fig. 1), the crystallinity of kaolinite was determined by calculating the Hinckley index which is the ratio of the sum of the heights of the reflexions $(1\bar{1}0)$ and $(1\bar{1}1)$ measured from the inter-peaks background and the height of the $(1\bar{1}0)$ peak measured from the overall background (Fig. 2)[8]. In addition, thermogravimetric analyses (TG) were performed on the two clays using a NETZSCH STA 409 instrument under 75 L min^{-1} air flux with temperature rise of 5 °C min^{-1} (Fig. 3). The semi-quantitative phase composition of the clays was obtained by combining XRD, TG and chemical data[14]. The Portland cement (CEM I 52.5 N CP2) made of 97 wt% of clinker and 3 wt% of gypsum was used, its chemical and mineralogical compositions provided are given in Table 1. Sand from Seine River (France) was also used[17] and its physical properties (Table 1) were calculated from its granulometric analysis done by dry sieving, using a set of sieves. Those are coefficient of uniformity (Cu) = D_{60}/D_{10}, coefficient of curvature (Cc) = $D_{30}^2/D_{10} \times D_{60}$ (where D_{60}, D_{30} and D_{10} are particle diameters at 60%, 30% and 10% of passing respectively)[21] as well as the fineness modulus and sand equivalent which were respectively determined according to ASTM C33 (1999) and ASTM D2419-95 Standards (1998).

Preliminary tests with addition of 10 and 20 wt% of amorphous aluminium hydroxide (AH_3) in the clays (K and Kc) demonstrated the decrease of mechanical strength for the case of 20 wt%. Thus, 10 wt% of AH_3 was added to K and Kc to obtain powders labelled as K_{10} and Kc_{10} respectively. The pozzolanic activity of K, Kc, K_{10} and Kc_{10} was assessed by the modified Chapelle test according to NF P 18–513 Standard[18] which is based on

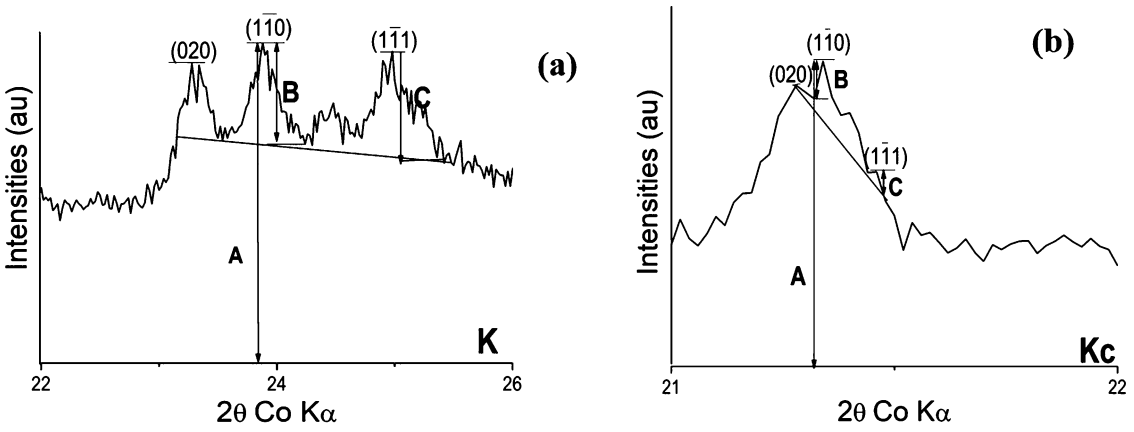


Figure 2. Determination of Hinckley index of (**a**) K, (**b**) Kc.

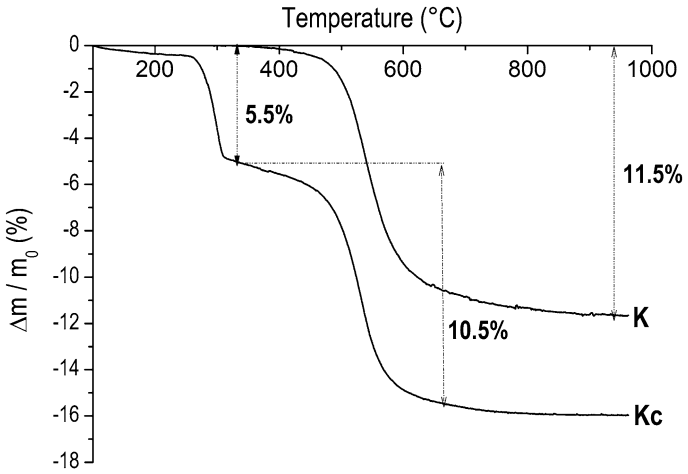


Figure 3. TG curves of K and Kc.

the definition of pozzolanic material as the one capable of binding to portlandite ($Ca(OH)_2$) in aqueous solution. For this text, 2 g of CaO were mixed with 1 g of each material (K, Kc, K_{10} and Kc_{10}) respectively in 250 mL of distilled CO_2-free water to form solutions of hydrated lime or portlandite. Each mixture was then stirred at 90 ± 5 °C under reflux for 16 h in a 500 mL balloon flask and then allowed to cool to room temperature before filtrating. From the filtrate, the remaining unreacted portlandite was extracted with saccharose and titrated by a 0.1 N hydrochloric acid solution according to equation (Eq. 1)[18,19], each value considered being the average of three test results made under the same conditions. On the other hand, the precipitated products of reactions with K, Kc, K_{10} and Kc_{10}, denoted as K′, Kc′, K_{10}′ and Kc_{10}′ respectively, were analyzed by XRD to identify constitutive phases. A blank experiment was carried out similarly without the materials under study for comparison[18].

$$CaO\ (lime)_{aqueous} + 2HCl_{aqueous} \rightarrow CaCl_{aqueous} + H_2O \quad (1)$$

Pastes and mortars formulations. Considering the previous studies which indicated 20 wt% as the optimum value of cement substitution by metakaolin[7,20], pastes and mortars were designed using cement in which 20 wt% was replaced by K_{10} and Kc_{10} (Table 2). For each paste, the water to binder (W/B) mass ratio was 0.39, the value corresponding to the normal consistency of 0.6 ± 0.1 cm given on the Vicat apparatus and used as required by the EN F 196–3 Standard along with that of the control paste (Pc) (with only cement as binder) was 0.25. These pastes were characterized by the measurement of the setting time using the Vicat apparatus according to EN F 196–3 Standard, both at the normal orientation and at the reverse frame; the measurement was repeated three times to have average of results as retained value. Mortars were obtained by adding 1,350 g of sand to each paste in mass ratio of binder to sand (B/S) of 1/3 as indicated by the EN F 196–1 Standard. The good workability, that is the ease and homogeneity with which the fresh blend of starting materials can be mixed, placed, consolidated and finished according to the EN F 196–1 Standard was obtained after many trials for the determination of the value of W/B mass ratio and 0.55, was finally retained for its satisfactory fulfilment. Then, fresh mortars were shaped into parallelepiped test specimens of 4 × 4 × 16 cm^3 in a metallic mould then vibrated for 15 s on

Oxides (% wt)	Portland cement CEM I 52.5 N	Commercial Kaolinite (K)	Cameroonian Kaolinite (Kc)	Amorphous aluminum Hydroxide (AH_3)	Sand
Chemical composition					
Al_2O_3	3.3	37.1	40.1	98.2	
SiO_2	20.1	59.0	38.0	–	
K_2O	3.0	2.5	0.2	–	
Fe_2O_3	5.2	1.5	0.7	–	
CaO	64.1	–	0.1	–	
TiO_2	–	–	1.1	–	
Na_2O	0.3	–	0.0	1.8	
MgO	0.8	–	0.1	–	
SO_3	3.0	–	0.0	–	
PF	1.8	13.5	18.8	–	
Semi-quantitative mineralogical characteristics					
Kaolinite	–	67.0	75.3	–	
Gibbsite	–	–	15.9	–	
Muscovite	–	21.3	–	–	
C_3A	8.6	–	–	–	
C_3S	61.0	–	–	–	
C_4AF	11.1	–	–	–	
Physical characteristics					
Specific surface (m^2/g)	–	13.5	17.0	51.0	–
Density (g/mL)	3.1	2.5	2.4	2.4	2.6
Fineness modulus (FM)					2.2
Coefficient of uniformity (Cu)					1.9
Coefficient of curvature (Cc)					1.0
Sand equivalent %					97.2
Class index					0/4

Table 1. Chemical, physical and semi-quantitative mineralogical characteristics of starting materials.

Formulations	Cement (%)	Binder/sand (B/S)	Clay mixtures (%)		Water/binder (W/B)
			K_{10}	Kc_{10}	
Pastes					
PC	100	–	–	–	0.25
PK_{10}	80	–	20	–	0.39
PKc_{10}	80	–	–	20	0.39
Mortars					
Mc	100	1/3	–	–	0.55
MK_{10}	80	1/3	20	–	0.55
MKc_{10}	80	1/3	–	20	0.55

Table 2. Pastes and mortars formulations.

an electrical vibrating table (M & O. type 202, N° 106) in order to remove entrapped air bubbles before storing under a plastic film in a wardrobe at 100% humidity at 20 °C until 3, 7 or 28 days respectively. Control mortar (Mc) was also designed with only cement as binder for comparison. Compressive strength was measured on test specimens using an electrohydraulic press, type ENERPAC 3R according to NF EN 1,015–11 Standard, the result presented was the average of six tests considered at a particular age. The strength activity index, Ic was calculated according to Eq. (2),

$$I_c = \frac{R_c}{R_{c(control)}} \times 100 \quad (2)$$

where Rc is the compressive strength of the mortars, and $Rc_{(control)}$ the compressive strength of the control mortar respectively.

X-Ray Diffraction (XRD) was performed on powders of mortar specimens aged 28 days while their broken pieces were etched in resin, polished and coated with the gold film before being analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM/EDX) with JSM 5,900 LV mode apparatus.

Results and discussion

Characteristics of starting materials. The chemical and the physical properties of starting materials are given in Table 1 whereas their structural phases are presented in Figs. 1 and 3 respectively. The sums of mass percentage (% Al_2O_3 + % SiO_2 + % Fe_2O_3) are 97.6% (K) and 78.8% (Kc), both are greater than 70%, proving that the two clays fit one of the main three conditions for pozzolanic materials along with the strength activity index and the amount of amorphous phase[22] according to the Standard ASTM C618. Specific surface area (SSA) is 51.0 m^2/g for AH_3, 17.0 m^2/g for Kc and 13.5 m^2/g for K, which indicated that AH_3 is the most reactive material, followed by Kc and then K. This behavior is normal for AH_3 since it is in the amorphous state and has easy solubility enabling the mobility of ionic species[18]. XRD patterns confirmed the amorphous state of AH_3 displaying a large amorphous halo between 2 theta = 20 and 30°[18,23]. Comparatively, XRD patterns of the two clays showed characteristic peaks of crystalline phases, which are mainly kaolinite and quartz, but also muscovite in K and gibbsite in Kc. The 4 characteristic peaks of kaolinite in K between 2 theta = 20° and 30°, are well shaped proving its good crystallinity whereas in Kc, a small amorphous halo is observed characterising its poor crystallinity[8,20]. Accordingly, the Hinckley index (HI) obtained is 0.8 for K and 0.2 for Kc which confirmed the more crystallinity of kaolinite in K than that in Kc. The crystallinity of the kaolinite in Kc may has been affected by the presence of associated gibbsite which has a peculiarity to decrease the crystallinity of kaolinite according to some authors[8,24] who described a competitive phenomenon during the geological formation of the two minerals.

Furthermore, the occurrence of gibbsite in Kc is associated with a high amount of Al_2O_3 (40.10 wt%). These results are confirmed by TG analyses (Fig. 3), which exhibit the mass loss of 5.5% due to the decomposition of gibbsite around 300–350 °C in Kc and the characteristic mass loss connected to kaolinite between 400 and 700 °C which is 11.5% for K and 10.5% for Kc. From the combination of mass loss values for diverse decompositions and chemical compositions, the semi quantitative mineralogical composition of the two clays was obtained (Table 1).

Effect of amorphous aluminum hydroxide on the pozzolanic activity of clays. The chemical reaction between portlandite ($Ca(OH)_2$) and aluminosilicates in aqueous solution is called pozzolanic reaction. It is always slow and leads to the formation of calcium-silicate-hydrates (C–S–H) and calcium-aluminates/silcates-hydrates (C–A–H/C–A–S–H) which are among the various compounds that possess cementing properties (Eq. 3)[25–27].

$$\mathrm{CH\ (portlandite) + AS\ (\textit{aluminosilicate}) + H_2O\ (\textit{water}) \rightarrow\ C-S-H + C-A-H/C-A-S-H} \quad (3)$$

The dashes indicate that no particular composition is implies[27]. C–S–H is commonly known as amorphous or poorly crystalline calcium silicate hydrate while calcium aluminates/silicates hydrates are usually of high crystallinity. In this generic reaction, the "aluminosilicate", is acting as pozzolan and can correspond to kaolinite ($2SiO_2{\cdot}Al_2O_3{\cdot}2\ H_2O$), alumina ($Al_2O_3$), silica ($SiO_2$), according to the chemical composition of the starting materials (Table 1), which are kaolinitic clays (K and Kc) and aluminum hydroxide (AH_3). The possible end-products (Eqs. 3–4) formed with lime can hence be calcium silica hydrates on its amorphous state or on its crystalline phase (tobermorites). The formation of tobermorites is favored by SiO_2 and heat treatment; they are the main strength-contributing components of the pozzolanic behavior, responsible of both strength and dimensional stability.

$$\begin{aligned}&\mathrm{Ca(OH)_2\ (\textit{portlandite}) + 2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O\ (\textit{kaolinite}) + H_2O\ (\textit{water})}\\ &\quad\rightarrow \mathrm{CaO - SiO_2 - H_2O\ (C-S-H)/CaO - Al_2O_3 - SiO_2 - H_2O\ (C-A-S-H)}\end{aligned} \quad (4)$$

$$\mathrm{Ca(OH)_2\ (\textit{portlandite}) + SiO_2\ (\textit{silica}) + H_2O\ (water) \rightarrow Ca - SiO_2 - H_2O\ (C-S-H)} \quad (5)$$

The low amount of portlandite that remained after the reaction indicates the high pozzolanic activity of the studied sample. This is in agreement with Fig. 4 which presented the increase of pozzolanic activity of the two clays (K and Kc) with addition of 10 wt% of AH_3 (from 535.0 to 724.7 mg of $Ca(OH)_2$ /g in K and from 590.5 to 1,121.0 mg of $Ca(OH)_2$ /g in Kc respectively), making the two clays fulfilling pozzolanic materials requirement according to NF P 18–513 Standard. As regard the improvement of pozzolanic activity of the two clays by addition of the same amount of 10 wt% of AH_3, the increase is almost double in Kc, reaching 1,121.0 mg of $Ca(OH)_2$/g, which is close to that of some Highly Reactive Metakaolins (1,500 mg of $Ca(OH)_2$/g)[18]. Almost the same propensity is observed on the strength activity index of the clays alone and of those of mixtures of clays with aluminum hydroxide (Fig. 5). It can be seen that the strength activity index of the commercial clay K is lesser than that required for pozzolanic material, whereas that of Kc, which naturally contains gibbsite, is above the limit line. Finally, the addition of synthetic aluminum hydroxide (AH_3) in the two clays led K into the sound zone (Fig. 4) and its activity index is even a bit greater than that of Kc according to ASTM C618 Standard[16,22]. This suggests the existence of a highest amount where aluminum hydroxide positively impacts the pozzolanic activity. Also, the strength activity index is a measurement of pozzolanic activity of materials aged 28 days, i.e. it measures the change of physical and mechanical properties in relation to the pozzolanic reaction. The decrease of the main peak intensity of gibbsite on XRD patterns of Chapelle test products (Fig. 6), which was evaluated at 90.8% from Kc to Kc' and 96.5% from Kc to Kc_{10}', confirms that the initial gibbsite in Kc has also reacted with portlandite. This may be due to its possible low crystallinity as natural phase associated to kaolinite along with the amorphous aluminum hydroxide, which acted as an accelerator. Additionally, the Hinckley index (HI) of kaolinite in K' evaluated at 1.6, seemed to have same value as in K_{10}', whereas HI increased from 0.6 in Kc' to 1.9

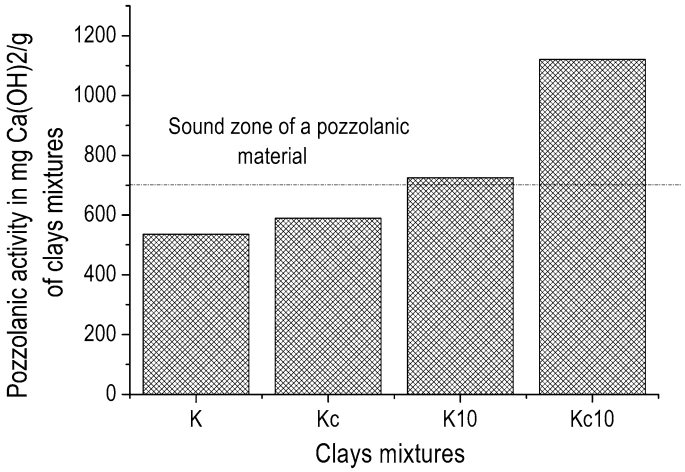


Figure 4. Pozzolanic activity by Chapelle test of clays (K and Kc) and of mixtures clays—10 wt% amorphous aluminum hydroxide (K_{10} and Kc_{10}).

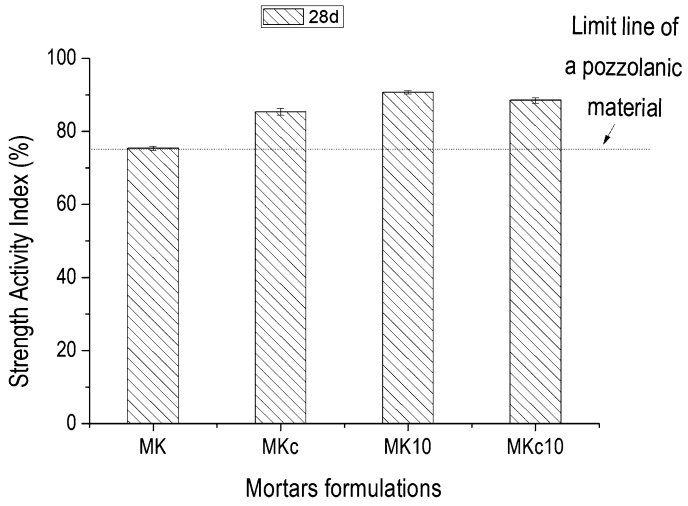


Figure 5. Strength activity index of mortars.

in Kc_{10}′ indicating that the addition of AH_3 has no effect on the amount of amorphous phase in K. Conversely in Kc, it contributed considerably to consume the amorphous phase which led to the increase of the crystallinity of the kaolinite in Kc.

Setting time of pastes. Figure 7 indicates the initial and final setting times of pastes which are respectively 150 and 210 min for control paste (PC), 40 and 80 min for PK_{10} and then 16 and 26 min in PKc_{10}. It can be observed a rapid setting of the pastes with the addition of 10 wt% of amorphous aluminum hydroxide compared to the control paste. Once more, the role of amorphous aluminum hydroxide is highlighted as a material that generally affects the setting time[28]. It can also be stated that the amount of acting oxide (alumina) is a factor to be considered in the setting process. In fact, the amount of this oxide is greater in Kc due the presence of gibbsite and the effect is evident when considering the difference between setting time of PK_{10} and that of PKc_{10}. This result could be connected to the value of the specific surface area (SSA) which is 51.0 m^2/g for AH_3, 17.0 m^2/g for Kc and 13.5 m^2/g for K, hence the higher the value of specific surface area, the lower the setting time. From the low values obtained for setting time, it is obvious that PKc_{10} and PK_{10} are suitable for manufacturing masonry blocks via extrusion or vibro-compaction process[29,30].

Mechanical strength of mortars. The variation of compressive strength with the age of the designed mortars (Mc, MK_{10} and MKc_{10}) is shown in Fig. 8. The control mortar (Mc) specimens displayed highest values at all ages: 33.2 MPa (3 days), 36.3 MPa (7 days) and 41.0 MPa (28 days). Those of MK_{10} were 17.9 MPa (3 days), 22.4 MPa (7 days) and finally 37.1 MPa (28 days) whereas those of MKc_{10} were 23.9 MPa (3 days), 27.5 MPa (7 days) and finally 36 MPa (28 days). It can be observed that the compressive strength development was initially

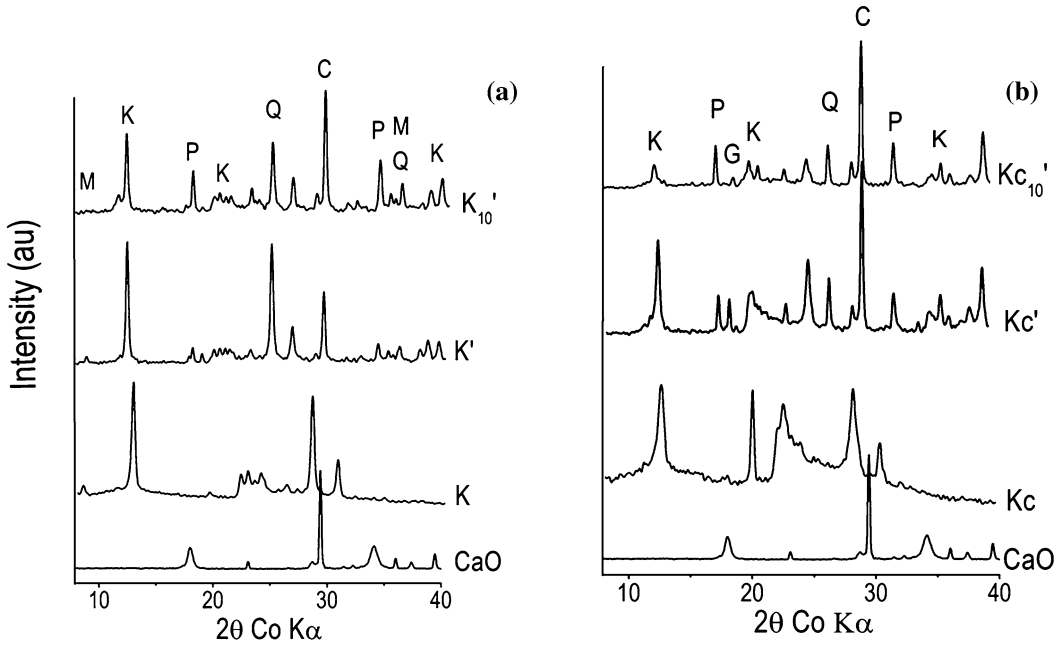


Figure 6. XRD patterns of materials before and after the Chapelle test: (**a**) CaO, K, K' and K_{10}'; (**b**) CaO, Kc, Kc' and Kc_{10}' for which K: Kaolinite; Q: Quartz; C: calcite; M: Muscovite, G: Gibbsite and P: Portlandite.

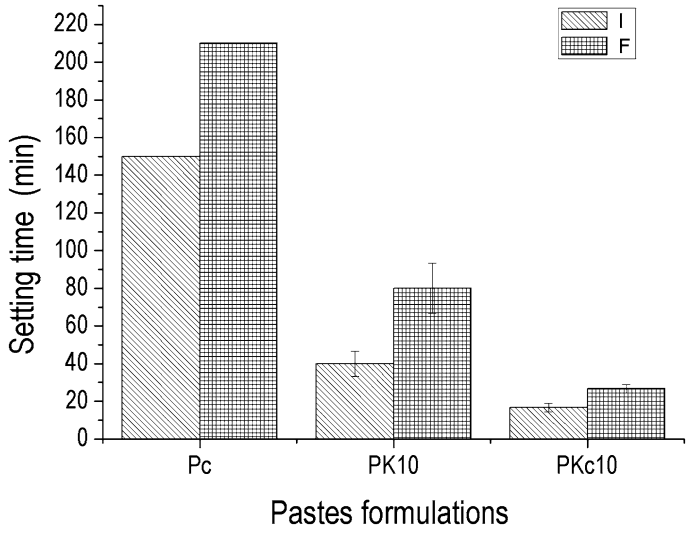


Figure 7. Setting time of different pastes, I: Initial setting time and F: Final setting time.

low at early ages and then significantly increased with time. It is well known that the hardening of the cement paste refers to the presence of hydrated phases. In the case of rapid setting time as observed in PK_{10} and PKc_{10} (Fig. 7), in addition to the formation of ettringite, the system undergoes instable and disorder structures of hydrated aluminosilcates (Eqs. 6–9) which is characterized by low mechanical strength as obtained for specimens aged 3 and 7 days[15,20,31,32].

$$2Al(OH)_3\ (\textit{aluminum hydroxide}) + 3Ca(OH)_2(\textit{portlandite}) + 3(CaSO_4 \cdot 2H_2O)\ (\textit{Gypse}) + 20H_2O\ (\textit{water}) \rightarrow 3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O \cdot (\textit{ettringite}) \quad (6)$$

$$(CaO,\ Al_2O_3) + H_2O \rightarrow CAH_{10} + C_2AH_8\ (\textit{Cement hydrates}) \quad (7)$$

$$CAH_{10} + \text{Alumina gel} \rightarrow C_3AH_6 + AH_3 \quad (8)$$

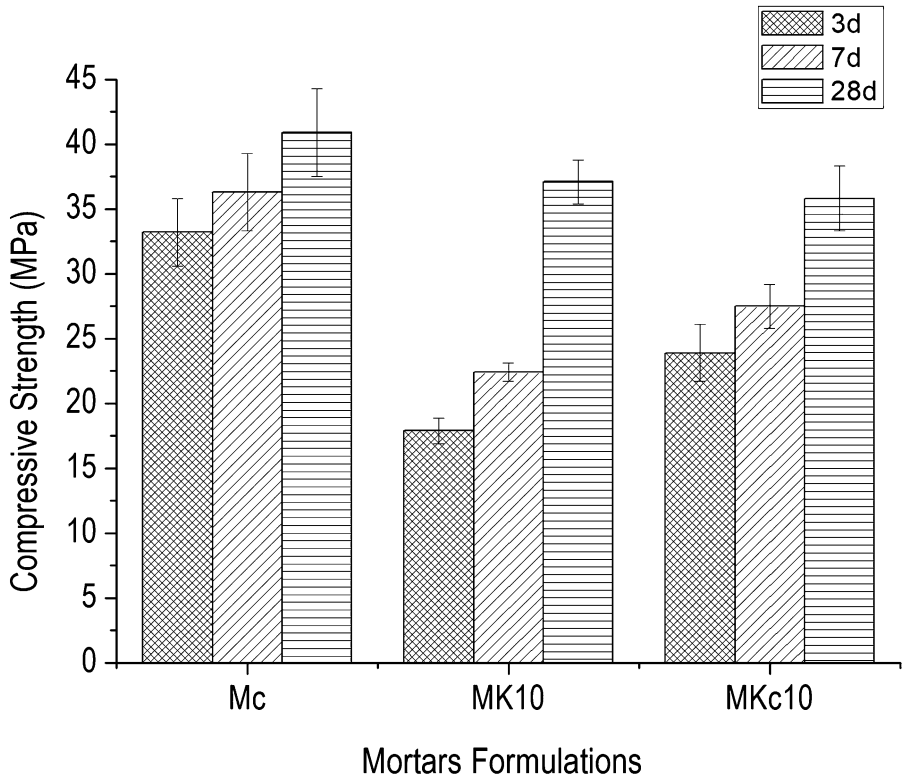


Figure 8. Compressive strength of mortars as function of age.

$$C_2AH_8 + \text{Alumina gel} \rightarrow C_3AH_6 + AH_3 \quad (9)$$

Furthermore, as the hydration proceeds, the initially formed metastable hydrated phases (CAH_{10} and C_2AH_8) are transformed into more stable ones such as C_3AH_6 with water (Eqs. 6–9). Thus, rapid setting time and formation of metastable phases due to the presence of amorphous aluminum hydroxide limited the cement grains from interacting with the surrounding water molecules. The impending access of water molecules to the surface of cement grains remained until the exhaustion of aluminum compound. This allowed the normal transformation mechanism of cement to more stable binder phases, which controlled the final mechanical strength. The aluminum compound also favoured the hardening, which attains a steady state at a limited amount[15,20,32]. Accordingly, in the formulation MK_{10}, it can be suggested that the added aluminum hydroxide had, however, been involved in the process, therefore the contribution of gibbsite must also be considered. In accordance with this observation, the low values of compressive strength obtained at 3 and 7 days respectively in MK_{10} and MKc_{10} are contiguous to the presence of temporal phases as mentioned above and their presence can only be a source of insubstantial toughness or supplementary internal stress which favours low mechanical strength. Conversely, for specimens aged 28 days, the prevalence of more stable phases is effective and this leads to the higher values of mechanical strength. If the amount of amorphous aluminum hydroxide is a restrictive factor to the increase of mechanical strength, this is different with the pozzolanic activity which increases with the amount of aluminum compounds. Costa and Massazza[33] showed that the pozzolanic reaction with lime depends on the specific surface area of the material at early ages. At later age, it depends more on the content of reactive compounds.

Structural and microstructural characteristics of mortars. XRD patterns of all mortars, MK_{10} and MKc_{10}, (Fig. 9) show the presence of ettringite ($C_6AS_3H_{32}$) as the main hydrated cement phase, and residual portlandite ($Ca(OH)_2$) and quartz (SiO_2) from sand. Considering that ettringite, a beneficial component of the cement system with an important role in the control of setting, is often formed preferably in the presence of alumina instead of its pair tobermorite whose formation is favored in presence of silica and high temperature process, the obtained result is therefore in accordance with the effective impact of amorphous aluminum hydroxide (AH_3) in the mixture[25,26,34]. On the other hand, differences related to the intensity of peaks (Fig. 9) showed that their height is more or less high in accordance with the relative prevalence of respective concerned phases. The halo, which is observed at 10—20° (2θ), refers to the occurrence of amorphous phases[35,36]. As for the crystalline phases, slight dissimilarities can be seen with regard to the height of halo which is comparatively the same

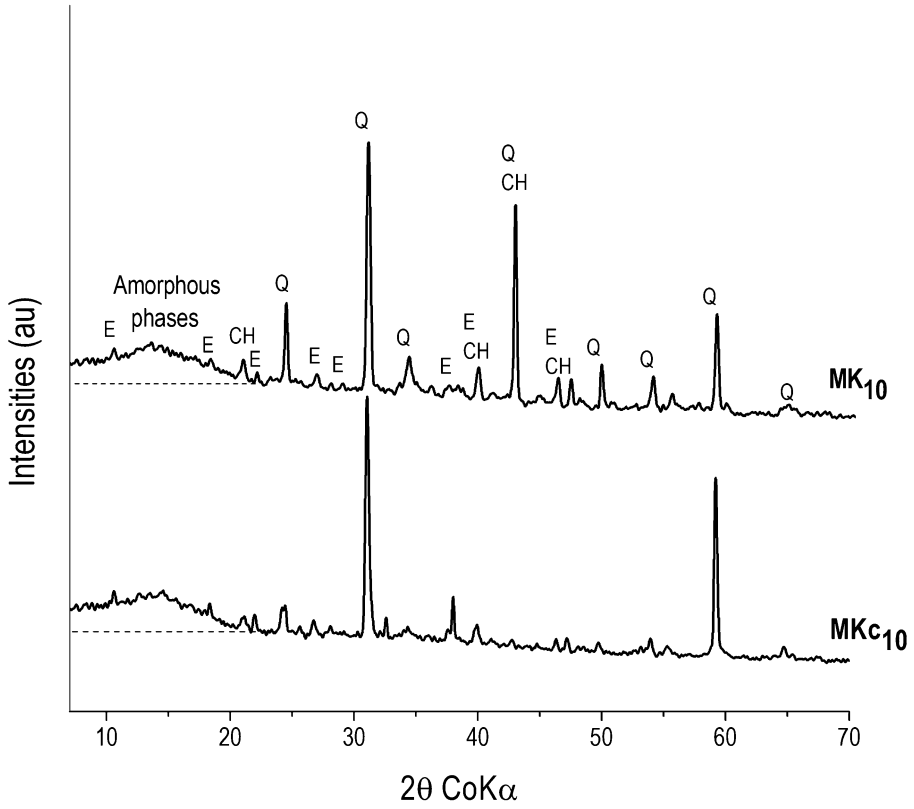


Figure 9. XRD patterns of MK10 and MKc10: CH (Portlandite), E (Ettringite), and Q (Quartz).

in MK_{10} and MKc_{10}. In fact, the height of the halo is proportional to the amount of amorphous phases present in the system[37]. These amorphous phases are shown on SEM images (Fig. 10) and are specified by EDX curve from matrix zones as C–A–S–H and C–S–H[38,39]. It can then be concluded that the addition of 10 wt% of AH_3 increased the formation of hydrated phases. All the SEM images of the mortars displayed a clear heterogeneous character. The background that was taken as matrix zone is constituted of the above mentioned amorphous phases. Within this matrix are erratically distributed large grains of sand and fine grains of crystalline hydrated phases which are identified on XRD patterns (Fig. 9). The overall microstructure highlights a compact tridimensional network where the matrix formed by amorphous phase gel is acting as a binder of aggregate grains along with other crystalline phases. In the network of the structure, the role of amorphous phases is mainly to control the strengthening of the mortars and their predominance is advantageous for mechanical strength of the mortars[23]. Accordingly, a slight relationship, even if not accurate at all, can be established between the obtained compressive strength of mortars and the height of amorphous halo (Figs. 8 and 9). Accordingly, the compressive strength of specimens aged 28 days is higher in MK_{10} (37.1 MPa) than in MKc_{10} (36.0 MPa).

Conclusion

This paper addresses the use of clays in cement production in a context of saving natural resources and reducing CO_2 emissions. The study investigated the use of commercial amorphous aluminum hydroxide in addition to raw kaolinite and the use of such mixtures as supplementary cementitious materials for partial replacement of cement in the formulation of cement mortars. The following conclusions were retained:

1. The incorporation of amorphous aluminum hydroxide favored the enhancement of pozzolanic activity of kaolinitic clays. The enhancement was greater when the clay originally contained gibbsite;
2. In comparison to the control paste made up of cement only, the presence of amorphous aluminum hydroxide in clays promoted significant decrease of initial and final setting times of cement pastes;
3. Amorphous aluminum hydroxide stimulated the formation of metastable hydrated phases by inhibiting temporally the hydration reactions of cement at the early age and with time, gradual transformation process led to the formation of more stable hydrated phases;
4. Raw kaolinitic clays containing aluminum hydroxide are promising substitute materials when blended with Portland cement. The sequence of transformation reactions with time is fully obtained with limited amor-

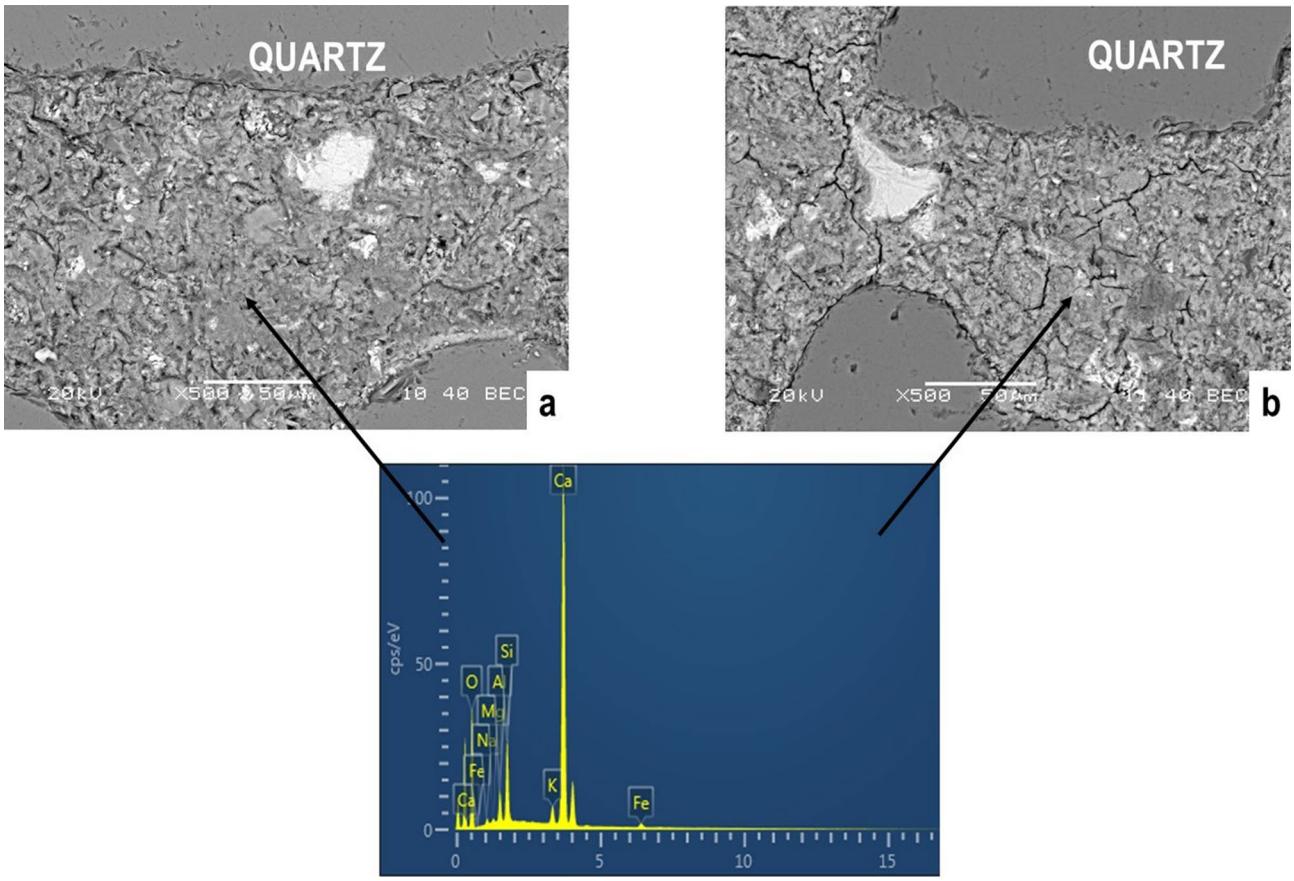


Figure 10. SEM images of polished cement mortar fracture of MK10 (**a**) and MKc10 (**b**) with EDX curve from the matrix zones.

phous aluminum hydroxide content in clays. Even though, compressive strength is slightly reduced however the new cement meets the standard requirements for the construction sector.

5. The quick setting induced by amorphous aluminum hydroxide is an advantage for the elaboration of bricks or cement mortars using extrusion or vibro-compaction.

Data availability

The datasets analysed during the current study are available from the corresponding author on reasonable request.

Received: 13 December 2019; Accepted: 24 July 2020
Published online: 06 August 2020

References

1. Tchamba, A. B. *et al.* Use of bauxite from Cameroon for solid state sintering and characterization of calcium dialuminate ($CaO_2{\cdot}Al_2O_3$) refractory cements. *Ceram. Int.* **40**, 1961–1970 (2014).
2. Njoya, D., Njoya, A., Ngueteu, K. A., Tchuindjang, Y. & Nkoumbou, C. Caractérisation chimique et minéralogique de quelques indices de bauxite de Foumban (Ouest-Cameroun). *Int. J. Biol. Chem. Sci.* **11**, 444–452 (2017).
3. Gonçalves, J. P., Tavares, L. M., Toledo, F. & Fairbaorm, E. M. R. Performance evaluation of cement mortars modified with metakaolin or ground brick. *Constr. Build. Mater.* **23**(5), 1971–1979 (2009).
4. Yao, G. *et al.* Effect of mechanical activation on the pozzolanic activity of muscovite. *Clays Clay Miner.* **67**(3), 209–216 (2019).
5. Sabir, B., Wild, B. S. & Bai, J. Metakaolin and calcined clay as pozzolan for concrete: a review. *Cement Concr. Compos.* **23**, 441–454 (2001).
6. Elimbi, A., Tchakoute, H. K. & Njopwouo, D. Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements. *Constr. Build. Mater.* **25**, 2805–2812 (2011).
7. Rashad, A. M. Metakaolin: fresh properties and optimum content for mechanical strength in a comprehensive overview. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **40**, 15–44 (2015).
8. Djangang, N. C. *et al.* Sustainable binder from high amounts of gibbsite associated with kaolinitic clay. *Annales de Chimie Science des Matériaux* **39**(1–2), 75–91 (2015).
9. Tironi, A., Cravero, F. C., Scian, A. N. & Irassara, E. F. Pozzolanic activity of calcined halloysite-rich kaolinitic clays. *Appl. Clay Sci.* **147**, 11–18 (2017).
10. Scrivener, K., Martirena, F., Bishnoi, S. & Maity, S. Calcined clay limestone cements (LC3). *Cem. Concr. Res.* **114**, 49–56 (2017).

11. Dhandapani, Y., Sakthivel, T., Santhanam, M., Gettu, R. & Pillai, R. G. Mechanical properties and durability performance of concretes with Limestone Calcined Clay Cement (LC3). *Cem. Concr. Res.* **107**, 136–151 (2018).
12. Douamba, W., Gildas, C., Bello, A., Lawane, L. & Messan, A. Effect of Metakaolin as partial substitution to Portland cement on the mechanical and durability properties of high performance concrete. *Am. J. Civ. Eng. Archit.* **6**, 253–259 (2018).
13. Djangang, N. C. *et al.* Reaction sintering and microstructural evolution in metakaolin-metastable alumina composites. *J. Therm. Anal. Calorim.* **117**(3), 1035–1045 (2014).
14. Fabbri, B., Gualtieri, S. & Leonardi, C. Modification induced by the thermal treatment of kaolin and determination of reactivity of métakaolin. *Appl. Clay Sci.* **73**, 2–10 (2013).
15. Brykov, A. S., Vasilév, A. S. & Mokeev, M. V. Hydration of Portland cement in the presence of high activity aluminum hydroxides. *Russ. J. Appl. Chem.* **85**, 1793–1799 (2012).
16. Yuanyuan, L. *et al.* Assessment of pozzolanic activity of calcined coal-series kaolin. *Appl. Clay Sci.* **143**, 159–167 (2017).
17. Laneyrie, C. *et al.* Influence of recycled coarse aggregates on normal and high performance concrete subjected to elevated temperatures. *Constr. Build. Mater.* **111**, 368–378 (2016).
18. Ferraz, E. *et al.* Pozzolanic activity of metakaolins by the French standard of the modified Chapelle test: a direct methodology. *Acta Geodyn. Geomater.* **12**, 289–298 (2015).
19. Ntimugura, F., Sore, S. O., Bello, L. & Messan, A. The influence of Metakaolin from Saaba (Burkina Faso) over physico-mechanical and durability properties of mortars. *J. Civ. Eng.* **7**, 389–408 (2017).
20. Xu, Q. & Stark, J. The chemical action of $Al(OH)_3$ "Accelerators in the Early Hydration of Portland Cements". *Zement KalkGips* **61**, 82–92 (2008).
21. Cassagnabère, F., Diederich, P., Mouret, M., Escadeillas, G. & Lachemi, M. Impact of metakaolin characteristics on the rheological properties of mortar in the fresh state. *Cement Concr. Compos.* **37**, 95–107 (2013).
22. Benkaddour, M., Kazi, F. A. & Abdelaziz, S. Durabilité des mortiers à base de pouzzolane naturelle et de pouzzolane artificielle. *Revue Nature et Technologie* **01**, 66–73 (2009).
23. Wang, K. S., Lin, K. L. & Tzeng, B. Y. Latent hydraulic reactivity of blended cement incorporating slag made from municipal solid waste incinerator fly ash. *J Air Waste Manag. Assoc.* **53**, 1340–1346 (2003).
24. Criado, M., Aperador, W. & Sobrados, I. Microstructural and mechanical properties of alkali Activated Colombian raw materials. *Materials* **9**, 158 (2016).
25. Boffoue, M. O. *et al.* Influence de la teneur en ciment sur les propriétés thermomécaniques des blocs d'argiles comprimée et stabilisée. *Afrique Sci.* **11**(2), 35–43 (2015).
26. Müller, J. C., Pozzolanic activity of natural clay minerals with respect to environmental geotechnics. Doctorat thesis: Swiss federal institute of technology Zurich (2005). https://doi.org/10.3929/ethz-a-005142316
27. Houston, J. R., Maxwell, R. S. & Carroll, S. A. Transformation of meta-stable calcium silicate hydrates to tobermorite: reaction kinetics and molecular structure from XRD and NMR spectroscopy. *Geochem. Trans.* **10**(1), 1–14 (2009).
28. Komnitas, K. & Zaharaki, D. Geopolymerisation: a review and prospects for the minerals industry. *Miner. Eng.* **20**, 1261–1277 (2007).
29. Khelifi, H. Matériaux argileux stabilisés au ciment et renforcés de fibres végétales: formulation pour extrusion. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. (2012).
30. Ndong, E. J. G. Développement de matériaux cimentaires à base de sous-produits bois. Thèse de doctorat : Génie Civil, Université d'Artois (2015).
31. Dupain, R., Lanchon, R., Saint-Arraman, J. C. Granulats, Sols, Ciments, Bétons. © Casteilla (2000).
32. Brykov, A. & Anna, A. Efficacy of aluminum hydroxides as inhibitors of alkali-silica reactions. *Mater. Sci. Appl.* **4**, 1–6 (2013).
33. Costa, U. & Massazza, F. Influence of the thermal treatment on the reactivity of some natural pozzolanas with lime. *Il Cemento* **3**, 105–122 (1977).
34. Cassagnabère, F., Mouret, M. & Escadeillas, G. Early hydration of clinker–slag–metakaolin combination in steam curing conditions, relation with mechanical properties. *Cem. Concr. Res.* **39**, 1164–1173 (2009).
35. Pardal, X., Pochard, I. & Nonat, A. Experimental study of Si–Al substitution in calcium-silicate-hydrate (C–S–H) prepared under equilibrium conditions. *Cem. Concr. Res.* **39**, 637–643 (2009).
36. García-Giménez, R., Villa, R., Martínez-Ramírez, S., Fernández-Carrasco, L. & Frías, M. Influence of ZnO on the activation of kaolinite-based coal waste: pozzolanic activity and mineralogy in the pozzolan/lime system. *Appl. Clay Sci.* **156**, 202–212 (2018).
37. He, C., Osbzck, B. & Makovick, E. Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: activation. Reactivity assessments and technological effects. *Cem. Concr. Res.* **25**(8), 1691–1702 (1995).
38. Puertas, F. & Torres-Carrasco, M. Use of glass waste as an activator in the preparation of alkali-activated slag. Mechanical strength and paste characterization. *Cem. Concr. Res.* **57**, 95–104 (2014).
39. Antoni, M., Rossen, J., Martirena, F. & Scrivener, K. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. *Cem. Concr. Res.* **42**, 1579–1589 (2012).

Acknowledgments

The authors thank the Erasmus Mundus program for its financial participation towards completion of this research work, within the scope of the Dream-ACP project. The authors also wish to thank Pr Gonon Maurice, Univ. Mons, Belgium, for his expert consultation and laboratory resources.

Author contributions

T.L.C.C.: manipulation as part of Ph.D. research work, results exploitation and article elaboration. L.L.: Follow-up of manipulations and results exploitation. D.C.: Follow-up of manipulations and results exploitation. D.N.C.: results exploitation and article elaboration. EA: Follow-up of results exploitation and article elaboration.

Competing interests

The authors declare no competing interests.

Additional information

Correspondence and requests for materials should be addressed to C.N.D.

Reprints and permissions information is available at www.nature.com/reprints.

Publisher's note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons license, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/.

© The Author(s) 2020

proceedings

MDPI

Atract

Feasibility of Using Biomass Fly Ash in Cementitious Materials †

Jonathan Page [1,*], Laurent Libessart [1], Chafika Djelal [1], Maurice Gonon [2] and Issam Laiymani [1]

[1] Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), Artois University, EA 4515, 62408 Béthune, France; laurent.libessart@univ-artois.fr (L.L.); chafika.dantec@univ-artois.fr (C.D.); issam.laiymani@univ-artois.fr (I.L.)

[2] Materials Institute, University of Mons-Hainaut, 7000 Mons, Belgium; mauricefrancois.gonon@umons.ac.be

* Correspondence: jonathan.page@univ-artois.fr

† Presented at the 1st International Conference on Smart Materials for Sustainable Construction—SMASCO 2019, Luleå, Sweden, 10–12 December 2019.

Published: 18 November 2019

Abstract: In recent years, numerous studies focused on the development of sustainable cement-based binders through the use of supplementary cementitious materials such slag, fly ash, metakaolin, silica fume, pozzolan, etc. The use of wood biomass for power generation is increasingly common which lead to an important amount of waste produced in the combustion process such as fly ash, which must be transported to landfills for deposition, or used as sludge in farming. Depending on their chemical and physical characteristics, wood biomass fly ashes could be reuse in blended cements as supplementary cementitious material. Different sources of biomass fly ashes have been selected to evaluate their potential for use as a cement replacement. Their chemical and mineralogical compositions, as well as their morphology were first evaluated via X-ray and laser diffraction (XRD), inductively coupled plasma (ICP) and scanning electron microscopy (SEM coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX). Fly ashes showed variable physicochemical characteristics but some present interesting compositions for the intended use. One fly ash present a high content of CaO and minors of SiO_2 and Al_2O_3. The chemical composition does not allow to categorize this fly ash as a pozzolan material but it may have a latent hydraulic behaviour, which could be interesting as cement substitution. This fly ash has been incorporated into a cement paste by progressive replacement of Portland cement (from 0 to 70%). It has been observed that biomass fly ash has a higher water demand compared to Portland cement. This additional water demand was evaluated by the Vicat consistency test and by an evaporometry method. The setting time and kinetic hydration of the biomass fly ash pastes were also assessed with the standardized Vicat test and by isothermal calorimetry.

Keywords: feasibility; cementitious materials; eco-friendly binder; chemical composition; absorption

© 2019 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).