



HAL
open science

Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés

Brahim Mazhoud

► **To cite this version:**

Brahim Mazhoud. Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés. Matériaux. INSA de Rennes, 2017. Français. NNT : 2017ISAR0024 . tel-01801946

HAL Id: tel-01801946

<https://theses.hal.science/tel-01801946>

Submitted on 28 May 2018

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.

Thèse

UNIVERSITE
BRETAGNE
LOIRE

THESE INSA Rennes
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire
pour obtenir le titre de
DOCTEUR DE L'INSA RENNES
Spécialité : Génie Civil

présentée par

Brahim MAZHOUD

ECOLE DOCTORALE : SPI

LABORATOIRE : LGCGM

**Elaboration et
caractérisation
mécanique, hygrique
et thermique de
composites bio-sourcés**

Thèse soutenue le 12.12.2017
devant le jury composé de :

Sofiane Amziane

Professeur, Polytech Clermont Ferrand / Rapporteur & président

Mohamed Boutouil

Docteur HDR, ESITC Caen / Rapporteur

Gilles Escadeillas

Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse III / Examineur

Christophe Lanos

Professeur, Université Rennes 1 / Directeur de thèse

Florence Collet

Maître de Conférences, Université Rennes 1 / Co-encadrante de thèse

Sylvie Prétot

Maître de Conférences, Université Rennes 1 / Co-encadrante de thèse

Elaboration et caractérisation mécanique,
hygrique et thermique de composites bio-
sourcés

Brahim MAZHOUD



Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé entre 2014 et 2017 au sien de l'équipe « Matériaux et Thermo-Rhéologie » du Laboratoire Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM) de Rennes, grâce au soutien financier du Ministère Français de la Recherche et de l'Enseignement Supérieur.

En premier lieu, je remercie AMZIANE Sofiane, Professeur des universités - Polytech Clermont-Ferrand, Institut Blaise Pascal, et BOUTOUIL Mohamed, Docteur, HDR – ESITC Caen pour avoir accepté d'être rapporteurs de ces travaux de thèse. Je suis également très reconnaissant à ESCADEILLAS Gilles (Professeur des universités – Université Paul Sabatier, Toulouse III) d'avoir bien voulu faire partie du jury de soutenance et de juger mes travaux.

Je tiens à remercier mes directeurs de thèse, LANOS Christophe, COLLET Florence et PRETOT Sylvie, pour la confiance qu'ils m'ont accordée en acceptant d'encadrer ce travail doctoral, pour leurs multiples conseils et pour toutes les heures qu'ils ont consacrées à diriger cette recherche. Pendant trois ans de travail avec eux, j'ai pu apprécier leurs connaissances, leur compétence et leur gentillesse. J'aimerais leur dire à quel point j'ai apprécié leur grande disponibilité. Je les remercie en particulier de leur volonté de me faire participer aux conférences internationales, nationales et locales. Je veux dire un grand merci à Mme COLLET Florence. Elle a toujours su rester à mon écoute et son soutien permanent m'a été réellement précieux. Ses grandes qualités humaines (d'écoute et de compréhension) et scientifiques tout au long de ce travail doctoral m'auront permis de mener à bien ma thèse sereinement et pour tout cela, je se suis grandement reconnaissant.

Durant ma thèse j'ai eu la chance d'enseigner au sein de l'IUT Génie Civil de Rennes. Je tiens donc à remercier l'ensemble des enseignants, membres du personnel de l'IUT pour leurs aides. Je remercie plus particulièrement Mr ROY Jean-Lin pour m'avoir donné l'opportunité de découvrir le domaine de l'enseignement durant trois ans de ma thèse et Mme SIMON Pascale pour sa gentillesse et son aide.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans l'apport des personnels techniques du laboratoire, parmi lesquels je remercie particulièrement HAUTECOEURET Tony, BIANEIS Guy, ABGRALL Alain et LE-POGAM Patrice pour leur disponibilité, leurs compétences et leur sympathie.

Je tiens aussi à remercier tous les autres gens du laboratoire, chercheurs, thésards, stagiaires pour leur disponibilité, leur sympathie. Merci à mes collègues du laboratoire. Plus particulièrement, je tiens à remercier GHOUBALI Redouane, ROJO Amandine, KA Moussa, REUGE Nicolas, THIEBLESSON Lydie et VIEL Marie pour l'ambiance amicale qui règne au sein du laboratoire.

J'aimerais également remercier mes amis et amies, qui m'ont apporté leur soutien moral pendant ces années d'études : Imed, Kelil, Helmi, Feres, Maher, Aida, Maha et Nihel.

Sans oublier la plus belle rencontre inattendue de ma vie ...SMIDA Hassiba avec qui j'ai partagé beaucoup d'émotions, de joies et de tendresse. Je lui exprime ici mes remerciements pour son soutien constant dans les moments difficiles de mon travail.

Une vie professionnelle ne serait réussie sans une vie personnelle bien remplie, je tiens donc à dire un grand merci à ma famille sans qui rien de cela n'aurait été possible : Mefteh, Mohamed, Majed, Wahiba et Faiza. Leur présence et leurs encouragements sont pour moi les piliers fondateurs de ce que je suis et de ce que je fais.

Je dédie ce diplôme à ma mère Hedi qui a assumé sa responsabilité dans mon éducation de mon bon bien être et ma tante Khadija qui ont cru en moi et m'ont soutenu tout le long du chemin, merci pour tout. Sans oublier mon père Ahmed qui me manque énormément...

Table de matières

Introduction		1
Chapitre I	Etude bibliographique	3
I.1	Béton de chanvre.....	3
I.1.1	Composition.....	3
I.1.1.1	Le chanvre.....	3
I.1.1.2	Liants.....	9
I.1.2	Différentes techniques de mise en œuvre du béton de chanvre.....	13
I.1.2.1	Béton de chanvre banché.....	13
I.1.2.2	Béton de chanvre projeté.....	13
I.1.2.3	Béton de chanvre préfabriqué.....	14
I.1.3	Propriétés mécaniques des bétons de chanvre.....	14
I.1.3.1	Influence de la teneur et de la nature du liant.....	15
I.1.3.2	Influence du chanvre.....	17
I.1.3.3	Influence des conditions de cure.....	17
I.1.3.4	Influence de l'intensité du compactage initial.....	19
I.1.3.5	Identification des paramètres mécaniques.....	19
I.1.4	Propriétés thermiques des bétons de chanvre.....	20
I.1.4.1	Conductivité thermique.....	20
I.1.4.2	Effusivité thermique et diffusivité thermique du béton de chanvre.....	22
I.1.5	Propriétés hydriques du béton de chanvre.....	22
I.1.5.1	Transfert d'humidité.....	23
I.1.5.2	Isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau.....	23
I.1.5.3	Valeur de capacité tampon hydrique.....	24
I.1.6	Analyse du cycle de vie du béton de chanvre.....	24
I.2	Construction en terre.....	25
I.2.1	Stabilisation.....	26
I.2.1.1	Stabilisation mécanique : le compactage.....	26
I.2.1.2	Stabilisation chimique.....	26
I.2.2	Développement d'éco-matériaux à base de terre, en vue de performances hygrothermiques.....	32
I.3	Bilan.....	32

Chapitre II	Méthodes expérimentales et analyses.....	33
II.1	Caractérisation mécanique des composites	33
II.1.1	Essai en compression : mesure de la résistance en compression et des modules apparents et élastique.....	33
II.1.1.1	Protocole d'essai en compression	33
II.1.1.2	Exploitation et analyse des résultats	35
II.1.2	Résistance en traction par fendage	36
II.2	Essais de caractérisation hygrique.....	37
II.2.1	Isothermes de sorption	37
II.2.1.1	Phénomènes physiques	37
II.2.1.2	Protocole de mesure des isothermes d'adsorption	38
II.2.1.3	Modélisation des isothermes de sorption.....	39
II.2.2	Valeur tampon hygrique (MBV).....	40
II.3	Essais de caractérisation thermique.....	42
II.3.1	Protocole de mesure de la conductivité thermique en fonction de l'humidité	42
II.3.2	Modélisation de la conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau : Méthode d'homogénéisation auto-cohérente.....	43
Chapitre III	Matière premières.....	47
III.1	Liants et matrices minérales	47
III.1.1	Méthodes de caractérisation.....	47
III.1.1.1	Granulométrie.....	47
III.1.1.2	Diffraction de rayons X	47
III.1.1.3	Fluorescence de rayons X.....	48
III.1.2	Liant formulé ThermO®	48
III.1.3	Fines issue de boues de lavage.....	49
III.1.3.1	Site de prélèvement	49
III.1.3.2	Méthode de production des fines à partir des boues de lavage.....	50
III.1.3.3	Caractérisations	51
III.1.4	Autres composants et liants utilisés pour la stabilisation	57
III.1.4.1	Metakaolin.....	57
III.1.4.2	Chaux arienne.....	58
III.1.4.3	Ciment	59
III.1.5	Terre Claytec.....	61
III.2	Granulat de chanvre « Chènevotte ».....	62
III.2.1	Echantillonnage.....	62
III.2.2	Morphologie de la chènevotte.....	62

III.2.3	Analyse granulométrique	63
III.2.4	Masses volumiques apparente et réelle, porosité des chènevottes en vrac.....	65
III.2.5	Capacité d'absorption d'eau des chènevottes.....	67
III.2.6	Valeur tampon hygrique.....	68
III.2.7	Conductivité thermique.....	70
III.3	Conclusion.....	70
Chapitre IV	Caractérisation du liant formulé « ThermO® » ; séchage et stabilisation des fines issues de boues de lavage.....	73
IV.1	Caractérisation du liant formulé « ThermO® ».....	73
IV.1.1	Fabrication.....	73
IV.1.2	Masse volumique apparente, réelle et porosité	74
IV.1.3	Propriétés mécaniques.....	75
IV.1.3.1	Résistance en compression et en traction	75
IV.1.3.2	Vitesse de la propagation du son.....	76
IV.1.4	Caractérisation hygrique	77
IV.1.4.1	Isotherme de sorption	77
IV.1.4.2	Valeur tampon hygrique.....	79
IV.1.5	Conductivité thermique.....	80
IV.1.5.1	Conductivité thermique à 23°C et 50% HR	80
IV.1.5.2	Influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique	81
IV.1.6	Bilan.....	82
IV.2	Préparation et stabilisation des fines issues de boues de lavage.....	82
IV.2.1	Choix de température de séchage.....	82
IV.2.1.1	Fabrication des échantillons de fines issues de boues de lavage.....	82
IV.2.1.2	Effet de la température de séchage sur les propriétés thermiques.....	83
IV.2.1.3	Effet de la température de séchage sur la valeur tampon hygrique (MBV).....	84
IV.2.1.4	Bilan	85
IV.2.2	Stabilisation.....	85
IV.2.2.1	Fabrication des échantillons de fines sans ou avec stabilisation	86
IV.2.2.2	Caractérisation physique et mécanique des fines stabilisées.....	87
a)	Campagne 1 – stabilisation avec du ThermO® et un couple chaux-métakaolin .	87
i.	Masse volumique.....	87
ii.	Résistance en compression.....	88
iii.	Résistance en traction par flexion	89
iv.	Vitesse de propagation du son.....	90
v.	Observation au MEB	90

vi.	Bilan	92
b)	Campagne 2 – stabilisation avec du ThermO [®] , du ciment et un couple ThermO [®] -ciment.....	92
i.	Masse volumique.....	92
ii.	Résistance en compression.....	93
iii.	Résistance en traction par flexion	94
iv.	Corrélation des performances mécanique R_c et R_t	94
v.	Vitesse de propagation du son	95
vi.	Conductivité thermique	96
vii.	Observation au MEB	97
viii.	Bilan	101
IV.2.2.3	Bilan de l'étude de stabilisation	101
IV.2.3	Conclusion.....	101
Chapitre V	Formulation, fabrication des composites et caractérisation physique.....	103
V.1	Formulation des composites	103
V.2	Fabrication des échantillons	106
V.2.1	Séquence de malaxage	106
V.2.2	Mise en forme	106
V.2.3	Conservation et séchage des échantillons	108
V.3	Caractérisation physique	109
V.3.1	Cinétique de séchage.....	109
V.3.2	Masse volumique apparente.....	111
V.3.3	Masse volumique réelle et porosité totale	112
V.3.4	Microstructure	114
V.4	Conclusion.....	115
Chapitre VI	Etude de comportement mécanique.....	117
VI.1	Comportement lors des essais de compression	117
VI.1.1	Reproductibilité	117
VI.1.2	Analyse des enregistrements.....	119
VI.2	Résistance en compression.....	123
VI.3	Contraintes à 10% et 30% de déformations	125
VI.4	Modules apparents et élastiques.....	127
VI.4.1	Module apparent	127
VI.4.2	Module Elastique	129
VI.5	Résistance en traction.....	131
VI.6	Corrélations entre les caractéristiques mécaniques	133

VI.7 Conclusion.....	135
Chapitre VII Comportements hygrique et thermique des composites bio-sourcés	137
VII.1 Comportement hygrique	137
VII.1.1 Isothermes de sorption.....	137
VII.1.1.1 Cinétique d'absorption	137
VII.1.1.2 Isothermes d'adsorption	139
a) Résultats expérimentaux	139
b) Modélisation des isothermes de sorption (modèle BET et GAB).....	141
c) Effet de la formulation sur les isothermes de sorption.....	147
VII.1.2 Valeur tampon hygrique	149
VII.1.2.1 Données brutes : humidité relative ambiante et cinétique de prise/perte de masse au cours de l'essai.	149
VII.1.2.2 Valeurs MBV : résultats expérimentaux et classification (selon Nordtest project)	149
VII.1.2.3 Analyse.....	152
VII.2 Comportement thermique	153
VII.2.1 Etude expérimentale	153
VII.2.1.1 Conductivité thermique au point sec	153
VII.2.1.2 Conductivité thermique en fonction de l'humidité.....	155
VII.2.2 Etude théorique : modélisation de la conductivité thermique par la méthode autocohérente.....	157
VII.2.2.1 Conductivité thermique au point sec	157
a) Détermination de la conductivité thermique au point sec des formulations TC à partir des conductivités thermiques des composants	157
b) Détermination de la conductivité de la phase solide des formulations TC à partir des conductivités thermiques des composants	158
c) Détermination de la conductivité thermique de la phase solide des différentes formulations à partir de la conductivité thermique des composites au point sec et de leur porosité totale n_{tot}^*	159
VII.2.2.2 Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau	160
VII.3 Conclusion.....	162
 Conclusion générale et perspectives.....	 165
 Références bibliographiques.....	 169
 Annexe A Méthodes expérimentales usuelles.....	 A1
A.1 Caractérisation physique	A1
A.1.1 Masse volumique apparente.....	A1
A.1.2 Masse volumique réelle	A1

A.1.3	Porosité totale.....	A3
A.1.4	Analyses par MEB-EDS	A3
A.2	Caractérisation mécanique des liants.....	A4
A.2.1	Description de dispositif de l'essai de flexion	A4
A.2.2	Description du dispositif de l'essai de compression	A4
A.2.3	Vitesse de propagation d'ondes ultrasonore	A5
Annexe B	Etude de comportement mécanique.....	A7

Liste des figures

Figure I-1: Diagramme fonctionnel d'une ligne de défibrage [Bouloc, 2006].....	4
Figure I-2: (a) La tige du chanvre, (b) Chènevotte défibrée, (c) Chènevotte fibrée [Nguyen, 2010].....	4
Figure I-3 : Vues au microscope électronique à balayage d'une chènevotte – Gauche : coupe longitudinale / Droite : coupe transversale.....	5
Figure I-4: Absorption d'eau par des chènevottes – 1 ^{er} Round Robin Test Rilem, avant définition du protocole Rilem TC 236- BBM [Amziane et al., 2017].....	7
Figure I-5: Absorption d'eau par les chènevottes (défibrée= CP et fibrée = CF) [Nguyen, 2010].....	7
Figure I-6 : Conductivité thermique du chanvre en vrac en fonction de sa masse volumique [Cerezo, 2005].....	8
Figure I-7: Conductivité thermique des chènevottes à différents états hygriques et selon différents protocoles de mesure Rilem TC 236- BBM [Amziane et al., 2017].....	9
Figure I-8 : Diagramme simplifié du cycle de la chaux [Tronet, 2015].....	11
Figure I-9: Procédé de mise en œuvre par banchage.....	13
Figure I-10: Procède de mise en œuvre par projection.....	13
Figure I-11 : Allure typique de la courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ en compression de bétons de chanvre faiblement compactés [Cerezo 2005].....	14
Figure I-12 : Schéma de la courbe contrainte – déformation du béton de chanvre [Nguyen 2010].....	15
Figure I-13: Comportement mécanique en compression du béton de chanvre à différents dosages en liant [Cerezo, 2005].....	16
Figure I-14 : Courbes de contrainte-déformation des bétons de chanvre en fonction de l'âge et la taille des fibres 1, 2 et 3 [Arnaud et Gourlay, 2012].....	17
Figure I-15 : Evolution dans le temps de la résistance en compression du béton de chanvre, pour des éprouvettes conservées en conditions contrôlées à 20°C, HR > 95% et pour une conservation extérieure [Magniont, 2010].....	18
Figure I-16 : Influence de l'humidité relative sur les résistances en compression du béton de Chanvre [Arnaud et Gourlay, 2012].....	19
Figure I-17 : Evolution de la résistance en compression à 28 jours lors d'une mesure à 1,5% de déformation et 7,5% de déformation respectivement en fonction de la contrainte de compactage [Nguyen, 2010].....	19
Figure I-18 : Conductivité thermique du béton de chanvre sec en fonction de la masse volumique [Cerezo, 2005].....	20
Figure I-19 : Conductivité thermique mesurée en fonction de la masse volumique sèche dans le cas de bétons faiblement compactés [Cerezo, 2005]et fortement compactés [Nguyen, 2010]. Influence d'une mesure de conductivité thermique effectuée parallèlement et perpendiculairement au compactage. ...	21
Figure I-20 : Evolution de la conductivité thermique de bétons de chanvre projeté (formulation mur) en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau [Collet et Pretot, 2014].....	22
Figure I-21 : Evolution de la perméabilité à la vapeur de bétons de chanvre en fonction de la teneur en eau (PHC : préfabriqué, SHC : projeté, MHC : moulé) [Collet et al., 2013].....	23

Figure I-22 : Isothermes de sorption de matériaux - HLC béton de chanvre, AAC béton cellulaire, VPB Briques perforées verticalement [Amziane et Arnaud, 2013]	23
Figure I-23 : Isothermes d'adsorption-désorption de bétons de chanvre (PHC : préfabriqué, SHC : projeté, MHC : moulé) [Collet et al., 2013]	24
Figure I-24 : Contribution des différents composants à l'indicateur d'impact lié au changement climatique au cours de la phase de production [Pretot et al., 2013]	25
Figure I-25: Effet du dosage en chaux sur les limites d'Atterberg de l'argile de Londres [Rogers et al 1996].....	27
Figure I-26 : Effet du dosage en chaux et le temps de cure sur les limites d'atterberg [Lasledj et al 2008].....	28
Figure I-27: Evolution de W_L et W_P d'un sol après l'ajout de chaux [GTS, 2000].....	28
Figure I-28: Variation de l'indice de plasticité en fonction du pourcentage de ciment [Ghembaza et al., 2012].....	30
Figure I-29: Variation de la limite de liquidité et de plasticité en fonction du pourcentage de ciment [Ghembaza et al., 2012]	30
Figure I-30 : Effet de la teneur en ciment sur la résistance à la compression et à la traction par fendage d'échantillons de terre comprimée et stabilisée au ciment [Bahar et al., 2004].....	31
Figure II-1 : Surfaçage des échantillons	34
Figure II-2 : Identification de la résistance en compression R_c , des contraintes caractéristiques $R_{10\%}$ et $R_{30\%}$, des modules apparents et élastique pour les deux types de courbe contrainte-déformation (haut : avec pic de contrainte, bas : avec augmentation continue de la contrainte).....	35
Figure II-3 : Dispositifs expérimentaux - à gauche: essai de compression, à droite: essai de traction par fendage.	37
Figure II-4: Représentation schématique des phénomènes d'adsorption physique dans un pore [Collet, 2004].....	37
Figure II-5: Forme de la courbe isotherme d'adsorption et de désorption [Tran Le et Mai, 2010].....	37
Figure II-6 : Classification des isothermes d'adsorption selon [Sing, 1985]	38
Figure II-7 : Dispositif expérimental et mise en place des échantillons.....	39
Figure II-8: Classification des valeurs tampon hygrique (MBV) selon le Nordtest Project [Rode et al., 2005].....	41
Figure II-9 : Dispositif expérimental et placement des échantillons.	41
Figure II-10 : Méthode du fil chaud : Appareil CTmetre (gauche); sonde fil (droite)	42
Figure II-11 : Exemple de thermogramme obtenu $\Delta T = f(\ln(t))$	42
Figure II-12 : Mesure de conductivité thermique du chanvre en vrac avec le CT-mètre.	43
Figure II-13 : Structure d'un milieu correspondant à un assemblage de sphères composites	44
Figure II-14 : Géométrie d'une sphère composite à deux constituants noyée dans un milieu homogène équivalent (cas bicomposite)	44
Figure II-15 : Géométrie d'une sphère composite à trois constituants noyée dans un milieu homogène équivalent (cas tricomposite)	44
Figure III-1 : Courbe granulométrique du ThermO®	48
Figure III-2 : Diffractogramme de rayons X du liant ThermO® non hydraté.....	49

Figure III-3 : Site de prélèvement de la boue : a) et b) vues générales de la carrière ; c) bassin de stockage des boues de lavage	50
Figure III-4 : Préparation des fines :	50
Figure III-5 : Définition des limites d'Atterberg	51
Figure III-6: Classification des sols fins sur le diagramme de Casagrande.....	52
Figure III-7: Teneur en eau en fonction de la pénétration du cône des deux prélèvements : à gauche A1, à droite A2	52
Figure III-8 : Classification des fines en fonction de VBS.....	53
Figure III-9 : Courbe granulométrique des fines : à gauche A1 ; à droite A2.....	54
Figure III-10 : Diagramme de diffraction de rayons X des fines A1.....	55
Figure III-11 : Diagramme de diffraction de rayons X des fines A2.....	55
Figure III-12 : Courbe granulométrique du métakaolin	57
Figure III-13 : Diffractogramme de rayons X du métakaolin	57
Figure III-14 : Courbe granulométrique de la chaux aérienne	58
Figure III-15 : Diffractogramme de rayons X de la chaux aérienne.....	58
Figure III-16 : Courbe granulométrique du ciment	59
Figure III-17 : Diffractogramme de rayons X du ciment	60
Figure III-18 : Courbe granulométrique de la terre Claytec	61
Figure III-19 : Diffractogramme de rayons X de la terre Claytec	61
Figure III-20 : Schéma de principe de l'opération de quartage pour l'échantillonnage	62
Figure III-21 : Coupe transversale observée au MEB d'une particule de chènevotte	63
Figure III-22 : Protocole d'analyse granulométrique par traitement d'image (Scan, binarisation de l'image, conversion l'échelle de gris et ajustement sous forme des ellipses).	63
Figure III-23 : Définition des paramètres géométriques calculés [Picandet et al., 2012].....	64
Figure III-24 : Distribution de taille des granulats déterminée par tamisage mécanique et par méthode d'analyse d'image des chènevottes Biofibat®	65
Figure III-25 : Broyage et mise en place – méthode pycnométrique	66
Figure III-26 : Cinétique d'absorption d'eau des chènevottes en fonction du temps d'immersion.....	68
Figure III-27 : Cinétique d'absorption d'eau des chènevottes en fonction du logarithme du temps d'immersion.....	68
Figure III-28 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des chènevottes C1 et C2 en phase d'absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C.....	69
Figure III-29 : Valeur tampon hygrique MBV des chènevottes C1 et C2 en fonction de la masse volumique (23°C ; 50 %HR).	69
Figure III-30 : Conductivité thermique des chènevottes en fonction de la teneur en eau (symbole : points expérimentaux, trait pointillé : modèle)	70
Figure IV-1 : Echantillons cubiques fissurés de ThermO® pour E/L = 0.7 ; 0.8 ; 0.9.....	74
Figure IV-2 : Masse volumique des échantillons de ThermO® en fonction du rapport Eau sur Liant pour les deux formes d'échantillons à (23°C et 50 %HR)	75

Figure IV-3 : Propriétés mécaniques à 28 jours des échantillons de ThermO [®] en fonction du rapport Eau sur Liant : a) Résistance en compression, b) Résistance en traction	76
Figure IV-4 : Vitesse de propagation du son à 28 jours dans les échantillons de ThermO [®] en fonction du rapport Eau sur Liant.....	76
Figure IV-5 : Isotherme d'adsorption sous la forme BET linéarisé pour les différentes pâtes	77
Figure IV-6 : Isothermes de sorption pour les trois pâtes de ThermO [®] , Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec les modèles BET et GAB – a) T- 0.4, b) T- 0.5, c)T- 0.6.....	78
Figure IV-7 : Bilan des isothermes d'adsorption obtenues pour les différents pâtes - Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec le modèle GAB.....	78
Figure IV-8 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des échantillons de ThermO [®] pour différents rapports E/L en phase d'absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C.....	79
Figure IV-9 : Evolution de la valeur MBV des échantillons de ThermO [®] en fonction de la masse volumique.....	79
Figure IV-10 : Conductivité thermique des échantillons de ThermO [®] en fonction du rapport E/L à 23°C et 50% HR.....	80
Figure IV-11 : Conductivité thermique des échantillons de ThermO [®] en fonction de la masse volumique à 23°C et 50% HR.....	80
Figure IV-12 : Influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique des échantillons de ThermO [®]	81
Figure IV-13 : Conductivité thermique de la pâte ThermO [®] en fonction de la masse volumique apparente – homogénéisation par méthode autocohérente	82
Figure IV-14 : Fabrications des échantillons de fines issues de la boue de lavage : a) malaxage b) pilonnage c) démoulage.....	83
Figure IV-15 : Conductivité thermique des deux matériaux en fonction de la masse volumique (à 23 °C, 50% HR) – A40/A100 : Fines issues du séchage de boues de lavage à 40°C/100°C	84
Figure IV-16 : Humidité relative ambiante lors de l'essai et exemple de cinétique de prise/perde de masse d'un échantillon de fines.....	84
Figure IV-17 : Valeurs tampon hygrique (MBV) à 23 °C des deux matériaux en phase d'absorption, de désorption et en moyenne - A40/A100 : Fines issues du séchage de boues de lavage à 40°C/100°C ..	85
Figure IV-18 : Echantillons de fines stabilisées juste après la fabrication	87
Figure IV-19 : Echantillons de fines stabilisées par le couple chaux-métakaolin : faiénçage important	87
Figure IV-20 : Masse volumique apparente des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 1	88
Figure IV-21 : Résistance en compression des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1	89
Figure IV-22 : Résistance en traction des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1	89
Figure IV-23 : Vitesse de propagation d'onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1	90
Figure IV-24 : Observation des fines A1 non stabilisées, A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000.....	91

Figure IV-25 : Morphologie des fines A1 stabilisées par 6% de ThermO [®] A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000.....	91
Figure IV-26 : Morphologie des fines A1 stabilisées par 6% de couple chaux et métakaolin A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000	91
Figure IV-27 : Masse volumique en fonction de type de stabilisant et son dosage.....	92
Figure IV-28 : Variation de la résistance en compression des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 2	93
Figure IV-29 : Résistance en traction des échantillons de fines stabilisées en fonction de type de stabilisant et son dosage – campagne 2	94
Figure IV-30 : Corrélation entre la résistance en traction (Rt) et la résistance en compression (Rc) des échantillons de fines stabilisées – campagne 2.....	95
Figure IV-31 : Vitesse de propagation d’onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 2	95
Figure IV-32 : Conductivité thermique à (23°C ; 50 %HR) des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 2	97
Figure IV-33 : Morphologie des fines A2 non stabilisées A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyen sur l’ensemble de l’image A	97
Figure IV-34 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% de ThermO [®] A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyen sur l’ensemble de l’image A.....	98
Figure IV-35 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% de ciment A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyenné sur A	99
Figure IV-36 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% du couple ThermO [®] -ciment A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyenné sur A et D) spectre EDS moyenné sur B.....	100
Figure V-1 : Diagramme ternaire montrant les différentes proportions des composants des composites (C: chanvre, L: liant, E: eau)	105
Figure V-2 : Séquence de malaxage : a) pré-mouillage du chanvre et malaxage à la main; b) mélange du liant; c et d) addition du chanvre humide et malaxage	106
Figure V-3 : Mise en forme des échantillons prismatiques : a) compactage de la première couche ; b) compactage de la deuxième couche ; c) état final	107
Figure V-4 : Mise en forme des échantillons cylindriques.....	107
Figure V-5 : Utilisation des serre-joints pour limiter le phénomène de décompaction.....	107
Figure V-6 : Apparition de moisissures sur les échantillons.....	108
Figure V-7 : Conservation des échantillons à l’air ambiant	109
Figure V-8 : Cinétique de perte de masse des échantillons cylindriques de différentes formulations dans une ambiance à 23°C, 50%HR : a) TC, b) AC et CC, c) ASC.....	110
Figure V-9 : Masse volumique en fonction du rapport C/L (23°C, 50% HR) : a) échantillons cylindriques, b) échantillons prismatiques	112
Figure V-10 : Evolution de la porosité n_{tot} en fonction du rapport C/L pour les différentes formulations (échantillons cylindriques)	113
Figure V-11 : Observation MEB de la formulation TC- 0.5	114
Figure V-12 : Observation MEB de la formulation AC- 0.5.....	114
Figure V-13 : Observation MEB de la formulation ASC- 0.5.....	114

Figure VI-1 : Les courbes typiques contrainte-déformation en compression simple des différentes formulations - a) TC, b) AC, c) CC, d) ASC.....	118
Figure VI-2 : Courbe contrainte – déformation : cas du fort dosage en liant (ASC- 0.5).....	119
Figure VI-3 : Courbe contrainte – déformation : cas du faible dosage en liant (ASC- 0.75).....	120
Figure VI-4 : Image des échantillons en fin d’essai pour les formulations AC – a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5, d) AC- 0.75.....	121
Figure VI-5 : Image des échantillons en fin d’essai pour les formulations ASC – a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5, d) ASC- 0.75	121
Figure VI-6 : Image des échantillons en fin d’essai pour les formulations TC – a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61, d) TC- 0.75.....	121
Figure VI-7 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des différentes formulations - a) TC, b) AC et CC, c)ASC.....	122
Figure VI-8 : Résistance en compression en fonction du rapport chanvre sur liant.....	124
Figure VI-9 : Résistance en compression en fonction de la masse volumique	125
Figure VI-10 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du rapport chanvre sur liant des différentes formulations - a) TC, b) AC, c) ASC, d) CC.....	127
Figure VI-11 : Contrainte à 30% de déformation (R 30%) en fonction de la masse volumique	127
Figure VII-1 : Cinétique d’adsorption des différentes formulations à différentes humidité relative ambiante - a) TC, b) AC, c) ASC	138
Figure VII-2 : Isothermes d'adsorption des différentes formulations– a) TC, b) AC, c) ASC (points : teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type, lignes : modèle GAB)	140
Figure VII-3 : Isotherme d’adsorption sous la forme BET linéarisé-a) TC, b) AC, c) ASC.....	142
Figure VII-4 : Teneur en eau monomoléculaire déterminée avec le modèle BET linéarisé en fonction du rapport C/L pour les différentes formulations	143
Figure VII-5 : Isotherme d'adsorption des formulations TC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d’adsorption avec le modèle GAB et BET - a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61, d) TC- 0.75.....	144
Figure VII-6 : Isotherme d'adsorption des formulations AC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d’adsorption avec le modèle GAB et BET - a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5, d) AC- 0.75.....	145
Figure VII-7 : Isotherme d'adsorption des formulations ASC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d’adsorption avec le modèle GAB et BET - a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5, d) ASC- 0.75	146
Figure VII-8 : Evolution de la teneur en eau massique en fonction du rapport chanvre sur liant pour les différentes formulations sous différentes hygrométries : a) AC, b) ASC et c) TC	148
Figure VII-9 : Ambiance d’humidité relative lors de l’essai et exemple de cinétique de prise/perte de masse d’un échantillon	149
Figure VII-10 : Valeurs tampon hygrique (MBV) à 23°C des différentes formulations en phase d’absorption, de désorption et en moyenne – a) TC, b) AC et CC, c) ASC.....	151
Figure VII-11 : Valeur tampon hygrique MBV des matériaux en fonction de la masse volumique (23°C; 50%HR).....	152
Figure VII-12 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du rapport chanvre sur liant (point sec)	155

Figure VII-13 : Conductivité thermique des différentes formulations sèches en fonction de la masse volumique apparente	156
Figure VII-14 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau pour les différentes formulations – a) TC, b) AC et CC, c) ASC	157
Figure VII-15 : Comparaison entre la conductivité thermique expérimentale (symboles) et modèle autocohérent (trait plein) pour les formulations TC	159
Figure VII-16 : Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau des formulations TC – données expérimentales (symboles) et théoriques selon la double homogénéisation par méthode auto-cohérente	161
Figure VII-17 : Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau – données expérimentales (symboles) et théoriques selon la méthode autocohérente à trois phases (trait plein) pour les formulations a)TC, b) AC et CC, c) ASC.....	162
Figure A-1 : Schéma descriptif de la mesure de la densité absolue par la méthode du pycnomètre...	A1
Figure A-2 : Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion.....	A4
Figure A-3: Dispositif de rupture en compression	A4
Figure B-1 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations TC- a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61	A8
Figure B-2 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations AC- a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5	A9
Figure B-3 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations AC- a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5.....	A10

Liste des tableaux

Tableau I-1: Composition chimique de la chènevotte	4
Tableau I-2 : Masses volumiques et porosités mesurées d'après la littérature.....	5
Tableau I-3 : Conductivité thermique des chènevottes en vrac	7
Tableau I-4 : Composition minéralogique du clinker.....	8
Tableau I-5: Caractéristiques mécaniques du béton de chanvre pour différents dosages en liant [Cerezo, 2005].....	15
Tableau I-6 : valeur de conductivité thermique du béton de chanvre en fonction de la direction de compactage.....	21
Tableau I-7: Diffusivité thermique et effusivité thermique de quelques matériaux dans la construction [Tran Le, 2010].....	21
Tableau I-8: Masse volumique et conductivité thermique d'éco-matériaux à base de terre	31
Tableau II-1 : Composition de la pâte utilisée pour le surfacage de 78.54 cm ²	34
Tableau III-1 : Etat hydrique initial des deux prélèvements	51
Tableau III-2 : Les limites d'Atterberg des fines	53
Tableau III-3: Valeur au bleu de méthylène.....	53
Tableau III-4: Masse volumique des particules solides.....	54
Tableau III-5 : Récapitulatif de la granulométrie des fines	54
Tableau III-6 : Résultat de l'analyse semi - quantitative par fluorescence X de A1 et A2	56
Tableau III-7 : Composition minéralogique du clinker du ciment utilisé	59
Tableau III-8 : Résultat de l'analyse semi - quantitative par fluorescence X et de masse volumique réelle des matériaux utilisés	60
Tableau III-9 : Les limites d'Atterberg de la terre Claytec	62
Tableau III-10 : Distribution granulométrique des chènevottes Biofibat®	65
Tableau III-11 : Masses volumiques et porosités des chènevottes	66
Tableau III-12 : Valeur tampon hygrique des chènevottes en absorption (abs), désorption (des) et moyen (moy) et ecartype.....	69
Tableau IV-1 : Propriétés physiques de pâte de ThermO® pour différents rapports Eau sur Liant (mesures sur les échantillons 10×10×7 cm ³)	74
Tableau IV-2 : Propriétés mécaniques et thermiques des échantillons de ThermO® pour différents rapports Eau sur Liant (mesures sur les échantillons 4×4×16 cm ³).....	74
Tableau IV-3 : Paramètres des modèles BET et GAB pour T- 0.4, T- 0.5 et T-0.6.....	77
Tableau IV-4 : Composition et masse volumique à (23°C, 50%HR) des échantillons de fines pour un gâchage à Eau/Fines=0.4 (moyenne et écart-type des mesures)	83
Tableau IV-5 : Référencement des fines sans ou avec stabilisation.....	86
Tableau IV-6 : Séquence de malaxage adoptée.....	86

Tableau IV-7 : Masses volumiques des échantillons de fines stabilisées à (23°C ; 50% HR) – campagne 1	87
Tableau IV-8 : Masses volumiques des échantillons de fines stabilisées à (23°C ; 50% HR) – campagne 2	92
Tableau IV-9 : Résistance en compression (en MPa) des échantillons de fines stabilisées à (23° C ; 50% HR) – campagne 2.....	93
Tableau IV-10 : Vitesse de propagation d’onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 2.....	95
Tableau V-1 : Formulations des composites	104
Tableau V-2 : Masse volumique des éprouvettes à l’état frais en fonction de la forme des échantillons (kg/m ³).....	108
Tableau V-3 : Masse volumique apparente de différentes formulations (23°C, 50%HR)	111
Tableau V-4 : Masse volumique réelle et porosité des différentes formulations calculées à partir de la masse volumique apparente des cylindres.....	113
Tableau VI-1 : Bilan de la résistance en compression des différentes formulations	124
Tableau VI-2 : Modules apparents et élastiques des différentes formulations	128
Tableau VI-3 : Résistance en traction des différentes formulations.....	131
Tableau VII-1 : Paramètres des modèles de GAB et de BET pour les formulations AC, ASC et TC	143
Tableau VII-2 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des différentes formulations en phase d’absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C.....	150
Tableau VII-3 : Conductivité thermique des différentes formulations au point sec à 23°C.....	155
Tableau VII-4 : Conductivité thermique de la phase solide pour les formulations TC déterminée à partir des conductivités thermiques des composants et de leur ratio volumique selon l’équation VII-3	159
Tableau VII-5 : Conductivité thermique de la phase solide pour l’ensemble des formulations déterminée à partir de la conductivité thermique du composite au point sec et de sa porosité en utilisant la méthode auto-cohérente à deux phases (sphère = air, coquille = phase solide).	160
Tableau A-1 : Appareils utilisés pour la mesure des dimensions et de masse des échantillons	A1

Introduction

En France, le secteur du bâtiment est responsable de 43% des consommations énergétiques et de 25% des émissions de gaz à effet de serre, la moitié de celles-ci étant due aux matériaux de construction et aux équipements du bâtiment [Ministère de l'Environnement, de l'Energie et de la Mer - Ministère du logement et de l'habitat durable, 2016 ; Ministère du développement durable et de l'énergie, 2014]. En ligne avec " l'accord de Paris ", la stratégie bas carbone, induite par la Loi sur la transition énergétique, prévoit de réduire de 50% les émissions de gaz à effet de serre d'ici 2030. Pour atteindre cet objectif, il est nécessaire de réduire les besoins énergétiques du bâtiment tout en limitant l'empreinte carbone des matériaux et des équipements. La réduction de l'empreinte carbone associée aux matériaux de construction peut se faire de plusieurs façons [Thormark, 2006 ; González et García Navarro, 2006] : utilisation de matériaux à faible énergie grise et/ou recours à des matériaux de construction biosourcés permettant une compensation des émissions de carbone liée à la séquestration de celui-ci.

Parmi les matériaux biosourcés, le béton de chanvre, composé généralement de chènevottes et de liant à base de chaux a fait l'objet de nombreuses études [Boutin et al., 2005 ; Cerezo, 2005 ; Tran Le et Mai, 2010 ; Collet et Pretot, 2012 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Collet et al., 2013 ; Amziane et Arnaud, 2013 ; Collet et Pretot, 2014 ; Pretot et al., 2014]. Ce matériau non porteur est utilisé comme matériau de remplissage associé à une ossature, généralement en bois mais également métallique ou en béton. Il est utilisé pour différentes applications (dalle, mur ou toit). Depuis près d'une dizaine d'années, les règles professionnelles éditées par l'association Construire en Chanvre définissent un cadre global dont l'objectif est de garantir la qualité et la durabilité des ouvrages. Ces règles définissent notamment les caractéristiques associées à l'usage et les conditions de mise en œuvre. Le béton de chanvre est ainsi utilisé comme isolation répartie, il présente un caractère isolant thermique appréciable mais également des qualités importantes en terme de régulateur hygrique. L'analyse de cycle de vie de bétons de chanvre révèle que, pour une composition de type mur, le constituant le plus impactant en terme de consommation de ressources énergétiques, de consommation d'eau et de pollution de l'air est le liant [Pretot et al., 2014]. Pour réduire l'impact environnemental des matériaux, des matrices liantes autres qu'à base de chaux peuvent être utilisées [Magniont, 2010]. La solution qui semble la moins impactante consiste à exploiter une terre de déblai ou un sol plus ou moins argileux pour assurer la cohésion avec les granulats bio-sourcés, à l'image de certaines constructions traditionnelles en terre. Ce type de solution présente plusieurs atouts : la ressource est disponible en grande quantité et est recyclable ce qui limite l'impact sur l'environnement. De plus, l'énergie exigée pour extraire, transformer et produire la matière est faible. D'autre part, ce type de matériau peut présenter un intérêt d'un point de vue hygrique, en raison de sa capacité à réguler l'humidité relative ambiante [Cagnon et al., 2014]. D'un point de vue thermique, un sol argileux n'est pas un bon isolant. Il a déjà été couplé à d'autres matériaux bio-sourcés tels que la paille ou le bois. Son couplage avec le chanvre dans des proportions susceptibles d'atteindre des masses volumiques voisines de celles du béton de chanvre devrait permettre de réduire la conductivité thermique du composite.

L'objectif de cette thèse est de développer des composites à base de chanvre en substituant à la chaux une matrice minérale moins impactante. Plusieurs formulations sont réalisées avec différentes matrices minérales et différents dosages en chanvre. D'une part, le liant commercial ThermO[®], récemment développé par la société BCB pour la fabrication de bétons de chanvre, est utilisé pour produire des bétons de chanvre « classiques », servant de référence comparative. D'autre part, des matrices liantes alternatives sont développées à partir d'une matrice argileuse d'origine industrielle qui fait l'objet d'une étude de stabilisation. Le cas d'une terre naturelle commercialisée par Claytec[®] est également considéré.

Le choix de la ressource utilisée pour le développement de la matrice liante alternative doit permettre de répondre aux enjeux de développement durable. Il est, en outre, nécessaire de s'assurer que la possibilité d'approvisionnement soit suffisante. Ainsi, le choix de la ressource s'est tourné vers

la valorisation de boues de lavage qui constituent actuellement un déchet non valorisé par les exploitants de carrières.

Plusieurs formulations de composites sont ainsi envisagées avec les différentes matrices liantes et pour différents dosages en chanvre représentatifs des différents usages traditionnels d'un béton de chanvre : toit, mur et dalle.

Après la présentation d'une synthèse bibliographique permettant de bien positionner les objectifs de cette étude, le mémoire s'articule autour d'un ensemble de chapitres.

Dans un premier temps, les méthodes expérimentales exploitées et les techniques d'analyse spécifiques associées sont détaillées. Ces méthodes concernent notamment les caractérisations mécanique, hygrique et thermique des composants et des composites.

Ensuite, les différents liants et matrices minérales utilisés dans cette étude sont présentés et caractérisés d'un point de vue physico-chimique et minéralogique. Les caractéristiques multi-physiques des chènevottes sélectionnées sont également données (masses volumiques apparente et réelle, porosité, conductivité thermique, MBV).

Le chapitre suivant s'intéresse aux matrices liantes. La pâte ThermO[®] est caractérisée d'un point de vue physique, mécanique, hygrique et thermique pour différents taux de gâchage. Le processus d'obtention des fines de lavage est décrit. L'étude de leur stabilisation considère différents liants et matrices liantes. La solution retenue doit répondre à un critère de résistance mécanique minimale et ne doit pas impacter de façon notable les performances hygrothermiques de la matrice.

La formulation des composites est abordée dans le chapitre suivant. Les composites sont produits avec différents dosages en chanvre et à partir de différents liants et matrices : liant ThermO[®], fines issues de boues de lavage, fines stabilisées et terre commerciale Claytec[®]. Ces composites sont alors caractérisés d'un point de vue physique (masses volumiques apparente et réelle, porosité). Leur micro structure est visualisée.

Le chapitre suivant est dédié à la présentation et l'interprétation des essais de caractérisation mécanique. Les essais réalisés correspondent à des essais de compression et des essais de traction par fendage. Différents paramètres caractéristiques sont identifiés tels que la résistance en compression, les modules apparents et élastiques, la résistance en traction. Ces données permettent d'interpréter l'effet d'un changement de matrice liante et l'effet d'une modification du dosage en chènevotte. Les valeurs obtenues permettent également de vérifier si chaque composite satisfait aux recommandations figurant dans les règles professionnelles Construire en Chanvre [CenC, 2010].

La caractérisation hygrothermique des composites est présentée dans le dernier chapitre. Elle s'appuie sur la mesure des isothermes de sorption, de la valeur MBV et de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau. Comme dans le cas des performances mécaniques, les résultats sont analysés au regard des formulations. Un modèle prédictif des isothermes de sorption est proposé en fonction du ratio chanvre/liant. La variation de la conductivité thermique avec la teneur en eau est modélisée par homogénéisation autocohérente.

Chapitre I Étude bibliographique

Face aux préoccupations environnementales, le choix du matériau de construction est un facteur clé pour le développement durable. Ce choix se base sur de nombreux critères techniques économiques, et environnementaux. L'analyse de cycle de vie (ACV) du matériau qui prend en compte toute la chaîne depuis l'extraction des matières premières jusqu'à sa démolition est un indicateur de qualité environnementale [Heijungs et al., 2010]. Les matériaux d'origine végétale comme le chanvre, la paille, le bois ou le lin semblent être une solution intéressante et offrent plusieurs avantages :

- Faible énergie grise : les matériaux d'origine végétale possèdent une faible énergie grise par rapport à d'autres matériaux de construction. L'énergie grise est l'énergie primaire consommée sur l'ensemble du cycle de vie d'un matériau, soit la somme de toutes les énergies nécessaires à la production, à la transformation, à la fabrication, au transport, à l'utilisation, à l'entretien et enfin au recyclage du matériau en fin de vie,
- Ressources renouvelables,
- Réduction des émissions de gaz à effet de serre en constituant un puits de carbone.

Ces dernières années ont vu se développer plusieurs matériaux de construction biosourcés. Le plus abouti en France est le béton de chanvre qui a fait l'objet de nombreuses études [Collet, 2004 ; Boutin et al., 2005 ; Cerezo, 2005 ; Tran Le, 2010 ; Magniont, 2010 ; Nguyen, 2010 ; Collet et Pretot, 2012a ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Chamoin, 2013 ; Collet et al., 2013 ; Ait Oumeziane, 2013 ; Amziane et Arnaud, 2013 ; Pretot et al., 2014 ; Collet et Pretot, 2014]. La bibliographie montre également l'intérêt d'autres ressources biosourcées couplées avec différents liants.

I.1 Béton de chanvre

Le béton de chanvre est un mélange de chènevottes, de liant et d'eau. Les recherches effectuées ont permis de déterminer les propriétés physiques du matériau. La forte porosité du matériau lui confère des propriétés d'isolant thermique et d'absorbant acoustique. Grâce à sa capacité à stocker et déstocker la vapeur d'eau, le béton de chanvre présente des performances hygrothermiques intéressantes. En effet, les performances hygrothermiques du béton de chanvre contribuent au confort intérieur au sein d'un local et améliorent ainsi ses performances énergétiques. Ce matériau est utilisé en remplissage d'ossature, sa résistance mécanique ne lui permettant pas d'être utilisé comme matériau porteur.

I.1.1 Composition

I.1.1.1 Le chanvre

a) Généralité – production des chènevottes

Le chanvre ou « Cannabis Sativa » est une plante annuelle et herbacée de la famille des Cannabinacées, cultivée par l'homme depuis la néolithique pour la qualité de ses fibres, ses graines oléagineuses et ses vertus médicinales. Le chanvre présente des intérêts agronomiques non négligeables : bonne tête d'assolement, sa culture améliore la structure du sol et s'effectue sans traitement ni engrais [Boutin et al., 2005]. Le chanvre fournit trois coproduits : la graine, les fibres et les chènevottes. Dans le domaine de la construction, les fibres peuvent être utilisées pour la fabrication de laine isolante et les chènevottes pour produire des bétons de chanvre et des enduits. En général, une tonne de paille donne 0.3 tonne de fibres et de 0.55 à 0.65 tonne de chènevotte [Bouloc, 2006].

La transformation du chanvre peut se réaliser avec ou sans défibrage pour obtenir des fibres et des chènevottes. Le défibrage du chanvre ne nécessite aucun traitement chimique mais est réalisé

seulement sous action mécanique [Chamoin, 2013] (Figure I-1). En effet, la paille de chanvre intègre une chaîne de production où elle est broyée soit par un broyeur à marteaux, soit par un broyeur à rouleaux afin de séparer les fibres et la chènevotte. Lors de l'étape suivante, le criblage, les secoueurs ou les tamis rotatifs vont faire tomber les particules de chènevotte dans une goulotte afin de les acheminer vers le lieu de stockage.

Les chènevottes sont ainsi les granulats végétaux qui désignent l'ensemble des particules issues du bois de la tige de chanvre. Selon le processus de fabrication, différents types de chènevottes peuvent être obtenus : défibrées ou fibrées, courtes ou longues (Figure I-2). La morphologie de la chènevotte fibrée est plus variée que celle de la chènevotte défibrée. Il est difficile d'évaluer précisément le pourcentage massique des fibres dans la chènevotte fibrée, car leur séparation nécessite des dispositifs spécifiques. Nguyen a proposé une séparation manuelle des fibres et de la chènevotte sur des échantillons de 100 g, et a montré une proportion de fibres supérieure à 12% [Nguyen, 2010].

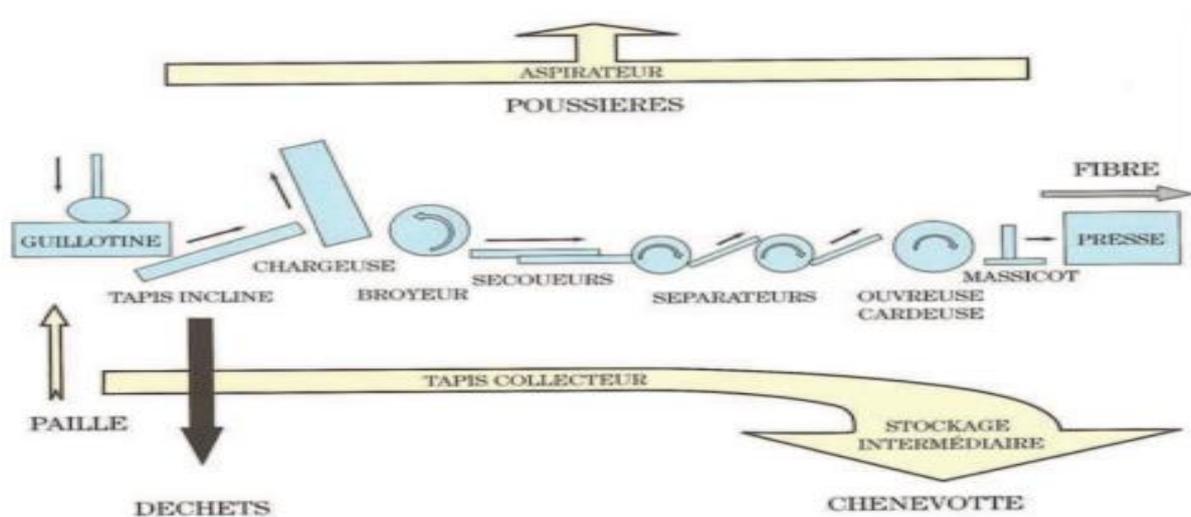


Figure I-1: Diagramme fonctionnel d'une ligne de défibrage [Bouloc, 2006]

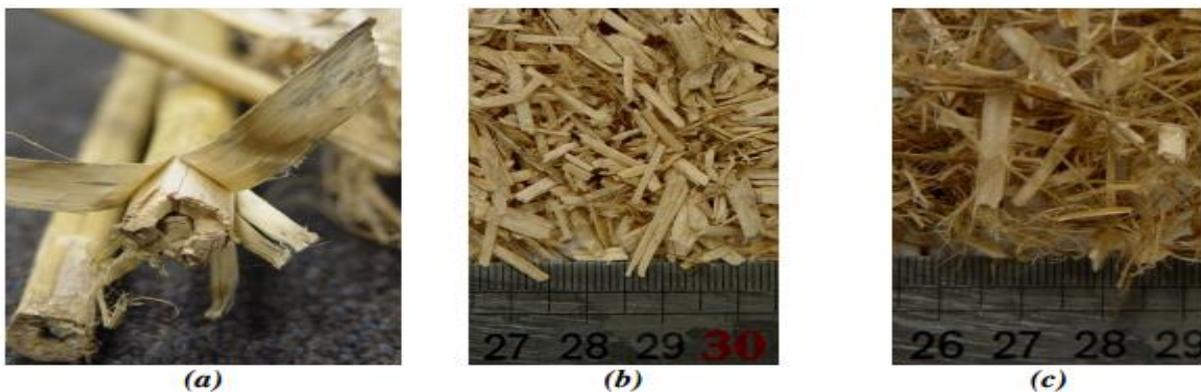


Figure I-2: (a) La tige du chanvre, (b) Chènevotte défibrée, (c) Chènevotte fibrée [Nguyen, 2010]

b) Morphologie de la chènevotte

L'observation d'une particule de chènevotte en coupe par microscope électronique à balayage (MEB) confirme sa forte porosité (Figure I-3). Elle présente une structure poreuse tubulaire avec un diamètre variant de 10 à 50 μm [Nguyen, 2010]. Elle est constituée de vaisseaux capillaires parallèles dans lesquels circule la sève de la plante. Cette structure explique la forte capacité d'absorption d'eau de la chènevotte et sa très faible masse volumique.

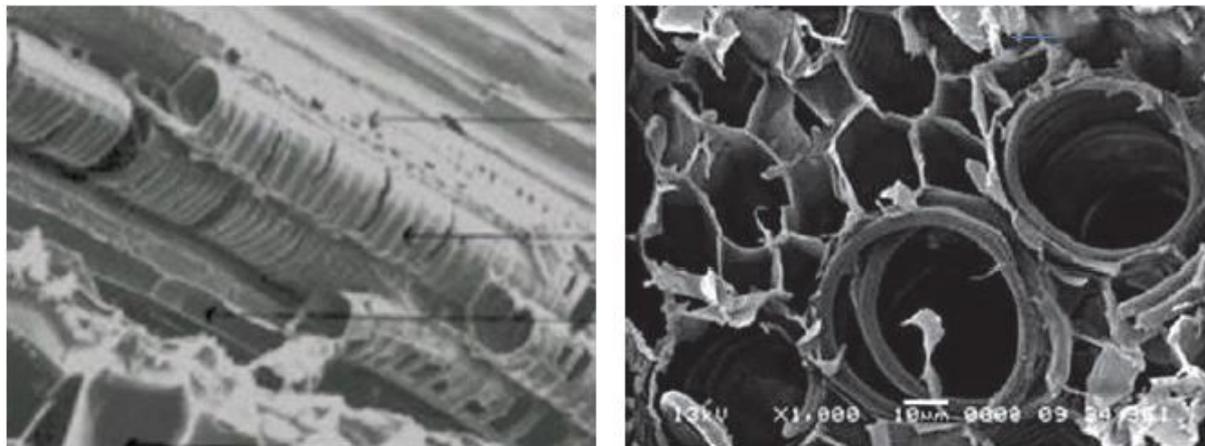


Figure I-3 : Vues au microscope électronique à balayage d'une chènevotte – Gauche : coupe longitudinale / Droite : coupe transversale

c) Composition chimique de la chènevotte

Les fibres végétales sont constituées de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de sa paroi. Dans le cas de fibre de chanvre, quatre composés majoritaires se distinguent: la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine. Ces composants déterminent principalement les propriétés physiques des fibres [Bledzki et Gassan, 1999].

Le **Tableau I-1** ci-après synthétise les données bibliographiques sur la composition chimique de la chènevotte. Le pourcentage de chaque composant diffère selon l'étude. Cette variabilité est attribuée à la variation des conditions climatiques, à l'âge et au traitement subi par les fibres [Bledzki et Gassan, 1999]. D'après Baley [Baley, 2002], l'espèce et la variété de la plante ainsi que la qualité du sol de culture peuvent également influencer la composition chimique de la fibre. Cette variabilité peut être également liée à la méthode de dosage utilisée.

Tableau I-1: Composition chimique de la chènevotte

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Réf
36-41	31-37	19-21	-	[Triolo, 1980]
74.4	17.9	0.9	3.7	[Dhakal et al., 2007]
56.1	10.9	20.1	6	[Sedan et al., 2008]
76.12	12.28	1.55	5.65	[Korte et Staiger, 2008]
48	12	6	28	[Arnaud, 2008]
68.9	8.7	-	4.1	[Magniont, 2010]
49.97	21.42		9.52	[Viel et al., 2017]

d) Masses volumiques et porosités

Généralement, la masse volumique en vrac d'un matériau est définie comme étant la masse volumique d'un mètre cube du matériau pris en tas, comprenant à la fois des vides inter-particulaires et intra-particulaires. Cette caractéristique physique varie selon la compacité et la porosité du granulat.

La synthèse des résultats obtenus dans la littérature est présentée dans le Tableau I-2. Les résultats montrent que la masse volumique en vrac de la chènevotte est faible. En effet, elle varie entre 98 et 155 kg/m³. Cette variabilité peut être liée à l'origine du chanvre, à sa nature (fibrée ou défibrée) ou à la méthode de mesure. Nguyen montre ainsi que la masse volumique de la chènevotte fibrée est deux fois plus faible que celle de la chènevotte défibrée [Nguyen, 2010].

Les résultats mettent en évidence la forte porosité intra-particulaire qui est considérée comme majoritairement ouverte [Cerezo, 2005 ; Nguyen, 2010]. En effet, la porosité intra-particulaire est de l'ordre de 80% et la porosité totale de l'assemblage granulaire en vrac s'élève à plus de 90%. Ce taux de porosité permet d'expliquer la faible masse volumique apparente de ces particules, leur grande capacité de déformation, leur sensibilité à l'eau ainsi que leurs bonnes propriétés thermiques.

Pour pallier aux dispersions liées à la méthode de mesure, un protocole expérimental a été mis en place dans le cadre du comité technique Rilem TC 236- BBM [Amziane et al., 2017].

Tableau I-2 : Masses volumiques et porosités mesurées d'après la littérature

ρ_{vs} [kg/m ³]	ρ_{gs} [kg/m ³]	ρ_s [kg/m ³]	n_{Total} [%]	n_{inter} [%]	$n_{intra/Tot}$ [%]	$n_{intra-p}$ [%]	Référence
110-155	-	-	-	-	-	-	[Cordier, 1999]
130	320	1455	91.2	59.4	31.8	78	[Cerezo, 2005]
98	-	-	-	-	-	-	[De Bruijn et al., 2009]
102.83	256	1465	93.0	59.9	33.1	82.5	[Nguyen, 2010]
134.8	320	1448	90.7	58.0	32.7	77.9	[Magniont, 2010]
114.2	256	1540	92.4	55.1	37.2	83.4	[Nozahic, 2012]
110	250	1384	92.1	56.0	36.1	81.9	[Chamoin, 2013]
110.9	-	-	-	-	-	-	[Dinh, 2014]
112	256	1448	92.3	56.3	36.0	82.3	[Tronet, 2013]

ρ_{vs} : Masse volumique apparente en vrac à l'état sec (kg/m³)

ρ_{gs} : Masse volumique apparente d'une particule de chènevotte à l'état sec (kg/m³)

ρ_s : Masse volumique absolue de la matière végétale constituant la chènevotte (kg/m³)

n_{Total} : Porosité totale ($n_{Total} = 1 - \rho_{vs} / \rho_s$)

n_{inter} : Porosité inter-granulaire ($n_{inter} = 1 - \rho_{gs} / \rho_s$)

$n_{intra-p}$: Porosité intra-granulaire des particules isolées ($n_{intra-p} = 1 - \rho_{gs} / \rho_s$)

$n_{intra/Tot}$: Porosité intra-granulaire par rapport au mélange

$$[(n_{inter/Tot} = n_{inter-p} (1 - n_{inter}) \text{ où } n_{inter/Tot} = n_{Total} - n_{intra-p}]$$

e) Absorption d'eau

La capacité d'adsorption d'eau est une des caractéristiques importantes des granulats légers. Une quantité importante d'eau de gâchage peut être absorbée par ces granulats lors de la fabrication du fait de leur importante porosité. Pour cela, plusieurs travaux se sont intéressés à l'étude de la capacité d'absorption d'eau de la chènevotte [Couedel, 1998 ; Cerezo, 2005 ; Nguyen, 2010 ; Chamoin, 2013].

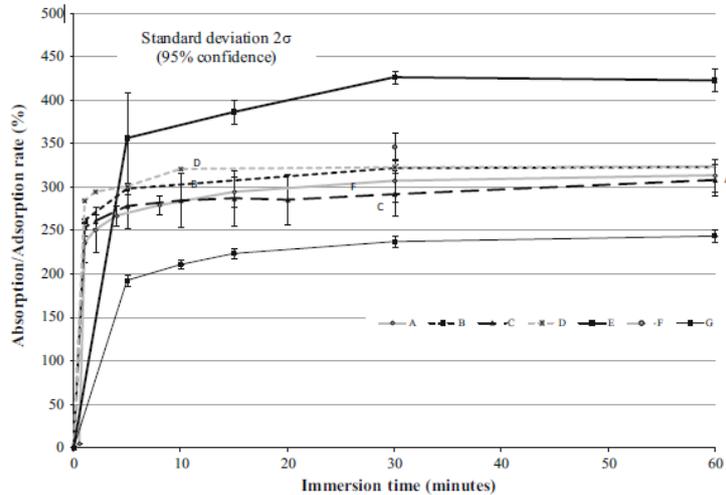


Figure I-4: Absorption d'eau par des chènevottes – 1^{er} Round Robin Test Rilem, avant définition du protocole Rilem TC 236- BBM [Amziane et al., 2017]

La chènevotte a un fort pouvoir d'absorption vis-à-vis de l'eau, les teneurs en eau peuvent atteindre 200 à 400 % (Figure I-4). Cela s'explique par sa structure capillaire et son caractère hydrophile. La cinétique d'adsorption peut se décomposer en deux étapes. Dès les premières secondes d'immersion, une quantité d'eau importante est absorbée par les particules. Ce phénomène rapide est certainement à associer au remplissage des pores les plus gros. Puis une cinétique plus lente prend place. Sur la Figure I-4, une dispersion apparaît entre les résultats obtenus par les différents laboratoires. Ainsi, un protocole d'essai a été défini en vue de limiter cette dispersion [Amziane et al., 2017].

D'autre part, Nguyen [Nguyen, 2010] a montré que les capacités d'adsorption d'eau des chènevottes fibrées est plus faible que celle des chènevottes défibrées (respectivement 276% et 290%, après 30 minutes d'immersion) (Figure I-5). En effet, la capacité d'absorption d'eau des fibres est moindre.

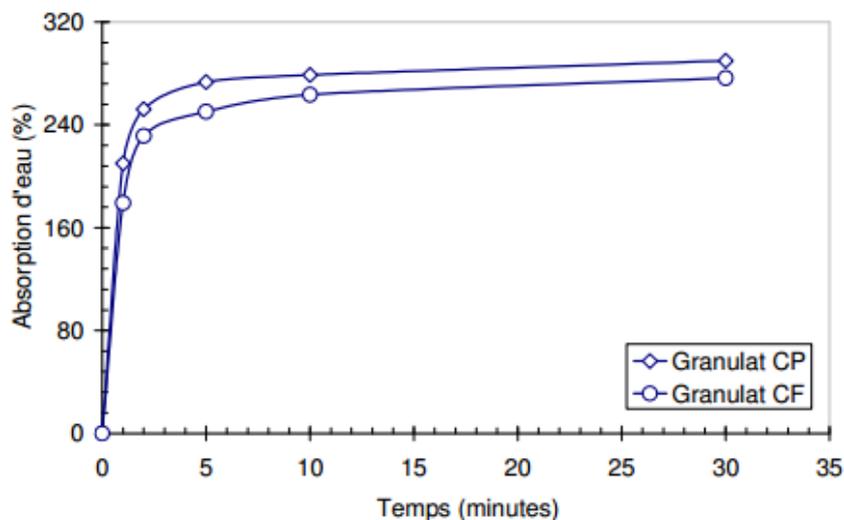


Figure I-5: Absorption d'eau par les chènevottes (défibrée= CP et fibrée = CF) [Nguyen, 2010]

f) Conductivité thermique

La conductivité thermique des chènevottes en vrac a été évaluée dans de nombreuses études pour différentes masses volumiques (Tableau I-3). En lien avec leur faible masse volumique, la conductivité thermique des chènevottes en vrac est faible, elle est comprise entre 0.048 et 0.085 W/(m.K).

La conductivité thermique est impactée par la masse volumique des chènevottes. D'après Cordier [Cordier, 1999] et Cerezo [Cerezo, 2005], la conductivité thermique augmente avec la masse volumique. La Figure I-6 présente l'évolution modélisée par Cerezo (augmentation de 20 % de la conductivité thermique pour une augmentation de 41 % de la masse volumique). Magniont [Magniont, 2010] a mesuré la conductivité thermique du chanvre en vrac avec compactage et sans compactage. Les résultats montrent que la conductivité thermique varie faiblement entre les deux cas.

La conductivité thermique des chènevottes en vrac est également impactée par leur état hygrique. Ainsi, lorsque l'humidité relative ambiante augmente, la conductivité thermique augmente (Figure I-7).

Les résultats montrent également une sensibilité à la méthode de mesure, un protocole d'essai a également été conseillé par le TC 236-BBM en fonction du dispositif expérimental choisi [Amziane et al., 2017].

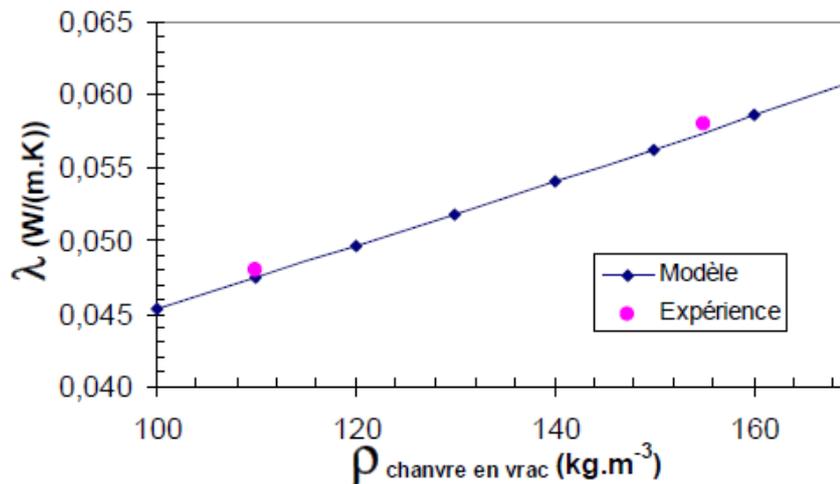


Figure I-6 : Conductivité thermique du chanvre en vrac en fonction de sa masse volumique [Cerezo, 2005]

Tableau I-3 : Conductivité thermique des chènevottes en vrac

Référence	Appareil de mesure	Masse volumique en vrac (kg/m ³)	λ (W/(m.K))
[Cerezo, 2005]	Plaque chaude gardée	110	0.048
[Cerezo, 2005]	Plaque chaude gardée	155	0.058
[Magniont, 2010]	Plaque chaude gardée	134.8	0.0545
[Magniont, 2010]	Plaque chaude gardée	164.5	0.0542
[Nozahic, 2012]	Fil chaud	114.2	0.057
[Dinh, 2014]	Plaque chaude gardée	112	0.058

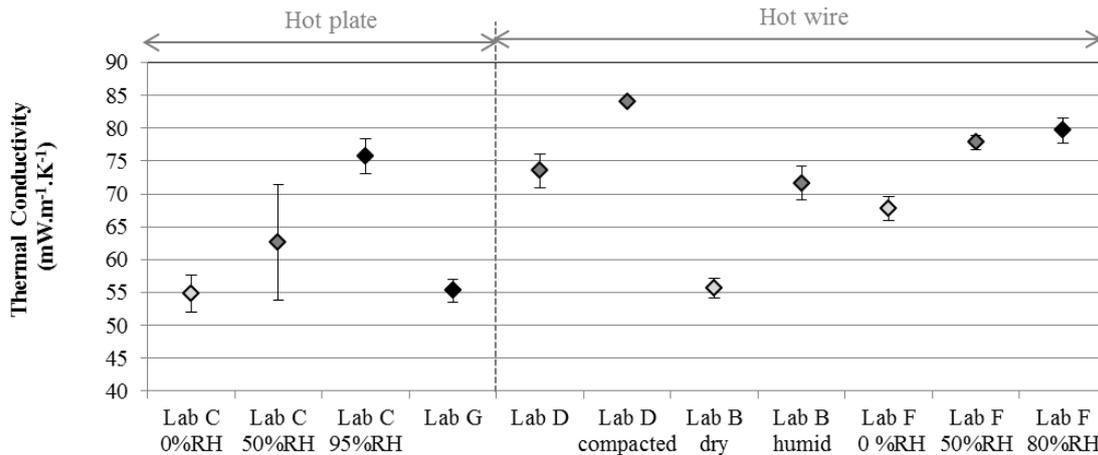


Figure I-7: Conductivité thermique des chènevottes à différents états hygriques et selon différents protocoles de mesure Rilem TC 236- BBM [Amziane et al., 2017]

I.1.1.2 Liants

La formulation du béton de chanvre nécessite l'utilisation d'un liant adapté. Ce dernier doit garantir la cohésion entre les composants et assurer des caractéristiques mécaniques satisfaisantes. Dans la littérature, plusieurs types de liants sont utilisés pour le béton de chanvre. Parmi ces liants, on trouve le ciment [Cerezo, 2005], la chaux [De Bruijn et al., 2009 ; Nguyen, 2010 ; Chamoin, 2013], la chaux avec pouzzolane [Magniont, 2010 ; Nozahic et al., 2012 ; Nozahic, 2012 ; Dinh, 2014]. Le choix du liant compatible avec la chènevotte prend une grande importance à cause de la propriété hydrophile de la chènevotte, puisqu'il peut y avoir une compétition en absorption d'eau de gâchage.

Dans la suite de cette partie nous présentons les liants souvent utilisés pour la formulation de béton de chanvre, notamment le ciment, la chaux et la pouzzolane.

a) Le ciment Portland

Le ciment provient de la cuisson d'un mélange de calcaire et d'argile à 1450°C. Après cuisson, on obtient le clinker qui se compose de quatre phases cristallines principales (Tableau I-4).

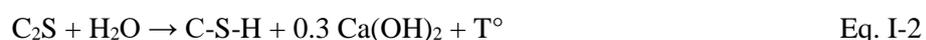
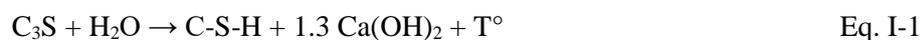
Tableau I-4 : Composition minéralogique du clinker

Alite	C ₃ S	Silicate tricalcique (SiO ₂ – 3 CaO)	50-65%
Belite	C ₂ S	Silicate bicalcique (SiO ₂ – 2CaO)	15-20%
Aluminate	C ₃ A	Aluminate tricalcique (Al ₂ O ₃ – 3CaO)	5-15%
Ferrite	C ₄ AF	Ferro-aluminate tétracalcique (Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃ – 4 CaO)	5-10%

C (calcaire (CaO)); S (Silicium (SiO₂); A(Alumine (Al₂O₃); F (Fer (Fe₂O₃))

Pour obtenir le ciment portland, on broie un mélange de clinker et de gypse très finement. Lors du broyage de clinker, on peut ajouter d'autres éléments comme le laitier de haut fourneau, les fillers calcaire, les cendres de centrales thermiques, etc. ; ce qui permet d'obtenir différentes catégories de ciment avec ajouts.

Les réactions d'hydratation des silicates de calcium sont présentées par les équations suivantes :



L'hydratation du C_3S est rapide et contribue significativement à la résistance au jeune âge (de quelques heures à 14 jours) tandis que celle du C_2S survient plus lentement et contribue davantage à la résistance à plus long terme [Amziane et Arnaud, 2013].

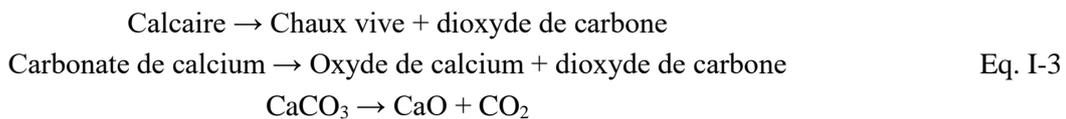
La production du ciment présente des impacts néfastes non négligeables sur l'environnement. En effet, le processus de production du ciment génère une forte consommation d'énergie et des émissions de CO_2 très importantes. Pour un ciment type CEM I (sans ajouts), la quantité de CO_2 émise par tonne de ciment est de 890 kg [Chabannes, 2015]. L'utilisation de ciments composés (avec additions minérales) permet de réduire cette émission à 660 kg [Magniont, 2010 ; Amziane et Arnaud, 2013].

b) La chaux

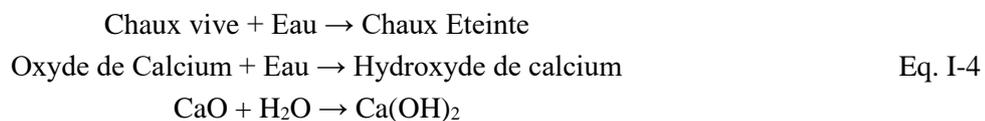
La chaux est l'un des plus anciens matériaux de construction utilisés par l'homme. Ce matériau est largement utilisé dans la construction comme ingrédient dans les mortiers. Ces dernières décennies, il est utilisé pour fabriquer du béton de chanvre.

i. La chaux aérienne

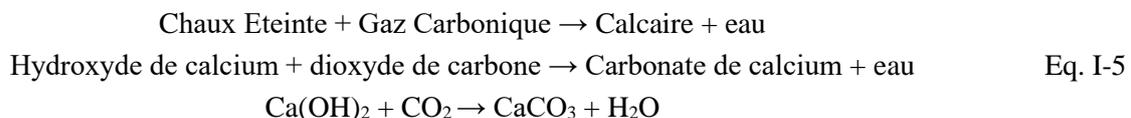
La chaux est obtenue par calcination du calcaire pur (carbonate de calcium : $CaCO_3$) à $900^\circ C$. La réaction issue de cette cuisson induit une perte de masse de la matière à cause de l'émission de dioxyde de carbone (CO_2).



L'hydratation de la chaux vive forme de la chaux éteinte. Ce processus d'apport d'eau, appelé extinction, est très exothermique et produit l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ selon la réaction suivante :



La prise de la chaux aérienne s'effectue par carbonatation, c'est-à-dire par absorption du dioxyde de carbone CO_2 de l'air ambiant. C'est de ce processus qu'elle tire son nom d'« aérienne ». La réaction de carbonatation s'écrit :



En milieu humide, la vapeur d'eau se lie au dioxyde de carbone de l'air pour former de l'acide carbonique. En fixant le dioxyde de carbone contenu dans cet acide, la chaux aérienne exposée à une atmosphère humide se transforme à nouveau en calcaire. Le mécanisme de prise par carbonatation s'effectue en présence d'eau, d'où une maîtrise indispensable des conditions de mise en oeuvre. Ce phénomène de carbonatation peut s'étendre sur plusieurs années. Le cycle complet de la chaux est résumé sur la Figure I-8.

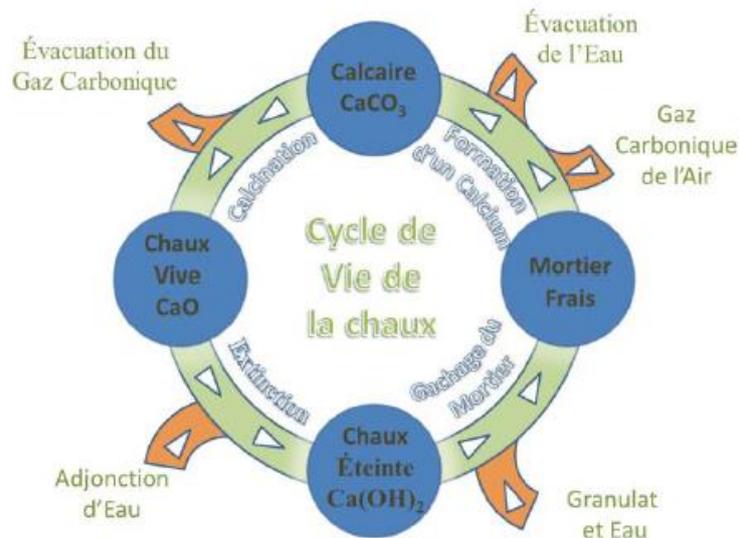


Figure I-8 : Diagramme simplifié du cycle de la chaux [Tronet, 2015]

Les émissions de CO₂ totales générées par la combustion et la décarbonatation sont aussi élevées que celles du ciment Portland (~870 kg de CO₂ par Tonne de chaux aérienne) [Chabannes, 2015]. Effectivement, malgré une émission de combustion inférieure à celle du ciment (cuisson à 900°C), les émissions liées à la décarbonatation de la chaux aérienne restent élevées. En revanche, il faut absolument prendre en compte la fixation du CO₂ lors de la carbonatation qui représente 535 kg de CO₂/T. L'émission résiduelle est donc de 335 kg de CO₂/T [Chabannes, 2015].

ii. La chaux hydraulique

Comme le ciment, la chaux hydraulique est obtenue à partir de la calcination de calcaire contenant 10 à 20% d'argile. Lors de la cuisson entre 800°C et 1500°C, l'oxyde de calcium (CaO) se combine avec ces éléments pour former des silicates de calcium (C₂S) mais aussi des aluminates et des ferro-aluminates de calcium. Les mécanismes de décarbonatation du CaCO₃ et d'extinction de la chaux vive sont identiques à ceux de la chaux aérienne.

La chaux hydraulique fait une double prise : une première prise par réaction hydraulique avec l'eau de gâchage au moment de la mise en œuvre (prise hydraulique) puis une prise secondaire par réaction avec le CO₂ de l'air (prise aérienne) pendant laquelle la chaux et les hydrates de calcium vont se carbonater au contact de l'air humide pour redonner le carbonate de calcium. Cette carbonatation au contact de l'air est très lente et peut prendre plusieurs années.

Comme pour la chaux aérienne, la fixation du CO₂ par carbonatation est soustraite aux émissions de CO₂ par combustion des énergies fossiles et décarbonatation du CaCO₃. L'émission résiduelle finale se situe donc entre 370 et 415 kg de CO₂/T de chaux hydraulique en fonction du type de NHL [Chabannes, 2015].

iii. Liant pouzzolanique

Selon la norme F EN 197-1 [NF EN 197-1, 2009], les pouzzolanes naturelles sont définies comme « des produits essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde de fer, présentant soit naturellement (lorsqu'elles sont d'origine volcanique) soit après activation thermique, des propriétés pouzzolaniques ».

L'utilisation des pouzzolanes naturelles est connue depuis l'antiquité comme liants pour fabriquer les bétons de construction. La plupart des pouzzolanes naturelles sont activées par un simple broyage pour rendre la phase amorphe disponible. Dans le cas des métakaolins, certaines sources (kaolin), doivent passer par une calcination entre 500 et 800°C pour présenter une réactivité suffisante [Liebig et Althaus, 1998]. La calcination entraîne la déshydroxylation et une destruction de la structure

crystalline initiale de la kaolinite selon l'équation (Eq. I-6). La calcination de kaolin n'émet pas de CO₂ contrairement à la décarbonatation de la chaux.



Généralement, un liant pouzzolanique correspond à un liant dont les composés sont susceptibles de réagir avec la chaux ou la portlandite pour former des hydrates stables. En effet, il réagit en présence d'eau avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂ ou CH) présent initialement dans la chaux (hydraulique ou aérienne) ou issu de l'hydratation des silicates de calcium.

Les liants pouzzolaniques présentent des avantages du point de vue environnemental. Pour les liants pouzzolaniques issues d'un simple broyage, on peut considérer que leur impact environnemental est très faible. Seul le broyage et le transport vers le lieu d'utilisation sont à prendre en compte. Pour le métakaolin, la calcination de kaolin engendre seulement l'émission de vapeur d'eau, contrairement à la production de ciment ou de chaux qui engendre une émission importante de CO₂. De plus, la consommation énergétique liée à la calcination du métakaolin (500°C - 800°C) reste bien inférieure à celle nécessaire à la calcination de la production de ciment portland (1450°C) ou de la chaux (800°C - 1200°C).

c) Choix d'un liant adéquat pour le béton de chanvre

Le choix du liant compatible avec la chènevotte prend une grande importance à cause de la propriété hydrophile de la chènevotte. Plusieurs travaux scientifiques ont été effectués précédemment dans le but de trouver le liant le plus compatible avec la chènevotte.

Dans ce contexte, la chaux aérienne qui ne se durcit qu'au contact du gaz carbonique (CO₂) et ne nécessite que très peu d'eau pour sa carbonatation, semble être un liant 'idéal' pour ce type d'application. Malgré ces caractéristiques, l'utilisation de la chaux aérienne seule pour fabriquer du béton de chanvre est peu recommandée. En effet, ce liant se solidifie très lentement [Bütschi et al., 2004], et la carbonatation se produit très difficilement au cœur de l'échantillon [Lawrence et al., 2006]. L'ajout des pouzzolanes et des liants hydrauliques (chaux hydrauliques, ciment...) permet d'activer la carbonatation et de favoriser le durcissement au cœur plus rapidement [Evrard, 2002 ; Bouloc, 2006]. D'après Cerny et al. [Černý et al., 2006], l'ajout de pouzzolane peut augmenter significativement la résistance mécanique de la chaux [Černý et al., 2006]. Le même constat est établi par Bütschi [Bütschi et al., 2004] sur l'ajout de la chaux hydraulique à la chaux aérienne.

D'autre part, certains auteurs ont montré que l'utilisation des liants hydrauliques pour produire des bétons de chanvre peut poser des problèmes de compatibilités avec les végétaux (transferts hydriques, perturbation des mécanismes de formation des hydrates, liant trop rigide). Ainsi, Cerezo [Cerezo, 2005] et Bevan & Wooley [Bevan et al., 2008] ont montré que, avec les mélanges chaux – ciment, une couche de fine épaisseur de béton de chanvre se solidifie en surface, l'intérieur de l'éprouvette restant à l'état de poudre. Cet effet de farinage est attribué au fort potentiel d'absorption d'eau de la plupart des granulats d'origine végétale qui se fait au détriment de l'hydratation du ciment pour lequel un manque d'eau peut se faire ressentir.

Par contre, [De Bruijn et al., 2009] ont montré que la résistance en compression et le module d'élasticité sont plus élevés pour les mélanges plus riches en ciment. Les mêmes constatations peuvent être établies pour les études de Bütschi [Bütschi et al., 2004][Bütschi et al., 2004b]. En plus de ces avantages sur l'amélioration des propriétés mécaniques, le liant hydraulique est caractérisé par sa prise rapide. Cette propriété est souvent recherchée par l'utilisateur du béton de chanvre. Cette prise peut par exemple permettre un décoffrage rapide.

Ces dernières années, le liant le plus utilisé pour produire de béton de chanvre est la chaux hydraulique. [Evrard, 2008 ; Nguyen, 2010 ; Glouannec et al., 2011 ; Chamoin, 2013 ; Tronet, 2013 ; Collet et Pretot, 2014 ; Chabannes, 2015 ; Niyigena, 2016] justifient l'utilisation de la chaux pour réaliser du béton de chanvre du fait que le processus de carbonatation est davantage compatible avec la forte capacité d'absorption d'eau de la chènevotte que le processus d'hydratation du ciment. De plus, la chaux constitue un milieu très alcalin qui protège la chènevotte des bactéries et des petits rongeurs.

I.1.2 Différentes techniques de mise en œuvre du béton de chanvre

I.1.2.1 Béton de chanvre banché

Cette technique consiste à mélanger tous les constituants (chènevotte, liant et eau) dans une bétonnière ou un malaxeur. Le mélange est alors mis en place manuellement, par couche successive à l'état frais, dans un coffrage ou entre deux banches (Figure I-9). Chaque couche est légèrement tassée afin que les surfaces des parois soient homogènes.

Afin d'obtenir une ouvrabilité suffisante pour permettre le remplissage aisé du coffrage par le mélange à l'état frais, il est nécessaire de surdimensionner le dosage en eau par rapport au besoin réel du liant car une partie importante d'eau de gâchage est absorbée par les chènevottes, pendant le malaxage, en raison de son fort pouvoir d'absorption d'eau. En effet, le rapport E/L recommandé par les Règles Professionnelles d'exécution varie entre 1.6 et 2. Le béton de chanvre fabriqué avec ce procédé est limité à des fonctions de remplissage et d'isolation et ne peut pas être utilisé à des fonctions structurales. En plus, il nécessite un temps de séchage très long qui peut prendre plusieurs mois.



Figure I-9: Procédé de mise en œuvre par banchage

I.1.2.2 Béton de chanvre projeté

Cette technique consiste à projeter le mélange directement sous pression sur les surfaces souhaitées (Figure I-10). Deux procédés principaux existent. Soit, lors de la mise en œuvre le mélange de liant et de chènevottes est brassé à sec, l'apport d'eau se fait au niveau de la buse au moment de la projection. Soit, une pâte de liant est réalisée, le chanvre est mélangé à la pâte au moment de la projection. La projection permet de limiter les étapes de coffrage et de limiter la quantité d'eau nécessaire à la mise en place en limitant la compétition chanvre-liant par rapport à l'eau. Ainsi, la quantité d'eau introduite peut être proche de celle nécessaire à l'hydratation du liant [Evrard, 2008]. Ce procédé permet aussi de réduire le temps de séchage du béton de chanvre de plusieurs mois à une dizaine de jours [DEV, 2009].

Le béton de chanvre projeté présente une densité et des caractéristiques mécaniques supérieures à celle de béton de chanvre banché [Elfordy et al., 2008 ; Glouannec et al., 2011].



Figure I-10: Procède de mise en œuvre par projection

I.1.2.3 Béton de chanvre préfabriqué

La production de blocs de béton de chanvre préfabriqués présente un fort potentiel de développement pour différentes raisons. Tout d'abord, ce procédé évite le recours au coffrage ou à d'autres techniques nécessitant des compétences particulières, il s'apparente à la mise en œuvre de blocs usuellement rencontrés.

En ce qui concerne la qualité et la fiabilité, ce procédé permet de maîtriser la formulation et facilite le contrôle des matières premières et le taux de compactage (contrairement aux bétons de chanvre projetés ou banchés manuellement) [Nguyen, 2010]. Ceci permet de garantir des caractéristiques techniques constantes.

I.1.3 Propriétés mécaniques des bétons de chanvre

Les performances mécaniques des bétons de chanvre sont influencées par de nombreux paramètres : le dosage en liant, sa nature, le mode de mise en œuvre et notamment la contrainte de compactage, l'échéance et les paramètres de l'essai conduisent à des résultats relativement variables.

Le béton de chanvre est un matériau qui possède un comportement élasto-plastique non fragile et une forte déformabilité sous contrainte et la possibilité de reprise des efforts même après avoir atteint la résistance mécanique maximale [Cerezo, 2005 ; De Bruijn et al., 2009 ; Nguyen, 2010 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Chamoin, 2013]. Il possède une résistance et une rigidité modestes par rapport aux autres matériaux de construction du même type (béton de bois). Mais il peut supporter des niveaux de déformation élevés, ce qui lui permet de s'adapter aux contraintes extérieures.

La courbe contrainte-déformation obtenue par Cérézo [Cerezo, 2005] pour des bétons de chanvre faiblement compactés est présentée sur la Figure I-11. En effet, Cérézo [Cerezo, 2005] distingue trois phases dans le comportement mécanique :

- au début de l'essai, le comportement est assimilable à un comportement élastique linéaire : le module d'élasticité du béton de chanvre est alors déterminé à l'origine. Durant cette phase, le liant supporte l'ensemble des contraintes de compression,
- dans un deuxième temps, la courbe présente rapidement une inflexion, attribuée par l'auteur à la fissuration progressive de la matrice liante. Dans cette phase pré-pic, le liant reprend la majorité des efforts tandis que les particules de chènevette, fortement compressibles, s'adaptent au comportement du liant. Des déformations résiduelles existent lors du déchargement, le matériau présente donc un comportement élastoplastique,
- au-delà de la valeur maximale de contrainte, dans la phase post-pic, le liant est totalement dégradé. Le comportement mécanique des particules végétales devient prépondérant. Leur module élastique étant bien plus faible que celui de la matrice, la contrainte diminue. Le liant, qui lui est plutôt fragile, ne joue plus aucun rôle dans cette phase.

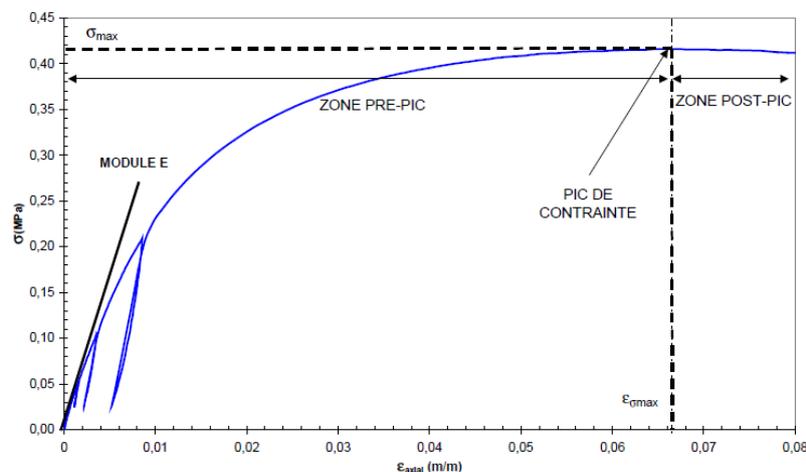


Figure I-11 : Allure typique de la courbe $\sigma = f(\epsilon)$ en compression de bétons de chanvre faiblement compactés [Cerezo 2005]

Alors que Nguyen [Nguyen 2010] a distingué quatre phases dans le comportement mécanique (Figure I-12) :

- **La phase I** : présente un comportement élastique identique à celui identifié par Cérézo [Cerezo, 2005],
- **La phase II** : dite phase élasto-plastique, correspond à l'endommagement de la matrice du liant mais aussi des interfaces entre le liant et les particules de la chènevotte,
- **La phase III** : durant cette phase, on remarque une augmentation de la contrainte et de la déformation de façon quasi linéaire. En effet, les particules de la chènevotte reprennent la plus grande partie des contraintes. Le développement des déformations plastiques se produit au sein des granulats. Pourtant l'augmentation de la contrainte n'entraîne pas la rupture totale du matériau, mais bien la compaction de ces particules, du fait de leur grande déformabilité, et la densification de l'éprouvette,
- **La phase IV** : c'est la phase de rupture du matériau et correspond au maximum de contrainte et à la partie descendante de la courbe contrainte – déformation. Cette phase est similaire à la phase post-pic dans les résultats de Cerezo [Cerezo, 2005].

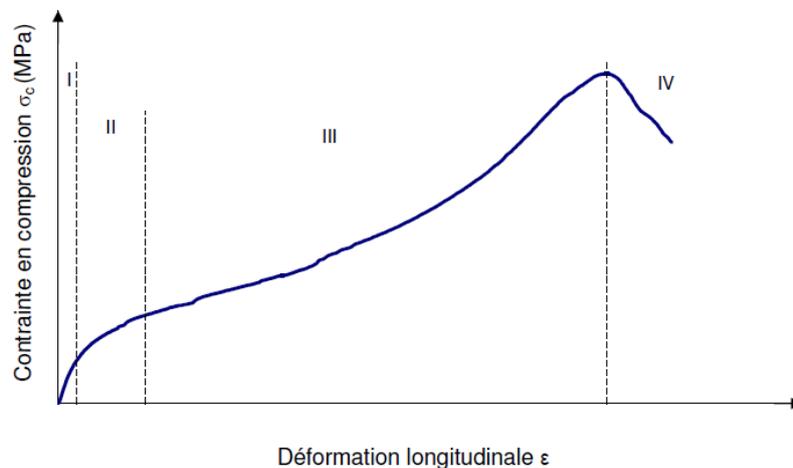


Figure I-12 : Schéma de la courbe contrainte – déformation du béton de chanvre [Nguyen 2010]

La différence de comportement mécanique entre les résultats de Cerezo [Cerezo, 2005] et ceux de Nguyen [Nguyen 2010] peut, pour une même formulation, être attribuée à la différence de l'intensité du compactage initial. Le compactage initial très élevé [Nguyen 2010] induit une précontrainte élevée dans les chènevottes, par conséquent, la résistance à la compression de béton de chanvre augmente de façon non négligeable lorsque la cohésion du liant et du granulat est détruite. C'est pourquoi la phase III est particulièrement notable dans les résultats de Nguyen.

I.1.3.1 Influence de la teneur et de la nature du liant

Le béton de chanvre présente l'originalité d'un comportement très variable en fonction du dosage en liant ; plus ce dosage est important, plus le matériau est fragile (Figure I-13). La variation du rapport chanvre sur liant engendre des comportements mécaniques distincts. Un rapport chanvre sur liant faible permet l'augmentation de la résistance à la compression du béton de chanvre et diminue la ductilité du matériau. À l'inverse, un rapport chanvre sur liant important rend le pouvoir du liant dans la matrice faible. Les points de liaisons entre le liant et la chènevotte sont faibles. Par conséquent, la déformation avant rupture du matériau est importante et le comportement mécanique de la chènevotte est prépondérant.

Les résultats obtenus par Cerezo [Cerezo, 2005] montrent que les propriétés mécaniques du béton de chanvre dépendent du dosage volumique en liant. En effet, la résistance mécanique varie entre 0.25 et 1.25 MPa et le module d'élasticité entre 4 et 160 MPa. Plus le dosage en liant est faible, plus la résistance mécanique, le module d'élasticité, le coefficient de Poisson sont faibles et plus la déformation est élevée. Pour un faible dosage en liant, le béton de chanvre se comporte comme un empilement de

particules compressibles reliées entre elles par des ponts rigides de liant. Pour le dosage intermédiaire, les particules de chènevette sont considérées comme entourées par des couches plus ou moins épaisses d'hydrates, ce qui permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques. Pour un fort dosage en liant, son comportement est similaire à celui d'une matrice du liant continue dans laquelle des particules végétales sont noyées.

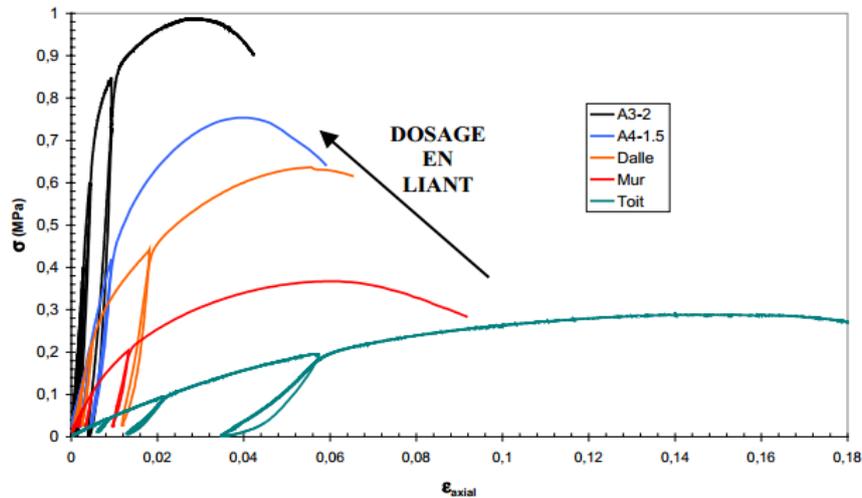


Figure I-13: Comportement mécanique en compression du béton de chanvre à différents dosages en liant [Cerezo, 2005]

La synthèse des résultats obtenus dans l'étude de Cerezo pour différents dosages en liant (faibles dosages, dosages intermédiaires et forts dosages) est montrée dans le **Tableau I-5**.

Tableau I-5: Caractéristiques mécaniques du béton de chanvre pour différents dosages en liant [Cerezo, 2005]

Dosage en liant	Concentration Volumique Liant	ρ (Kg/m ³)	σ_{\max} de compression (MPa)	E (MPa)	$\epsilon_{\sigma_{\max}}$	ν
Faible	10%	250	0.25	4	0.15	0.05
Intermédiaire	19-29%	350-500	0.35-0.8	32-95	0.05-0.06	0.08-0.16
Fort	40%	600-660	1.15	140-160	0.04	0.2

Dans l'étude expérimentale de Chamoin [Chamoin, 2013], les propriétés mécaniques du béton de chanvre sont fortement influencées par la variation du taux et type de liant. Une faible substitution du Tradical PF70 par du microcem améliore les performances mécaniques du béton de chanvre du fait des meilleures performances de ce dernier. Par contre, une substitution plus importante pénalise les propriétés avec une augmentation de la porosité ouverte.

Les résultats obtenus par Tran Le [Tran Le, 2010] montrent que la résistance en compression du béton de chanvre-amidon est supérieure à celle du béton de chanvre-chaux de faible masse volumique (environ 250 kg/m³ avec une résistance de 0.95 MPa comparée à 0.25 MPa de masse volumique 413 kg/m³). En ce qui concerne le module de Young, il est de 3.94 MPa pour le béton d'amidon, du même ordre que celui du béton de chanvre-chaux (4 MPa).

I.1.3.2 Influence du chanvre

L'influence des propriétés des chènevottes sur les propriétés du béton de chanvre, a fait l'objet de certaines études [Nguyen, 2010] et [Arnaud et Gourlay, 2012]. Ces propriétés sont souvent liées à la granulométrie de la chènevotte (taille des particules), notamment sa nature (sa teneur en fibres ou en poussières) ainsi qu'à sa composition chimique.

Les résultats obtenus par Nguyen [Nguyen, 2010] montrent que la nature de la chènevotte (fibrée ou défibrée) a une influence sur les propriétés mécaniques. En effet, la résistance en compression et flexion du béton de chanvre fabriqué avec la chènevotte fibrée est plus faible que celle du béton fabriqué avec la chènevotte défibrée. Par contre, la résistance en traction est plus élevée dans le cas d'utilisation de la chènevotte fibrée.

L'effet de trois granulométries de chènevotte sur le comportement du béton de chanvre à 28 jours, 4 mois et 14 mois a été étudié par Arnaud et al. [Arnaud et Gourlay, 2012] (Figure I-14). En effet, la granulométrie 1 est plus grossière que la granulométrie 2 et la granulométrie 3 est plus fine que les 2 premières. A 28 jours, les trois compositions présentent un comportement très ductile et des performances mécaniques élevées pour la granulométrie 1 et la granulométrie 2. Par contre aux âges de 4 mois et 14 mois, les échantillons fabriqués avec la chènevotte plus fine (granulométrie 3) présentent une résistance à la compression meilleure que les autres échantillons. D'après l'auteur, cette différence peut s'expliquer par le manque de porosité dans le matériau. En effet, la granulométrie 3 est moins poreuse car ses particules sont plus fines que les autres. Cela provoque un manque de diffusion du CO₂ qui est responsable de la prise et du durcissement, ce qui ralentit la cinétique de séchage des éprouvettes et conduit à des faibles résistances mécaniques à court terme. En revanche à long terme, le fait d'avoir le béton moins poreux permet de le densifier et d'augmenter la résistance mécanique.

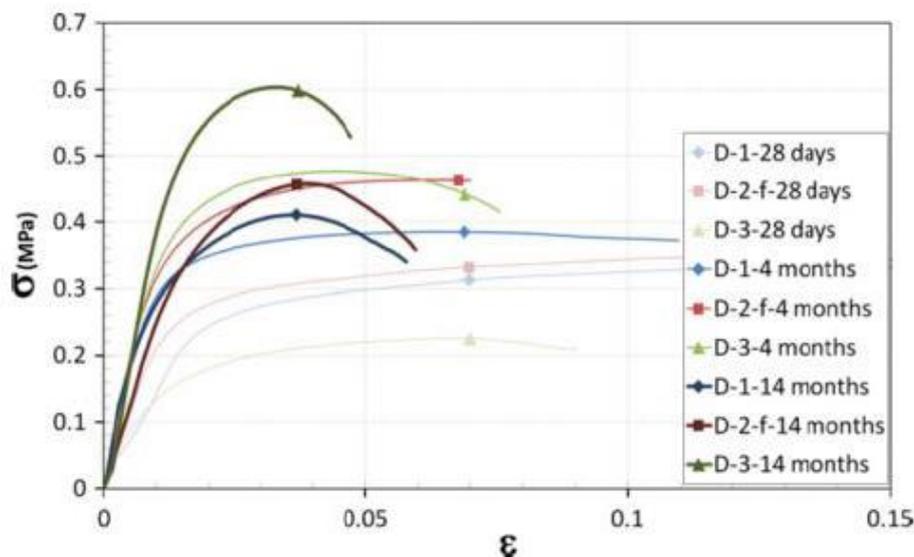


Figure I-14 : Courbes de contrainte-déformation des bétons de chanvre en fonction de l'âge et la taille des fibres 1, 2 et 3 [Arnaud et Gourlay, 2012]

I.1.3.3 Influence des conditions de cure

L'influence de condition de cure sur les caractéristiques du béton de chanvre a été étudiée par Magniont [Magniont, 2010] et Arnaud et Gourly. [Arnaud et Gourlay, 2012]. Dans l'étude de [Magniont, 2010], les échantillons durcissant à une humidité relative HR>95% et 20°C ont été comparés aux échantillons durcissant en ambiance extérieure. Ces derniers donnent de meilleurs résultats sur toute la durée de durcissement jusqu'à 9 mois (Figure I-15).

L'auteur attribue ces résultats à plusieurs facteurs, notamment la carbonatation des éprouvettes qui pourrait avoir une influence positive sur les performances mécaniques. Ou encore la migration des

produits d'hydratation dans les pores de la chènevotte qui pourrait être favorisée du fait des variations de l'humidité relative à l'extérieur. D'après l'auteur, les particules de chènevotte pourraient être affectées par leur teneur en eau lors de l'essai. Contrairement aux résultats à 9 mois, la diminution de la résistance à la compression observée entre 9 et 12 mois n'est pas clairement justifiée. Selon l'auteur, il est possible que cette diminution soit liée à la dispersion expérimentale ou à une teneur en eau importante des éprouvettes au moment de l'essai ou encore à des mécanismes de dégradation à long terme pour une exposition en ambiance extérieure.

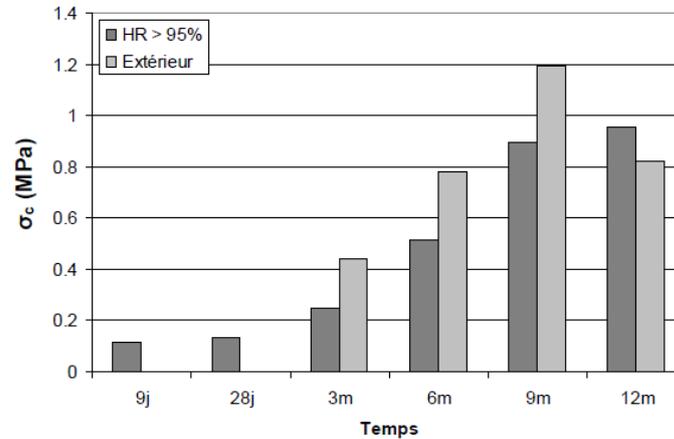


Figure I-15 : Evolution dans le temps de la résistance en compression du béton de chanvre, pour des éprouvettes conservées en conditions contrôlées à 20°C, HR > 95% et pour une conservation extérieure [Magniont, 2010]

Dans l'étude d'Arnaud et Gourlay [Arnaud et Gourlay, 2012], les échantillons ont été conservés dans leurs moules sous différentes valeurs d'humidité relative (30%HR, 50%HR, 75%HR et 98%HR) et 20°C. Les éprouvettes sont démoulées avant l'essai. Les échantillons conservés à 50% HR ont une contrainte de compression bien supérieure à ceux séchés à 30%, 75% et 98% simultanément (Figure I-16). Ce résultat est justifié par le fait que dans les mélanges à HR élevée, la diffusion du CO₂ responsable de la prise et durcissement du liant est freinée. Cependant, les faibles valeurs de résistance à la compression obtenues sont étonnantes. Il est possible que les interactions physico-chimiques pour une humidité relative élevée, perturbent l'évolution des caractéristiques mécaniques du béton de chanvre.

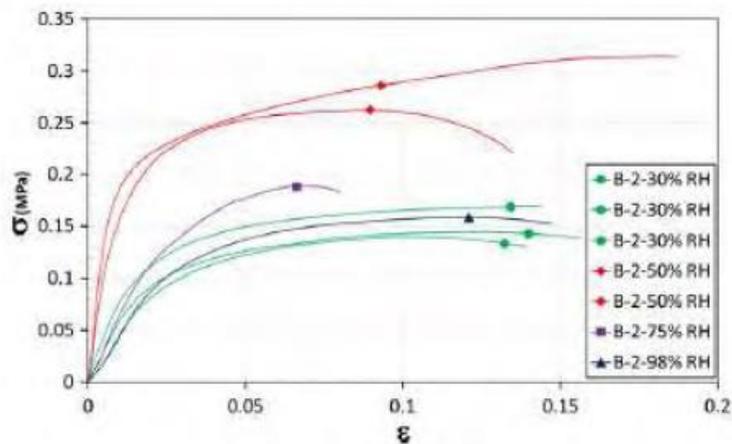


Figure I-16 : Influence de l'humidité relative sur les résistances en compression du béton de Chanvre [Arnaud et Gourlay, 2012]

I.1.3.4 Influence de l'intensité du compactage initial

Nguyen [Nguyen 2010] a travaillé sur l'influence de l'intensité du compactage initial sur la résistance en compression du béton de chanvre.

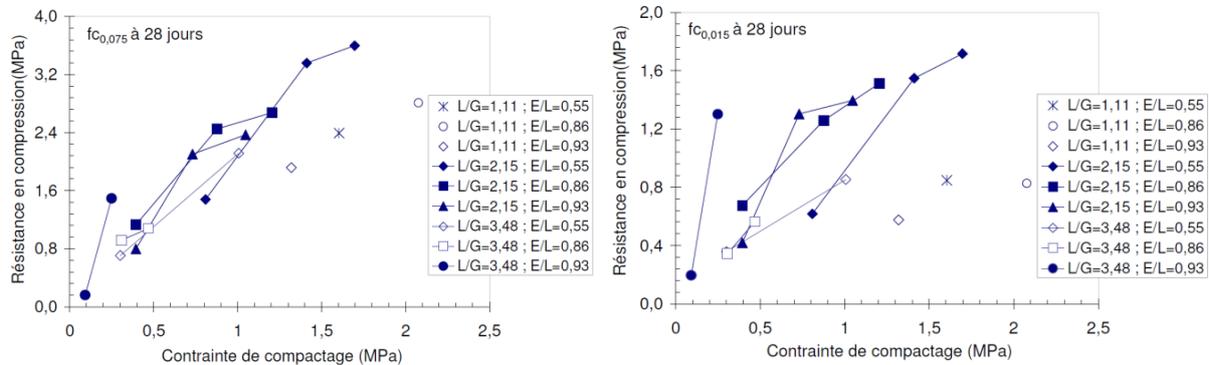


Figure I-17 : Evolution de la résistance en compression à 28 jours lors d'une mesure à 1,5% de déformation et 7,5% de déformation respectivement en fonction de la contrainte de compactage [Nguyen, 2010]

Dans Figure I-17, Nguyen présente les résultats de résistance en compression de ce béton de chanvre fabriqué avec différentes intensités du compactage initial (de 0,25 à 2,5 MPa), cette intensité du compactage initiale est restée pendant 2 jours avant le démoulage. On constate que l'augmentation d'intensité du compactage augmente la résistance en compression. Nguyen attribue cette augmentation à la diminution de la porosité du béton de chanvre.

I.1.3.5 Identification des paramètres mécaniques

La notion de contrainte de rupture en compression reste difficile à clarifier à partir des évolutions de contraintes de compression en fonction de la déformation, selon que cette courbe présente un maximum ou relève d'un comportement compactant. Ainsi, les travaux de Niyigena [Niyigena, 2016] reposant sur une définition parfois pas homogène de la résistance en compression conduit à montrer que, selon la chènevotte utilisée, pour une même formulation, la résistance peut très fortement varier.

Ce point fera l'objet d'une attention particulière dans le cadre de nos travaux.

Dans le même esprit, les travaux de Chamoin ou de Niyigena et al. [Chamoin, 2013 ; Niyigena et al., 2016] permettent de distinguer dans les cycles de chargement les notions de module élastique et de module apparent. La réalisation d'essais de compression présentant de tels cycles de chargement s'avère donc nécessaire.

Au-delà du comportement en compression qui permet d'analyser le type de rupture et les modules, la résistance en traction par fendage fait l'objet de peu d'études.

L'évolution des paramètres mécaniques en fonction des conditions de mise en œuvre, de la formulation, de la nature des constituants (taille de chènevotte, fibrage...) a été discutée précédemment. Une vue unificatrice consistant à analyser l'évolution des différents paramètres en fonction de la masse volumique est communément admise [Nguyen et al., 2009 ; Nguyen, 2010 ; Chamoin, 2013 ; Elfordy et al., 2008 ; Niyigena, 2016 ; Tronet, 2013 ; Amziane et Arnaud, 2013]. Ceci permet souvent de transcrire plus aisément les conséquences d'une modification de la porosité du mélange durci parfois imputable à d'autres phénomènes. Une telle lecture permet également de bien visualiser l'effet d'une modification de liant par exemple.

I.1.4 Propriétés thermiques des bétons de chanvre

I.1.4.1 Conductivité thermique

La conductivité thermique des bétons de chanvre est faible, en lien avec leur faible masse volumique. Elle est généralement comprise entre 0.06 et 0.19 W/(m.K) pour des masses volumiques sèches variant de 200 à 850 kg/m³ [Collet, 2004 ; Cerezo, 2005 ; Evrard, 2008 ; Nguyen, 2010 ; Magniont, 2010 ; Nozahic, 2012 ; Collet et Pretot, 2014 ; Dinh, 2014 ; Walker et Pavía, 2014]. Toutefois, dans l'étude d'Elfordy et al. [Elfordy et al., 2008], les blocs de béton de chanvre fabriqués par projection présentent une conductivité thermique allant jusqu'à 0.49 W/(m.K) pour une masse volumique de 550 kg/m³.

La conductivité thermique des bétons de chanvre augmente avec la masse volumique [Cerezo, 2005 ; Collet et Pretot, 2014 ; Walker et Pavía, 2014]. Cerezo définit une corrélation entre la masse volumique apparente et la conductivité thermique des bétons de chanvre (Figure I-18). Cette corrélation est utilisée par plusieurs auteurs en comparatif à leurs données expérimentales [Nguyen, 2010 ; Walker et Pavía, 2014]. La masse volumique, quant à elle, est influencée par le dosage en chanvre et par le compactage, s'il a lieu, lors de la mise en œuvre.

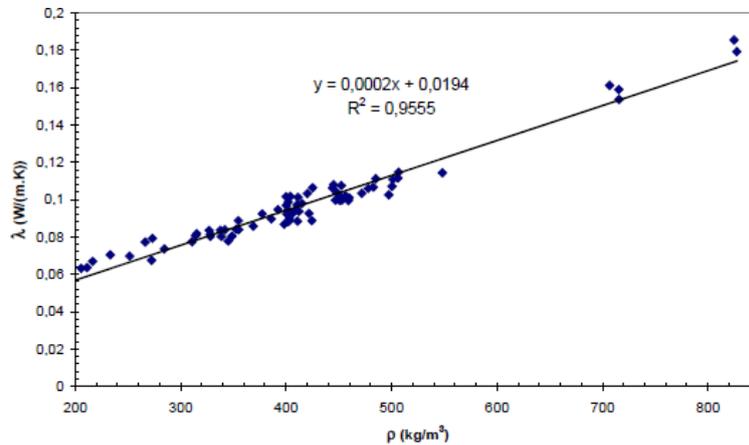


Figure I-18 : Conductivité thermique du béton de chanvre sec en fonction de la masse volumique [Cerezo, 2005]

La conductivité thermique est également impactée par le type de chènevotte. Dans l'étude expérimentale de Nguyen [Nguyen, 2010], la conductivité thermique est plus importante pour les échantillons élaborés avec la chènevotte défibrée que celles avec la chènevotte fibrée. L'auteur explique ce phénomène par la présence des fibres végétales qui permet au béton de chanvre d'avoir une porosité inter-granulaire plus grande que celle du béton de chanvre fabriqué avec la chènevotte défibrée pour une même masse et un même volume d'échantillon.

L'anisotropie induite par la mise en œuvre conduit à des conductivités thermiques différentes selon le sens du flux de chaleur [Nguyen, 2010 ; Picandet, 2011 ; Nozahic, 2012 ; Dinh, 2014 ; Niyigena, 2016]. L'ensemble des auteurs s'accorde à dire que la conductivité thermique est plus faible, lorsqu'elle est mesurée avec le flux de chaleur parallèle à la direction de compactage (Tableau I-6).

Tableau I-6 : valeur de conductivité thermique du béton de chanvre en fonction de la direction de compactage

Référence	λ_{\perp}	$\lambda_{//}$	$\lambda_{\perp}/\lambda_{//}$
[Nguyen, 2010]	0.104-0.170	0.066-0.120	1.20-1.80
[Picandet, 2011]	0.110-0.165	0.075-0.115	1.30-1.60
[Nozahic, 2012]	0.149-0.182	0.129-0.137	1.15-1.33
[Dinh, 2014]	0.095-0.147	0.080-0.125	1.13-1.24
[Niyigena, 2016]	0.084-0.124	0.083-0.113	1.01-1.10

[Nguyen, 2010] a montré l'effet du compactage sur la masse volumique et sur l'anisotropie. D'une part, plus le compactage est important, plus la masse volumique est importante et plus la conductivité thermique est élevée. D'autre part, plus le compactage est important, plus l'anisotropie est importante puisque les particules de chanvre ont tendance à s'orienter de manière perpendiculaire à la direction du compactage. La conductivité thermique mesurée dans le sens du compactage varie de 0.072 à 0.118 W/(m.K) lorsque la masse volumique sèche apparente passe de 440 à 730 kg/m³. La conductivité thermique mesurée dans le sens perpendiculaire au compactage est en moyenne 50% plus élevée (Figure I-19). On remarque que les valeurs de conductivité mesurées par Cérézo sont situées entre les deux valeurs de conductivité horizontale et verticale de Nguyen. Cela peut être expliqué par la répartition aléatoire des particules dans le cas d'un compactage de faible intensité.

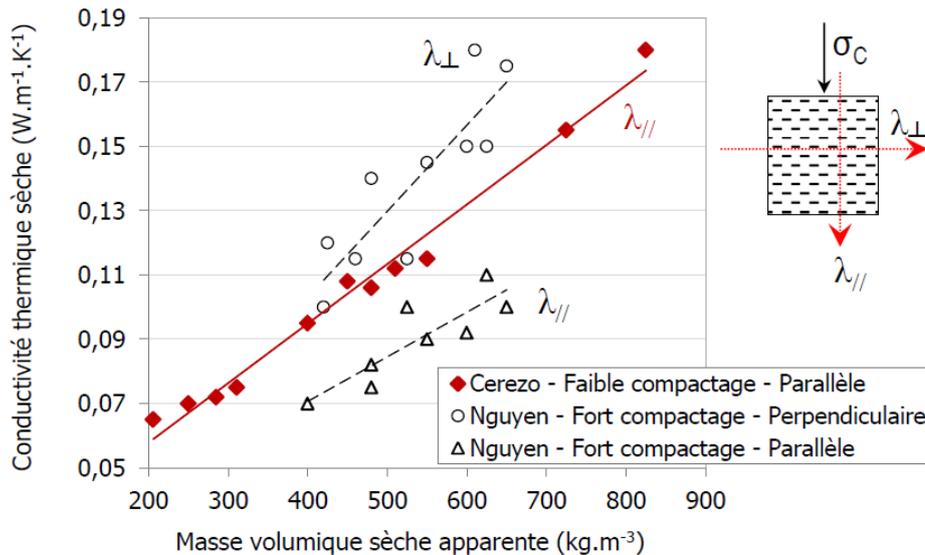


Figure I-19 : Conductivité thermique mesurée en fonction de la masse volumique sèche dans le cas de bétons faiblement compactés [Cerezo, 2005] et fortement compactés [Nguyen, 2010]. Influence d'une mesure de conductivité thermique effectuée parallèlement et perpendiculairement au compactage.

Enfin, la conductivité thermique des bétons de chanvre est également impactée par l'humidité. [Cerezo, 2005] montre que la conductivité thermique augmente de 40% pour les mélanges de faible masse volumique, d'environ 10% pour les mélanges à masse volumique intermédiaire et de 15% pour ceux à masse volumique forte, lorsqu'on passe de l'état sec à 50% HR. Ce type d'évolution est retrouvé dans la littérature par d'autres auteurs [Samri, 2008 ; Magniont, 2010 ; De Bruijn et Johansson, 2013 ; Collet et Pretot, 2014]. Dans [Amziane et Arnaud 2013], l'évolution de la conductivité thermique avec la teneur en eau est modélisée par double homogénéisation pour deux bétons de chanvre. Les valeurs sont conformes aux valeurs expérimentales obtenues par [Cerezo, 2005] ainsi que celles obtenues par [Collet, 2004] expérimentalement et par un modèle auto-cohérent à trois phases. En prenant en compte les isothermes d'adsorption-désorption, la conductivité thermique augmente d'environ 30 % entre le point sec et le point à 75 % HR [Amziane et Arnaud, 2013]. Collet et Prétot soulignent que la conductivité thermique est plus ou moins impactée par l'humidité relative ambiante, selon la formulation des bétons de chanvre qui sont alors plus ou moins hygroscopiques [Collet et Pretot, 2014]. Entre le point sec et le point 90% HR, la conductivité thermique augmente de 25 % pour une formulation de type Mur, et de 11 % pour une formulation de type dalle. Toutefois, on peut noter que l'influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique est moins importante que celle de la masse volumique.

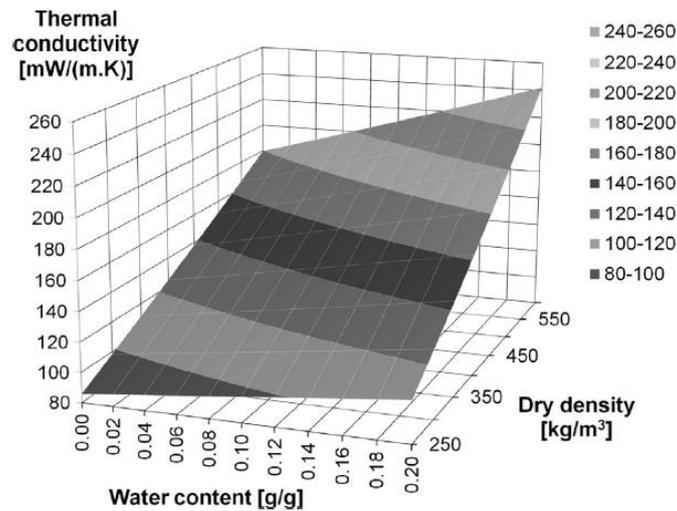


Figure I-20 : Evolution de la conductivité thermique de bétons de chanvre projeté (formulation mur) en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau [Collet et Pretot, 2014]

I.1.4.2 Effusivité thermique et diffusivité thermique du béton de chanvre

Dans le Tableau I-7 la diffusivité et l'effusivité thermique du béton de chanvre sont comparées à celles d'autres matériaux du génie civil ceci pour le matériau sec. Les résultats montrent que la diffusivité et l'effusivité thermique du béton de chanvre sont plus faibles que celles des autres matériaux comme le béton normal et la brique extrudée. Sa faible diffusivité thermique permet au béton de chanvre d'amortir la diffusion de la chaleur extérieure.

Tableau I-7: Diffusivité thermique et effusivité thermique de quelques matériaux dans la construction [Tran Le, 2010]

Matériau	Masse volumique kg/m ³	Chaleur spécifique J/(kg.K)	Conductivité thermique W/(m.K)	Diffusivité thermique 10 ⁻⁷ m ² /s	Effusivité thermique J/(m ² .K.s ^{1/2})
Béton de chanvre [Collet, 2004]	413	1000	0.1057	2.6	206.9
Béton de chanvre [Evrard, 2008]	440	1530	0.1	1.5	267
Béton cellulaire	600	850	0.14	2.7	267.2
Béton C12/25	2200	850	1.60	8.6	1729.7
Brique extrudée	1630	850	0.60	4.3	911.8

I.1.5 Propriétés hydriques du béton de chanvre

Du fait de sa forte porosité, le béton de chanvre a le pouvoir de transférer, stocker et déstocker l'humidité de l'air environnant. Par conséquent, il contribue à stabiliser l'humidité relative intérieure du local.

I.1.5.1 Transfert d'humidité

La forte porosité, principalement ouverte, des bétons de chanvre leur confère une grande perméabilité et donc une faible résistance à la vapeur. Le facteur de résistance à la vapeur des bétons de chanvre est compris entre 5 et 12 [Collet, 2004 ; Evrard, 2008 ; Walker et Pavía, 2014]. De plus, pour ces matériaux fortement hygroscopiques, la perméabilité à la vapeur est impactée par l'humidité ambiante et donc la teneur en eau du matériau [Collet et al., 2013].

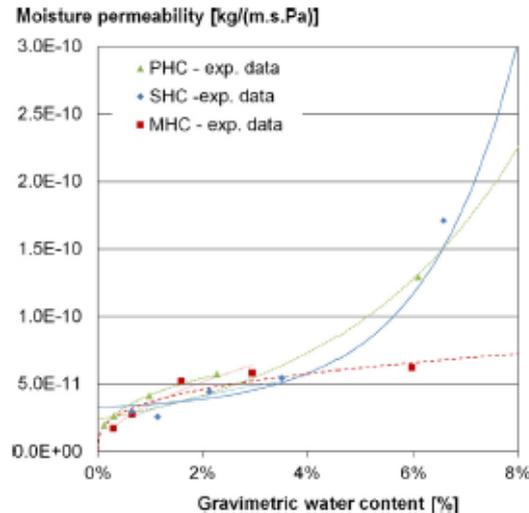


Figure I-21 : Evolution de la perméabilité à la vapeur de bétons de chanvre en fonction de la teneur en eau (PHC : préfabriqué, SHC : projeté, MHC : moulé) [Collet et al., 2013]

Aussi bien pour [Chamoin, 2013] que pour [Walker et Pavía, 2014], le type de liant n'a pas d'effet significatif sur la perméabilité à la vapeur des bétons de chanvre. De la même façon, [Chamoin, 2013] ne note pas d'effet du type de chanvre (fibré ou défibré), excepté pour les plus fortes hygrométries où le chanvre fibré conduit à des perméabilités plus faible.

I.1.5.2 Isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau

Les bétons de chanvre sont des matériaux fortement hygroscopiques présentant une isotherme sigmoïde, caractéristique des milieux macroporeux [Collet, 2004 ; Cerezo, 2005 ; Evrard, 2008 ; Chamoin, 2013 ; De Bruijn et Johansson, 2013]. Leur aptitude à stocker l'eau est plus élevée que celle d'autres matériaux usuellement rencontrés (Figure I-22). De plus, selon [De Bruijn et Johansson, 2013], leur teneur en eau à 95 % HR est beaucoup plus faible que celle à saturation du fait de leur forte macroporosité.

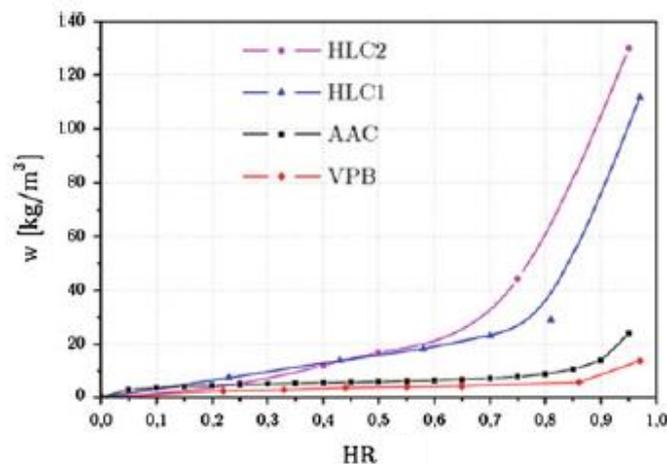


Figure I-22 : Isothermes de sorption de matériaux - HLC béton de chanvre, AAC béton cellulaire, VPB Briques perforées verticalement [Amziane et Arnaud, 2013]

Les isothermes de sorption présentent une hystérésis qui s'étend sur tout le domaine d'humidité relative (Figure I-23). Il est classiquement attribué à deux phénomènes : l'effet bouteille d'encre et une différence de mouillabilité en adsorption et en désorption. Par ailleurs, ce phénomène d'hystérésis se poursuit aux faibles humidités relatives et, même après séchage à 70°C, Collet rapporte qu'un écart de masse perdure avec l'état initial [Collet, 2004]. Elle conclut à l'existence de molécules d'eau liées qui ne seraient pas évacuées à 70°C ou à une réaction chimique entre le milieu poreux et les molécules d'eau.

Les isothermes de sorption de bétons de chanvre présentent des teneurs en eau plus faibles que celles des chènèvettes [Zaknune 2011; Collet et al. 2013] mais une hystérésis plus importante entre la branche d'adsorption et la branche de désorption.

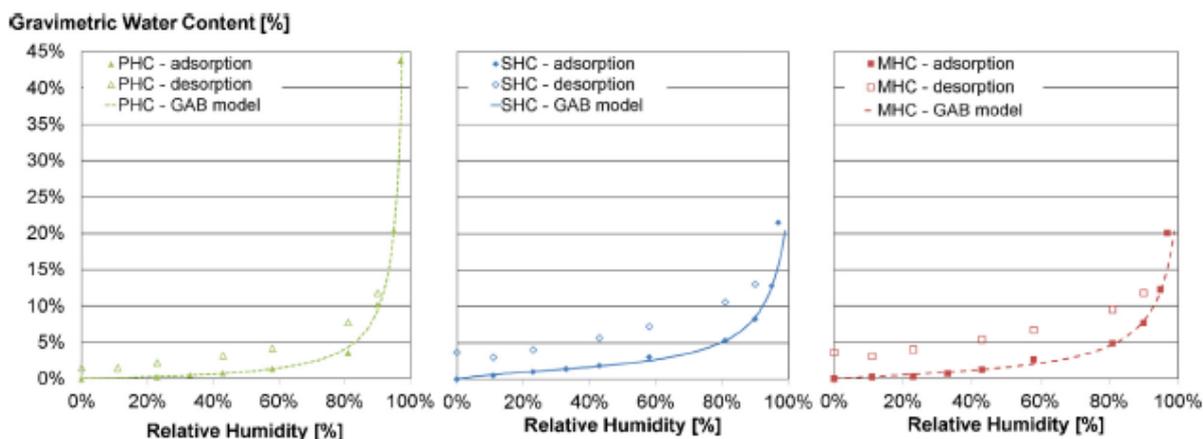


Figure I-23 : Isothermes d'adsorption-désorption de bétons de chanvre (PHC : préfabriqué, SHC : projeté, MHC : moulé) [Collet et al., 2013]

I.1.5.3 Valeur de capacité tampon hydrique

De par leur fortes capacités à transférer et à stocker/déstocker l'humidité de l'air environnant, les bétons de chanvre sont de très bons régulateurs hygriques. La qualité de tampon hygrique a été évaluée par différents auteurs [Evrard, 2006 ; Tran Le, 2010 ; Collet et Pretot, 2012a ; Pretot et Collet, 2012 ; Collet et Pretot, 2012b ; Collet et al., 2013 ; Dubois et al., 2012, 2014 ; Latif et al., 2015]. Les études expérimentales sont généralement basées sur le protocole du Nordtest project [Rode et al., 2005]. Les bétons de chanvre sont généralement classés excellents régulateurs hygriques. Ainsi, [Collet et al., 2012] ont montré que la valeur tampon hydrique moyenne de différents formulations de béton de chanvre de type « Mur » est comprise entre 1,99 et 2,51 g/(m².%HR) selon la composition utilisé lors du mélange. [Latif et al., 2015] obtiennent des valeurs de l'ordre de 4.3 g/(m².%RH), supérieures aux valeurs communément rencontrées, probablement liées à des vitesses d'air trop élevées au voisinage des échantillons.

Toutefois, cette qualité de régulateur tampon hygrique est bien sûr impactée par la mise en œuvre d'un enduit sur le matériau. En effet, lorsqu'il est recouvert d'un enduit fermé de type sable-chaux d'un centimètre d'épaisseur, la valeur tampon hydrique moyenne est divisée par deux (MBV=1 g/ (m².%HR)). Si un enduit plus ouvert de même épaisseur de type chanvre-chaux est appliqué, cette valeur est moins affectée étant donné qu'une réduction de 8% seulement a été observée (MBV=1,79 g/ (m².%HR)) [Collet et Prétot, 2012].

I.1.6 Analyse du cycle de vie du béton de chanvre

Les analyses de cycle de vie (ACV) réalisées sur des murs en bétons de chanvre incluant une ossature en bois montrent que les bétons de chanvre ont des impacts environnementaux plus faibles que ceux des matériaux de construction usuels, à performance équivalente [Werf, 2004 ; Boutin et al., 2006 ; Ip et Miller, 2012 ; Pretot et al., 2014]. Ces études soulignent l'intérêt du recours au chanvre vis-à-vis de l'impact lié au potentiel de réchauffement climatique. En effet, les matériaux bio-sourcés constituent

un puits de carbone lié aux effets de la photosynthèse. D'autre part, il est montré que les impacts environnementaux résultent essentiellement de la phase de production des matières premières et en particulier de la production du liant, principal contributeur (Figure I-24).

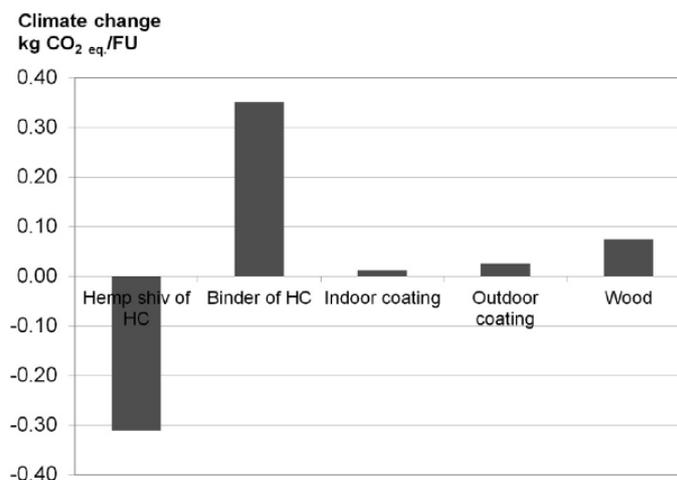


Figure I-24 : Contribution des différents composants à l'indicateur d'impact lié au changement climatique au cours de la phase de production [Pretot et al., 2013]

Ainsi, l'utilisation d'un liant alternatif peut permettre d'améliorer le bilan environnemental du béton de chanvre tout en maintenant des caractéristiques mécaniques, hygriques et thermiques satisfaisantes. De premières estimations montrent qu'un mélange terre-chanvre est plus de 20 fois moins coûteux en énergie grise (49 MJ/m³ contre 1166 MJ/m³), associé à un impact carbone plus de 5 fois plus faible (196 kgCO₂/m³ contre -35 kgCO₂/m³) [Busbridge, 2009], tout en conduisant à un moindre coût de gestion en fin vie.

Cette thèse s'oriente donc vers l'utilisation d'un liant à base de terre. La partie suivante développera donc les principaux travaux relatifs à l'utilisation de la terre dans les matériaux de construction.

I.2 Construction en terre

La terre est l'un des principaux matériaux de construction utilisés depuis des milliers d'années dans diverses régions du monde avec des méthodes différentes selon ses caractéristiques [Montgomery, 2002 ; Jaquin et Augarde, 2012 ; Minke, 2012 ; Sameh, 2014]. Les avantages de la terre en tant que matériau de construction sont connus depuis des années mais n'ont commencé à être quantifiés qu'au cours des dernières décennies. D'une part, la terre est un liant à faible impact environnemental. Cette ressource est disponible en grande quantité (matériau loin de l'extinction). L'énergie exigée pour l'extraire et la préparer est faible, ce qui induit une faible émission de CO₂. En effet, l'énergie intrinsèque pour la production des matériaux en terre ne nécessitent que 1% de l'énergie nécessaire à la production de matériaux à base de ciment [Deboucha et Hashim, 2011]. Récemment Flament [Flament, 2013] a monté la possibilité de valoriser des fines de lavage de granulats pour produire des briques et des carreaux de cloison de distribution.

D'autre part, la terre peut présenter un intérêt d'un point de vue hygrique, en raison de sa capacité de réguler l'humidité relative ambiante [Padfield, 1998 ; Allinson et Hall, 2010 ; Cagnon et al., 2014]. L'utilisation de la terre dans l'enveloppe des bâtiments réduit la fréquence des périodes de forte humidité à la surface de paroi, avec le potentiel de réduire la consommation d'énergie [Allinson et Hall, 2010]. Ce constat est confirmé par Liuzzi et al. [Liuzzi et al., 2013], qui montrent qu'une terre, en tant qu'enduit intérieur en climat méditerranéen, améliore significativement le confort intérieur tout en conduisant à des économies d'énergie potentielles.

D'un point de vue thermique, la terre n'est pas un matériau isolant mais apporte une bonne inertie [Laurent, 1986 ; Collet et al., 2006]. Le recours à des charges végétales peut permettre de diminuer la conductivité thermique.

D'un point de vue mécanique ainsi que vis-à-vis de la résistance à l'eau et de la durabilité, la terre présente des performances limitées. Afin d'améliorer ces performances, différentes techniques de stabilisation peuvent être utilisées.

I.2.1 Stabilisation

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour stabiliser les terres argileuses :

- Stabilisation mécanique qui correspond à la réduction de la porosité par compactage (densification de sol),
- Stabilisation chimique qui correspond à l'ajout d'agents chimiques (chaux, ciment, ...) conduisant à la modification de la matrice,
- Stabilisation par ajout de fibres.

I.2.1.1 Stabilisation mécanique : le compactage

Le compactage permet la réduction de la porosité en expulsant l'air emprisonné, la diminution de la perméabilité et l'amélioration de la résistance. La densité obtenue après compactage est fortement influencée par la teneur en eau au sein de la terre. En effet, la masse volumique sèche du matériau compacté croît avec la teneur en eau jusqu'à un optimum, puis elle diminue avec l'augmentation de la teneur en eau. Les caractéristiques optimales de compactage de la terre sont déterminées par l'essai Proctor normal AFNOR NF P 94-093 [NF P94-093, 2014]. La granulométrie, la morphologie des particules du sol, la teneur en eau, le type de terre suivant la teneur en sable et en argile et l'énergie de compactage ont une influence sur le comportement de la terre lors du compactage. Ainsi, [Istvan, 1990] montre que les sols peuvent avoir un comportement :

- sableux, s'ils contiennent plus de 90 % de sable. Dans ce cas, la densité du mélange dépend peu de la teneur en eau et l'optimum de densité est relativement faible,
- sablo-argileux, s'ils contiennent entre 80 et 70 % de sable. L'optimum de densité est mieux marqué,
- argilo-sableux, s'ils contiennent moins de 70 % de sable. Dans ce cas, la densité du mélange dépend fortement de la teneur en eau et la densité optimale est élevée.

I.2.1.2 Stabilisation chimique

a) Stabilisation par l'ajout de chaux

i. Réaction chimique

L'ajout de chaux dans la terre produit la portlandite Ca(OH)_2 par la réaction suivante :



Après quelques semaines du début de l'hydratation, les réactions pouzzolaniques se déclenchent. Elles peuvent se produire en fonction de la minéralogie du matériau à traiter, du pH et ou de la quantité de calcium disponible dans le milieu. L'ajout d'une quantité suffisante de chaux dans la terre induit une augmentation de pH, soit environ 12.4. Ce fort pH permet les molécules de silice (SiO_2) et de l'alumine (Al_2O_3) contenues dans les particules de la terre de dissocier. Ces deux espèces minérales réagissent avec les ions de calcium apportés par la chaux pour former de nouveaux hydrates comme les silicates de calcium hydratés (C-S-H), les aluminates de calcium hydratés (C-A-H) ou encore les aluminosilicates de calcium hydratés (C-A-S-H) [Saussaye, 2012].

Les types d'hydrates produits au cours des réactions pouzzolaniques dépend de la nature des argiles présentes dans la terre. Le fort pH dû à l'ajout de chaux diminue avec le temps de cure. Cette baisse de pH est associée à la consommation des ions OH^- pour la formation des composés cimentaires.

Une troisième réaction peut avoir lieu avec la chaux. Il s'agit de la carbonatation. La chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ se carbonate par l'absorption du dioxyde de carbone CO_2 de l'air [Eq. I-8]. Cette réaction n'est possible qu'en présence d'eau.



La carbonatation de la chaux est généralement considérée comme un mécanisme négatif puisqu'il conduit à la consommation d'une partie de la chaux pour la formation de carbonates dont les propriétés liantes sont moindres comparées à celle des composés cimentaires qui auraient pu être formés [Saussaye, 2012]. L'étude de Bagonza et al. [Bagonza et al., 1987] indique que la carbonatation d'une terre argileuse traitée à la chaux entraîne une diminution de ses performances mécaniques de 30% et 80%.

ii. Effet de la chaux sur les limites d'Atterberg

L'ajout de chaux dans une terre argileuse modifie sa consistance. La chaux provoque l'agglomération des particules argileuses et modifie la granularité de la terre. Le Roux [Le Roux, 1969] étudie le phénomène d'agglomération des argiles en présence de chaux. La chaux provoque une attaque des minéraux argileux. Cette attaque est plus ou moins importante suivant la nature minéralogique des argiles.

Les travaux de Rogers et al. [Rogers et Glendinning, 1996] montrent que l'ajout de chaux entraîne une modification des limites d'Atterberg de la terre. Cette modification se traduit généralement par une diminution de l'indice de plasticité des sols, qui s'explique par une faible augmentation de la limite de liquidité (W_L) et par une forte augmentation de la limite de plasticité (Figure I-25). Cette constatation peut être associée aux variations de capacité d'échange cationique avec l'ajout de chaux. L'étude de [Bell, 1996] a montré que l'augmentation de la limite de plasticité de l'argile traitée à la chaux dépend de sa minéralogie : une forte augmentation W_P pour la montmorillonite, moins forte pour la kaolinite et changement non significatif pour le quartz.

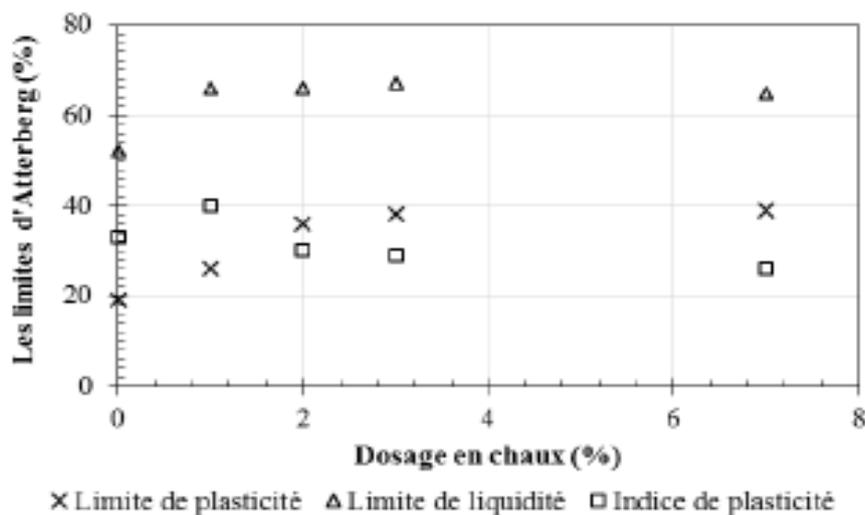


Figure I-25: Effet du dosage en chaux sur les limites d'Atterberg de l'argile de Londres [Rogers et al 1996]

L'étude de Lasledj et Al-Mukhtar [Lasledj et Al-Mukhtar, 2008] sur une argile très plastique traitée à la chaux a montré que l'indice de plasticité diminue immédiatement avec l'augmentation de la teneur en chaux. Cette diminution se traduit par une diminution importante de la limite de liquidité et une augmentation sensible de la limite de plasticité (Figure I-26). Ces auteurs ont montré que le gain optimal dans la plasticité semble être avec 6-8% de chaux, et que le temps de cure n'a pas d'effet significatif sur les limites d'Atterberg.

Le même résultat est trouvé dans l'étude de Khattab [Khattab et al., 2007]. Cet auteur a étudié l'évolution de la consistance d'une terre argileuse plastique. Il a montré une diminution importante de la limite de liquidité et une augmentation considérable de la limite de plasticité avec l'ajout de la chaux.

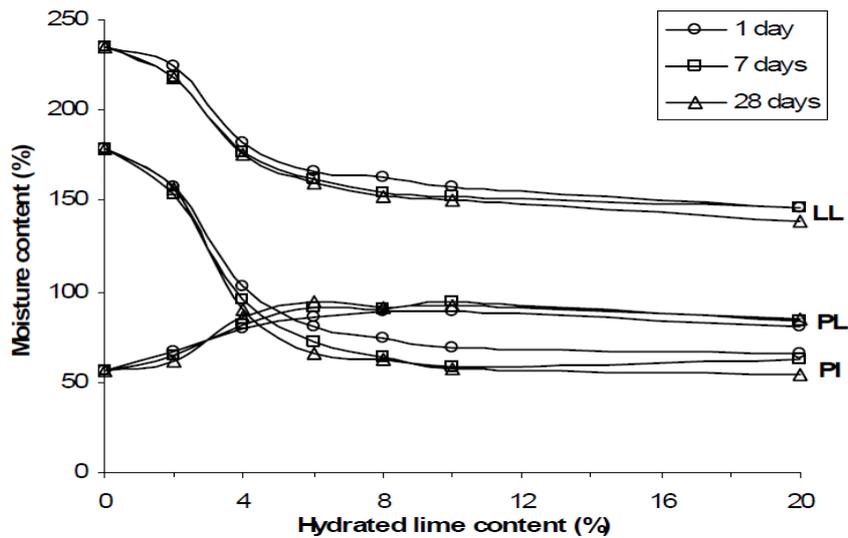


Figure I-26 : Effet du dosage en chaux et le temps de cure sur les limites d'atterberg [Lasledj et al 2008]

Enfin, selon [GTS, 2000], l'addition de la chaux conduit à une augmentation importante de la limite de plasticité (W_P) de la terre sans modification significative de la limite de liquidité (W_L). Il y a donc une diminution de l'indice de plasticité (IP). Cette diminution l'indice de plasticité se produit en concomitance avec celle de la teneur en eau. Après traitement, la terre se trouve à une teneur en eau inférieure à la nouvelle limite de plasticité. C'est-à-dire que la terre se transforme de l'état plastique avant le traitement à l'état solide après le traitement. La Figure I-27 explique l'évolution des limites d'Atterberg et la transformation de l'état de la terre après le traitement.

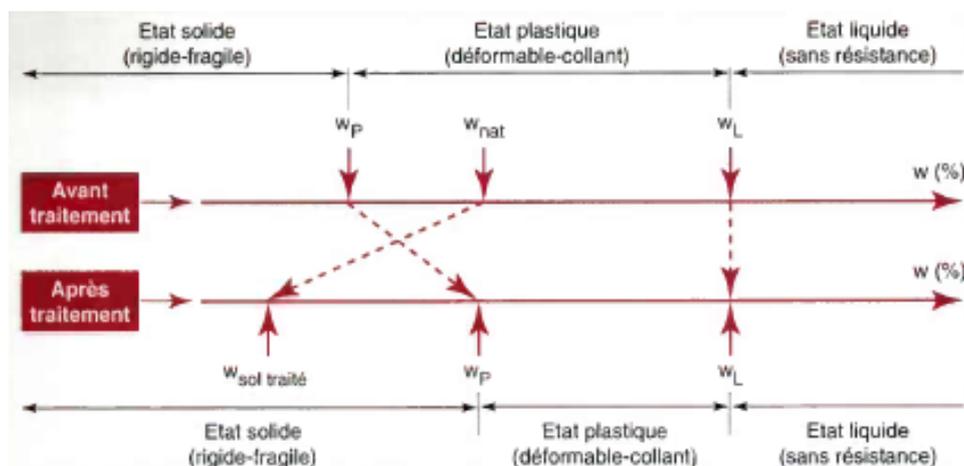


Figure I-27: Evolution de W_L et W_P d'un sol après l'ajout de chaux [GTS, 2000]

iii. Effet de la chaux sur les propriétés mécaniques

L'ajout de chaux conduit à une amélioration de la résistance mécanique de la terre. Cette augmentation est liée à la formation des produits cimentaires [Perret, 1979 ; Bell, 1996].

L'ampleur de cette augmentation dépend de plusieurs paramètres. Tout d'abord, elle est liée au type des minéraux de l'argile. En effet, certains minéraux sont plus réactifs avec la chaux que d'autres. Les minéraux des montmorillonites sont les plus réactifs avec la chaux du fait de leur grande surface spécifique qui facilite l'attaque de la chaux en plusieurs endroits du minéral, menant ainsi à sa dissolution plus rapide [Eades et Grim, 1960].

L'augmentation de la résistance à la compression dépend également de la quantité de chaux ajoutée et du temps de cure. Plus la quantité de chaux est forte et plus le temps de cure est long, plus la résistance à la compression simple est forte [Vénuat, 1980 ; Bell, 1996]. Cette augmentation est expliquée, d'une part, par l'augmentation de la proportion des produits cimentaires formée pour un temps donné avec l'augmentation de la quantité de chaux, et d'autre part, par l'augmentation de produits cimentaires avec le temps. Cette observation a également été faite par Derriche et al. [Derriche et Lazzali, 1997] sur des smectites. Ils ont montré que la résistance mécanique augmente avec le pourcentage d'ajout de chaux. En effet, l'addition de 8 % de chaux permet d'acquérir une résistance mécanique en compression de 9 MPa, tandis qu'elle ne serait que de 1 MPa avec 4 % de chaux (essai fait à 45 jours), cette différence de résistance mécanique était liée à l'apparition des hydrates de C-S-H. Vénuat a montré qu'après 28 jours de cure, on obtient seulement le tiers des caractéristiques mécaniques que l'on peut obtenir à 1 an [Vénuat, 1980].

b) Stabilisation par l'ajout du ciment

i. Réaction chimique

Dans le cas des ciments, les caractéristiques mécaniques sont acquises dans les premiers mois bien que des augmentations des caractéristiques mécaniques sur un an et plus soient observées.

L'objectif de la stabilisation d'une terre aux liants hydrauliques est de former rapidement les hydrates calciques. Dans le cas du ciment, il est admis qu'après 28 jours la quasi-totalité du ciment a réagi, c'est-à-dire que les caractéristiques sont presque définitives [Vénuat, 1980]. Cela peut expliquer par le développement direct des minéraux aux propriétés liantes à partir du ciment. En effet, des C-S-H se forment à partir de l'alite (C_3S) et de la bélite (C_2S). L'hydratation de l'alite et de la bélite mais aussi des aluminates calciques provoque la libération d'un excès de chaux qui donne de la portlandite. L'aluminate calcique permet la formation de différentes phases dont des aluminates calciques hydratés (C_4AH_{13} et C_3AH_6), de l'ettringite et du monosulfoaluminate en se combinant avec le soufre [Cabane, 2004].

ii. Effet du ciment sur les limites d'Atterberg

Les travaux de Ghembaza et al. [Ghembaza et al., 2012] montrent que l'ajout de ciment entraîne une modification des limites d'Atterberg du sol. Cette modification se traduit par une diminution de l'indice de plasticité des sols (Figure I-28), qui s'explique par une diminution de la limite de liquidité (WL) et par une augmentation de la limite de plasticité (Figure I-29).

Basha [Basha et al., 2005] considère qu'une diminution de la plasticité d'une terre argileuse par l'ajout d'un ciment est un signe d'une amélioration du comportement global du sol. Il indique que 6% à 8% d'addition de ciment est la proportion idéale d'addition pour la terre composée de kaolinite (une proportion supérieure de ciment ne diminue plus la plasticité). Cette diminution de plasticité a également été observée par Al Rawas [Al-Rawas et al., 2005] et Horpibulsuk [Horpibulsuk et al., 2010]. Ce phénomène est lié à l'interaction entre le ciment et les particules argileuses du sol. L'absorption des ions Ca^{2+} par la surface des particules argileuses augmente le contact entre les feuillettes argileuses ce qui augmente la limite de plasticité des argiles.

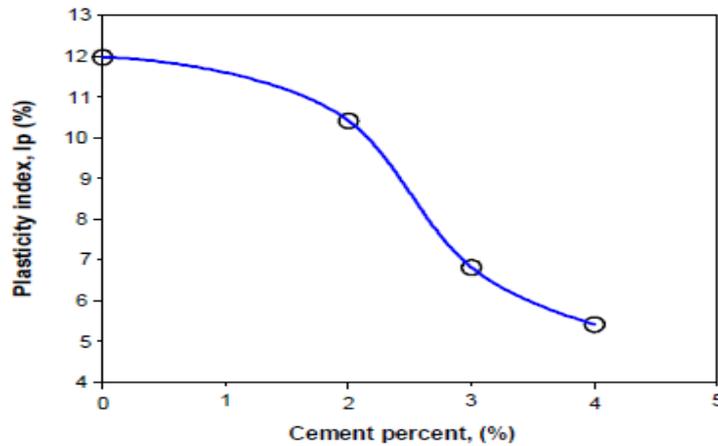


Figure I-28: Variation de l'indice de plasticité en fonction du pourcentage de ciment [Ghembaza et al., 2012]

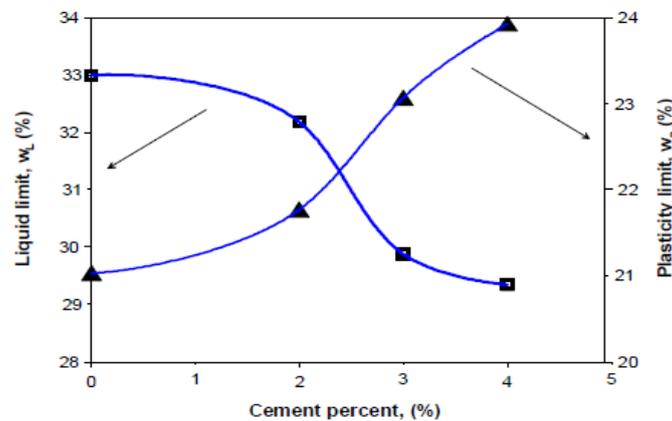


Figure I-29: Variation de la limite de liquidité et de plasticité en fonction du pourcentage de ciment [Ghembaza et al., 2012]

iii. Effet du ciment sur les propriétés mécaniques

L'ajout de ciment à une terre augmente sa résistance à la compression [Akpokodje, 1985 ; Walker, 1995 ; Hakimi et al., 1996 ; Bahar et al., 2004]. Cela peut s'expliquer par la formation des hydrates du ciment dans les pores qui permettent la création de ponts rigides entre les particules argileuses et sableuses [Bahar et al., 2004]. Reddy et Gupta [Reddy et Gupta, 2005] ont étudié la microstructure de la terre stabilisée au ciment. Il montre que l'augmentation de la proportion de ciment permet de diminuer le volume de porosité des échantillons de terre par la formation d'hydrates regroupant les particules sableuses et argileuses.

Horpibulsuk et al [Horpibulsuk et al., 2010] ont étudié le développement des résistances à la compression pour une teneur en eau fixe et une variation importante de la proportion de ciment. L'hydratation du ciment peut être divisée en 3 catégories :

- La phase active, pour des proportions en ciment faible (0 à 10%), est une phase où la résistance à la compression de la terre augmente considérablement en raison de la formation importante d'hydrates.
- La phase inerte, pour des proportions de ciment allant de 10% à 30%, l'augmentation de la résistance est moins conséquente avec l'apparition d'un palier.
- La phase de détérioration pour une proportion de ciment supérieure à 30%, les résistances à la compression diminuent après atteinte de cette proportion de ciment. La proportion d'eau dans la terre n'est pas assez conséquente pour former des hydrates.

Bahar et al [Bahar et al., 2004] ont montré que la résistance à la compression et à la traction par fendage augmente avec l'augmentation de la teneur en ciment (Figure I-30). Ils indiquent que 70% des résistances à la compression sont obtenues après 7 jours pour une proportion de ciment ajoutée inférieure à 10% et 50% pour une proportion de ciment supérieure à 10%.

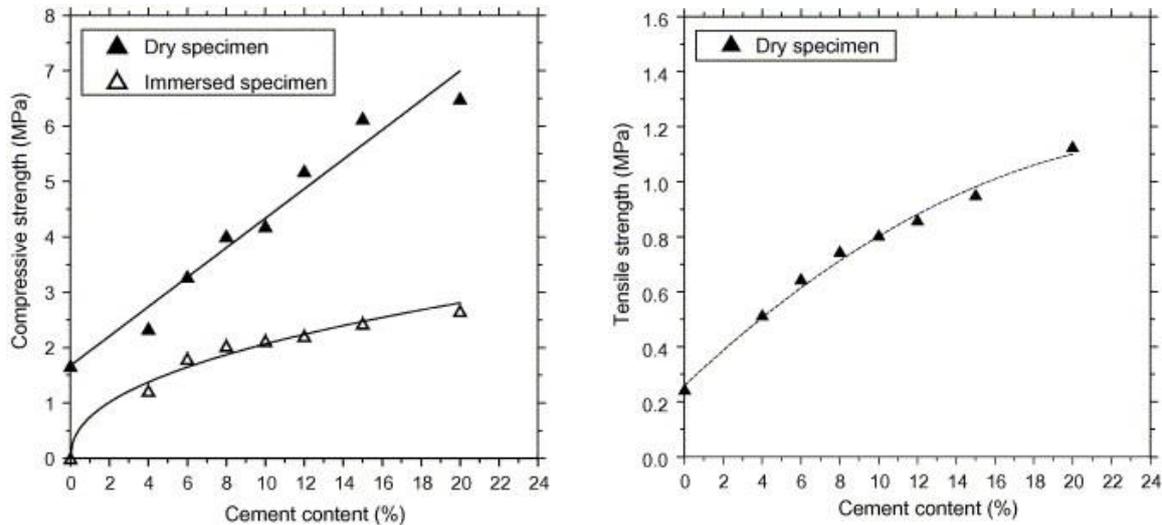


Figure I-30 : Effet de la teneur en ciment sur la résistance à la compression et à la traction par fendage d'échantillons de terre comprimée et stabilisée au ciment [Bahar et al., 2004]

c) Stabilisation par ajout de particules et de fibres

Plusieurs travaux ont étudié les effets de l'ajout de particules et de fibres sur les propriétés mécaniques de composites à base de terre. Ces fibres peuvent être d'origine végétale, animale ou synthétique [Laborel-Préneron et al., 2016].

Meukam [Meukam et al., 2003] a étudié l'incorporation de sciure de bois dans la brique de terre. Les résultats obtenus montrent que l'introduction d'une quantité limitée de sciure de bois améliore les caractéristiques thermiques du mélange tout en conservant les résistances mécaniques en compression, puisque la présence de petites fibres de bois renforce les propriétés mécaniques des briques obtenues. Par contre, la résistance en traction diminue légèrement en comparaison des briques de terre seule.

Bouhicha [Bouhicha et al., 2005] a étudié le renforcement de quatre terres locales différentes par de la paille avec différents dosages et différentes longueurs de fibres. L'ajout de paille permet la diminution du retrait et réduit le temps de durcissement. Dans un premier temps, il améliore la résistance en compression. En effet, le renforcement de la terre par 1.5% de paille améliore la résistance en compression d'environ 10 à 20%, selon le type de terre utilisé. Ensuite, une augmentation de la teneur en paille diminue la résistance en compression. Les résultats ont également montré un comportement plus ductile en flexion et en cisaillement.

De la même façon, Millogo et al. [Millogo et al., 2014] ont étudié l'utilisation de fibres d'*Hibiscus cannabinus* de deux longueurs (3 et 6 cm) et avec différents dosages. La teneur optimale en fibres (0.4 %) augmente la contrainte de 16 % pour les fibres courtes et 8 % pour les fibres longues.

A l'inverse, d'autres auteurs ont reporté une diminution des performances mécaniques lors de l'ajout de fibres. Algin et Turgut [Algin et Turgut, 2008] ont montré que la contrainte de compression au point sec était inversement proportionnelle à la teneur en coton, atteignant 71 % de réduction pour un ajout de 7 % de coton.

Tous les types de fibres ne conviennent donc pas à la stabilisation.

I.2.2 Développement d'éco-matériaux à base de terre, en vue de performances hygrothermiques

Plusieurs types de fibres ou de particules sont utilisés avec la terre pour en améliorer les propriétés thermiques et hygriques [Laborel-Préneron et al 2016].

Par exemple, Al Rim et al. [Al Rim et al., 1999] ont étudié l'incorporation de bois dans la terre stabilisée avec différents taux de ciment. La conductivité thermique diminue de 0.24 à 0.08 W/(m.K) quand le dosage en bois augmente de 10% à 50%. Cette diminution est liée à la diminution de la masse volumique.

Busbridge [Busbridge, 2009] a étudié la conductivité thermique des composites terre-chanvre. Les résultats obtenus montrent que la conductivité thermique est comprise entre 0.09 et 0.22 W/(m.K) pour des masses volumiques sèches variant de 320 à 750 kg/m³.

Plus récemment, Labat et al. ont produit des composites terre-paille d'une masse volumique comprise entre 241 et 531 kg/m³ et de conductivité thermique entre 0.071 et 0.12 W/(m.K) [Labat et al., 2016].

Tableau I-8: Masse volumique et conductivité thermique d'éco-matériaux à base de terre

Formulation	Masse volumique (kg/m ³)	Conductivité thermique W/(m.K)	Référence
Terre-chanvre	320 - 750	0.09 – 0.22	[Busbridge, 2009]
Terre-paille	241 - 531	0.071 – 0.12	[Labat et al., 2016]
Terre-bois	370 - 1170	0.08 – 0.24	[Al Rim et al., 1999]

L'ajout de particules végétales permet une diminution de la masse volumique conduisant à une diminution de la conductivité thermique.

I.3 Bilan

Le béton de chanvre est un matériau de remplissage performant d'un point de vue hygrothermique. Ce matériau présente de bonnes qualités environnementales liées à l'usage du chanvre qui constitue un puits de carbone. En vue d'améliorer son bilan environnemental, une substitution du liant (en général à base de chaux) est envisagée dans cette thèse.

Les matrices à base de terre constituent une alternative aux liants utilisés. Afin d'améliorer leurs caractéristiques mécaniques, leur résistance à l'eau et leur durabilité, différentes stabilisations peuvent être réalisées. D'autre part, le recours à différentes fibres ou particules peut permettre d'alléger la terre pour en améliorer les propriétés hygrothermiques.

Ainsi, dans cette thèse, nous nous intéressons au développement de composites à base de terre. L'utilisation de chènevottes a pour objectif de diminuer la masse volumique des composites en vue d'assurer de bonnes performances hygrothermiques. La stabilisation chimique de la matrice liante est également étudiée d'un point de vue mécanique, thermique et hygrique. Les études sont menées au regard des performances attendues pour des bétons de chanvre et en comparaison d'un composite ThermO[®] - chanvre.

Chapitre II Méthodes expérimentales et analyses

Ce chapitre décrit les méthodes expérimentales spécifiques utilisées dans cette thèse. Les méthodes expérimentales usuelles sont décrites **en annexe A**. Elles comprennent :

- La masse volumique apparente de matériaux cohérents,
- La masse volumique réelle,
- La porosité totale,
- L'analyse MEB et EDS,
- La caractérisation mécanique des mortiers en traction par flexion et en compression,
- La vitesse de propagation du son.

II.1 Caractérisation mécanique des composites

II.1.1 Essai en compression : mesure de la résistance en compression et des modules apparents et élastique

II.1.1.1 Protocole d'essai en compression

a) Surfaçage des échantillons

Les échantillons destinés à la mesure de la résistance en compression peuvent présenter des hétérogénéités en surface malgré les précautions prises au moment de leur fabrication. Un surfaçage s'avère donc nécessaire afin de garantir la planéité des surfaces et assurer l'homogénéité des contraintes appliquées sur l'ensemble de la surface de l'échantillon, en particulier lors d'essai de compression.

Dans un premier temps, un surfaçage par sciage est essayé. Cependant, la cohésion entre les constituants est insuffisante pour assurer une coupe correcte. Cette technique est donc abandonnée. Dans un second temps, les faces des échantillons sont surfacées à l'aide d'une pâte de plâtre. Bien que cela introduise une petite quantité d'eau au voisinage des extrémités des échantillons, cela se révèle être la meilleure technique de surfaçage. Les constituants utilisés pour la préparation de la pâte sont les suivants :

- **Plâtre**

Le plâtre utilisé dans cette étude est un sulfate de calcium hémihydrate Molda3 normal de la société Placo saint gobain conforme à la norme Staff NF B 12 302. Sa masse volumique apparente est égale à 600 kg/m^3 . Le choix du plâtre pour le surfaçage des composites est basé sur sa bonne résistance mécanique (22 MPa) et sur sa courte durée de début et de fin de prise (17 et 39 minutes au taux de gâchage de référence).

- **Ciment Portland**

Le ciment utilisé pour fabriquer la pâte du surfaçage des échantillons est le même que celui utilisé pour la stabilisation des fines (décrit dans le chapitre II). Son rôle en présence de plâtre est d'accélérer la prise.

- **Adjuvants**

Afin de réduire le dosage en eau et de maîtriser l'ouvrabilité et le temps de prise de la pâte utilisée pour le surfaçage des composites, un superplastifiant est ajouté aux liants minéraux.

Le superplastifiant en poudre utilisé dans cette étude est le SP20 (K&Co®). Il contient 75% de polycarboxylate et 25% de chaux. Ce superplastifiant permet d'avoir une bonne fluidité de pâte fraîche avec un taux de gâchage très bas.

Dans un premier temps, le plâtre, le ciment et le superplastifiant sont mélangés à sec. Ensuite, l'eau est ajoutée au mélange et le malaxage est poursuivi jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. La proportion de chaque constituant est indiquée dans le Tableau II-1.

Tableau II-1 : Composition de la pâte utilisée pour le surfacage de 78.54 cm²

Composition		Pourcentage	Quantité (g)
Liant	Plâtre	90 %	90
	Ciment Portland	10 %	10
Superplastifiant SP20		7 % du liant	7
Eau		32 % du liant	32

Le moule de mise en œuvre du surfacage est similaire à celui utilisé dans le cas du surfacage des éprouvettes de béton cylindriques à l'aide d'un enduit à base de soufre. La pâte est versée dans l'assiette qui est auparavant huilée afin de faciliter l'extraction de l'échantillon (Figure II-1). L'échantillon est ensuite posé sur la pâte de surfacage en s'assurant de sa génératrice verticale. Le démoulage est réalisé 30 minutes plus tard. Le surfacage des échantillons est effectué 24 heures avant l'essai de compression, ce qui permet d'atteindre un niveau de résistance suffisant.



Figure II-1 : Surfacage des échantillons

b) Dispositif d'essai et programmation

Les essais mécaniques sont réalisés à l'aide d'une presse INSTRON modèle 5588S de capacité 400 KN associée au logiciel Bluehill qui assure le pilotage de la presse et l'acquisition des données à partir de cette machine (Figure II-3). Afin de limiter la durée des essais, la vitesse de chargement et de déchargement choisie est de 10 mm/min., soit deux fois plus grande que la vitesse recommandée par [CenC, 2010]. Ce choix est basé sur une campagne d'essais préliminaires et est pertinent au vu des résultats de la thèse de Akkaoui sur des bétons de granulats de bois [Akkaoui, 2014].

Le protocole de test comprend deux cycles de chargement et de déchargement. Le chargement cyclique permet d'analyser l'effet du chargement et du déchargement sur le comportement élastique. Pour chaque formulation, la valeur de contrainte maximum du premier cycle est choisie de façon à balayer aussi bien le domaine de déformations quasi réversibles que le domaine de déformations non réversibles. Le premier déchargement démarre :

- Pour les composites fines-chanvre, fines stabilisées-chanvre et Claytec-chanvre, lorsque la charge atteint 1 kN,
- Pour les composites ThermO®-chanvre (plus résistants), lorsque la charge atteint 3,5 kN.

Le deuxième déchargement commence lorsque le déplacement atteint 10 cm dans tous les cas.

Afin d'identifier des caractéristiques représentatives, l'essai en compression est répété sur trois cylindres par formulation.

II.1.1.2 Exploitation et analyse des résultats

Selon le dosage en chanvre, deux types de courbes contrainte-déformation se distinguent. L'un présente un pic de contrainte et l'autre une augmentation continue de la contrainte, représentative d'un comportement compactant.

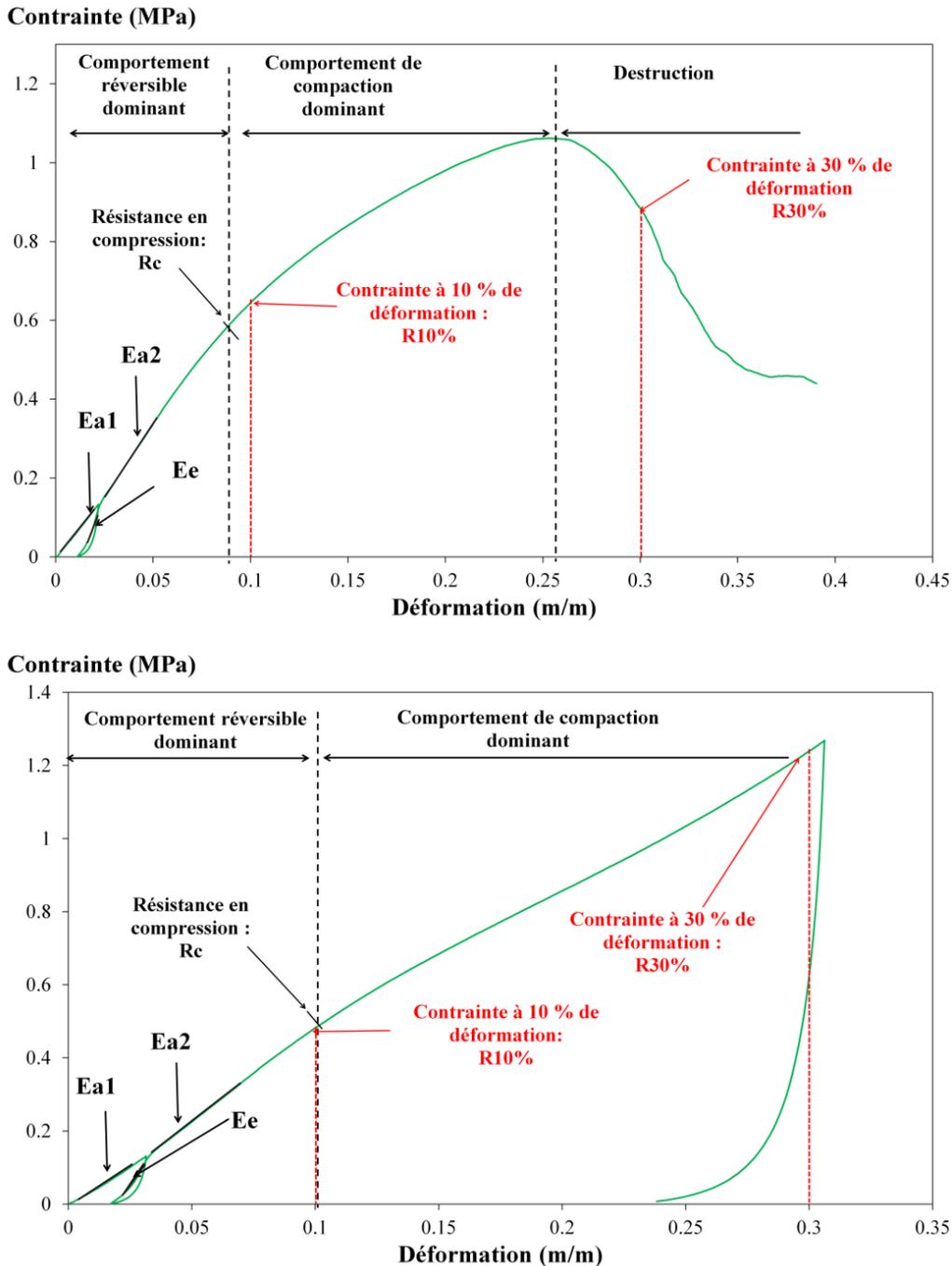


Figure II-2 : Identification de la résistance en compression R_c , des contraintes caractéristiques $R_{10\%}$ et $R_{30\%}$, des modules apparents et élastique pour les deux types de courbe contrainte-déformation (haut : avec pic de contrainte, bas : avec augmentation continue de la contrainte)

L'identification de la résistance en compression dans le cas d'un comportement compactant n'est pas clairement définie par la communauté. L'industrie du bois utilise la force obtenue pour 10 %

de déformation [AFNOR, 2013]. Dans notre cas, la résistance en compression est définie comme la transition entre la zone où le comportement réversible est dominant et la zone où le comportement de compaction est dominant. C'est donc à la contrainte de changement de pente sur les courbes contrainte-déformation que nous choisissons d'associer la notion de résistance en compression. Cette même définition est également choisie pour les courbes présentant un pic de contrainte.

Afin d'affiner la comparaison des comportements des différents composites, deux autres contraintes de compression sont également relevées :

- R10% : contrainte de compression à 10% de déformation (en référence aux usages de l'industrie du bois)
- R30% : contrainte de compression à 30% de déformation. Cette valeur de contrainte de compression permet de juger la résistance résiduelle après une grande déformation.

On détermine également à partir de l'enregistrement de la contrainte et de la déformation trois modules qui correspondent aux zones indiquées sur la Figure II-2. Le module apparent initial E_{a1} correspond à la pente de la courbe contrainte-déformation au début du chargement. Le module élastique E_e correspond à la pente de la partie linéaire du cycle de déchargement. Le second module apparent E_{a2} correspond à la pente de la portion linéaire au deuxième cycle de chargement de la courbe contrainte-déformation.

II.1.2 Résistance en traction par fendage

Le même dispositif d'essai que précédemment est utilisé. La mesure de la résistance en traction par fendage est réalisée en appliquant une force de compression sur deux génératrices opposées de l'échantillon (Figure II-3). Pour chaque formulation, deux cylindres sont testés.

La résistance en traction est calculée en utilisant l'équation conventionnelle (Eq. II-1).

$$R_t = \frac{2F_{max}}{\pi dl} \quad \text{Eq. II-1}$$

R_t : résistance à la traction exprimée en MPa,

F_{max} : force maximale à la rupture exprimée en N,

l : longueur de l'éprouvette en mm,

D : diamètre de l'éprouvette en mm.



Figure II-3 : Dispositifs expérimentaux - à gauche: essai de compression, à droite: essai de traction par fendage.

II.2 Essais de caractérisation hygrique

II.2.1 Isothermes de sorption

II.2.1.1 Phénomènes physiques

Les isothermes de sorption représentent la capacité d'un matériau à fixer l'humidité de l'air environnant. Le mécanisme de fixation d'humidité (adsorption) peut être décrit selon trois phases distinctes traduisant le comportement du matériau à l'échelle microscopique. Ces trois étapes sont montrées sur la Figure II-4.

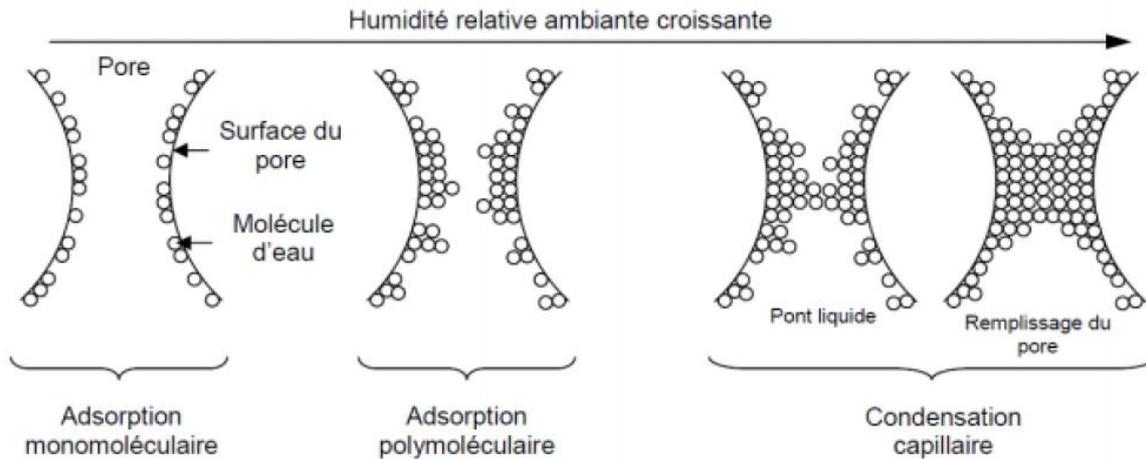


Figure II-4: Représentation schématique des phénomènes d'adsorption physique dans un pore [Collet, 2004]

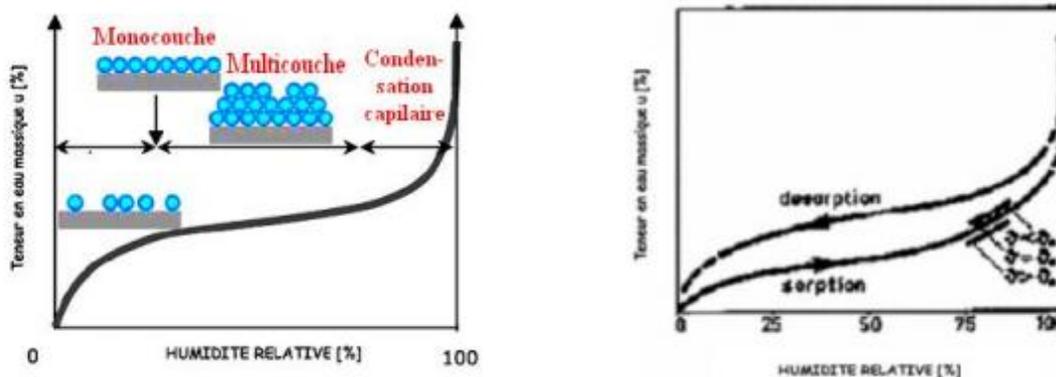


Figure II-5: Forme de la courbe isotherme d'adsorption et de désorption [Tran Le, 2010]

Tout d'abord, les molécules de vapeur d'eau recouvrent en une couche la surface des pores où elles sont maintenues sous l'effet des forces de Van der Waals. On parle d'adsorption monocouche ou monomoléculaire.

Ensuite, lorsque l'humidité relative de l'air environnant est plus importante, d'autres couches de molécules d'eau viennent se fixer à la première : il s'agit d'adsorption multicouche ou polymoléculaire.

En dernier lieu, lorsque l'humidité devient très élevée, les couches polymoléculaires se rejoignent et forment un pont liquide séparé de la phase gazeuse par un ménisque. L'eau est retenue à la surface des pores par les forces capillaires, ce qui entraîne le remplissage des pores les plus fins puis les pores les plus gros : c'est la condensation capillaire.

En se basant sur les travaux de Brunauer et al. [Brunauer et al., 1940], l'I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry) [Sing, 1985] classe les isothermes d'adsorption en six catégories différentes (Figure II-6).

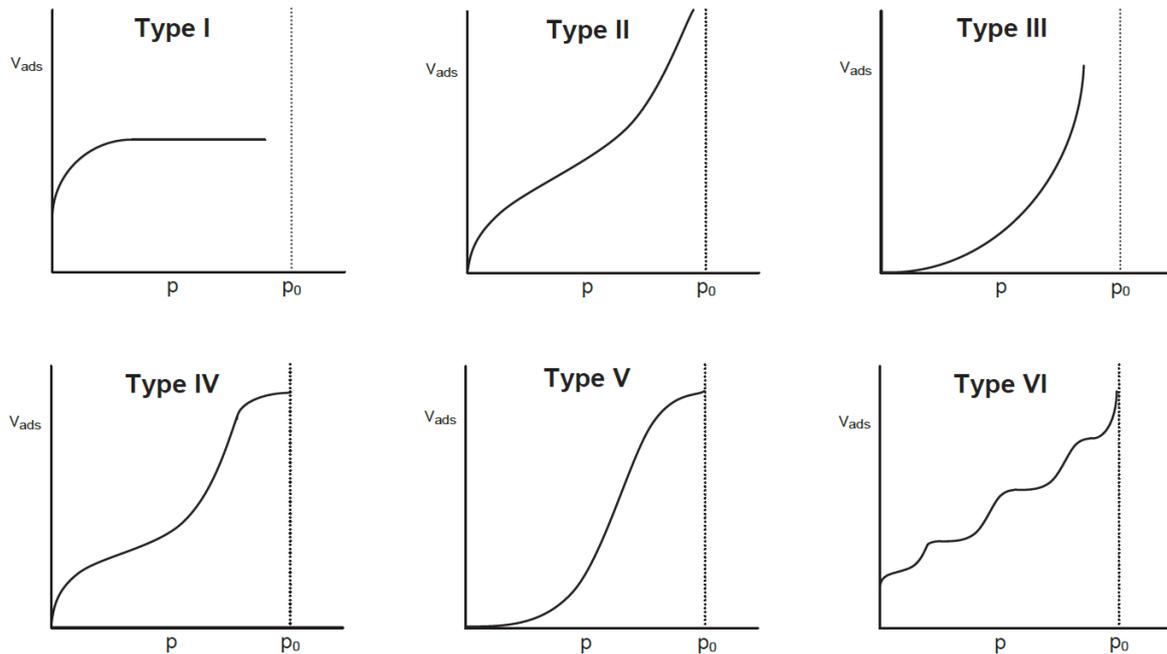


Figure II-6 : Classification des isothermes d'adsorption selon [Sing, 1985]

Le type I correspond à une adsorption en monomoléculaire, souvent décrit par l'isotherme de Langmuir [Langmuir, 1918]. Ce type est spécifique à des milieux microporeux.

Le type II montre une augmentation progressive de la quantité d'eau adsorbée en fonction de la pression relative. Elle présente une forme sigmoïde caractérisée par un point d'inflexion qui indique la transition entre l'adsorption monomoléculaire et l'adsorption polymoléculaire. Cette isotherme correspond à des milieux non-poreux ou macroporeux.

Dans le cas de l'isotherme de type III, l'adsorption monomoléculaire et l'adsorption polymoléculaire ont lieu simultanément (l'adsorption polymoléculaire est rapidement initialisée, avant que l'adsorption monomoléculaire ne soit achevée). Cette isotherme réversible est peu commune.

Les isothermes de type IV et type V se rapprochent respectivement des isothermes de type II et de type III aux faibles pressions avec un point d'inflexion supplémentaire aux fortes pressions. Elles correspondent au remplissage des mésopores et à la condensation capillaire.

Le type VI d'isotherme en « marches » correspond à une adsorption multicouche. Chaque marche correspond à une adsorption monocouche sur la couche précédente. Ce type d'isotherme est obtenu sur des surfaces non-poreuses.

II.2.1.2 Protocole de mesure des isothermes d'adsorption

La détermination des isothermes de sorption est réalisée selon la méthode discontinue : l'isotherme est déterminée point par point par paliers successifs d'humidité relative ambiante croissante (adsorption).

La mesure est réalisée à 23 °C. Le point sec initial est obtenu en plaçant les échantillons dans une étuve à 60°C puis dans une chambre sèche contenant du gel de silice (0 à 2 % HR) et placée dans un local climatisé à 23 °C. Une fois l'équilibre hygroscopique atteint, les échantillons sont placés dans une ambiance d'humidité relative supérieure pour construire la courbe d'adsorption. L'isotherme d'adsorption est déterminée par plusieurs paliers successifs d'humidité relative ambiante croissante pour quatre échantillons de chaque formulation. Cinq atmosphères différentes (0 %, 35 %, 50 %, 65 %, 80 %, 90 %) sont ainsi étudiées. Ces ambiances sont maîtrisées à l'aide d'une enceinte climatique

Memmert HPP260 (Figure II-7). En outre, l'équilibre est considéré atteint lorsque la masse des échantillons est constante, c'est-à-dire lorsque la variation de masse entre trois pesées consécutives à au moins 24 h d'intervalle est inférieure à 0,1 % de la masse totale. Les pesées sont faites avec une balance Sartorius 8200S ayant une précision de lecture de 0,01 g. La stabilisation de masse à chaque humidité relative permet de calculer la teneur en eau massique w qui s'exprime par l'équation (Eq. II-2).

$$w(HR) = \frac{m(HR) - m_{sec}}{m_{sec}} \times 100 \quad \text{Eq. II-2}$$

$m(HR)$: masse d'échantillon à la stabilisation à l'humidité relative HR ;

m_{sec} : masse de l'échantillon sec.

Les mesures sont réalisées sur les échantillons prismatiques destinés aux essais hygriques et thermiques.



Figure II-7 : Dispositif expérimental et mise en place des échantillons

II.2.1.3 Modélisation des isothermes de sorption

Plusieurs modèles existent dans la littérature pour modéliser les isothermes de sorption. On cite par exemple les modèles de Langmuir [Langmuir, 1918], de Brunauer-Emmet-Teller (BET) [Brunauer et al., 1938]; de Guggenheim – Anderson - Boer (GAB.), de Smith [Smith, 1947], de Henderson [Henderson et al., 1952], d'Oswin [Oswin, 1946] et de Merakeb [Merakeb et al., 2009]. Les modèles utilisés dans cette thèse sont :

- **Le modèle BET**, qui décrit le comportement en phase d'adsorption polymoléculaire. Le domaine d'humidités relatives correspondant peut atteindre 58 % HR [Chamoïn, 2013], voire 60 % HR [Zaknoue, 2011]. La teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative ambiante est donnée par :

$$\frac{w}{w_m} = \frac{C_1 HR}{(1 - HR)(1 - HR + C_1 HR)} \quad \text{Eq. II-3}$$

$$C_1 = \exp\left(\frac{E_l - E_L}{RT}\right)$$

w : teneur en eau massique du matériau [g/g]

w_m : teneur en eau moléculaire [g/g],

E_L : Chaleur molaire latente de vaporisation [J.mol⁻¹],

E_l : Chaleur molaire d'adsorption [J.mol⁻¹],

T : température [K],

R : constante de gaz parfait.

Le tracé des données sous la forme BET linéarisée conduit à la teneur en eau monomoléculaire et à la constante C_1 . Le modèle BET linéarisé s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{w}{(1 - HR)w_m} = \frac{1}{C_1 w_m} + \frac{C_1 - 1}{C_1 w_m} HR \quad \text{Eq. II-4}$$

- **Le modèle GAB**, qui est une évolution du modèle BET. Tout comme le modèle BET, il n'est physiquement valable qu'en l'absence de condensation capillaire. Il tient compte d'une chaleur d'adsorption $E_m \neq E_L$ pour toutes les couches moléculaires. Ce modèle peut être valide jusqu'à des humidités relatives de 95 % [Zaknour, 2011]. Il s'écrit :

$$\frac{w}{w_m} = \frac{C_2 C_3 HR}{(1 - C_3 HR)(1 - C_3 HR + C_2 C_3 HR)} \quad \text{Eq. II-5}$$

$$C_2 = \exp\left(\frac{E_L - E_m}{RT}\right); C_3 = \exp\left(\frac{E_L - E_m}{RT}\right)$$

Ainsi, dans un premier temps, le BET linéarisé est appliqué pour identifier la teneur en eau monomoléculaire. Cette valeur est ensuite injectée dans le modèle BET pour identifier la valeur de C_1 en ajustant le modèle aux données expérimentales sur son domaine de validité. L'exploitation du BET linéarisé permet également d'identifier le domaine de sorption polymoléculaire.

Dans un deuxième temps, les paramètres du modèle GAB sont identifiés en ajustant celui-ci aux données expérimentales par la méthode des moindres carrés.

II.2.2 Valeur tampon hygrique (MBV)

La valeur tampon hygrique caractérise la capacité d'un matériau à modérer les variations d'hydrométrie de l'air avoisinant. La mesure est faite selon la méthode définie dans le Nordtest Project [Rode et al., 2005]. Après stabilisation à 23 °C, 50 % HR, les échantillons sont exposés à des cycles d'humidités relatives journaliers : 8 heures à haute humidité relative (75 %) suivies de 16 heures à basse humidité relative (33 %). Les cycles sont répétés jusqu'à ce que l'écart entre les variations de masse mesurées pour les cycles soit inférieur à 5 % sur les trois derniers cycles.

La valeur tampon hygrique est calculée par l'équation (Eq. II-6).

$$MBV = \frac{\Delta m}{A(HR_{haute} - HR_{basse})} \quad \text{Eq. II-6}$$

Où :

MBV est la valeur tampon hygrique (g/ (m².%HR)),

Δm est la variation de masse durant la phase d'adsorption ou désorption (g),

A est la surface d'échange (m²),

HR_{haute}/HR_{basse} sont les humidités relatives haute et basse au cours du cycle (%).

La méthode de test recommande des échantillons prismatiques étanchés sur cinq des six faces, avec une surface d'échange supérieure à 100 cm² pour chaque échantillon et une surface totale d'échange supérieure à 300 cm² par formulation.

Pour chaque échantillon, la valeur MBV est la moyenne des valeurs calculées sur les trois derniers cycles. Pour chaque formulation, la valeur MBV est la moyenne des valeurs obtenues sur trois échantillons.

Ce protocole a été testé lors d'un Round Robin test impliquant plusieurs laboratoires européens, sur différents matériaux de Génie civil : béton, brique, béton cellulaire, plâtre, bois, etc. Une classification des matériaux a été alors proposée (Figure II-8).

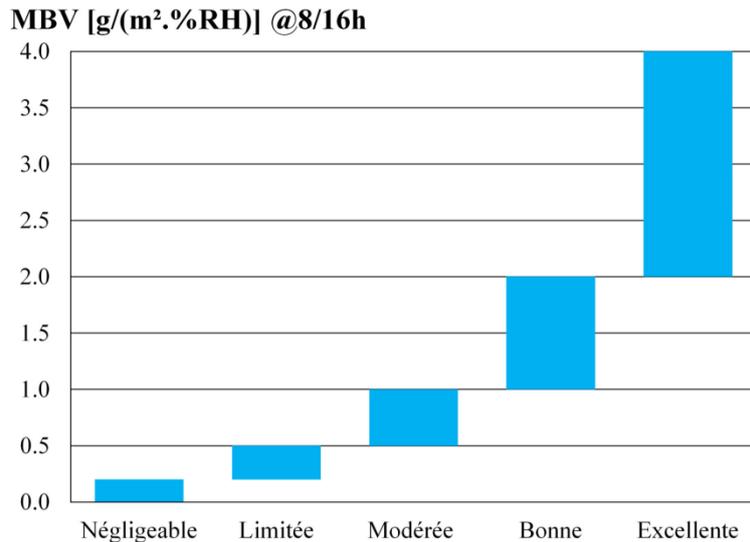


Figure II-8: Classification des valeurs tampon hygrique (MBV) selon le Nordtest Project [Rode et al., 2005]

Le banc d'essai utilisé est constitué d'une armoire climatique Vötsch VC4060 au sein de laquelle la température peut être réglée entre 10 et 95 °C et l'humidité relative entre 10 et 98 % (Figure II-9). La consigne est changée manuellement au cours de l'essai selon le schéma 8/16 heures à 75/33% HR. L'ambiance est enregistrée en continu avec des sondes sensirion SHT 75 dont l'étalonnage est réalisé avec des solutions salines. La vitesse d'air est mesurée au voisinage des échantillons : les composantes verticales sont inférieures à 0,14 m/s alors que les composantes horizontales varient de 0,1 à 0,4 m/s.



Figure II-9 : Dispositif expérimental et placement des échantillons.

Pour les différents composites et pâtes de ThermO[®] testés dans le cadre de cette étude, trois échantillons de section 10×10 cm² et de hauteur environ 8 cm sont utilisés. Leurs dimensions sont mesurées au pied à coulisse, chaque dimension étant la moyenne de quatre mesures. Le suivi massique des échantillons s'appuie sur 5 pesées durant les phases d'absorption et 2 pesées durant les phases de désorption. La précision de lecture de la balance utilisée est de 0,01 g, et sa linéarité est de 0.01 g. La précision estimée de la valeur MBV est alors d'environ 5 %.

Pour le chanvre en vrac, les chènevottes sont placées dans des containers. La surface d'échange est de 116 cm² pour chaque échantillon. La hauteur des échantillons est de l'ordre de 11 cm pour être supérieure à la hauteur de pénétration. La masse volumique du chanvre en vrac est vérifiée pour être représentative.

II.3 Essais de caractérisation thermique

II.3.1 Protocole de mesure de la conductivité thermique en fonction de l'humidité

La caractérisation thermique se base sur la mesure de conductivité thermique pour différents teneurs en eau à 23° C. Pour limiter les problèmes de migration d'eau, les mesures sont réalisées en régime transitoire.

Le dispositif de mesure utilisé est le CT-mètre. Cet appareil est constitué :

- d'un organe de commande qui permet de régler les différents paramètres (puissance de chauffage, temps de chauffage...) et d'interpréter les mesures. Cet organe peut être relié à un ordinateur afin d'acquérir les points de mesure (Figure II-10 (gauche)).
- d'une sonde fil souple destinée à être placée entre deux échantillons plans et constituée d'un élément chauffant de 5 cm de longueur dont on mesure l'élévation de température (Figure II-10 (droite), Figure II-11).

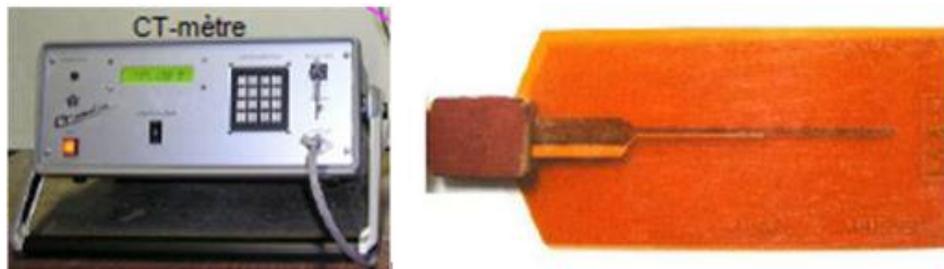


Figure II-10 : Méthode du fil chaud : Appareil CTmètre (gauche); sonde fil (droite)

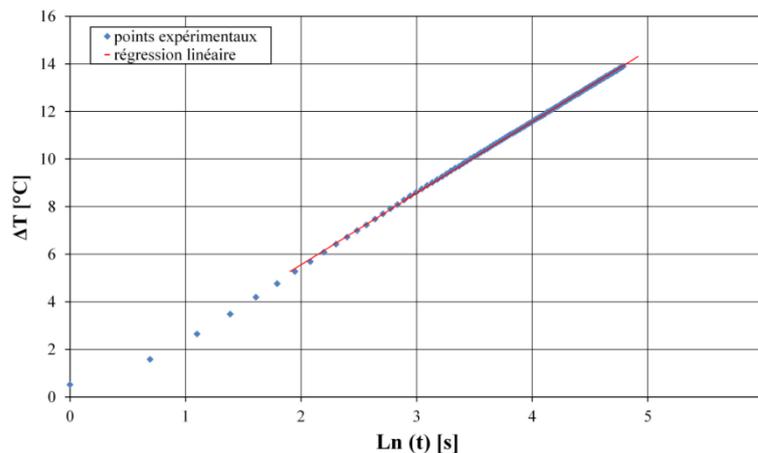


Figure II-11 : Exemple de thermogramme obtenu $\Delta T = f(\ln(t))$

Un flux de chaleur est injecté dans le fil chaud et l'élévation de température générée localement est mesurée au cours du temps grâce à un thermocouple couplé au fil chaud. Cette variation de température est directement liée à la conductivité thermique par la relation suivante [Carslaw et Jaeger, 1986]:

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi\lambda} (\ln(t) + Cte) \quad \text{Eq. II-7}$$

ΔT : différence de température entre le début et la fin de l'essai [K],

q : flux linéique injecté [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}$],

λ : conductivité thermique du matériau [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$],

t : temps [s],

Cte : constante qui regroupe les termes relatifs à la diffusivité du matériau et la résistance de contact.

La détermination de la conductivité thermique se fait par régression linéaire de la courbe $\Delta T=f(\ln(t))$. Le coefficient de corrélation R^2 rend compte de l'ajustement du modèle aux résultats expérimentaux. La puissance et le temps de chauffage sont ajustés de telle sorte qu'on obtienne une élévation de température suffisante ($> 10\text{ }^\circ\text{C}$) et un coefficient de corrélation (R^2) élevé. Afin de satisfaire les hypothèses du modèle de la sonde fil, on s'assure que les dimensions des échantillons sont plus grandes que le volume sondé [Collet et Pretot, 2014].

Pour les matériaux cohérents (composites et pâtes de ThermO[®]), la sonde fil est placée entre deux échantillons du matériau à caractériser. Le contact entre la sonde et les surfaces des échantillons doit être le meilleur possible afin d'éviter la présence de lame d'air entre la sonde et l'échantillon. La puissance utilisée est de 0.851 W pour les pâtes de ThermO[®] et 0.212 W pour les composites, le temps de chauffage est de 120 s dans tous les cas.

Pour le chanvre en vrac, les échantillons sont réalisés à l'aide de deux cylindres de hauteur calibrée permettant de vérifier que la masse volumique des deux parties reste représentative du chanvre en vrac (Figure II-12). La puissance utilisée est de 0.147 W et le temps de chauffage est de 60 s. La conductivité thermique du chanvre en vrac est la moyenne de cinq mesures sur cinq échantillons avec un coefficient de variation inférieur à 5 %.



Figure II-12 : Mesure de conductivité thermique du chanvre en vrac avec le CT-mètre.

La conductivité thermique des échantillons est mesurée à 23°C pour différents teneurs en eau. Pour les composites, les échantillons sont séchés à l'étuve à 60°C puis refroidis en armoire sèche pour la mesure au point sec et sont stabilisés en armoire climatique pour les autres hygrométries. Les humidités relatives considérées sont les suivantes : 0-2 %, 35 %, 50 %, 65 %, 80 % et 90 %. Pour le chanvre en vrac, la conductivité thermique est mesurée à 23°C au point sec et à 50% HR.

Pour l'ensemble des essais, la température est maîtrisée par la climatisation de la salle.

II.3.2 Modélisation de la conductivité thermique des composites en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau : Méthode d'homogénéisation auto-cohérente

La méthode d'homogénéisation auto-cohérente a été initialement développée pour la caractérisation mécanique de milieux hétérogènes et a ensuite été exploitée pour leur caractérisation thermique. Ainsi, BOUTIN [Boutin, 1996] propose son utilisation pour évaluer la conductivité thermique du béton cellulaire en fonction de sa densité sèche puis en fonction de sa teneur en eau. ARNAUD [Arnaud et al., 2000] utilise cette méthode pour évaluer la conductivité thermique de bétons et de laines de chanvre.

Le principe de cette méthode est d'assimiler un matériau hétérogène à un milieu homogène équivalent dont on doit déterminer les caractéristiques. En effet, on détermine les caractéristiques macroscopiques d'un matériau hétérogène sur la base de la connaissance des caractéristiques de chaque composant et de leur concentration volumique.

Cette méthode est basée sur une condition énergétique : l'énergie contenue dans le milieu hétérogène est égale à l'énergie contenue dans le milieu homogène équivalent soumis aux mêmes conditions aux limites.

Le milieu hétérogène est assimilé à un assemblage d'inclusions composites sphériques de taille variable [Cerezo, 2005 ; Collet, 2004] (Figure II-13). Pour un milieu bicomposite, une sphère de rayon R_a représentant le constituant a (λ_a, ρ_a) est entourée par une coquille concentrique de rayon externe R_b (λ_b, ρ_b) (Figure II-14).

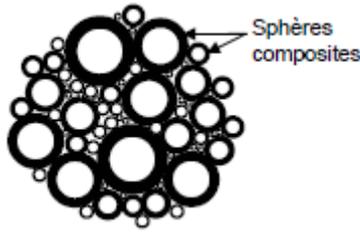


Figure II-13 : Structure d'un milieu correspondant à un assemblage de sphères composites

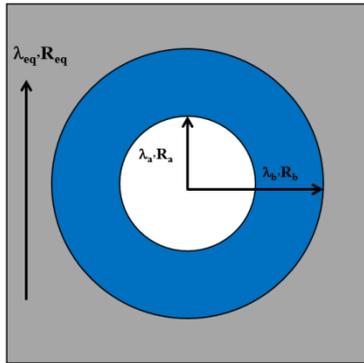


Figure II-14 : Géométrie d'une sphère composite à deux constituants noyée dans un milieu homogène équivalent (cas bicomposite)

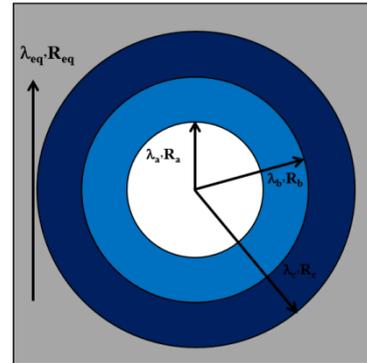


Figure II-15 : Géométrie d'une sphère composite à trois constituants noyée dans un milieu homogène équivalent (cas tricomposite)

La conductivité thermique équivalente λ_{eq} du milieu homogénéisé bicomposite (Figure II-14) est donnée par [Boutin, 1996] :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_b} = 1 + \frac{\varepsilon}{\left[\frac{1-\varepsilon}{3} + \frac{1}{\lambda_a/\lambda_b - 1} \right]} \quad \text{Eq. II-8}$$

$\varepsilon = \left(\frac{R_a}{R_b}\right)^3$: Concentration volumique de la phase interne a

Cette méthode peut être appliquée à un milieu à trois phases en considérant une coquille supplémentaire (Figure II-15). La conductivité thermique équivalente λ_{eq} du milieu homogénéisé tricomposite est donnée par [Boutin, 1996 ; Arnaud et al., 2000] :

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_b} = 1 + \frac{\varepsilon}{\left[\frac{1-\varepsilon}{3} + \frac{3 + \delta \left(\lambda_a/\lambda_b - 1 \right)}{3 \left(\lambda_a/\lambda_c - 1 \right) - \delta \left(\lambda_a/\lambda_b - 1 \right) \left(2 \lambda_b/\lambda_c + 1 \right)} \right]} \quad \text{Eq. II-9}$$

$\varepsilon = \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^3$ et $\delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_b}\right)^3$

Dans ce travail, la géométrie bicomposite est utilisée pour modéliser :

- Le chanvre en vrac sec et ainsi obtenir la conductivité de la phase solide du chanvre,
- La pâte de ThermO[®] sèche pour déterminer la conductivité de la phase solide du liant ThermO[®],
- Les composites au point sec, pour déterminer la conductivité de la phase solide incluant le liant et le chanvre,
- Pour réaliser une double homogénéisation dans le cas des composites ThermO[®]-chanvre humide, le modèle bicomposite permet de déterminer la conductivité de la phase solide.

La géométrie tricomposite est utilisée pour modéliser :

- Les composites ThermO[®]-chanvre au point sec,
- Les composites ThermO[®]-chanvre au point humide en appliquant une double homogénéisation,
- Les autres composites au point humide.

Chapitre III Matière premières

Ce chapitre présente l'ensemble des matières premières utilisées pour la réalisation de composites.

La première partie est consacrée à la caractérisation des différents liants et matrices minérales utilisés dans cette étude :

- la chaux hydraulique formulée ThermO[®] récemment commercialisée par la société BCB, est spécialement adaptée à la fabrication du béton de chanvre,
- les fines issues de boues de lavage sont envisagées dans l'optique de substituer un liant à plus faible impact environnemental à la chaux,
- les différents composants utilisés, seuls ou en mélange, pour la stabilisation des fines : ThermO[®], métakaolin, ciment portland et chaux aérienne super calco 90,
- la terre commerciale Claytec.

L'origine et la nature de chaque constituant sont présentées ainsi que leurs caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques.

La deuxième partie de ce chapitre présente les chènevottes sélectionnées et donne leurs caractéristiques multi-physiques.

III.1 Liants et matrices minérales

III.1.1 Méthodes de caractérisation

III.1.1.1 Granulométrie

Les analyses granulométriques sont réalisées à l'aide d'un granulomètre laser de type Cilas 1064. L'essai est réalisé selon la norme ISO 13320 [Norme ISO 13320, 2009].

Le principe de cet appareil se base sur la diffraction d'un faisceau laser par des particules mises en suspension dans une solution de concentration 5 % d'hexamétaphosphate pour améliorer la défloculation. Le principe d'essai consiste à analyser la tache de diffraction créée par les particules lorsqu'elles coupent le faisceau laser. Cet appareil permet d'identifier des particules avec des tailles comprises entre 0,04 µm et 2500 µm. Pour chaque échantillon, trois mesures sont réalisées au minimum.

III.1.1.2 Diffraction de rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse de la structure des solides basée sur la loi de Bragg, caractérisée par l'équation suivante :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad \text{Eq. III-1}$$

d_{hkl} = distance entre 2 plans d'indice de Miller hkl (Å),

θ = angle de Bragg (rad),

n = nombre entier appelé «ordre de diffraction»,

λ = longueur d'onde du faisceau de rayons X utilisé (Å).

La méthode consiste en l'enregistrement de l'intensité des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon placé sur un support. La position des pics de diffraction évolue en fonction de la distance inter-réticulaire (d). Chaque pic est associé à un plan atomique imaginaire passant par les atomes désigné par les indices de Miller (hkl).

L'appareillage utilisé est un diffractomètre Philips PW 1830. La source de rayons X est une anode de cuivre alimentée sous une tension de 30 kV et une intensité de 20 mA. Les analyses de caractérisation sont réalisées de 5 à 75° (2θ).

La diffraction des rayons X permet d'identifier la majorité des phases cristallines présentes dans le matériau. Les diffractogrammes sont présentés sous la forme d'une courbe donnant l'intensité reçue par le détecteur en fonction de l'angle 2θ .

III.1.1.3 Fluorescence de rayons X

La spectrométrie de fluorescence des rayons X est une technique permettant l'analyse élémentaire des éléments chimiques présents dans un matériau et la détermination de leur quantité respective.

III.1.2 Liant formulé ThermO®

Le liant formulé ThermO® est une chaux formulée de classe FLA 3.5 conforme à la norme NF EN 459 [NF EN 459, 2012]. Ce matériau présente une densité de 2.56. La distribution granulométrique et l'analyse minéralogique du liant ThermO® sont données respectivement dans la Figure III-1 et la Figure III 2 et ses propriétés physico-chimiques sont données dans le Tableau III-8.

L'analyse de la taille des particules permet d'identifier des particules centrées autour de 1.5 et 12 μm . L'analyse minéralogique permet d'identifier la présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, de calcite et de silicates de calcium sans toutefois pouvoir identifier la nature exacte de ces composés.

Ce liant, développé par la société BCB pour la fabrication de composites bio-sourcés, est utilisé d'une part pour la fabrication des composites ThermO®-chanvre et d'autre part pour la stabilisation des fines.

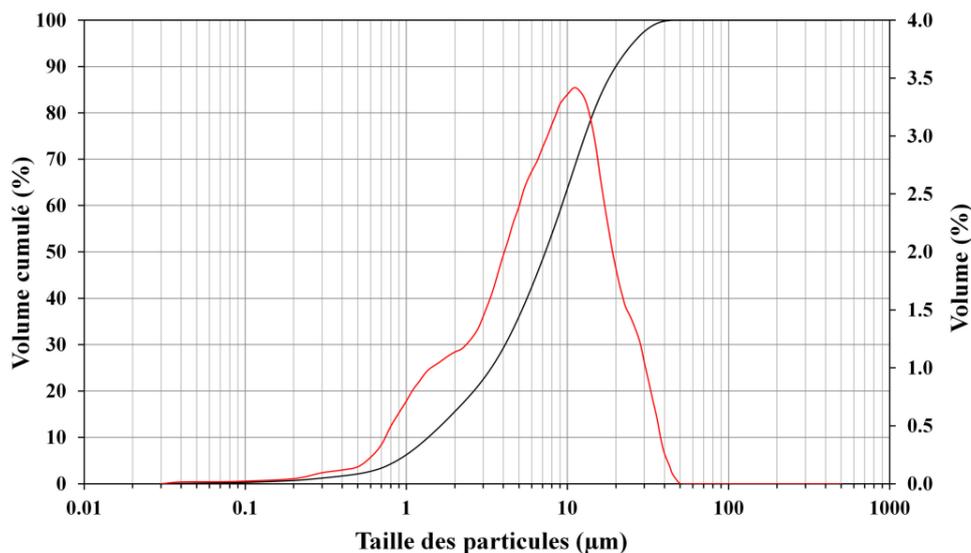


Figure III-1 : Courbe granulométrique du ThermO®

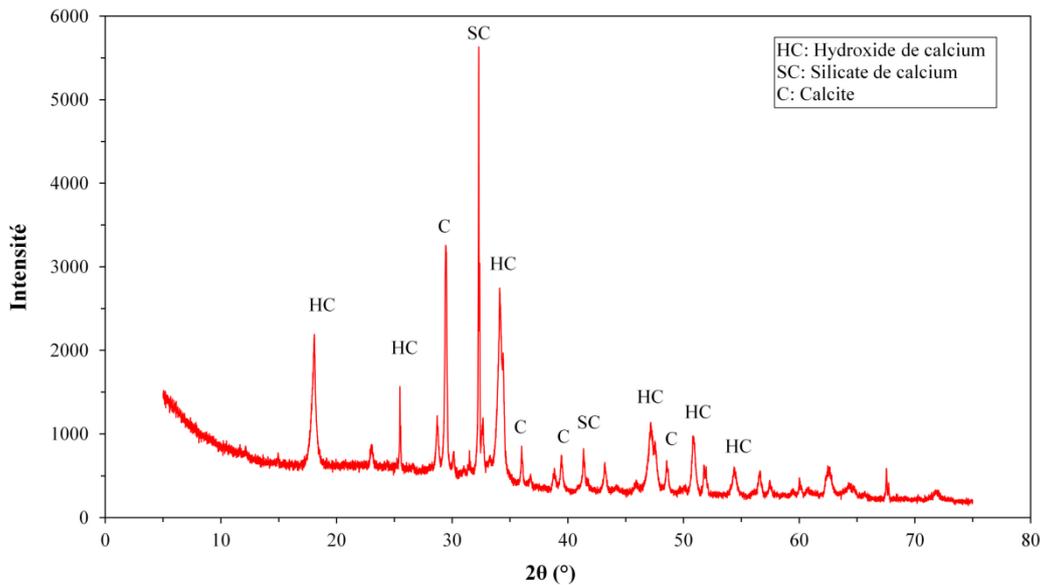


Figure III-2 : Diffractogramme de rayons X du liant ThermO® non hydraté

III.1.3 Fines issue de boues de lavage

III.1.3.1 Site de prélèvement

Les fines envisagées comme matrice sont issues de boues de lavage prélevées sur un site de production de graviers : la carrière du Vauriffier (Figure III-3). Cette carrière est localisée à l'ouest du département d'Ille et Vilaine. Elle se situe à 3 kilomètres au sud-est d'Iffendic, 36 km à l'ouest de Rennes.

La carrière du Vauriffier couvre une superficie de 313 000 m², les sédiments exploités dans cette carrière correspondent à la formation du Grès Armoricaïn, d'âge Ordovicien. La carrière produit environ 350000 t/an de produits destinés au BTP. La qualité de la roche permet la production de Ballast SNCF, mais aussi de gravillon et de sable lavé. Le lavage du sable permet la récupération d'un matériau propre et la séparation des fines cohésives (souvent de nature argileuse). Lors du lavage, les particules fines sont flocculées à l'aide d'un flocculant industriel (Copolymère d'acrylamide, d'acide acrylique et de sel de sodium : Superfloc Anionique A-100 - Kemira). L'eau récupérée après le lavage du sable passe par un hydro-séparateur afin de séparer la boue. Ce procédé permet d'assurer une taille de grains dans ces boues inférieure à 80 µm. La quantité de boues de lavage ainsi générée est estimée à 20 % de la masse de sable lavé (pour une tonne de sable lavé il y a 200 kg de boues). Les boues sont ensuite stockées dans des bassins qui occupent 10% de la surface de la carrière.

La sédimentation de ces boues en fond de bassin permet de générer un remblai progressif des zones de dépôts. Toutefois la gestion des volumes de boues produites reste un problème pour l'exploitant et la valorisation d'une partie de ces volumes constitue une alternative intéressante. Pour réaliser cette étude, deux prélèvements de boue sont effectués, chacun correspondant à une zone d'exploitation différente de la carrière.



Figure III-3 : Site de prélèvement de la boue : a) et b) vues générales de la carrière ; c) bassin de stockage des boues de lavage

III.1.3.2 Méthode de production des fines à partir des boues de lavage

La préparation des fines est faite au laboratoire en plusieurs étapes :

- Dans un premier temps, une décantation naturelle en bac est réalisée pendant une semaine. Après dépôt de la phase dense, une grande partie de l'eau peut alors être retirée.
- ensuite, la boue est séchée à l'étuve.
- Après séchage, le matériau est broyé avec un broyeur à couteaux rotatifs,
- Puis, le matériau est tamisé au tamis 2 mm, afin d'éliminer les grosses particules. Les fines ainsi obtenues sont ensuite stockées dans des bidons étanches.



Figure III-4 : Préparation des fines :

a) décantation ; b) séchage ; c) broyage ; d) Tamisage au tamis de 2 mm

III.1.3.3 Caractérisations

a) Teneur en eau initiale

La teneur en eau rend compte de l'état hydrique du matériau. Elle est définie comme étant le rapport de la masse de l'eau (m_E) à la masse des grains solides secs d'une certaine masse d'échantillon (m_S).

La mesure de la teneur en eau des boues a été réalisée selon la norme NF P 94-050 [NF P 94-050, 1995] sur un échantillon de 60 g, avec un séchage en étuve à 105°C pendant 24 heures. La teneur en eau initiale (w) est donnée par la relation :

$$w = \frac{m - m_S}{m_S} \times 100 = \frac{m_E}{m_S} \times 100 \quad \text{Eq. III-2}$$

m est la masse initiale de l'échantillon (60 g) et m_S celle de l'échantillon après séchage à l'étuve.

Tableau III-1 : Etat hydrique initial des deux prélèvements

Fines	w (%)
A1	94
A2	114

La teneur en eau de chacun des deux prélèvements de boues à l'arrivée au laboratoire est donnée dans le Tableau III-1. On constate que les teneurs en eau initiales des deux prélèvements sont différentes : de l'ordre de 94% pour le prélèvement donnant les fines A1 et 114% pour le prélèvement donnant les fines A2. Cette différence peut provenir du lieu de prélèvement différent, de la nature des matériaux mais aussi de la conservation des échantillons avant mesure (début de sédimentation).

b) Limite d'Atterberg

Pour caractériser une terre, il est nécessaire de déterminer ses limites d'Atterberg (Figure III-5). Ces limites définissent les teneurs pondérales en eau correspondant à des états particuliers d'un sol :

- Limite de liquidité (W_L) : teneur en eau qui sépare l'état plastique de l'état liquide.
- Limite de plasticité (W_P) : teneur en eau qui sépare l'état plastique de l'état solide.
- Indice de plasticité (I_P) : domaine situé entre les états de liquidité et de plasticité. Il est déterminé par la différence entre la limite de liquidité et la limite de plasticité.

$$I_P = W_L - W_P \quad \text{Eq. III-3}$$

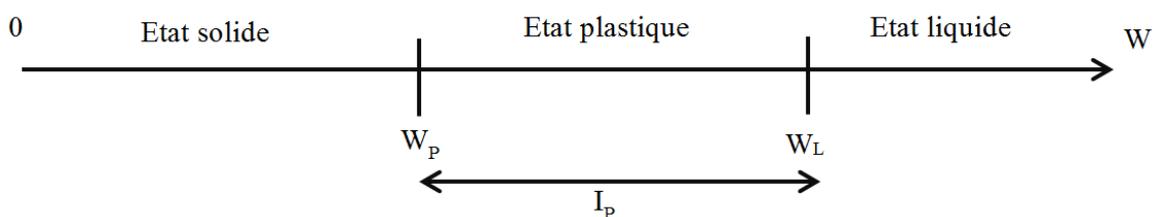


Figure III-5 : Définition des limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg sont déterminées par la méthode au cône de pénétration qui consiste à mesurer l'enfoncement d'un cône normalisé (angle au sommet de 30°, masse de 80 g) pendant 5 secondes dans un échantillon de terre. On effectue plusieurs opérations avec des teneurs variées en eau. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe reliant la teneur en eau (%) en fonction de la pénétration du cône (en mm).

La limite de liquidité est déterminée pour un enfoncement de 20 mm. La limite de plasticité est identifiée pour un enfoncement de 2 mm. L'indice de plasticité est déterminé par l'équation Eq. III-3.

Le diagramme de Casagrande donne une classification en fonction de W_L et I_P (Figure III-6).

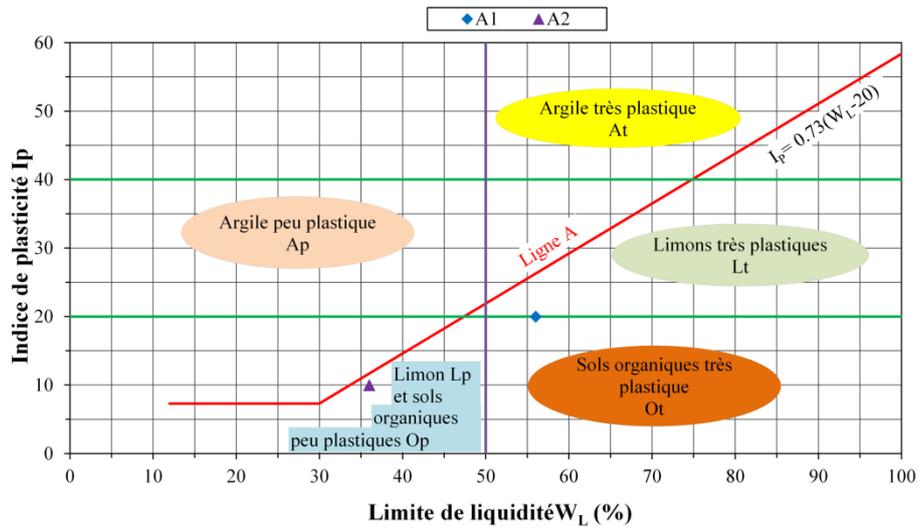


Figure III-6: Classification des sols fins sur le diagramme de Casagrande

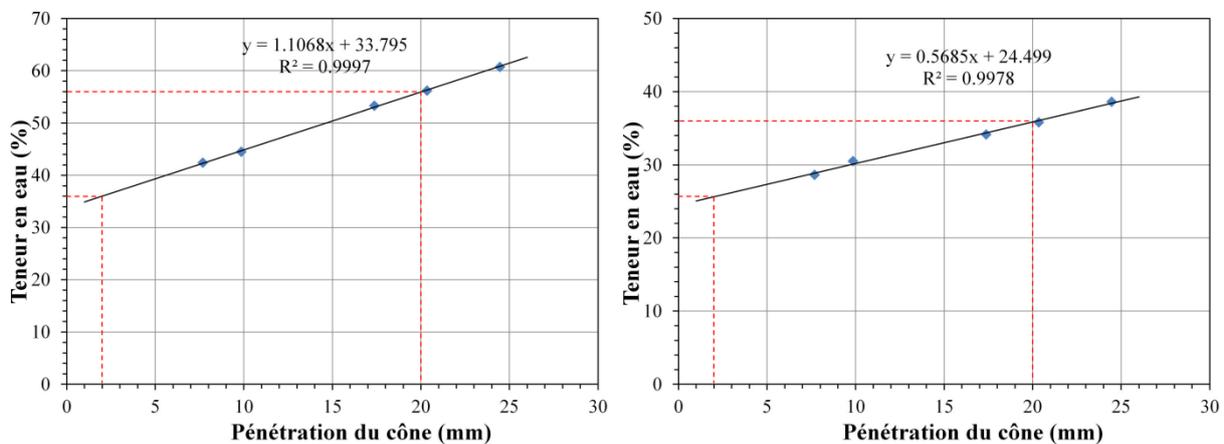


Figure III-7: Teneur en eau en fonction de la pénétration du cône des deux prélèvements : à gauche A1, à droite A2

Les résultats issus des essais sur les deux prélèvements dans le cadre de cette étude sont regroupés sur la Figure III-7. On remarque que la limite de liquidité du prélèvement A1 est très supérieure à celle du prélèvement A2 (Tableau III-2) et que la différence est moins importante pour la limite de plasticité. Ces résultats peuvent s'expliquer par la différence entre les teneurs et les types de matières organiques et de minéraux argileux en présence et la surface spécifique des matériaux.

Tableau III-2 : Les limites d'Atterberg des fines

Fines	Limites d'Atterberg		
	Limite de liquidité W _L (%)	Limite de plasticité W _P (%)	Indice de plasticité I _P (%)
A1	56	36	20
A2	36	26	10

D'après le diagramme indice de plasticité I_p – limite de liquidité W_L (Figure III-6), les fines A1 sont associées à la classe de matériaux moyennement plastique et d'une argilosité moyenne, résultat assez courant pour une argile de type kaolinite voire illite. Les fines A2 sont associées à la classe de matériaux dits limons et sols organiques peu plastiques.

c) Valeur au bleu de méthylène (VBS)

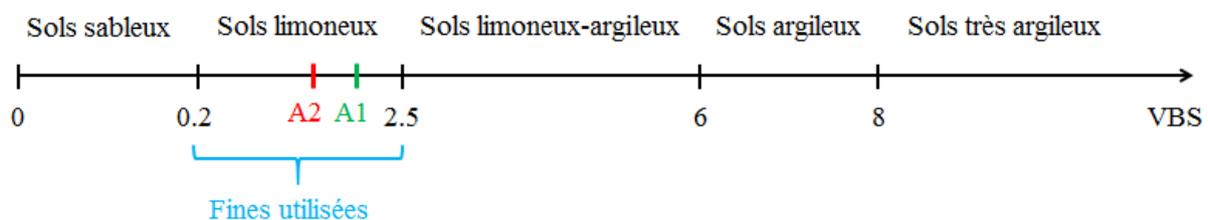
Dans cette étude, l'essai au bleu de méthylène est réalisé selon la norme NF P 94 068 [NF P 94 068, 1998]. Cet essai consiste à introduire progressivement du bleu de méthylène dans une suspension de matériau maintenue en agitation. On prélève périodiquement à l'aide d'une baguette de verre, une goutte de la suspension que l'on dépose sur un papier filtre. Dès qu'une auréole bleutée apparaît autour de la tâche, on considère que l'absorption du bleu de méthylène par les particules d'argile est terminée. À partir du volume de bleu de méthylène absorbé et de la quantité de matériau utilisé, la valeur au bleu de méthylène « VBS » est définie par l'équation Eq. III-4.

$$VBS = \frac{\text{volume de bleu de méthylène (cm}^3\text{)} \times 0,01}{\text{masse sèche de la prise d'essai (g)}} \times 100 \quad \text{Eq. III-4}$$

Les valeurs obtenues sur les deux prélèvements sont données dans le Tableau III-3. Selon le « Guide technique pour la réalisation des remblais et des couches de forme » [GTR, 1992], les deux prélèvements, en fonction de la valeur au bleu de méthylène, sont placés dans le groupe des sols limoneux (Figure III-8).

Tableau III-3: Valeur au bleu de méthylène

Fines	VBS (g/100g)
A1	2.33
A2	1.5

**Figure III-8 : Classification des fines en fonction de VBS**

d) Masse volumique des particules solides

La masse volumique des particules solides des deux fines (masse volumique absolue) est déterminée à l'aide d'un pycnomètre Le Chatelier. Les résultats sont présentés dans le Tableau III-4.

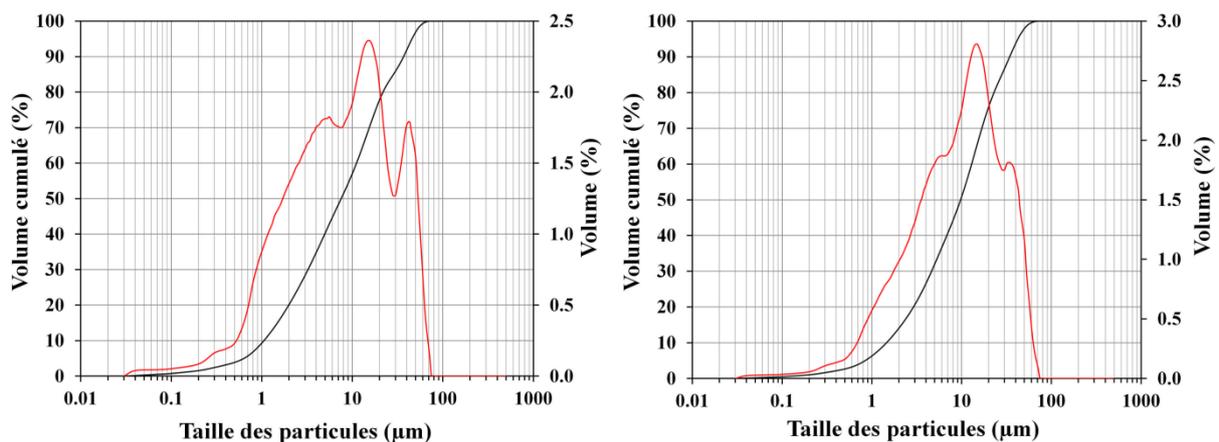
Tableau III-4: Masse volumique des particules solides

Fines	ρ_s (g/cm ³)
A1	2.84
A2	2.57

On remarque que les fines A2 affichent une valeur inférieure à celle des fines A1. Cette différence pourrait être expliquée par la présence de matières organiques qui sont plus légères que les particules minérales.

e) Analyse granulométrique :

La courbe granulométrique des deux fines est présentée à la Figure III-9. On constate pour les deux fines, qu'elles ont une granulométrie inférieure à 80 μm conformément au process utilisé dans la carrière. La taille moyenne de grain des deux fines A1 et A2 est respectivement de 7,5 et 9,7 μm . On note cependant sur les deux courbes une taille caractéristique de grains fins voisine de 5,6 μm . La proportion de grains de cette taille est plus importante pour les fines A1 que les fines A2. Deux autres populations de grains plus gros sont présentes dans les fines A1 (15 et 43 μm) et dans les fines A2 (15 et 35 μm). La formation d'amas de fines particules pourrait être l'origine de la présence de la population la plus grosse.

**Figure III-9 : Courbe granulométrique des fines : à gauche A1 ; à droite A2****Tableau III-5 : Récapitulatif de la granulométrie des fines**

Taille des grains	Classification [GTR, 1992]	Granulométrie laser	
		A1	A2
Grains < 2 μm	Argile	20.10	14.06
2 μm < Grains < 63 μm	Limon	79.53	85.72
63 μm < Grains	Sable	0.37	0.22

f) Analyse par diffraction de rayon x :

Les diffractogrammes des deux fines sont présentés dans la Figure III-10 et la Figure III-11. Pour les deux fines A1 et A2, trois phases cristallines principales sont détectées, ce sont le quartz, l'illite ou muscovite et la kaolinite. Les résultats montrent que la proportion du quartz dans A2 est plus grande que A1. Par contre, le ratio illite (ou muscovite) sur kaolinite (I/K) est assez similaire pour les deux fines.

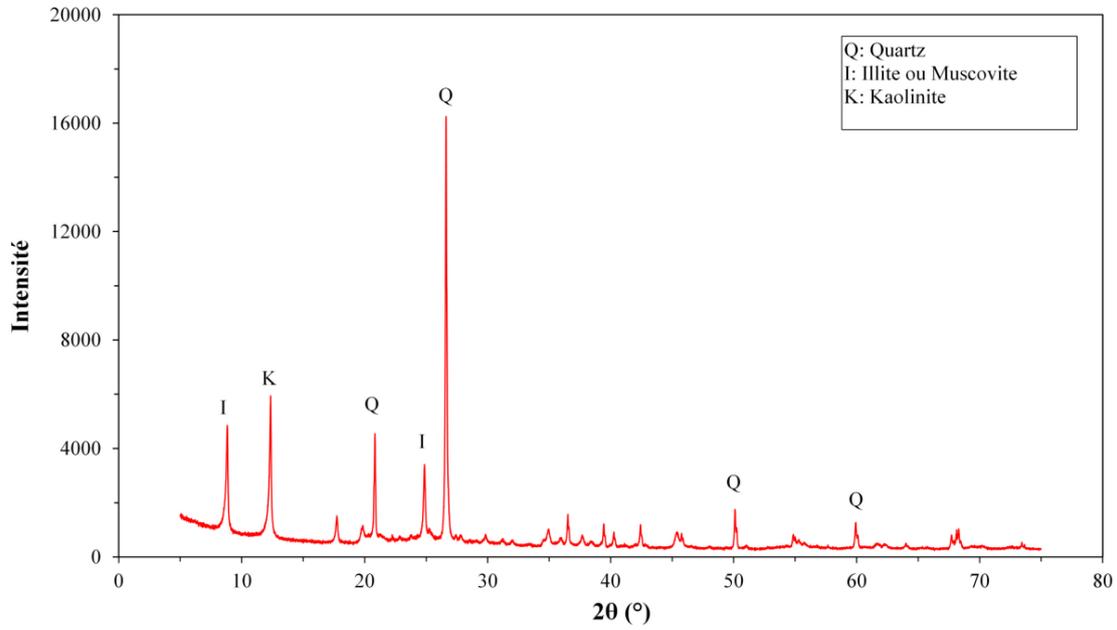


Figure III-10 : Diagramme de diffraction de rayons X des fines A1

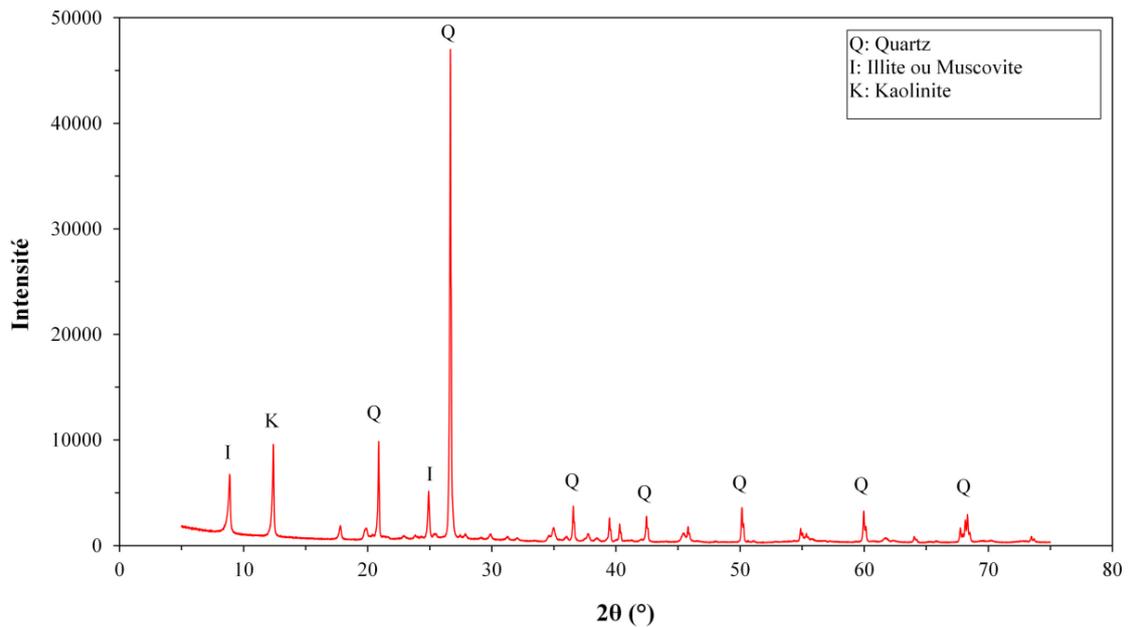


Figure III-11 : Diagramme de diffraction de rayons X des fines A2

g) Analyse par fluorescence des rayons X

Les résultats des analyses, récapitulés dans le Tableau III-6, montrent que les éléments principaux constitutifs de la matrice des deux fines sont le silicium et l'aluminium, ce qui est en corrélation avec les phases minérales principales mises en évidence dans les essais de diffraction.

Tableau III-6 : Résultat de l'analyse semi - quantitative par fluorescence X de A1 et A2

Eléments	A1	A2
Si	31.011	38.062
Mg	0.863	0.000
Al	14.769	12.347
S	0.000	0.000
Cl	0.000	0.000
K	2.940	3.151
Ca	0.038	0.037
Ti	0.815	0.717
Fe	2.126	1.057
Bal*	47.315	44.518

**Bal : correspond aux éléments légers (faible numéro atomique Z) tels que l'hydrogène H, l'hélium He, le lithium Li, le béryllium Be, le bore B, le carbone C, l'azote N, l'oxygène O, le fluor F, le néon Ne et le sodium Na.*

III.1.4 Autres composants et liants utilisés pour la stabilisation

III.1.4.1 Métakaolin

Nous avons utilisé dans cette étude un métakaolin commercial MetaStar®501 produit par la société « IMERYS ». Il est obtenu par une méthode de calcination lente dite « four rotatif » où la déshydroxylation est complète. La calcination se fait durant cinq heures environ. Cette méthode nécessite une cuisson du cru entre 600 et 800 °C. Une surchauffe de la kaolinite conduit à produire de la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2$) qui pénalise la réactivité avec l'hydroxyde de calcium. Le produit obtenu est ensuite broyé très finement ($D_{\text{max}} = 20 \mu\text{m}$).

La granulométrie et l'analyse minéralogique du métakaolin sont données respectivement dans les Figure III-12 et Figure III-13, et ses propriétés physico-chimiques sont données dans le Tableau III-8. Les résultats minéralogiques montrent que ce matériau amorphe est peu minéralisé (intensité des raies limitée). Les phases minérales identifiées se limitent à deux phases cristallines, le sanidine et l'illite. Les résultats granulométriques montrent que ce matériau est très fin (une granulométrie inférieure à 20 μm)

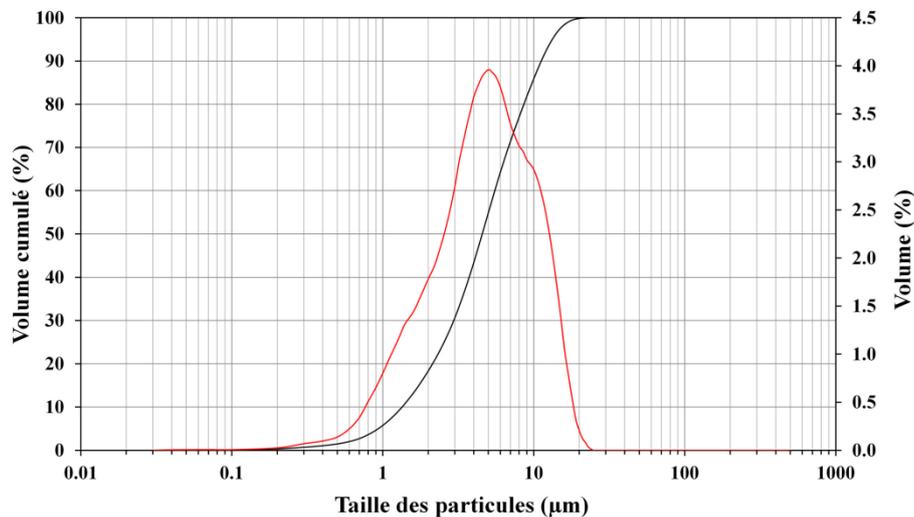


Figure III-12 : Courbe granulométrique du métakaolin

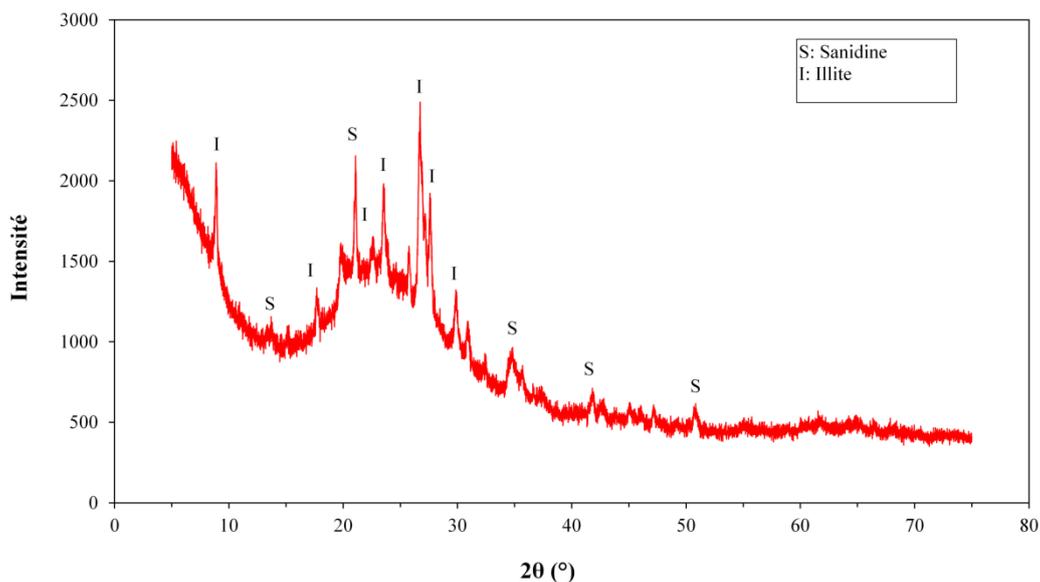


Figure III-13 : Diffractogramme de rayons X du métakaolin

III.1.4.2 Chaux aérienne

Traditionnellement, différents types de chaux sont utilisés pour la stabilisation du matériau terre destiné à la construction, la préférence est néanmoins donnée aux chaux aériennes plutôt qu'aux chaux hydrauliques. La chaux est surtout conseillée pour les sols contenant une fraction argileuse de moins de 20 % [Doat et al., 1979].

La chaux utilisée dans cette étude est une chaux hydratée de teneur en CaO supérieure à 85% de marque super calco 90 produite par Carmeuse. La granulométrie du matériau est présentée sur la Figure III-14. On remarque que la granulométrie de la chaux est très fine et elle présente une taille caractéristique de grains fins autour de 13 μm .

L'analyse minéralogique réalisée par diffraction de rayons X de la chaux est présentée dans la Figure III-15 et ses propriétés physico-chimiques sont données dans le Tableau III-8.

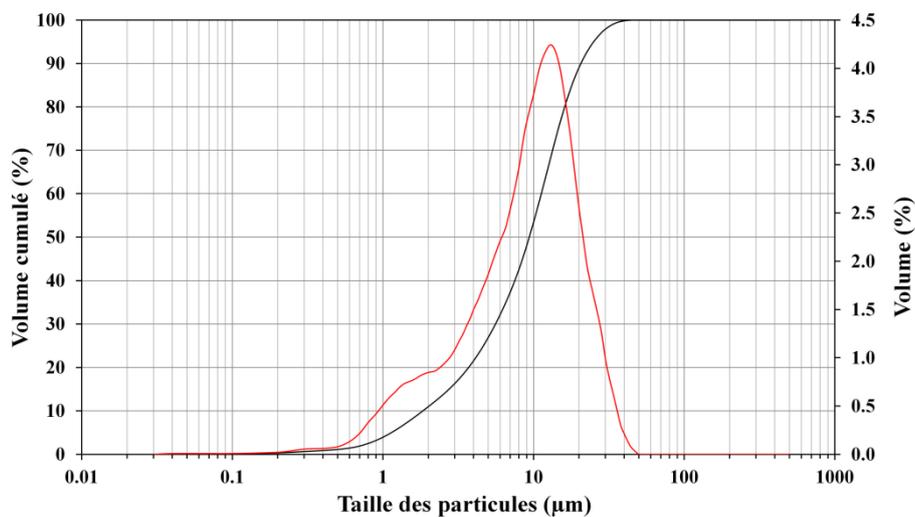


Figure III-14 : Courbe granulométrique de la chaux aérienne

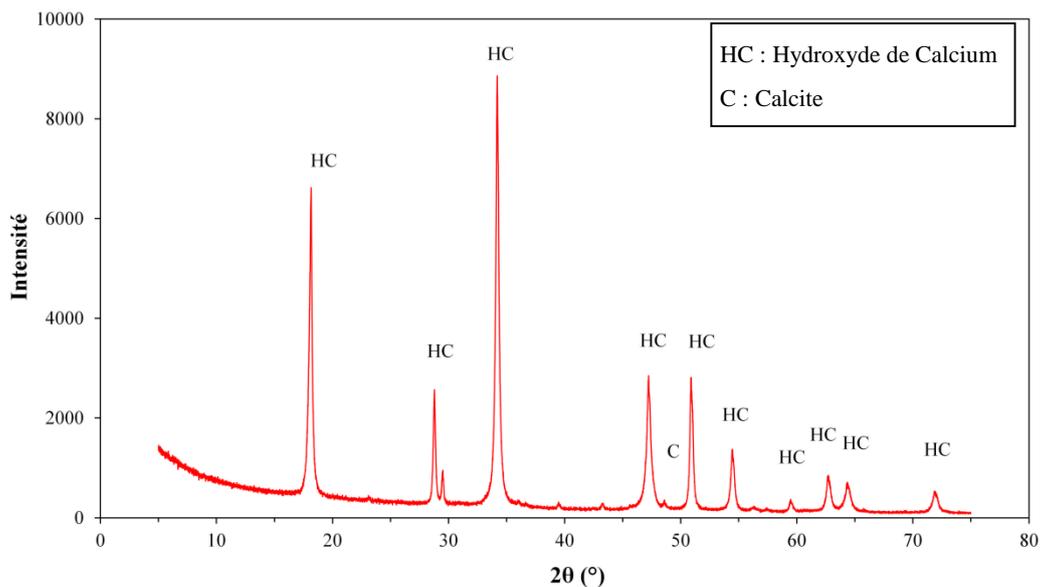


Figure III-15 : Diffractogramme de rayons X de la chaux aérienne

III.1.4.3 Ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est de type CEM I 52,5 N CE CP2 NF de la société Lafarge (usine de Saint Pierre La cour). Il contient 98% de clinker et présente une résistance moyenne en compression à 28 jours de 60.8 MPa. Sa surface spécifique Blaine est de 378 m²/kg et sa densité de 3.13.

Le Tableau III-7 donne la composition minéralogique massique en C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF du ciment utilisé dans notre travail de recherche (indications qui restent en accord avec les identifications minéralogiques réalisées à partir du diffractogramme). Ses propriétés physico-chimiques sont données dans le Tableau III-8. Les détails de sa distribution granulométrique et sa composition minéralogique sont données dans les Figure III-16 et Figure III-17. La courbe granulométrique présente une taille des grains très fins autour de 1.3 µm qui représente les particules seules. Deux autres populations plus grosses sont présentes autour de 6 et 15 µm, elles correspondent à des amas des grains.

Tableau III-7 : Composition minéralogique du clinker du ciment utilisé

Constituants	Teneur massique (%)
C ₃ S	63.7
C ₂ S	12.6
C ₃ A	8.1
C ₄ AF	9.6

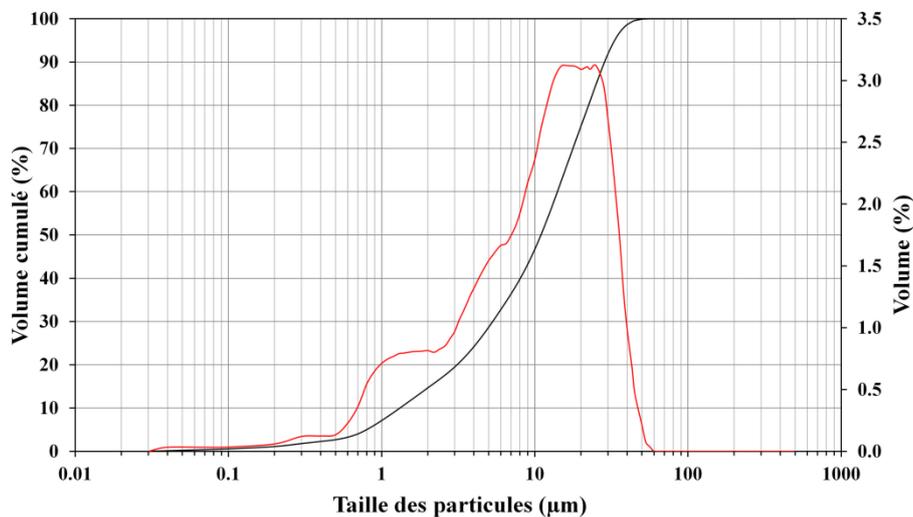


Figure III-16 : Courbe granulométrique du ciment

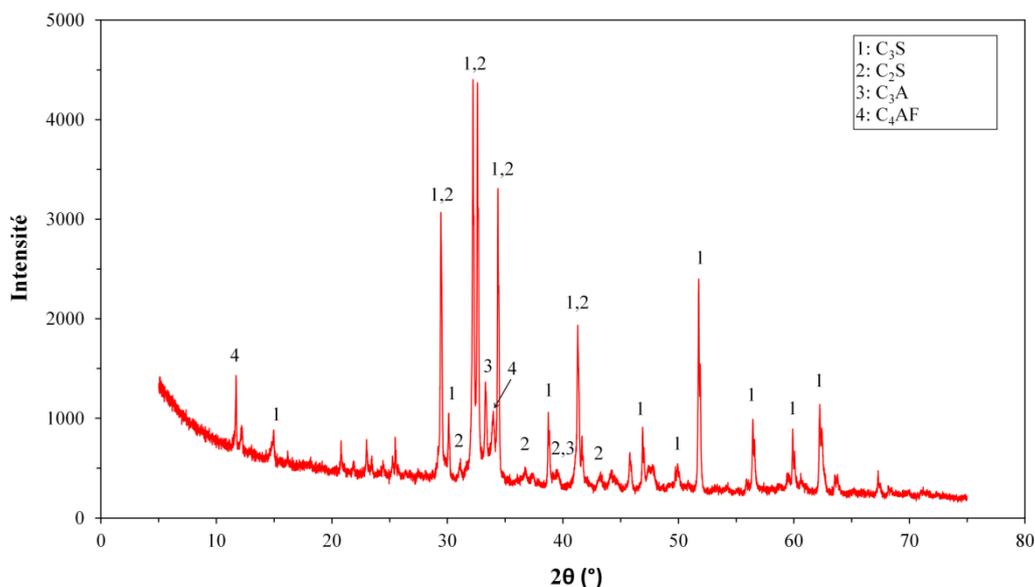


Figure III-17 : Diffractogramme de rayons X du ciment

Tableau III-8 : Résultat de l'analyse semi - quantitative par fluorescence X et de masse volumique réelle des matériaux utilisés

Eléments	Terre Claytec	Métakaolin	Chaux calcique CL90	ThermO®	Ciment Portland CEM I 52.5 N
Si	31.419	-	0.000	4.306	10.068
Mg	0.906	-	0.000	0.000	0.000
Al	5.546	-	0.000	0.972	3.740
S	0.000	-	0.000	1.125	2.834
Cl	0.000	-	0.177	0.112	0.035
K	1.622	-	0.000	0.465	0.923
Ca	7.269	-	53.264	48.242	47.912
Ti	0.392	-	0.000	0.000	0.107
Fe	1.977	-	0.010	0.730	1.828
Bal*	50.789	-	46.509	43.941	32.351
Masse volumique réelle (g/cm ³)	2.58	2.45	2.25	2.56	3.15
Masse volumique réelle après hydratation (g/cm ³)	-	-	-	2.37	2.51

*Bal : correspond aux éléments légers (faible numéro atomique Z) tels que l'hydrogène H, l'hélium He, le lithium Li, le béryllium Be, le bore B, le carbone C, l'azote N, l'oxygène O, le fluor F, le néon Ne et le sodium Na.

III.1.5 Terre Claytec

Ce matériau est une terre commerciale d'origine alluvionnaire prélevée dans un ancien lit de rivière. Il présente une densité de 2.58. La distribution granulométrique et l'analyse minéralogique de la terre Claytec sont données respectivement dans la Figure III-18 et Figure III-19 et ses propriétés physico-chimiques sont données dans le Tableau III-8.

Les résultats granulométriques montrent le caractère très fin du matériau. La taille moyenne de grain de terre Claytec est 19 μm (Figure III-18). On note sur la courbe granulométrique une taille caractéristique de grains fins voisine de 1.5 μm . Deux autres populations de grains plus gros sont présentes autour de 19 et 36 μm .

Les résultats minéralogiques montrent que ce matériau se compose de quatre phases cristallines principales, ce sont le quartz, la muscovite, la calcite et la dolomite.

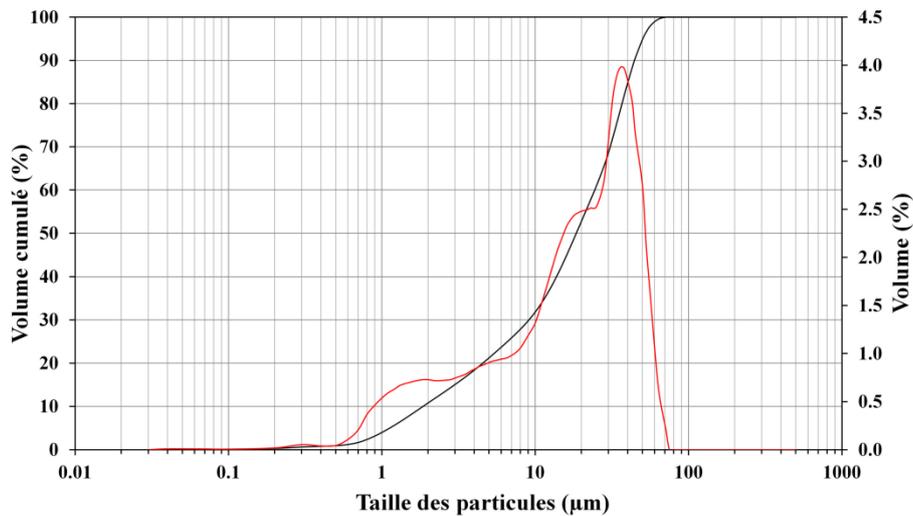


Figure III-18 : Courbe granulométrique de la terre Claytec

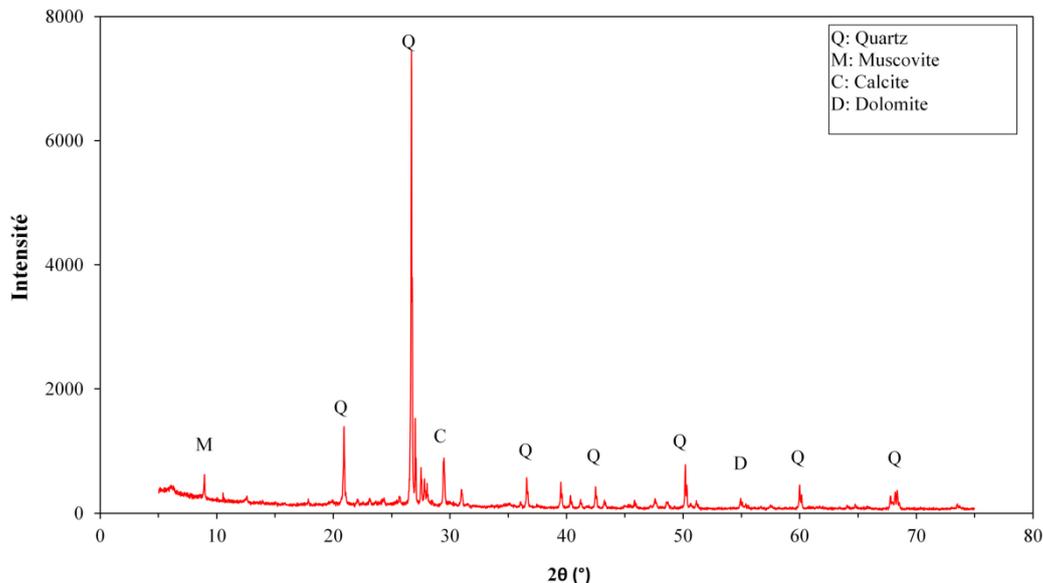


Figure III-19 : Diffractogramme de rayons X de la terre Claytec

Les limites d'Atterberg de la terre Claytec sont présentées dans le Tableau III-9. D'après le diagramme indice de plasticité I_p – limite de liquidité W_L (Figure III-6), la terre Claytec est associée à la classe de matériaux argileux peu plastiques.

Tableau III-9 : Les limites d'Atterberg de la terre Claytec

	Limite de liquidité WL (%)	Limite de plasticité WP (%)	Indice de plasticité IP (%)
Terre Claytec	34	19	15

III.2 Granulat de chanvre « Chènevotte »

La chènevotte utilisée dans cette étude est un produit commercial de type Biofibat® fourni par la société CAVAC-France. Différentes caractérisations sont réalisées en laboratoire suivant les recommandations du Comité technique Rilem TC 236 BBM [Amziane et al., 2017].

III.2.1 Echantillonnage

Lors du transport et de la manutention, le sac de chènevotte subit des vibrations qui provoquent une ségrégation du granulat qui se traduit par une accumulation des particules fines au fond du sac. De plus, si le sac est en plastique, les particules fines ont tendance à coller sur les parois à cause d'effets électrostatiques. Pour prendre un échantillon représentatif du matériau et pour éviter ce phénomène de ségrégation, la procédure suivante est appliquée :

- l'échantillon de départ est mélangé à l'aide d'une plaque métallique ou à la main afin d'homogénéiser l'ensemble,
- ensuite l'échantillon est mis en tas,
- le quartage s'effectue alors en divisant le tas en quatre parties égales (Figure III-20), il faut veiller à séparer les parties avec un objet non coupant pour éviter d'endommager les particules,
- l'opération de quartage est répétée jusqu'à l'obtention de la masse nécessaire pour l'essai.

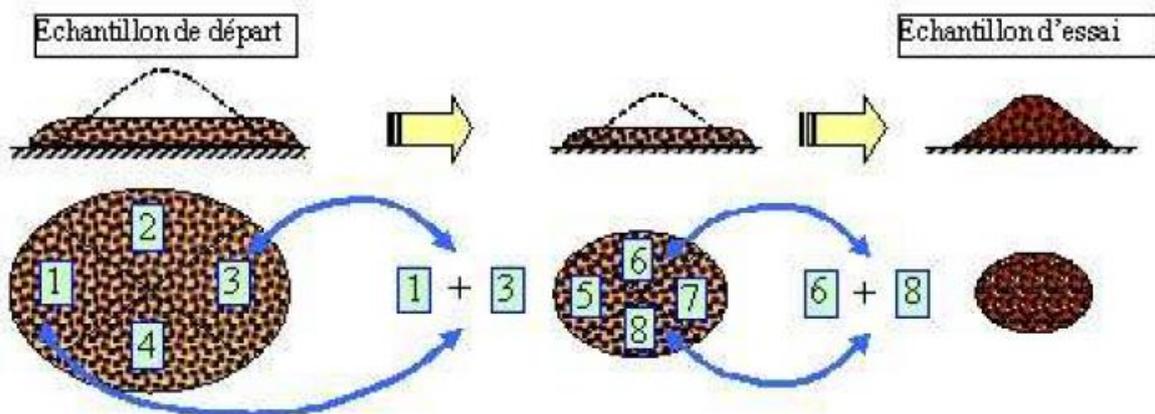


Figure III-20 : Schéma de principe de l'opération de quartage pour l'échantillonnage

III.2.2 Morphologie de la chènevotte

La Figure III-21 présente une coupe transversale d'une chènevotte réalisée au microscope électronique à balayage (MEB). Les chènevottes ont une structure poreuse tubulaire qui peut se modéliser comme un assemblage de cylindre creux accolés les uns aux autres qui permettent à la sève de circuler tout le long de la tige. Le diamètre des pores varie entre 10 et 60 μm . Cette structure explique la forte porosité de la chènevotte, sa forte capacité d'absorption d'eau et sa très faible masse volumique.

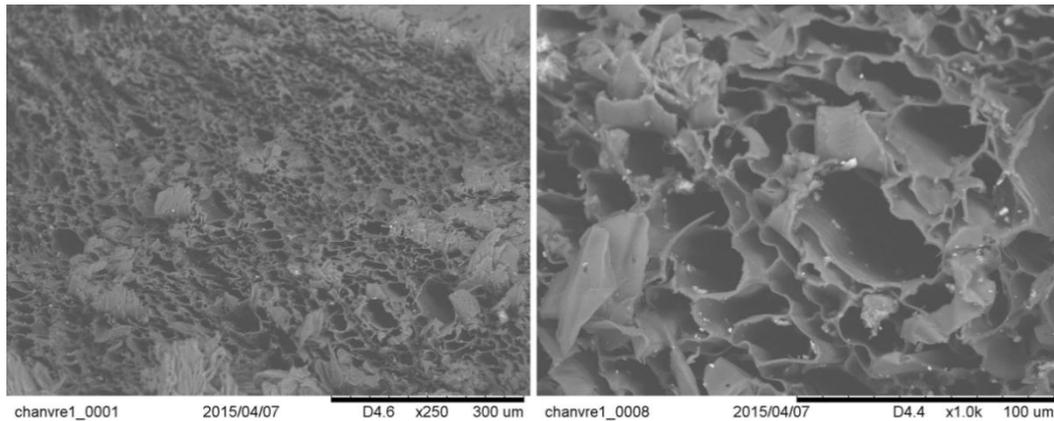


Figure III-21 : Coupe transversale observée au MEB d'une particule de chènevotte

III.2.3 Analyse granulométrique

Pour étudier la répartition en taille des particules de chènevotte, deux méthodes sont utilisées : un tamisage mécanique et une analyse d'images.

- Le tamisage mécanique est effectué sur 3 échantillons de 100 g de granulats. La colonne de tamis utilisée est la suivante : 0,1 mm, 0,25 mm, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 8 mm et 16 mm. Chacun des tamisats est pesé afin de constituer une courbe granulométrique en masse cumulée. Pour des particules aplaties ou allongées, telles que les particules de chènevotte, cette méthode n'est pas la plus appropriée. En effet, les particules peuvent soit passer le tamis dans le sens de leur largeur, soit être retenues si elles se positionnent en travers de l'ouverture [Picandet et al., 2012].
- L'analyse d'image utilise un scanner couleur et le logiciel ImageJ pour analyser les images numérisées à 600 DPI. Afin d'obtenir le meilleur contraste d'images, un arrière-plan noir est utilisé. Cette méthode est effectuée sur un échantillon pesant environ 6 g. Le processus d'analyse d'image se compose de 5 étapes (Figure III-22). La première étape, consiste à préparer des échantillons de chanvre conformément au paragraphe III.2.1 sans séchage. Ensuite, les images en couleur des particules de chanvre sont acquises par le scanner au format TIFF à une résolution de 600 DPI avec un arrière-plan noir. Avant la numérisation, les particules doivent être disposées de manière à ne pas se toucher ou se chevaucher. La troisième étape est effectuée par le logiciel ImageJ. Les traitements consistent à corriger la luminosité et à binariser l'image. La quatrième étape consiste à calculer les caractéristiques des particules. La dernière étape consiste à utiliser le logiciel Excel pour exploiter les résultats et générer les courbes granulométriques.

Pendant la mise en place de l'échantillon sur le scanner, les fibres sont collectées pour quantifier la teneur en fibres qui est le rapport entre la masse de la fibre et la masse d'échantillon.



Figure III-22 : Protocole d'analyse granulométrique par traitement d'image (Scan, binarisation de l'image, conversion l'échelle de gris et ajustement sous forme des ellipses).

Les paramètres déterminés sur les particules de chanvre à l'aide d'Image J sont les suivants :

- Aire : déterminée à partir du nombre de pixels représentant l'objet sur l'image binaire,
- Périmètre : contour en pixels de l'objet,
- Axes majeur et mineur : il s'agit respectivement du plus grand et du plus petit axe de l'ellipse ajustée sur chaque particule (cf. Figure III 23),

La mesure des paramètres ci-dessus permet le calcul de descripteurs de forme,

- Elongation (ε) : l'élongation est définie comme le rapport entre l'axe majeur et l'axe mineur. Sa valeur est donc tout le temps supérieure à 1.

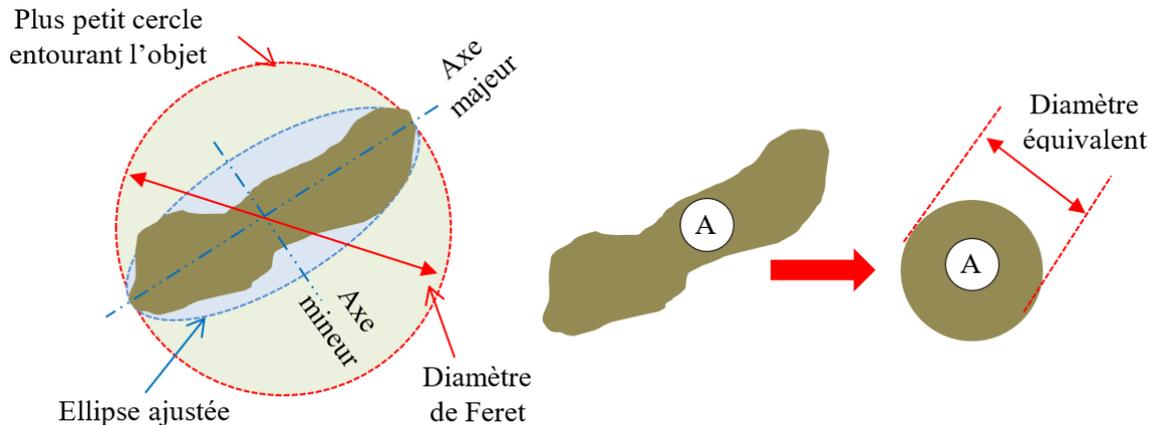


Figure III-23 : Définition des paramètres géométriques calculés [Picandet et al., 2012]

La distribution granulométrique est calculée à partir de l'analyse d'image en deux dimensions, compte tenu de la forme de particule quasi homothétique et de la densité de particules quasi-constante. La répartition en masse des particules est donc calculée à partir de l'aire projetée A_i et de la largeur l_i des particules selon l'équation suivante (Eq. III-5).

$$P_m(X \leq x_n) \cong \frac{\sum_{i=1}^n A_i \times l_i}{\sum_{i=1}^N A_i \times l_i} \quad \text{Eq. III-5}$$

Les courbes granulométriques obtenues par tamisage mécanique et par analyse d'image sont présentées dans la Figure III-24. Les résultats indiquent que la répartition de largeur est globalement très proche de la courbe de passant cumulé obtenue par tamisage mécanique. Cela pourrait s'expliquer par le calibrage de la chènevotte lors du tamisage des particules principalement selon la largeur plutôt que la longueur des particules [Picandet et al., 2012]. De plus, lorsque les particules passent à travers les tamis, leur largeur peut être orientée le long des diagonales des ouvertures carrées d des tamis et la taille à considérer devrait être $\sqrt{2} \cdot d$ [Picandet et al., 2012].

L'analyse de la distribution granulométrique, la teneur en poussière et la teneur en fibres sont résumées dans le Tableau III-10.

L'analyse d'image montre aussi que la longueur des particules est comprise entre 2.5 et 30 mm et que leur largeur varie de 0.7 à 7 mm.

La teneur en poussière du chanvre est calculée selon la recommandation de Construire en Chanvre pour la caractérisation des chènevottes qui la définit comme le pourcentage des tamisats qui passent par le tamis de 0.25 mm. La teneur en poussière du chanvre est environ 0.38%. La valeur obtenue répond aux exigences de l'association nationale française Construire en Chanvre qui exige une teneur en poussière inférieure à 2%.

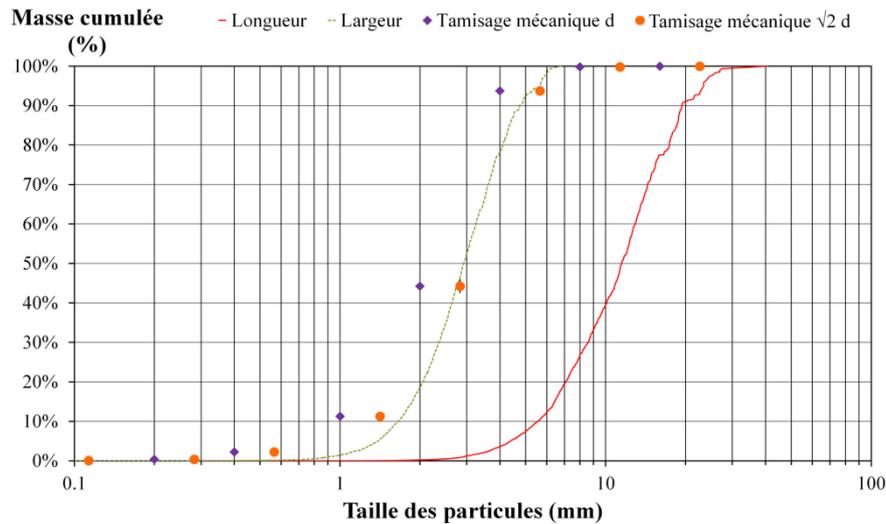


Figure III-24 : Distribution de taille des granulats déterminée par tamisage mécanique et par méthode d'analyse d'image des chènevottes Biofibat®

Tableau III-10 : Distribution granulométrique des chènevottes Biofibat®

Longueur	L ₁₀ (mm)	5.548
	L ₅₀ (mm)	11.501
	L ₉₀ (mm)	19.377
Largeur	l ₁₀ (mm)	1.655
	l ₅₀ (mm)	2.923
	l ₉₀ (mm)	4.770
Elongation	ε ₁₀	2.249
	ε ₅₀	3.829
	ε ₉₀	6.480
Teneur en poussière (%)		0.38
Teneur en fibre (%)		8.25

III.2.4 Masses volumiques apparente et réelle, porosité des chènevottes en vrac

Préalablement aux mesures de masses volumiques apparentes (au point sec) et réelle, les chènevottes sont séchées à l'étuve à 60 °C jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 0,1% entre trois pesées successives à 24 h d'intervalle.

La masse volumique apparente des chènevottes est mesurée à température ambiante (21 ± 2 °C), après refroidissement dans un contenant étanche. La mesure est réalisée à l'aide d'un récipient cylindrique en plastique de 94 mm de diamètre et 204 mm de hauteur et une balance de 0,01g de précision de lecture. Le cylindre est rempli environ à mi-hauteur de chènevottes. Après avoir retourné le cylindre dix fois, le niveau est marqué et le volume correspondant est mesuré avec de l'eau [Amziane et al., 2017]. La masse volumique en vrac des chènevottes est la moyenne de trois mesures réalisées sur trois échantillons différents.

La masse volumique du chanvre en vrac est déterminée par l'équation (Eq. III-6).

$$\rho_c = \frac{m_c}{m_E} \rho_E \quad \text{Eq. III-6}$$

ρ_c : masse volumique des chènevottes en vrac (kg/m^3)

m_c : masse des chènevottes séchées (g)

m_E : masse de l'eau correspond au volume des chènevottes séchées (g)

ρ_E : masse volumique d'eau (1000 kg/m^3)

La masse volumique réelle est mesurée par la méthode pycnométrique [Annexe A]. Après séchage, les échantillons sont broyés et placés dans le pycnomètre. Un nouveau séchage, en armoire sèche, est opéré avant saturation au toluène.



Figure III-25 : Broyage et mise en place – méthode pycnométrique

La porosité totale est ensuite calculée à partir de la masse volumique apparente et de la masse volumique réelle par l'équation suivante :

$$n_{\text{total}} = 1 - \frac{\rho_{\text{app}}}{\rho_s} \quad \text{Eq. III-7}$$

Les masses volumiques apparente et réelle, ainsi que la porosité totale des chènevottes en vrac sont indiquées dans le Tableau III-11. Les chènevottes présentent une très faible masse volumique apparente. Sa valeur est de l'ordre de 107.4 kg/m^3 . Le résultat obtenu est dans la gamme de valeurs données dans la littérature [Evrard, 2008 ; Nguyen, 2010 ; Dinh, 2014 ; Viel et al., 2017].

Cette faible valeur provient d'une part de la structure très poreuse des particules elles-même, et d'autre part de la porosité inter-granulaire qui occupe jusqu'à 57 % du volume total. Les valeurs de porosité obtenues sont en accord avec les valeurs de la littérature [Nguyen, 2010 ; Nozahic, 2012 ; Chamoin, 2013].

Tableau III-11 : Masses volumiques et porosités des chènevottes

ρ_B : Masse volumique apparente en vrac à l'état sec (kg.m^{-3})	107,4
ρ_p : Masse volumique apparente d'une particule sèche (kg.m^{-3}) [Nguyen, 2010]	256.4
ρ_s : Masse volumique absolue (kg.m^{-3})	1376.9
Porosité totale : $\eta_{\text{Tot}} = 1 - \frac{\rho_B}{\rho_s}$	92.2%
Porosité inter-granulaire : $\eta_{\text{inter}} = 1 - \frac{\rho_B}{\rho_n}$	58.1%
Porosité intra-granulaire des particules isolées : $\eta_{\text{intra}} = 1 - \frac{\rho_p}{\rho_s}$	34.1%

III.2.5 Capacité d'absorption d'eau des chènevottes

Avant l'essai, les chènevottes sont séchées dans une étuve à 60 ° C jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 0,1% entre trois pesées successives à 24 h d'intervalle. Pour déterminer la capacité d'absorption d'eau des granulats ainsi que la cinétique d'absorption, des mesures sont réalisées sur quatre échantillons de 25 g de granulat. Les chènevottes sont placées dans des sacs synthétiques perméables et ensuite immergées dans l'eau. La teneur en eau est mesurée après : 1, 15, 60 et 240 minutes et 48 h d'immersion. A chaque mesure, les sacs contenant les chènevottes sont essorés au moyen d'uneessoreuse à salade, 100 tours, à raison d'environ 2 tours par seconde. Cette étape a pour rôle d'éliminer l'eau inter-particulaire et l'eau adsorbée à la surface [Amziane et al., 2017].

La masse de l'échantillon à un instant t nous permet de déterminer la teneur en eau $w(t)$ qui s'exprime comme le rapport entre le gain massique de l'échantillon à l'instant t et sa masse initiale sèche.

$$w(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \times 100 \quad \text{Eq. III-8}$$

Avec

$w(t)$: teneur en eau à un instant t (%)

$m(t)$: masse de l'échantillon à l'instant t (g)

m_0 : masse initiale des chènevottes avant immersion en (g)

La variation de la teneur en eau des chènevottes en fonction du temps est modélisée par l'équation suivante :

$$w(t) = IRA + K_1 \times \log(t) \quad \text{Eq. III-9}$$

w : teneur en eau en (%) ;

IRA : correspond à la teneur en eau en surface des particules, donc à la quantité d'eau absorbée pendant la première minute,

K_1 : le paramètre traduisant le taux d'absorption d'eau au sein de la particule (varie selon la porosité des particules),

t : le temps d'immersion de la chènevotte.

Les Figure III-26 et III-27 présentent respectivement la cinétique d'absorption d'eau des chènevottes en fonction du temps d'immersion et du logarithme du temps d'immersion. Deux phases d'absorption sont observées. La première correspond à une phase d'absorption de surface qui provoque une augmentation presque instantanée de la masse de l'échantillon. Elle met en évidence la nature rapide du mouillage des particules de chanvre. La deuxième phase est l'absorption lente dans la structure végétale. Cela démontre le comportement diffusif de la propagation de l'eau dans la structure jusqu'à 48 heures. Le résultat obtenu est similaire à ceux de différents auteurs [Cerezo, 2005 ; Nguyen, 2010 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Nozahic, 2012 ; Niyigena, 2016].

Le chanvre utilisé dans cette étude présente une forte capacité d'absorption d'eau. En effet, sa masse se multiplie par à peu près deux au bout d'une minute d'immersion (environ 194%) et par quatre au bout de 48 heures (environ 385%). Ces résultats confirment la forte capacité d'absorption et de rétention d'eau de chènevotte, attribuée à leur forte porosité et à leur structure capillaire [Arnaud et Gourlay, 2012 ; Nozahic, 2012 ; Dinh, 2014].

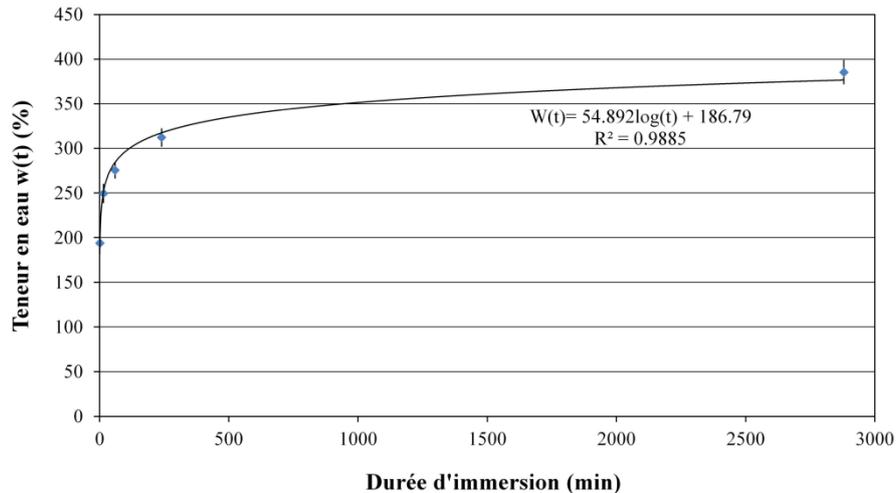


Figure III-26 : Cinétique d'absorption d'eau des chènevottes en fonction du temps d'immersion

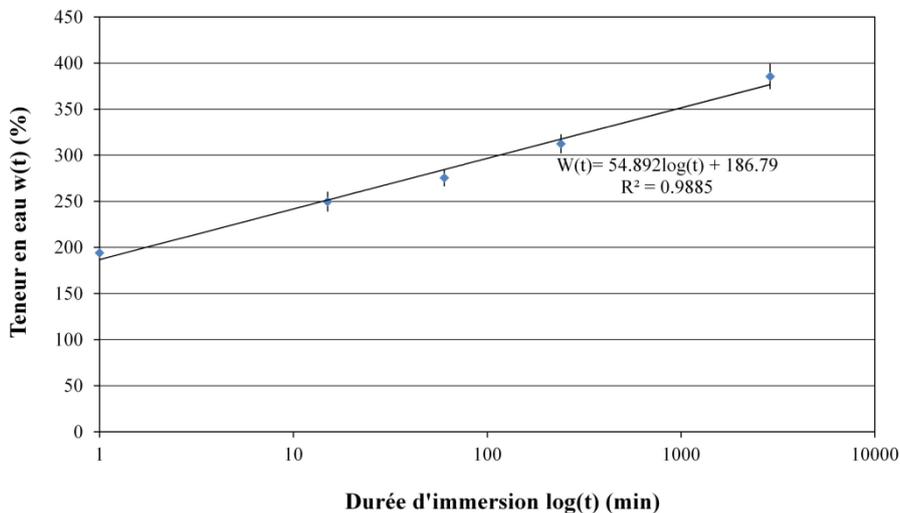


Figure III-27 : Cinétique d'absorption d'eau des chènevottes en fonction du logarithme du temps d'immersion

III.2.6 Valeur tampon hygrique

Dans ce paragraphe, on présente les valeurs tampons hygriques des chènevottes utilisées dans cette étude. Afin d'évaluer l'influence de l'état hydrique initial des chènevottes sur la valeur tampon hygrique, les échantillons C1 sont stabilisés directement à 23°C et 50 %HR et les échantillons C2 sont séchés à 60 °C et ensuite stabilisés à 23°C et 50 %HR.

La mesure de la valeur tampon hygrique est réalisée selon le protocole de Nordtest Project défini dans le chapitre II.

Le Tableau III-12 et la Figure III-28 résument les valeurs moyennes et les écarts-types de la valeur tampon hygrique calculée sur les cycles 3 à 5 en adsorption, en désorption et en moyenne pour les chènevottes C1 et C2. L'écart type est très faible entre mesures et conduit à un coefficient de variation inférieur à 2 %

La valeur tampon hygrique moyenne varie entre 2.05 et 2.24 (g/(m².%HR)). Selon la classification de NORDTEST project [Rode et al., 2005], les chènevottes C1 et C2 étudiées sont classées excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)) en liaison avec leur forte porosité et la connectivité de leur structure poreuse.

La Figure III-29 montre que la valeur tampon hygrique des chènevottes C1 est supérieure à celle des chènevottes C2. En effet, l'état hygrique du chanvre préalablement séché à l'étuve (C2) correspond à la branche primaire d'adsorption alors que le chanvre directement stabilisé à 23°C, 50%HR se trouve à une teneur en eau plus élevée, située dans l'hystérésis entre l'adsorption et la désorption (teneurs en eau de 4% pour C2 et 8% pour C1). Ces différences de teneur en eau se traduisent par une masse volumique apparente plus forte pour C1 que pour C2 et par une valeur MBV plus élevée.

Les résultats obtenus sont dans la gamme des valeurs obtenues par Viel et al. [Viel et al., 2017] (2.07 et 2.29 g/(m².%HR)).

Tableau III-12 : Valeur tampon hygrique des chènevottes en absorption (abs), désorption (des) et moyen (moy) et écarts-types

Chènevottes	Masse volumique (kg/m ³)	MBVads (g/(m ² .%HR))	MBVdes (g/(m ² .%HR))	MBVmoy (g/(m ² .%HR))
C1	134.98± 0.39	2.16 ± 0.07	2.33± 0.06	2.24± 0.06
C2	115.45± 1.95	2.00± 0.04	2.09± 0.03	2.05± 0.04

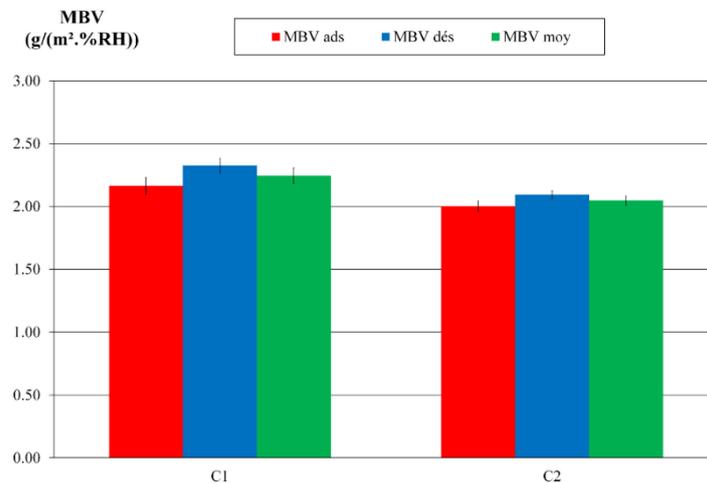


Figure III-28 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des chènevottes C1 et C2 en phase d'absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C

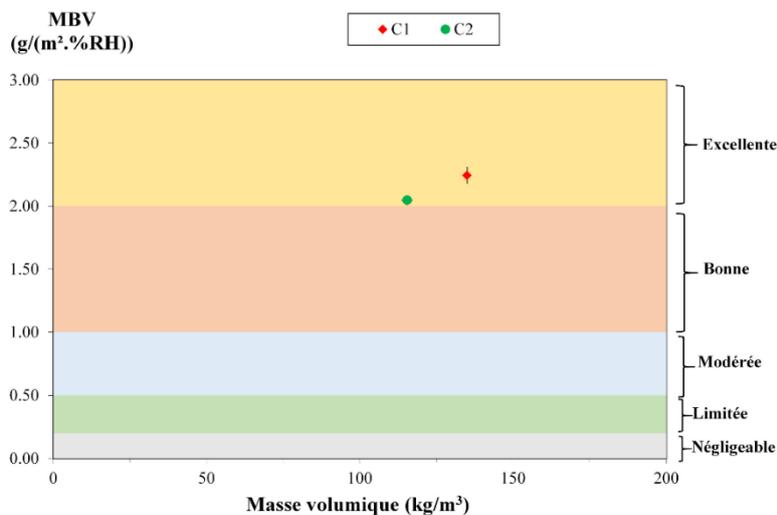


Figure III-29 : Valeur tampon hygrique MBV des chènevottes C1 et C2 en fonction de la masse volumique (23°C ; 50 %HR).

III.2.7 Conductivité thermique

La conductivité thermique des chènevottes est mesurée au point sec et à 50 %HR conformément au protocole défini dans le chapitre II. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure III-30. La conductivité thermique des chènevottes au point sec et à 23°C est égale à 0.056 W/(m.K) pour une masse volumique sèche égale à 100 kg/m³. La valeur mesurée est du même ordre de grandeur que celles issues de la bibliographie [Nozahic, 2012 ; Dinh, 2014 ; Viel et al., 2017].

On remarque également l'influence de la teneur en eau sur la variation de la conductivité thermique (Figure III-30). Pour une teneur en eau de 13.5% (obtenue après stabilisation des chènevottes à 23°C et 50 %HR) la conductivité thermique augmente de 17%.

A partir de la conductivité thermique mesurée au point sec sur le chanvre en vrac, la conductivité thermique de la phase solide du chanvre est calculée à partir de l'homogénéisation par méthode auto-cohérente dans le cas bicomposite présentée au chapitre II. La porosité correspond alors à la sphère intérieure et la phase solide à la coquille qui l'entoure. La conductivité thermique de la phase solide du chanvre est alors de 0.617 W/(m.K). La détermination de la conductivité thermique théorique en fonction de la teneur en eau est ensuite réalisée par la méthode d'homogénéisation autocohérente à trois phases (air, eau, phase solide du chanvre). Les valeurs obtenues sont en cohérence avec les valeurs expérimentales.

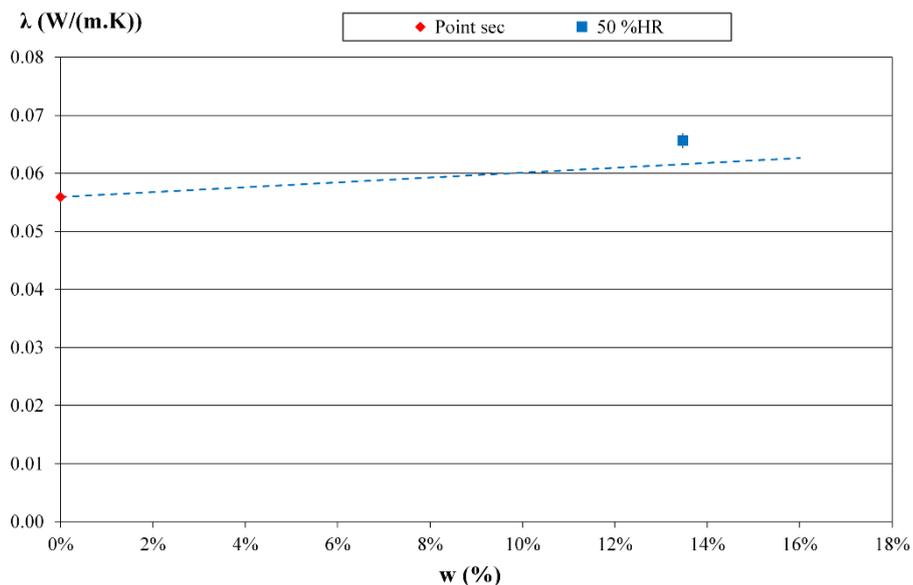


Figure III-30 : Conductivité thermique des chènevottes en fonction de la teneur en eau (symbole : points expérimentaux, trait pointillé : modèle)

III.3 Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les caractéristiques des différentes matières premières utilisées dans la composition des matériaux composites développés dans cette étude.

Dans la première partie, une caractérisation physique et minéralogique des liants et matrices minérales est réalisée.

Le ThermO[®] est utilisé comme liant de référence pour fabriquer des composites de chanvre. Il est également utilisé pour la stabilisation des fines.

L'analyse des fines issues des boues de lavage de carrière est effectuée afin d'anticiper les difficultés qui pourraient apparaître lors de leur valorisation. Les résultats minéralogiques ont montré que les fines A1 et A2, prélevées en deux zones différentes de la carrière, sont essentiellement composées de quartz, de kaolinite et d'illite ou muscovite. En relation avec les analyses

granulométriques, minéralogiques et les limites d'Atterberg, les résultats montrent que les fines sont classifiées moyennement plastique d'une argilosité moyenne. Pour faire face à ces caractéristiques, une stabilisation est envisagée afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau. Deux types de composites sont élaborés à partir des fines : sans ou avec stabilisation de celles-ci.

Ainsi, les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques des composants utilisés pour la stabilisation des fines sont présentées (chaux aérienne, ciment portland, métakaolin et liant formulé ThermO®).

Enfin, de la terre commerciale Claytec est aussi présentée. Cette terre peu argileuse mais contenant de la calcite se distingue légèrement de fines issues des boues de lavage. Cette terre est utilisée sans stabilisation pour la fabrication de composites de chanvre.

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation de granulat végétal « chanvre » utilisé dans cette étude. Nous avons observé, par microscopie, sa structure tubulaire très poreuse qui explique la faible masse volumique apparente des particules et la forte capacité d'absorption d'eau.

La valeur de MBV des chènevottes en vrac est influencée par leur teneur en eau initiale, ce qui constitue un résultat mal connu et peu évoqué mais rarement vérifié [Ait Oumeziane, 2013].

La faible conductivité thermique des chènevottes en vrac confirme l'intérêt de leur utilisation en tant que granulats légers isolants entrant dans la formulation de composites adaptés à une utilisation dans le secteur du bâtiment.

L'exploitation de la méthode autocohérente pour évaluer la conductivité de la chènevotte humide à partir de la valeur identifiée au point sec est validée. Sa transcription dans le cas des composites à base de chanvre reste à évaluer.

Chapitre IV Caractérisation du liant formulé « ThermO[®] » ; séchage et stabilisation des fines issues de boues

Ce chapitre présente les différentes études réalisées lors du développement du liant à base de fines issues de boues de lavage, ainsi que la caractérisation du liant commercial ThermO[®].

L'étude du liant formulé « ThermO[®] » repose sur l'évaluation de l'influence du dosage en eau de la pâte de liant sur les propriétés mécaniques, thermiques et hygriques.

Le développement du liant à base de fines issues de boues de lavage comprend deux étapes. Dans un premier temps, nous analysons l'effet de la température de séchage des boues sur les propriétés thermiques (conductivité thermique) et hygrique (MBV) d'échantillons réalisés avec ces fines. Dans un second temps, nous nous intéressons à la stabilisation des fines en vue d'améliorer leurs propriétés mécaniques. Il s'agit de sélectionner le type de liant et le dosage à utiliser au vu des performances mécaniques recherchées.

IV.1 Caractérisation du liant formulé « ThermO[®] »

L'objectif de cette section est de mesurer les propriétés multiphysiques d'une matrice de ThermO[®]. Plusieurs dosages en eau sont considérés pour réaliser la pâte de ThermO[®] (rapports eau/liant compris entre 0.4 et 0.9).

IV.1.1 Fabrication

Des pâtes de ThermO[®] sont fabriquées avec différents rapports E/L qui varient de 0.4 à 0.9. Pour un dosage en eau E/L inférieur à 0.4, l'ouvrabilité du liant est fortement réduite.

La séquence de malaxage est la même que celle utilisée pour la fabrication des échantillons de fines stabilisées (paragraphe IV.2.2.1).

Deux types d'échantillons sont fabriqués : des échantillons de dimensions 4×4×16 cm³ pour les essais mécaniques et des échantillons prismatiques de dimensions 10×10×7 cm³ pour les essais thermiques et hygriques.

Pour les échantillons de dimensions 4 × 4 × 16 cm³, pour les pâtes réalisées avec un rapport E/L entre 0.4 et 0.6, la mise en place du mortier dans les moules est réalisée avec une table à chocs, sur deux couches, chaque couche subissant 60 chocs normalisés. Pour les dosages en eau plus élevés, la table à chocs n'est pas utilisée car le mélange est très fluide.

Pour les échantillons prismatiques 10×10×7 cm³, il n'est pas possible d'utiliser la table à chocs car les dimensions des moules ne le permettent pas. Les échantillons sont alors moulés et pilonnés.

Le démoulage des échantillons est effectué après 48 heures, puis ceux-ci sont conservés dans une salle climatisée à 23 °C et 50% d'humidité relative. Les échantillons prismatiques 10×10×7 cm³ avec un rapport E/L de 0.7, 0.8 et 0.9 présentent des fissurations importantes (Figure IV-1) qui ne sont pas apparues sur les échantillons prismatiques 4×4×16 cm³. Dans la suite du travail les échantillons fissurés sont écartés.

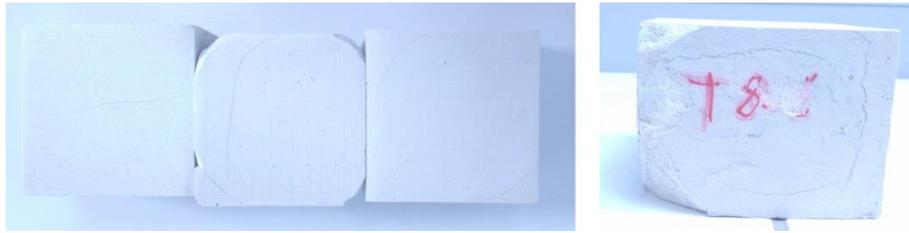


Figure IV-1 : Echantillons cubiques fissurés de ThermO® pour E/L = 0.7 ; 0.8 ; 0.9

IV.1.2 Masse volumique apparente, réelle et porosité

La masse volumique des matrices de ThermO® est de l'ordre de 970 à 1400 kg/m³. Fort logiquement, elle évolue avec le rapport Eau sur Liant (Figure IV-2). Ainsi, elle diminue de 31% pour les échantillons 4×4×16 cm³ quand le rapport E/L augmente de 0.4 à 0.9. Cette diminution est liée à l'augmentation de la quantité d'eau libre ce qui induit une augmentation de la porosité de la matrice après hydratation et séchage. Après avoir écarté les échantillons fissurés, pour les échantillons 10×10×7 cm³, la masse volumique n'est mesurée que sur les formulations E/L= 0.4 ; 0.5 et 0.6. On constate que la masse volumique des échantillons 10×10×7 cm³ est inférieure à celle des échantillons 4×4×16 cm³. Cela s'explique par une teneur en air occlus plus importante liée à la mise en œuvre des échantillons.

La masse volumique réelle mesurée par méthode pycnométrique est de 2367 kg/m³, conduisant à des porosités comprises entre 47.8 et 53.3 % pour les échantillons 10×10×7 cm³.

Tableau IV-1 : Propriétés physiques de pâte de ThermO® pour différents rapports Eau sur Liant (mesures sur les échantillons 10×10×7 cm³)

Formulation	E/L	ρ (kg/m ³) à (23°C et 50 %HR)	$\rho_{\text{sèche}}$ (kg/m ³)	ρ_s (kg/m ³)	Porosité (%)
T- 0.4	0.4	1254	1237.7	2367	47.8
T- 0.5	0.5	1192	1174.9		50.4
T- 0.6	0.6	1125	1107.6		53.3

Tableau IV-2 : Propriétés mécaniques et thermiques des échantillons de ThermO® pour différents rapports Eau sur Liant (mesures sur les échantillons 4×4×16 cm³)

Formulation	E/L	ρ (kg/m ³)	Rc (MPa)	Rt (MPa)	V (m/s)	λ (W/(m.k))
T- 0.4	0.4	1402	12.16	1.96	2651.9	0.902
T- 0.5	0.5	1337	9.41	1.81	2487.4	0.727
T- 0.6	0.6	1228	6.78	1.37	2232.5	0.573
T- 0.7	0.7	1167	5.66	1.10	2020.0	0.500
T- 0.8	0.8	1064	3.64	0.40	1805.4	0.414
T- 0.9	0.9	970	2.68	0.31	1682.0	0.372

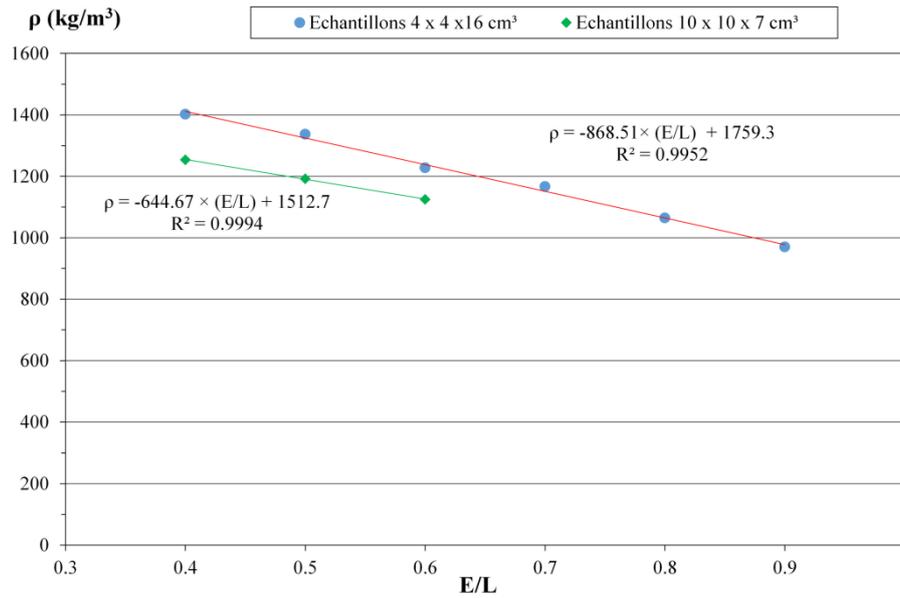
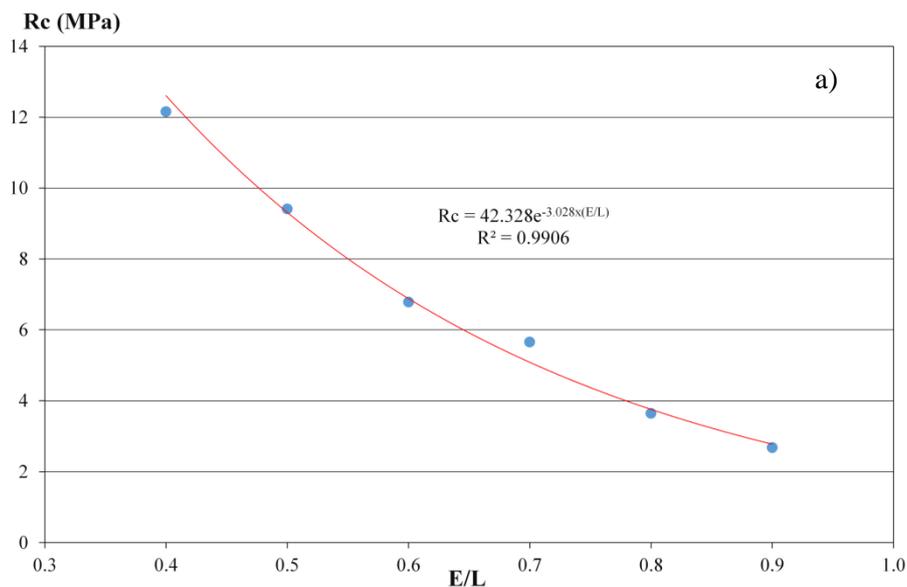


Figure IV-2 : Masse volumique des échantillons de ThermO® en fonction du rapport Eau sur Liant pour les deux formes d'échantillons à (23°C et 50 %HR)

IV.1.3 Propriétés mécaniques

IV.1.3.1 Résistance en compression et en traction

Les essais mécaniques, réalisés à 28 jours sur les prismes 4×4×16 cm³, indiquent bien une dépendance de la résistance en compression et en traction par flexion avec le rapport Eau/Liant (Figure IV-3). Plus ce rapport augmente, plus la résistance mécanique est faible. Ainsi, elle diminue de 78% et 84 % respectivement pour la résistance en compression et en traction lorsque le rapport E/L varie de 0.4 à 0.9. Cette diminution est coordonnée à la diminution de la masse volumique (Tableau IV-2).



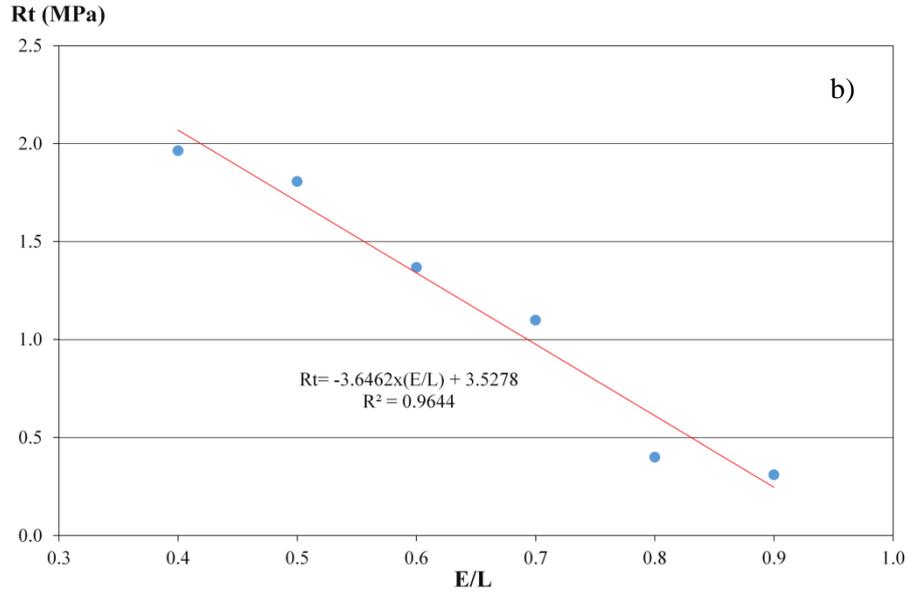


Figure IV-3 : Propriétés mécaniques à 28 jours des échantillons de ThermO® en fonction du rapport Eau sur Liant : a) Résistance en compression, b) Résistance en traction par flexion

IV.1.3.2 Vitesse de la propagation du son

Tout comme la résistance en compression et en traction, l'augmentation du rapport E/L conduit à une diminution de la vitesse de propagation du son (Figure IV-4). Cela s'explique toujours par l'augmentation de la porosité.

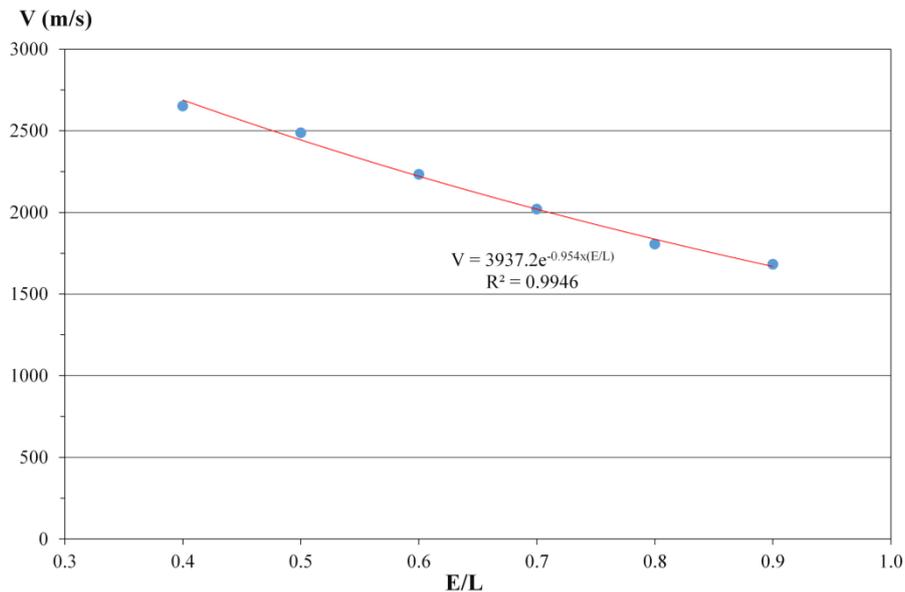


Figure IV-4 : Vitesse de propagation du son à 28 jours dans les échantillons de ThermO® en fonction du rapport Eau sur Liant

IV.1.4 Caractérisation hygrique

IV.1.4.1 Isotherme de sorption

La mesure des isothermes de sorption des différentes pâtes est réalisée à 23°C sur les échantillons prismatiques 10×10×7 cm³. Les teneurs en eau à chaque palier d'humidité relative correspondent à une moyenne des mesures réalisées sur trois échantillons.

La Figure IV-5 présente l'isotherme d'adsorption des différentes formulations sous la forme linéarisée du modèle BET appliqué sur la plage 0-65 %HR. Les résultats obtenus montrent une forte corrélation entre les points expérimentaux et le modèle linéarisé (avec un coefficient de corrélation très proche de 1).

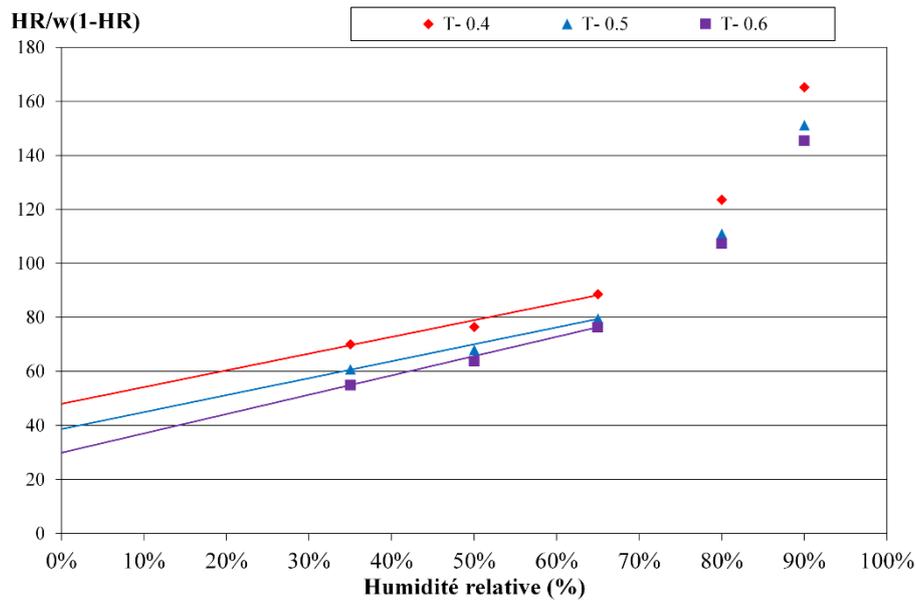


Figure IV-5 : Isotherme d'adsorption sous la forme BET linéarisé pour les différentes pâtes

Les mesures expérimentales des isothermes d'adsorption sont lissées par les modèles BET et GAB dont les expressions sont données dans le chapitre II. (Figure IV-6). Pour les trois pâtes, les courbes obtenues sont des sigmoïdes. La comparaison de ces courbes à celles de la classification de l'IUPAC [Sing, 1985], montre une grande similitude avec les isothermes de type III. Pour les pâtes T-0.5 et T-0.6 les différentes teneurs en eau massique sont comparables. La courbe de sorption de la pâte T-0.4, de masse volumique plus élevée, est légèrement en dessous, ce qui montre que sa capacité d'adsorption est plus faible. L'ajustement des deux modèles aux valeurs expérimentales est réalisé à l'aide d'une procédure de minimisation aux moindres carrés. Le Tableau IV-3 rassemble les paramètres obtenus pour les différentes pâtes gâchées à différents rapport E/L. Un bilan des isothermes d'adsorption obtenues pour les différentes pâtes est donné sur la Figure IV-7.

Tableau IV-3 : Paramètres des modèles BET et GAB pour T- 0.4, T- 0.5 et T-0.6

Modèle	BET			GAB			
	Wm	C	R ²	Wm	C3	C4	R ²
T- 0.4	0.91%	2.306	0.9992	0.963%	2.967	0.926	0.9993
T- 0.5	0.99%	2.651	0.9993	1.092%	3.031	0.920	0.9995
T- 0.6	0.99%	3.454	0.9994	1.075%	3.966	0.927	0.9995

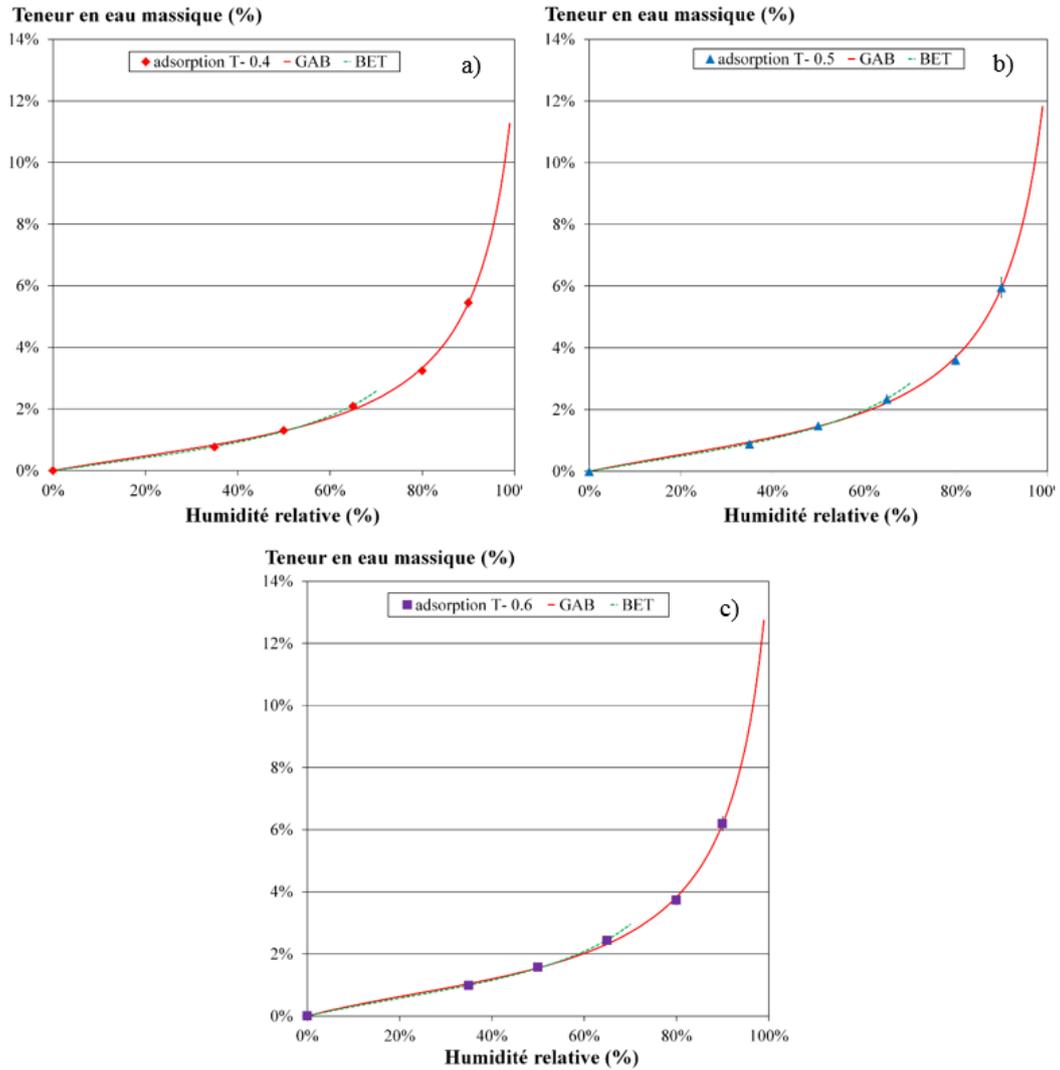


Figure IV-6 : Isothermes de sorption pour les trois pâtes de Thermo®, Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec les modèles BET et GAB – a) T- 0.4, b) T- 0.5, c)T- 0.6

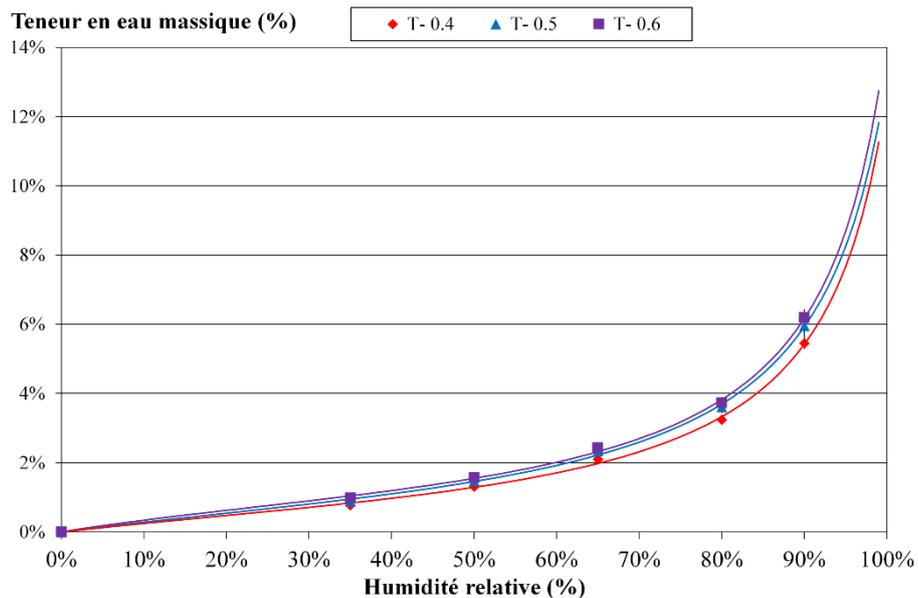


Figure IV-7 : Bilan des isothermes d'adsorption obtenues pour les différents pâtes - Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec le modèle GAB

IV.1.4.2 Valeur tampon hygrique

La valeur moyenne de la valeur tampon hygrique calculée sur les cycles 3 à 5 en adsorption, en désorption et en moyenne pour les différentes pâtes est présentée dans la Figure IV-8. Comme attendu, la valeur est légèrement plus haute en désorption qu'en adsorption. La valeur tampon hygrique moyenne des pâtes varie entre 1.22 et 1.57 g/(m².%HR). Selon la classification du Nordtest project [Rode et al., 2005] les trois pâtes sont donc de bonnes régulatrices hygriques : $1 < MBV < 2$ g/(m².%HR). Par comparaison avec les valeurs de MBV données dans le Nordtest project, les pâtes de Thermo® sont meilleures régulatrices hygriques que le béton cellulaire (MBV = 1.04 g/(m².%HR)), le plâtre (MBV = 0.64 g/(m².%HR)) ou le béton (MBV = 0.38 g/(m².%HR)).

La Figure IV-9 montre que la valeur tampon hygrique est une fonction globalement décroissante de la masse volumique. Cette relation est à rapprocher du fait que pour une hygrométrie donnée, la teneur en eau est plus faible pour les plus faibles dosages en eau E/L. De plus, ces pâtes étant moins poreuses, leur diffusivité hygrique est probablement plus faible.

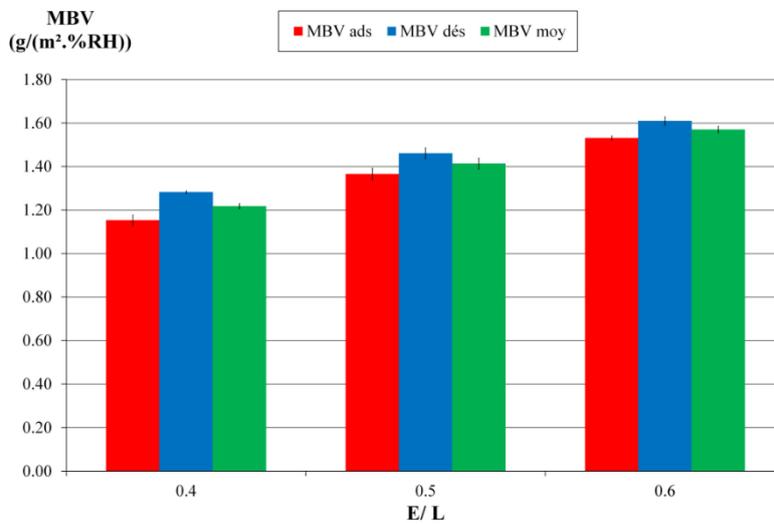


Figure IV-8 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des échantillons de Thermo® pour différents rapports E/L en phase d'absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C.

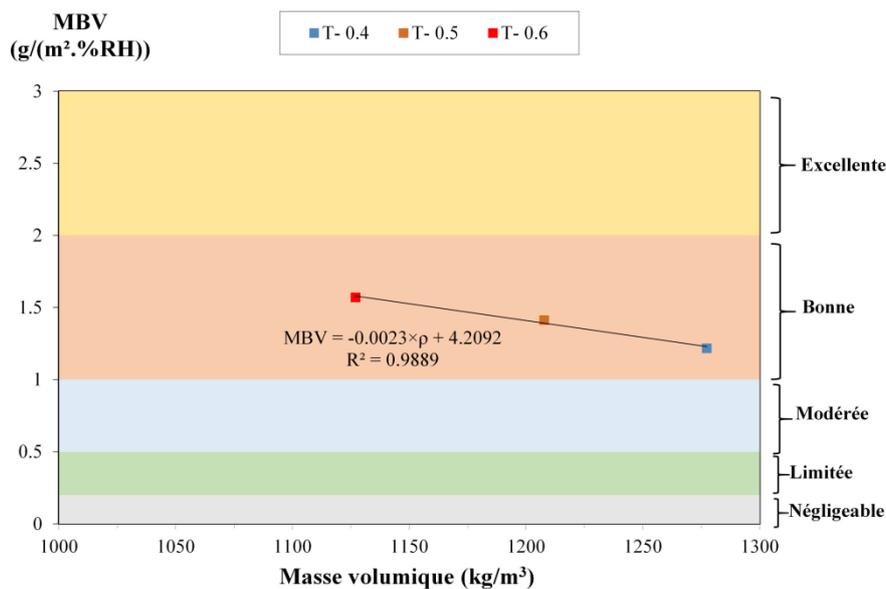


Figure IV-9 : Evolution de la valeur MBV des échantillons de Thermo® en fonction de la masse volumique

IV.1.5 Conductivité thermique

IV.1.5.1 Conductivité thermique à 23°C et 50% HR

Du fait de la fissuration des échantillons $10 \times 10 \times 7 \text{ cm}^3$ pour les dosages en eau les plus élevés, la mesure de la conductivité thermique à 23°C et 50% HR est réalisée sur les échantillons $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$, réalisés à la table à chocs pour les rapports E/L entre 0.4 et 0.6.

L'augmentation du rapport E/L influe significativement sur la conductivité thermique du fait de son effet sur la masse volumique apparente (Figure IV-10 et Figure IV-11). Ainsi, lorsque le rapport E/L varie de 0.4 à 0.9, la masse volumique varie de 30.7 %, induisant une diminution de la conductivité thermique de 59.1%. La relation exponentielle entre la conductivité thermique et la masse volumique est précisée sur la Figure IV-11.

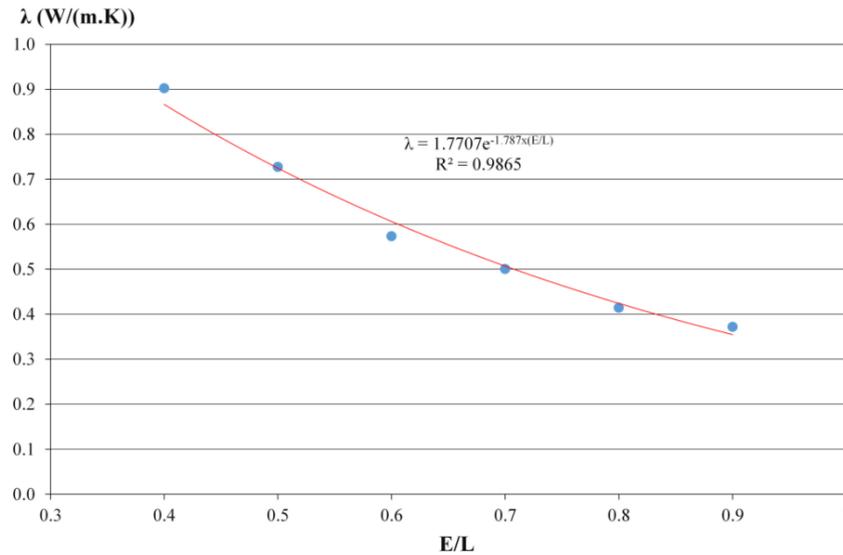


Figure IV-10 : Conductivité thermique des échantillons de Thermo® en fonction du rapport E/L à 23°C et 50% HR

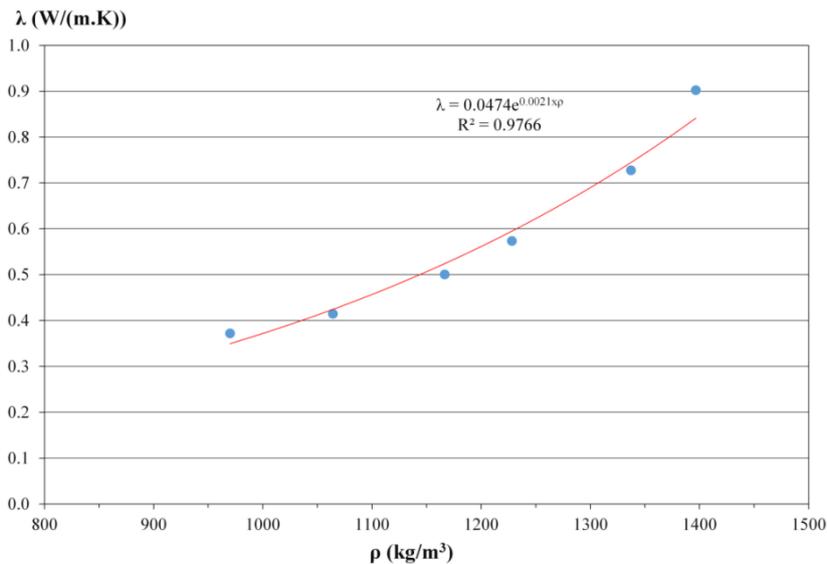


Figure IV-11 : Conductivité thermique des échantillons de Thermo® en fonction de la masse volumique à 23°C et 50% HR

IV.1.5.2 Influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique

La mesure de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau est réalisée sur les échantillons $10 \times 10 \times 7 \text{ cm}^3$ pour les dosages en eau E/L de 0,4, 0,5 et 0,6.

Quel que soit le dosage en eau de la pâte de ThermO®, la conductivité thermique augmente avec la teneur en eau (Figure IV-12). La relation linéaire entre la conductivité thermique et la teneur en eau est donnée pour chaque E/L. Entre le point sec et le point à 90% HR, la conductivité thermique augmente respectivement de 21%, 18% et 17% pour E/L = 0,4, 0,5 et 0,6.

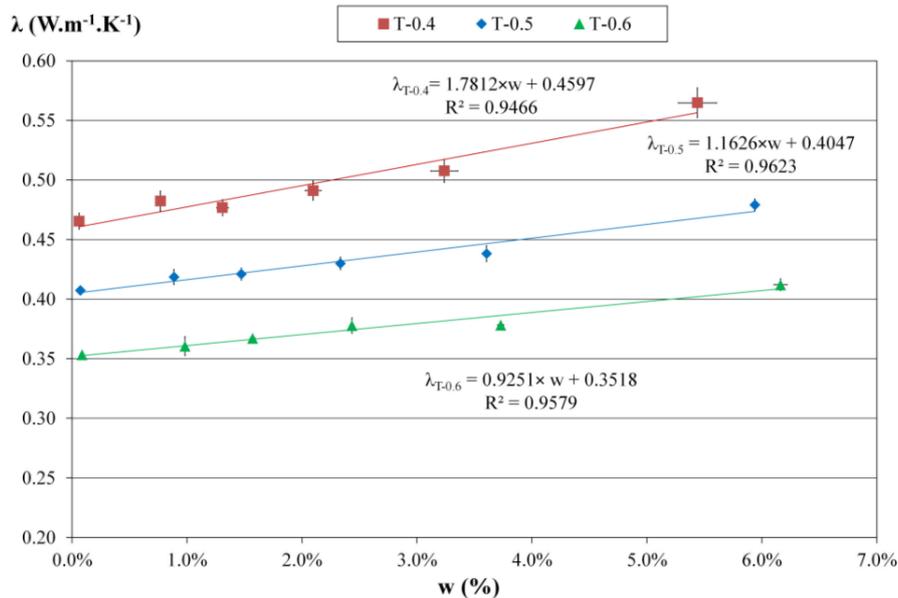


Figure IV-12 : Influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique des échantillons de ThermO®

A partir des conductivités thermiques mesurées au point sec pour les trois taux de gâchage, l'application de la méthode autocohérente sous la forme bicomposite permet de déterminer la conductivité thermique de la phase solide du liant ThermO®. Dans cette homogénéisation, la sphère correspond à la porosité du matériau et la coquille à la pâte de ThermO®. La Figure IV-13 donne les points expérimentaux et la modélisation de la conductivité en fonction de la masse volumique apparente. La conductivité thermique obtenue pour la phase solide est alors $0.989 \text{ W}/(\text{m.K})$.

Il existe une différence entre les conductivités thermiques des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ et $10 \times 10 \times 8 \text{ cm}^3$ pour une même masse volumique. Cet écart est attribué à la différence d'air occlus induit à la mise en œuvre. Un tel écart montre qu'il convient de distinguer la porosité de la matrice (liée au rapport E/L) et celle induite par l'air occlus. Il conviendrait alors de réviser la méthode autocohérente en considérant 3 phases. Les résultats disponibles ne permettent d'aller plus avant dans la modélisation mais cette voie constitue une perspective intéressante.

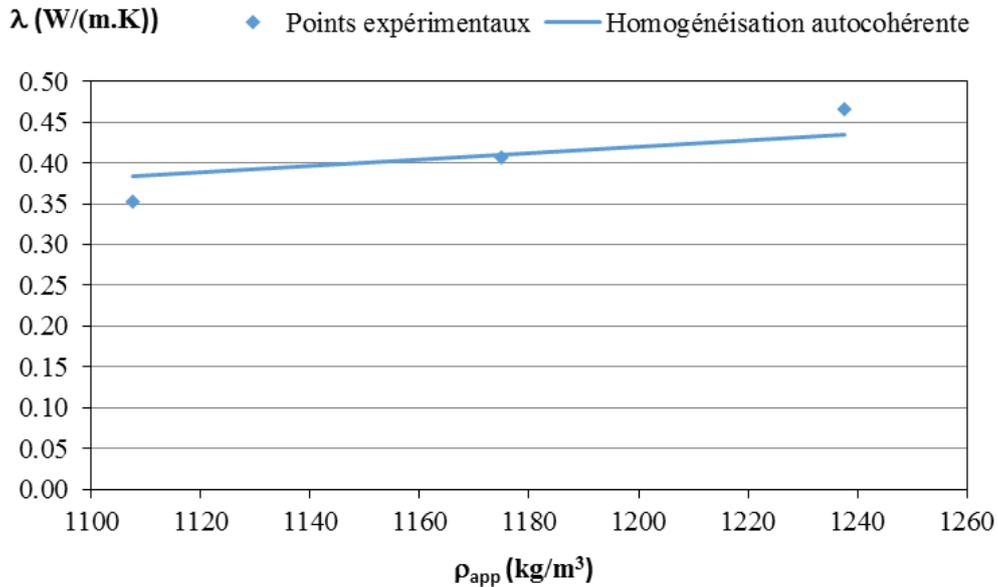


Figure IV-13 : Conductivité thermique de la pâte ThermO® en fonction de la masse volumique apparente – homogénéisation par méthode autocohérente

IV.1.6 Bilan

Les résultats obtenus sur les pâtes du liant formulé ThermO® permettent de mettre en évidence l'influence du rapport eau sur liant sur les propriétés mécaniques, thermiques et hygriques. En effet, l'augmentation du rapport E/L induit une diminution de la masse volumique qui pénalise les propriétés mécaniques mais qui améliore les propriétés thermiques et hygriques. Les corrélations entre la masse volumique et les propriétés mécaniques, hygrique et thermique sont établies.

IV.2 Préparation et stabilisation des fines issues de boues de lavage

IV.2.1 Choix de température de séchage

L'objectif de cette thèse étant de développer des composites qui ont des propriétés hygrothermiques au moins équivalentes à celles de béton de chanvre, il est nécessaire de s'assurer que la température de séchage des fines utilisées comme liant n'affecte pas ces propriétés.

La préparation des fines issues de boues de lavage est précédemment décrite au chapitre II. Deux températures de séchage sont considérées : 100 °C et 40 °C. Le séchage à 40 °C a pour objectif d'éviter toute modification ou altération des caractéristiques physico-chimiques des fines issues de boues de lavage, en particulier en présence de matières organiques. Le séchage à 100°C, quant à lui, est plus rapide (environ 3 jours à 100°C contre 7 jours à 40°C).

IV.2.1.1 Fabrication des échantillons de fines issues de boues de lavage

Les fines sont mélangées avec l'eau avec un rapport Eau/Fines égal à 0,4. Le mélange est réalisé à l'aide d'un malaxeur (type Hobart). Les échantillons sont moulés et pilonnés en deux couches dans des moules 10 cm x 10 cm x 10 cm (voir Figure IV-14). Ensuite, les moules sont protégés par un film plastique afin d'éviter tout échange hydrique avec l'extérieur et conservés dans une salle climatisée à 23 °C et 50% HR pendant 48 heures avant le démoulage. Les échantillons sont ensuite conservés dans la même salle climatisée et dans les mêmes conditions.



Figure IV-14 : Fabrications des échantillons de fines issues de la boue de lavage : a) malaxage b) pilonnage c) démoulage

Pour chaque température de séchage, trois échantillons sont fabriqués. Les tailles et la masse volumique des échantillons sont données dans le Tableau IV-4. Les échantillons présentent une bonne homogénéité (masse volumique similaire), ils sont donc considérés représentatifs (masse volumique et homogénéité).

Tableau IV-4 : Composition et masse volumique à (23°C, 50%HR) des échantillons de fines pour un gâchage à Eau/Fines=0.4 (moyenne et écart-type des mesures)

Ref	Fines	Masse volumique (kg/m ³)	Nombre d'échantillons	Dimensions (cm×cm×cm)
A40	A1 (séchée à 40 °C)	1684±7	3	(9.3±0.0) × (9.3±0.1) × (5.5±0.4)
A100	A1 (séchée à 100 °C)	1675±5	3	(9.5±0.4) × (9.2±0.1) × (5.6±0.1)

IV.2.1.2 Effet de la température de séchage sur les propriétés thermiques

La caractérisation thermique se base sur la mesure de conductivité thermique à 23 °C, 50% HR. Le temps de chauffage utilisé est de 120 secondes et la puissance est de 0.142 W pour les deux types de séchage de fines. Pour chaque cas, trois couples sont formés avec les trois échantillons. La conductivité thermique d'un couple est la moyenne de 5 mesures avec un coefficient de variation inférieur à 5%. La conductivité thermique d'un matériau est égale à la moyenne des mesures obtenues sur les trois couples.

Les mesures de conductivité réalisées à la sonde fil présentent toutes un coefficient de corrélation supérieur à 0,99. De plus, les coefficients de variation entre les différentes mesures sont inférieurs à 4% pour chaque matériau.

La Figure IV-15 présente la conductivité thermique à 23 °C, 50%HR en fonction de la masse volumique. Les deux matériaux présentent des conductivités thermiques semblables. En effet, les fines obtenues par séchage à 40 °C ont une conductivité thermique de 0.612 W/(m.K) pour une masse volumique égale à 1673 kg/m³ et celles séchées à 100 °C ont une conductivité thermique de 0.605 W/(m.K) pour une masse volumique égale à 1684 kg/m³.

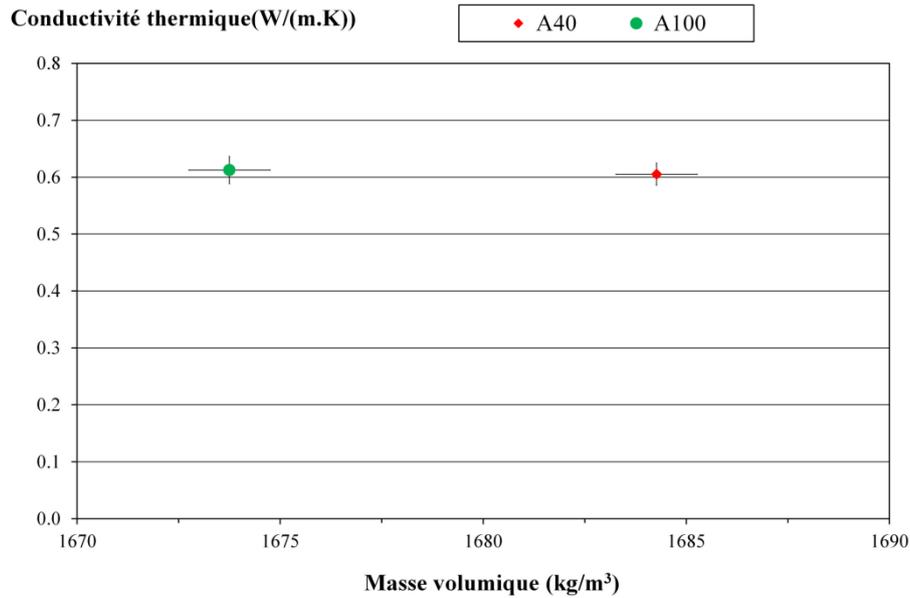


Figure IV-15 : Conductivité thermique des deux matériaux en fonction de la masse volumique à (23 °C, 50% HR) – A40/A100 : Fines issues du séchage de boues de lavage à 40°C/100°C

IV.2.1.3 Effet de la température de séchage sur la valeur tampon hygrique (MBV)

La Figure IV-16 présente l'humidité relative dans l'armoire climatique lors de l'essai MBV réalisé selon le protocole décrit dans le chapitre III. Au cours de l'essai, la valeur moyenne d'humidité relative est légèrement inférieure à 75% durant les phases d'absorption (environ 74.13%) et légèrement supérieure à 33% durant les phases de désorption (environ 35.2%). Ceci est dû à l'ouverture régulière de la porte lors des pesées. D'autre part, lors des changements de consignes, le passage de 33 à 75% s'effectue en environ trente minutes, alors qu'il faut presque une heure pour passer de 75 à 33%. Il a été prouvé que la durée de montée/descente en humidité relative avait un effet limité sur la valeur tampon hygrique (inférieur à 5%) même lorsque cette durée atteignait une heure et demi [Rode et al., 2005].

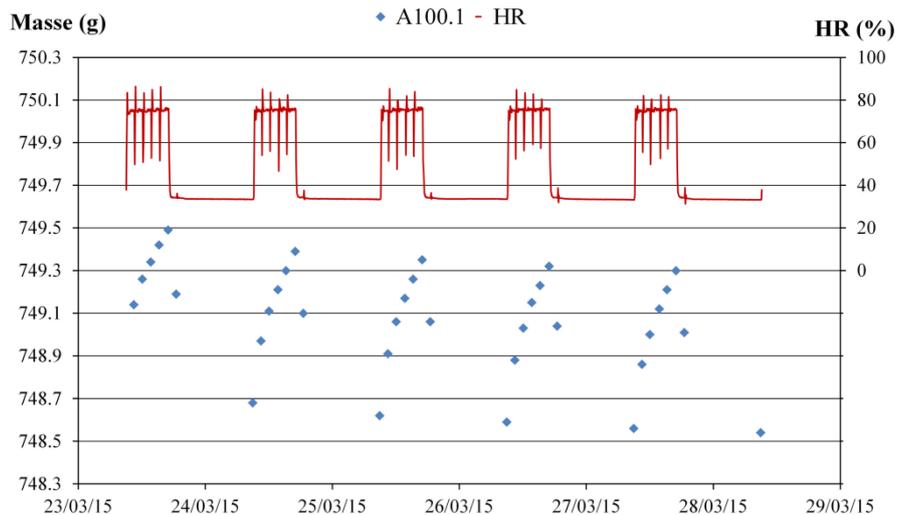


Figure IV-16 : Humidité relative ambiante lors de l'essai et exemple de cinétique de prise/perte de masse d'un échantillon de fines

La Figure IV-17 donne la moyenne de la valeur tampon hygrique calculée sur les cycles 3 à 5 en adsorption, en désorption et en moyenne pour tous les matériaux. La valeur est légèrement plus haute

en désorption qu'en adsorption. En effet, après stabilisation à 23 °C; 50%HR, la première phase d'adsorption est réalisée en partant de 50%HR, alors que les cycles suivants sont réalisés entre 33 et 75%HR. Le faisceau des cinétiques de masse présente donc une tendance décroissante (Figure IV-16) qui se traduit par une valeur MBV plus élevée en désorption qu'en adsorption. Après plusieurs cycles, la cinétique et les valeurs MBV tendent à se stabiliser, la valeur en désorption tend alors vers la valeur en adsorption.

Selon la classification de NORDTEST project, les deux types de fines étudiées sont classées excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)). Pour les masses volumiques testées, la valeur tampon hygrique de A40 est 2.06 ± 0.04 g/(m².%HR) et celle de A100 est 2.08 ± 0.03 g/(m².%HR). Les températures de séchage testées n'ont donc pas d'impact visible sur la valeur tampon hygrique des fines.

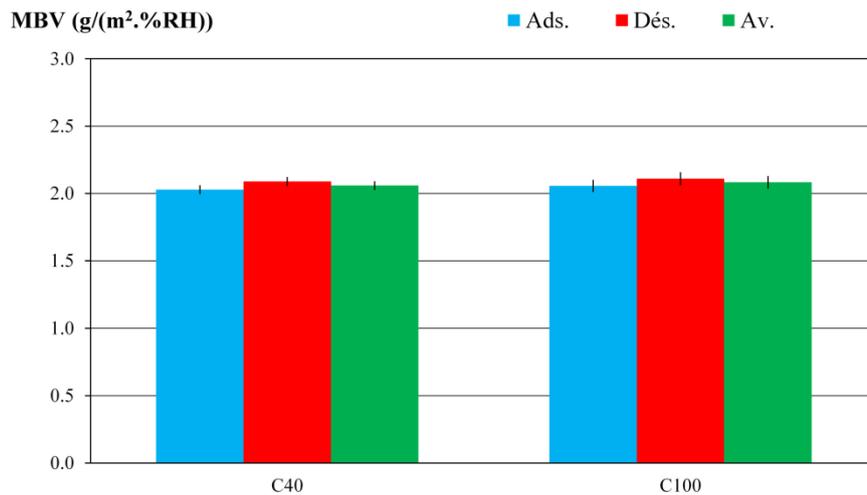


Figure IV-17 : Valeurs tampon hygrique (MBV) à 23 °C des deux matériaux en phase d'absorption, de désorption et en moyenne - A40/A100 : Fines issues du séchage de boues de lavage à 40°C/100°C

IV.2.1.4 Bilan

Les résultats montrent que les températures de séchage n'impactent pas les propriétés thermiques et hygriques des fines. Ainsi, la température de séchage retenue est de 100 °C, permettant un séchage plus rapide des boues de lavage. Ces résultats ont fait l'objet d'une publication [Mazhoud et al. 2017].

IV.2.2 Stabilisation

Afin de stabiliser les fines et d'améliorer leurs propriétés mécaniques, un traitement aux liants hydrauliques et/ou aériens est utilisé. Les composants considérés sont la chaux, le métakaolin, le liant formulé ThermO® et le ciment (ces différents composants sont présentés dans le chapitre 3).

Chamoin [Chamoin, 2013] a montré que pour une formulation mur de béton de chanvre, réalisée avec une chaux formulée très semblable à celle retenue pour cette étude, la résistance en compression est de 0.6 MPa pour un mélange dont la pâte de chaux est gâchée à E/L=0.8. Pour ce taux de gâchage, la résistance en compression du liant est alors de 3 MPa.

Pour obtenir la même rhéologie de pâte que celle obtenue par Chamoin avec sa chaux formulée et un taux de gâchage E/L=0.8, les fines sont gâchées avec un taux Eau/Fines = 0.4.

En faisant l'hypothèse que la transcription entre les propriétés des pâtes pures vers le béton de chanvre restent identiques pour les deux types de liant (chaux formulée et fines issues de boues de

lavage), et en ciblant une résistance en compression pour le composite de 0.2 MPa, on obtient une résistance cible de la pâte de fines de 1 MPa.

L'étude de la stabilisation est réalisée en deux campagnes successives. La première campagne recourt à l'ajout de différents liants : le liant formulé ThermO® et un mélange à part égale de chaux super calco 90 et métakaolin. Différents dosages de stabilisation sont considérés (2, 4 et 6% d'ajout de liant par rapport à la masse de fines). La deuxième campagne recourt au liant formulé ThermO®, au ciment Portland (CEM I 52,5 N CE CP2 NF) et à un mélange à part égale de ces deux liants. Différents dosages de stabilisation sont considérés (4, 6, 8 et 10% d'ajout de liant par rapport à la masse des fines).

Le Tableau IV-5 donne la désignation des différentes pâtes étudiées.

Tableau IV-5 : Référencement des fines sans ou avec stabilisation

Nom du mortier	Désignation
A	Fines non stabilisées
AT	Fines stabilisées avec le ThermO®
ACP	Fines stabilisées avec le Ciment Portland
ATCP	Fines stabilisées avec le ThermO® (50%) et le Ciment Portland (50%)
ACM	Fines stabilisées avec la chaux aérienne (50%) et le Métakaolin (50%)

IV.2.2.1 Fabrication des échantillons de fines sans ou avec stabilisation

Les constituants sont pesés et introduits dans le bol du malaxeur, puis un premier malaxage de 30 secondes à faible vitesse est effectué pour homogénéiser ces constituants solides. L'eau est ensuite introduite pendant 15 secondes en maintenant le malaxage à faible vitesse. Le mélange est arrêté pendant 1 min et 30 s pour décoller du bol du malaxeur tout le mortier qui y adhère. Le malaxage est ensuite repris pendant 1 min et 30 s à grande vitesse.

La séquence de malaxage adoptée est présentée dans le Tableau IV-6 ci-après.

Tableau IV-6 : Séquence de malaxage adoptée

Séquence de malaxage	1	2	3	4	5
Durée (s)	30	30	90	90	90
Vitesse	faible	faible	rapide	stop	rapide
Opération	Introduction des liants	Introduction de l'eau	-	Raclage de la cuve pendant les premiers 15s	-

Le malaxeur utilisé lors de cette étude est un malaxeur automatique à pâles conforme à la norme [NF-EN 196-1, 2006].

Après le malaxage, le mortier obtenu est placé en deux couches dans des moules 4 cm x 4 cm x 16 cm. La mise en place du mortier est réalisée avec une table à chocs, chaque couche subissant 60 chocs normalisés. Ensuite, les moules sont protégés par un film plastique (voir Figure IV-18) afin d'éviter tout échange hydrique avec l'extérieur et conservés dans une salle climatisée à 23 °C et 50% HR.

Le démoulage des échantillons est effectué après 48 heures puis ceux-ci sont conservés dans une salle climatisée à 23 °C et 50% d'humidité relative.

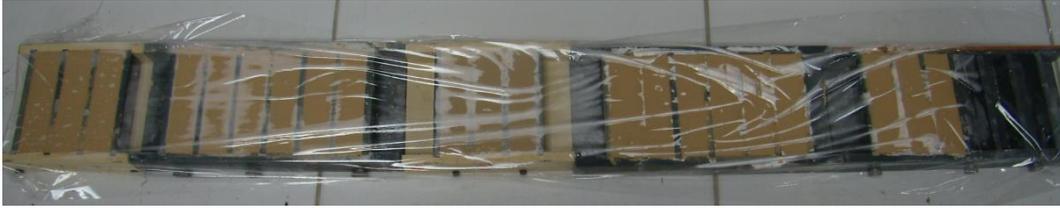


Figure IV-18 : Échantillons de fines stabilisées juste après la fabrication

IV.2.2.2 Caractérisation physique et mécanique des fines stabilisées

a) Campagne 1 – stabilisation avec du ThermO® et un couple chaux-métakaolin

Lors de la période de conservation des échantillons, des fissurations et un faïençage important des surfaces sont apparus pour le couple chaux-métakaolin (Figure IV-19).



Figure IV-19 : Échantillons de fines stabilisées par le couple chaux-métakaolin : faïençage important

i. Masse volumique

L'évolution de la masse volumique des fines stabilisées avec les deux types de liant, en fonction du dosage en liant est présentée Figure IV-20. L'addition de stabilisant engendre une diminution de la masse volumique.

L'ajout de 2% de ThermO® ou de couple chaux-métakaolin diminue la masse volumique de 9% et 8% respectivement. Cela est dû à une augmentation de la porosité de la matrice par entraînement d'air et une légère diminution de la masse volumique de la fraction solide (présence d'hydrates). Entre 4 et 6% de stabilisant, les masses volumiques diminuent très légèrement.

Tableau IV-7 : Masses volumiques des échantillons de fines stabilisées à (23°C ; 50% HR) – campagne 1

ρ (kg/m ³)	0%	2%	4%	6%
AT	1594.1 ± 16.0	1444.8 ± 10.1	1444.1 ± 18.9	1407.2 ± 13.2
ACM	1594.1 ± 16.0	1474.5 ± 17.2	1489.9 ± 9.4	1453.9 ± 12.4

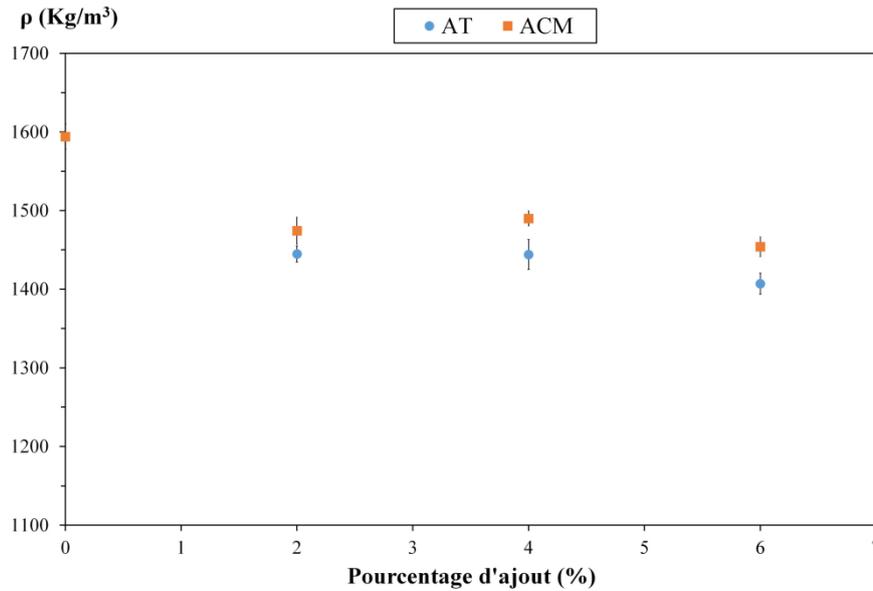


Figure IV-20 : Masse volumique apparente des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 1

ii. *Résistance en compression*

L'évolution de la résistance en compression en fonction du type de stabilisant et son dosage est présentée à la Figure IV-21. L'ajout de stabilisant améliore la résistance en compression.

Pour la stabilisation des fines par du ThermO®, la résistance en compression augmente linéairement avec la teneur en stabilisant. Ainsi, la résistance en compression augmente de 122% lorsqu'on passe de 0 à 6% de ThermO® (0.186 à 0.412 MPa). L'augmentation de la résistance en compression peut être expliquée par l'augmentation du volume des hydrates formés. Ainsi, même si la masse volumique de l'éprouvette du mortier diminue lorsque le dosage en stabilisant augmente, sa résistance peut augmenter. L'apport de résistance en compression induit par les hydrates compense largement la diminution liée à la baisse de la masse volumique. Ces valeurs de résistance sont obtenues après une maturation d'uniquement 28 jours et de nombreux auteurs ont constaté une amélioration de la résistance mécanique des mortiers à base de chaux avec le temps de maturation (effet de liant pouzzolanique). Lanas et Alvarez [Lanas et Alvarez-Galindo, 2003] et Lanas et al. [Lanas et al., 2004] ont montré que la résistance en compression après un an de mûrissement est trois fois plus élevée que celle obtenue après 28 jours. Bromblet [Bromblet, 2014] a présenté des résultats de la résistance en flexion et en compression qui s'améliorent de 16% à 211% entre 28 et 120 jours.

Globalement, la stabilisation avec le couple chaux-métakaolin permet d'augmenter la résistance en compression des formulations. Ainsi, la résistance en compression augmente de 155% quand le taux de stabilisation au couple chaux-métakaolin augmente de 0 à 6% (0.186 à 0.474 MPa). En revanche, pour le dosage de 4%, on observe une légère diminution. Cette diminution de la résistance peut s'expliquer par le fait que le stabilisant est en trop faible quantité et que sa répartition serait inégale dans l'ensemble de l'échantillon. Il se forme donc par endroits dans l'échantillon, des zones de matrice renforcées et à d'autres endroits uniquement des amas de particules de fines. Ces amas de particules de fines sont des zones de faiblesse par lesquelles la fissure due à l'application de la force de compression va se propager pour entraîner la rupture.

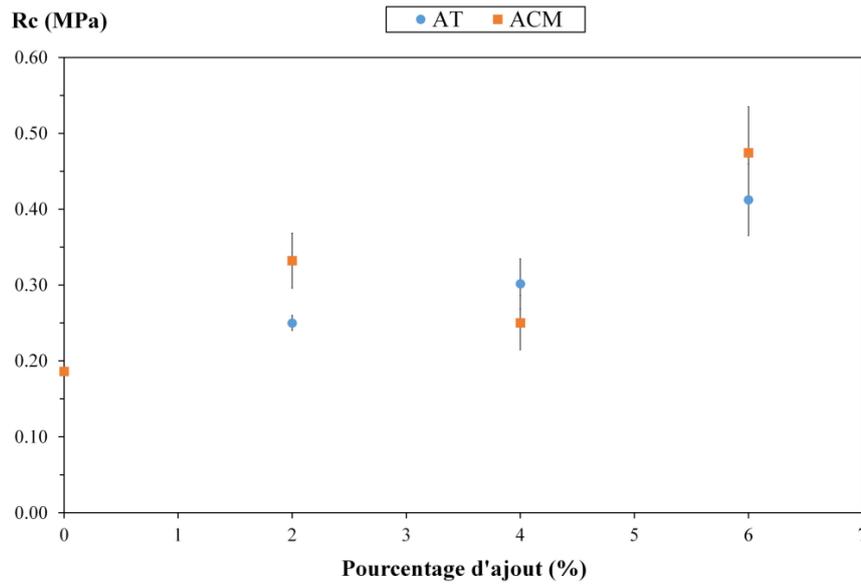


Figure IV-21 : Résistance en compression des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1

iii. Résistance en traction par flexion

La mesure de la résistance en traction par flexion est réalisée dans les mêmes conditions expérimentales que pour les essais de compression. Les résultats sont présentés à la Figure IV-22.

Pour la formulation de fines pures, sans stabilisation, la résistance en traction n'a pas pu être déterminée car en raison de fissures de retrait de séchage très importantes, les éprouvettes se sont cassées avant démoulage.

Pour les autres formulations, on note globalement que l'évolution de la résistance en traction en fonction du dosage en stabilisant est semblable à celle de la résistance en compression. Pour les fines stabilisées par le ThermO[®], on constate une augmentation linéaire de R_t en fonction du dosage en stabilisant. Pour la stabilisation avec le couple chaux-métakaolin, la tendance est moins franche, même si on atteint les mêmes résistances qu'avec la stabilisation avec du ThermO[®] à 6%

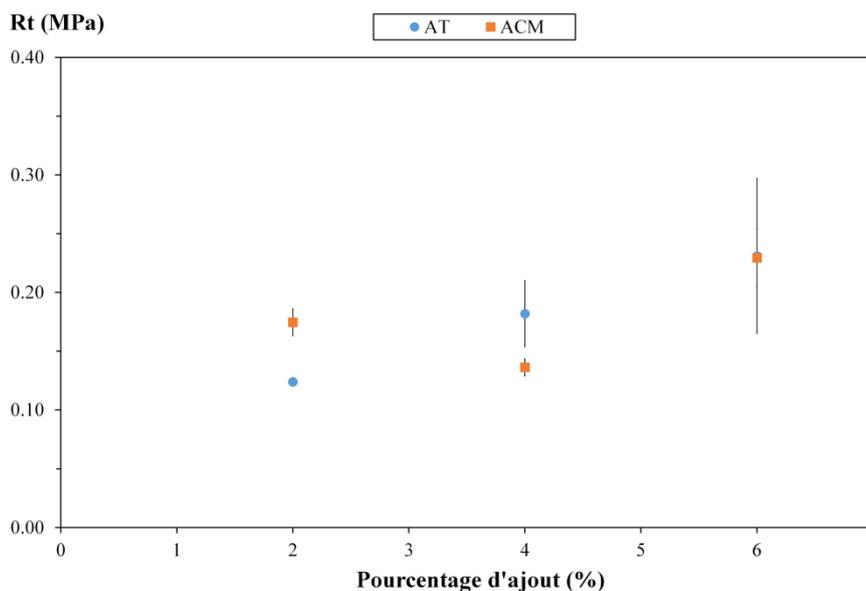


Figure IV-22 : Résistance en traction des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1

iv. *Vitesse de propagation du son*

La mesure de la vitesse de propagation du son est réalisée après stabilisation à 23 °C et 50% HR. Les résultats sont présentés à la Figure IV-23. Globalement, la vitesse de propagation du son augmente avec le dosage en stabilisant.

Pour la stabilisation des fines par le ThermO®, la vitesse de propagation du son augmente linéairement avec le pourcentage d'ajout de stabilisant. Ainsi, la vitesse de propagation du son augmente de 31% lorsqu'on passe de 0 à 6% de ThermO®.

Pour la stabilisation des fines par le couple chaux-métakaolin, l'augmentation de la vitesse de propagation du son en fonction du dosage en stabilisant est globalement moins importante. Pour un dosage de 6%, la vitesse de propagation du son augmente de 24%. En revanche, pour le dosage de 4%, on observe une légère diminution.

Ces résultats sont cohérents avec les résultats obtenus pour la résistance en compression.

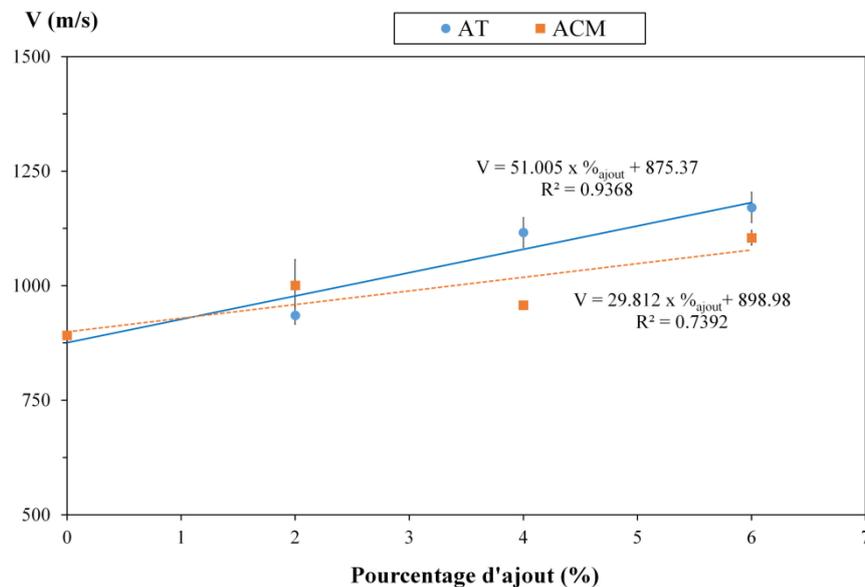


Figure IV-23 : Vitesse de propagation d'onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 1

v. *Observation au MEB*

La microstructure des fines sans et après traitement est étudiée en effectuant des observations morphologiques par microscopie électronique à balayage (MEB).

La Figure IV-24 présente la morphologie observée au MEB des fines A1 non stabilisées. Le faible grossissement (Figure IV-24A) nous permet d'avoir un aperçu global du matériau dont on peut remarquer la structure compacte. Observée à une échelle plus fine, la structure interne du matériau non traité comprend : des grains non argileux (quartz) (a), des agrégats de particules argileuses dispersés (b) et des agglomérations de ces différents éléments (c). Les grains et les agrégats sont en contact les uns avec les autres et laissent entre eux des macropores qui varient entre 6 et 20 µm. À fort grossissement (Figure IV-24B), on remarque que les grains de quartz et feldspath sont recouverts par une gangue de particules argileuses. On peut sur certains agrégats distinguer la superposition de feuillets (d), caractéristique de la kaolinite.

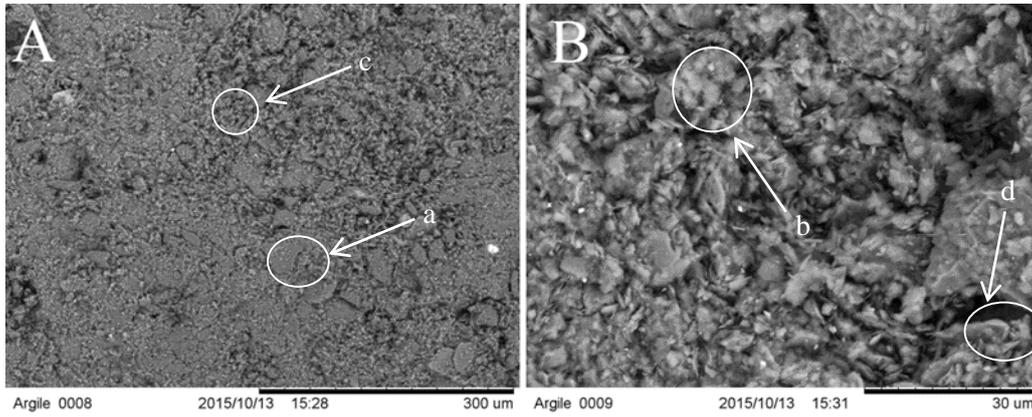


Figure IV-24 : Observation des fines A1 non stabilisées, A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000

La Figure IV-25 illustre l'observation morphologique du matériau stabilisé par 6% de ThermO®. Par rapport au matériau non stabilisé observé au même grossissement (Figure IV-25A), on constate que le matériau stabilisé présente des agglomérations de particules entre lesquelles on note la présence de pores que nous n'avons pas observés sur le matériau non stabilisé. Ces agglomérations évoquent une forme de floculation, comme observé par plusieurs auteurs dans le cas de matrices minérales stabilisées [Cabane, 2004 ; Hibouche, 2013]. Outre la présence de particules de kaolinite, un amas d'aiguilles et plaquettes, évoquant la portlandite (e), a été observé (Figure IV-25B).

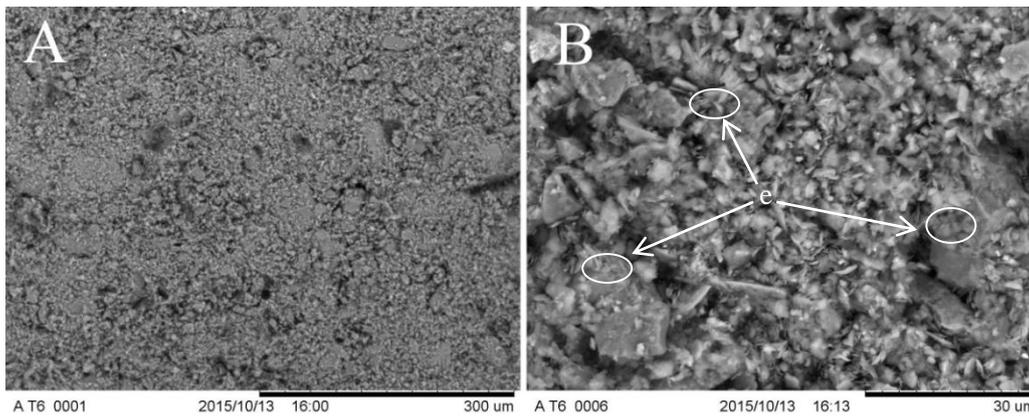


Figure IV-25 : Morphologie des fines A1 stabilisées par 6% de ThermO® A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000

Les observations réalisées sur les éprouvettes de fines stabilisées par 6% du couple chaux et métakaolin sont identiques aux observations réalisées sur les éprouvettes de fines stabilisées au ThermO® (Figure IV-26).

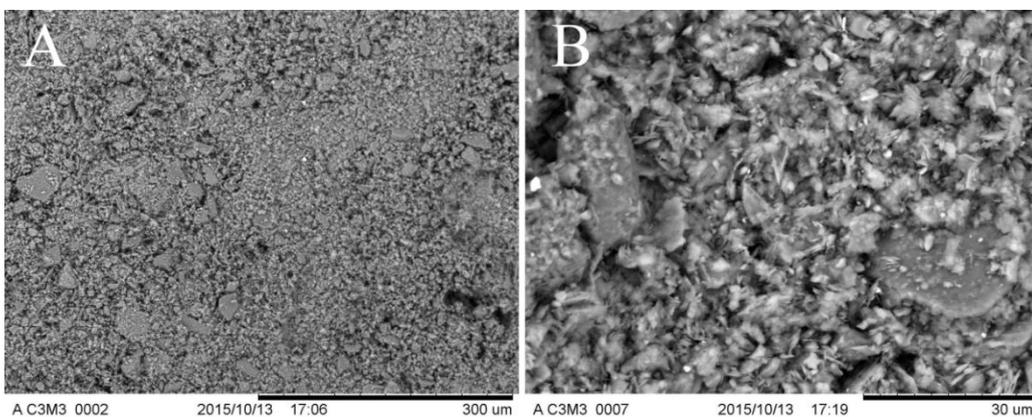


Figure IV-26 : Morphologie des fines A1 stabilisées par 6% de couple chaux et métakaolin A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000

vi. *Bilan*

Différents liant hydraulique (Thermo®) et liant pouzzolanique (chaux métakaolin) ont été utilisés pour stabiliser et améliorer les propriétés mécaniques des fines.

Le dosage en liant varie de 0 à 6 %. La performance mécanique (résistance en compression et résistance en traction) est améliorée sans toutefois atteindre l’objectif de 1 MPa en compression (valeur recherchée).

Les observations visuelles des échantillons stabilisés au couple chaux-métakaolin montrent une fissuration et un faïençage importants en surface. Par conséquent, la stabilisation des fines par le couple chaux-métakaolin est écartée pour la suite du travail.

La suite de l’étude s’intéresse à l’amélioration des propriétés mécaniques des fines stabilisées en augmentant le dosage en liant et en considérant le cas du ciment. On se limite à un pourcentage maximum de 10% de liant, taux considéré acceptable d’un point de vue économique.

b) Campagne 2 – stabilisation avec du Thermo®, du ciment et un couple Thermo®-ciment

i. *Masse volumique*

Le Tableau IV-8 et la Figure IV-27 donnent la masse volumique moyenne et son écart type en fonction de la nature et de la teneur en stabilisant. Ces valeurs sont issues de trois mesures.

Quelle que soit la nature du stabilisant, la masse volumique diminue puis se stabilise lorsque la teneur en stabilisant augmente. Ainsi, l’ajout de 6% de liant diminue la masse volumique de 16% à 17%. Au-delà de 6%, les ajouts supplémentaires de stabilisant n’ont pas d’influence significative sur la masse volumique.

Tableau IV-8 : Masses volumiques des échantillons de fines stabilisées à (23°C ; 50% HR) – campagne 2

ρ (kg/m ³)	0%	4%	6%	8%	10%
AT	1666 ± 4.7	1435.7 ± 1.4	1406.1 ± 10.1	1388.2 ± 5	1387.7 ± 2.5
ATCP	1666 ± 4.7	1385.7 ± 17.5	1377.7 ± 16.7	1373.5 ± 6.1	1358.5 ± 3.7
ACP	1666 ± 4.7	1428.5 ± 1.8	1399.2 ± 1	1392.7 ± 7	1382.9 ± 8.4

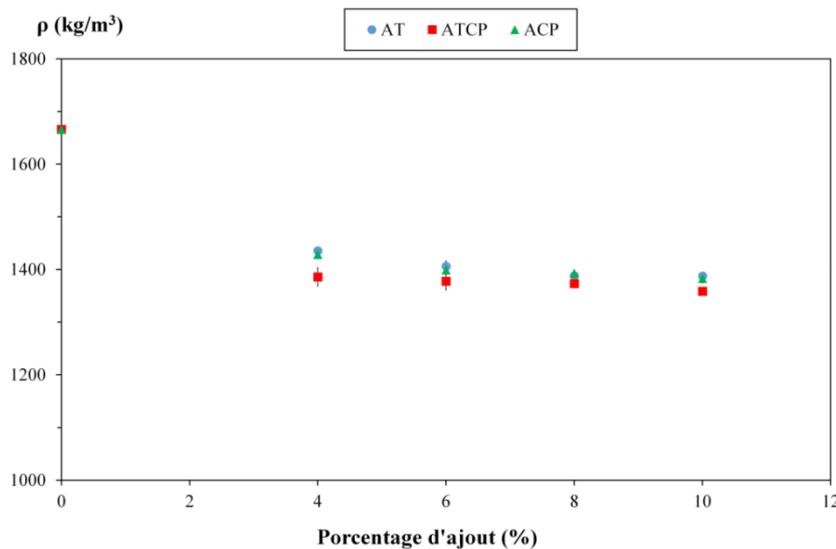


Figure IV-27 : Masse volumique en fonction de type de stabilisant et son dosage

ii. *Résistance en compression*

Le Tableau IV-9 et la Figure IV-28 donnent la résistance en compression (R_c) en fonction de la nature et de la teneur en stabilisant.

Tableau IV-9 : Résistance en compression (en MPa) des échantillons de fines stabilisées à (23° C ; 50% HR) – campagne 2

R_c (MPa)	0%	4%	6%	8%	10%
AT	0.46 ± 0.03	0.55 ± 0.04	0.66 ± 0.02	0.70 ± 0.01	0.77 ± 0.04
ATCP	0.46 ± 0.03	0.67 ± 0.02	0.78 ± 0.06	1.08 ± 0.01	1.16 ± 0.02
ACP	0.46 ± 0.03	0.65 ± 0.02	0.83 ± 0.03	1.08 ± 0.05	1.25 ± 0.06

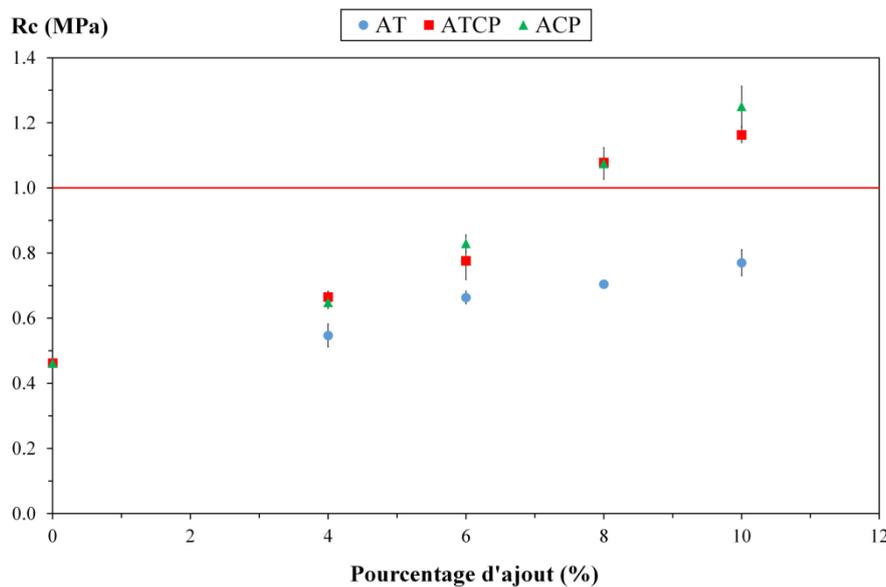


Figure IV-28 : Variation de la résistance en compression des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 2

Quel que soit le type de stabilisant, la résistance en compression augmente avec la teneur en stabilisant.

Comme précédemment, l'augmentation de la résistance en compression peut être expliquée par l'augmentation du volume des hydrates formés. Ainsi, même si la masse volumique de l'éprouvette du mortier diminue lorsque le dosage en stabilisant augmente, sa résistance peut augmenter. L'apport de résistance en compression induit par les hydrates compense largement la diminution liée à la baisse de la masse volumique.

Cette augmentation est moins importante lors de la stabilisation au ThermO[®] que lors de la stabilisation au ciment ou avec le couple ciment- ThermO[®]. Pour un dosage de 10% de stabilisant, la résistance en compression, d'une valeur initiale de 0.46 MPa, augmente respectivement de 172 %, 152 % et 67 % avec la stabilisation avec du ciment, avec le couple ciment- ThermO[®] et avec du ThermO[®].

La valeur cible de 1 MPa est atteinte avec le couple ciment-ThermO[®] et avec le ciment à partir de 8% de teneur en stabilisant.

iii. *Résistance en traction par flexion*

L'évolution de la résistance en traction (R_t) en fonction du type de stabilisant et son dosage est présentée sur la Figure IV-29.

Tout comme la résistance en compression, l'augmentation du dosage en stabilisant accroît la résistance en traction de façon linéaire. Cette augmentation est moins importante avec l'ajout de ThermO[®] qu'avec l'ajout de ciment ou le couple ciment-ThermO[®].

Pour un dosage de 10% en stabilisant, la résistance en traction augmente respectivement de 100%, 97 % et 60 % pour la stabilisation avec du ciment, avec un couple ciment-ThermO[®] et avec du ThermO[®].

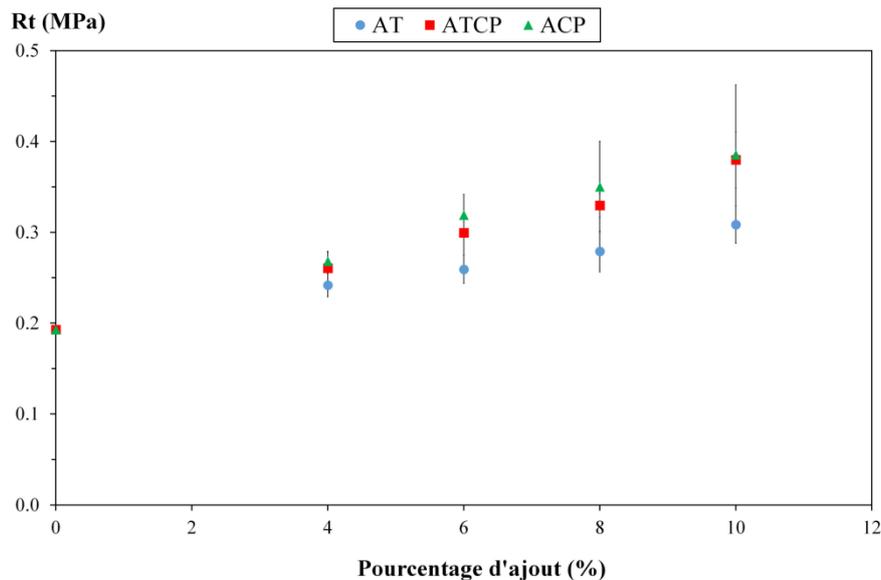


Figure IV-29 : Résistance en traction des échantillons de fines stabilisées en fonction de type de stabilisant et son dosage – campagne 2

iv. *Corrélation des performances mécanique R_c et R_t*

Dans les deux dernières décennies, plusieurs investigations ont montré une corrélation linéaire raisonnable entre la résistance en compression R_c et la résistance en traction R_t pour les compositions à base de liant hydraté. L'évaluation d'une telle corrélation entre les deux résistances est réalisée à partir de nos résultats expérimentaux. La figure IV-17 présente une seule corrélation linéaire pour l'ensemble des liants avec un coefficient R^2 élevé. Cette corrélation semble s'affranchir de la nature du stabilisant utilisé. Ce comportement serait caractéristique d'une matrice majoritairement composée de fines.

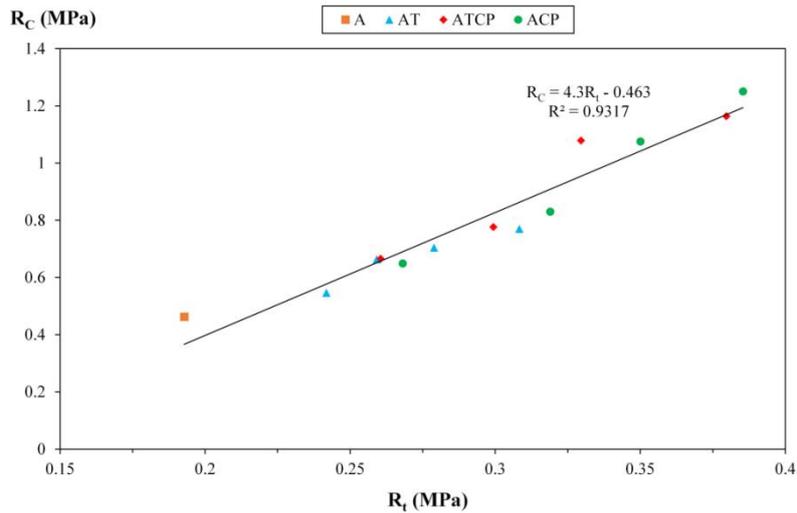


Figure IV-30 : Corrélation entre la résistance en traction (R_t) et la résistance en compression (R_c) des échantillons de fines stabilisées – campagne 2

v. *Vitesse de propagation du son*

La mesure de la vitesse de propagation du son est réalisée à 23 °C et 50% HR. Les résultats sont présentés au Tableau IV-10 et à la Figure IV-31. La vitesse de propagation du son augmente sensiblement avec la teneur en stabilisant quelle que soit sa nature. Cette augmentation est toutefois moins importante dans le cas de la stabilisation avec du Thermo® à partir de 8 % de stabilisant.

Pour 10% de stabilisant, la vitesse de propagation du son augmente respectivement de 14%, 44% et 24% pour la stabilisation avec du Thermo®, du ciment et avec le couple Thermo®-ciment.

Tableau IV-10 : Vitesse de propagation d’onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 2

V (m/s)	0%	4%	6%	8%	10%
AT	1078.8 ± 11.5	1149.8 ± 2.0	1209.5 ± 19.5	1216.4 ± 6.8	1230.3 ± 5.2
ATCP	1078.8 ± 11.5	1136.6 ± 38.0	1174.6 ± 10.7	1296.1 ± 24.5	1337.9 ± 28.1
ACP	1078.8 ± 11.5	1219.5 ± 64.3	1324.8 ± 60.6	1424.6 ± 21.0	1552.1 ± 44.4

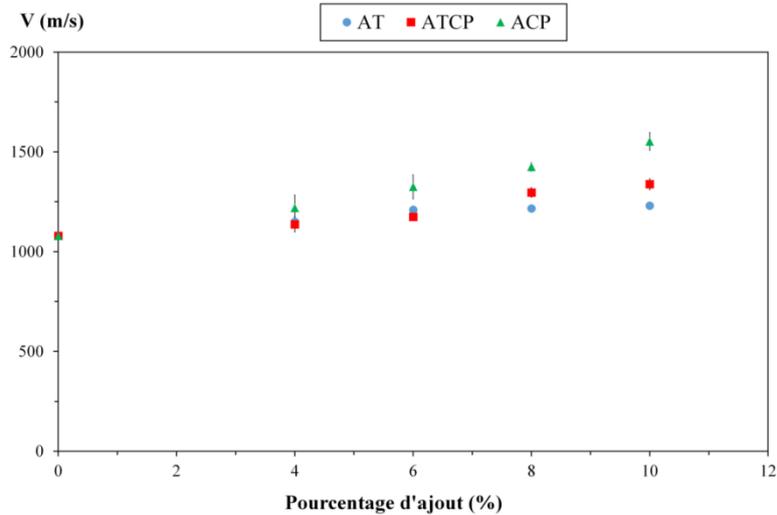


Figure IV-31 : Vitesse de propagation d’onde dans les échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et son dosage – campagne 2

vi. *Conductivité thermique*

La variation de la conductivité thermique en fonction du type de stabilisant et de son dosage à 23 °C et 50% HR est présentée à la Figure IV-32.

Pour les fines non stabilisées, la conductivité thermique est de 0.512 W/(m.K).

La stabilisation conduit à une diminution marquée de la conductivité thermique pour les faibles taux de stabilisants. Ainsi, pour un taux de stabilisation à 4%, la conductivité thermique des fines stabilisées est de 0.419 W/(m.K)) pour une stabilisation avec du ThermO®, 0.408 W/(m.K)) pour une stabilisation avec du ciment et 0.365 W/(m.K)) pour une stabilisation avec le couple ThermO®- ciment.

Pour les fines stabilisées avec du ThermO®, l'augmentation du taux de stabilisant conduit à une poursuite légère de la diminution de la conductivité thermique. Pour 10% de ThermO®, la conductivité thermique est de 0.395 W/(m.K)), soit inférieure de 23% à la valeur des fines non stabilisées.

Pour les fines stabilisées avec du ciment, la conductivité thermique minimale est atteinte pour un taux de stabilisation de 6%, elle est alors de 0.397 W/(m.K)). Pour des dosages de ciment augmentant de 6% à 10%, la conductivité thermique augmente légèrement pour atteindre 0.422 W/(m.K)).

Pour les fines stabilisées avec le couple ThermO®- ciment, au-delà de 4% de taux en stabilisant, la conductivité thermique augmente légèrement et atteint 0.395 W/(m.K)) à 10%.

La diminution de la conductivité thermique est à associer à la diminution de masse volumique induite par la stabilisation. L'augmentation de la conductivité thermique au-delà de 6% de ciment et au-delà de 4% du couple ciment- ThermO®, quant à elle, peut être engendrée par une augmentation de la cohésion au niveau des constituants des formulations [Camara et al., 2005]. En effet, l'hydratation du stabilisant permet la formation de composés (les CSH et la portlandite) et favorise donc une diminution des quantités et des tailles de la porosité, ce qui a pour conséquence de créer une structure interne continue et homogène. Cette structure va donc être favorable au transfert de la chaleur.

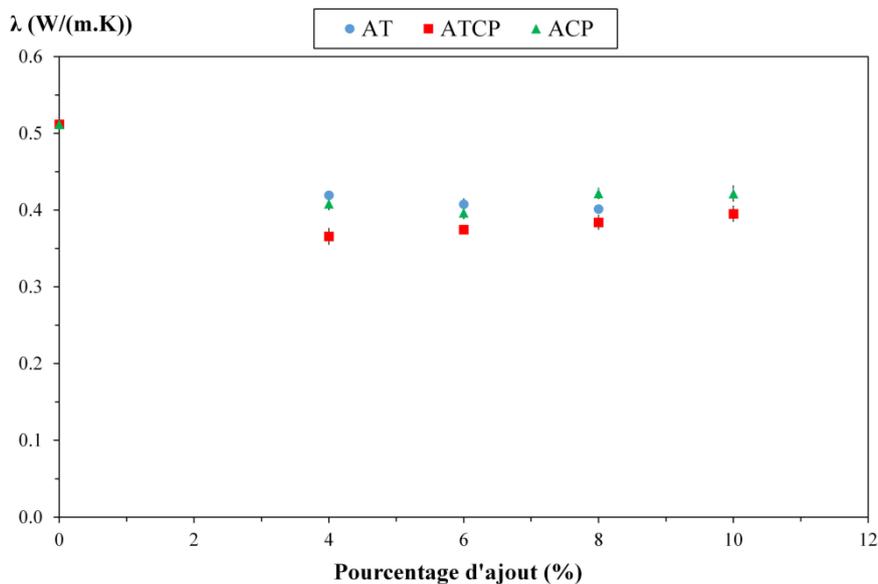


Figure IV-32 : Conductivité thermique à (23°C ; 50 %HR) des échantillons de fines stabilisées en fonction du type de stabilisant et de son dosage – campagne 2

vii. *Observation au MEB*

Cette partie s'intéresse à l'effet de la stabilisation sur la morphologie et la microstructure des fines en réalisant des observations à l'aide de la microscopie électronique à balayage.

La Figure IV-33 montre la microstructure et les spectres EDS du matériau non stabilisé. Le faible grossissement (Figure IV-33A) nous permet d'avoir un aperçu global du matériau dont on peut remarquer la structure dense. La structure interne du matériau A2 non traité est semblable à la structure interne du matériau A1 non traité. Elle comprend : des grains non argileux (quartz et feldspath), des agrégats de particules argileuses. Les particules sont en contact les unes avec les autres et laissent entre eux des macropores. À fort grossissement (Figure IV-33B), on peut constater que la matrice argileuse est constituée d'un enchevêtrement de particules parmi lesquelles on peut distinguer la superposition de feuillets, caractéristique de la kaolinite. On remarque que les particules argileuses recouvrent les grains et forme une gangue argileuse.

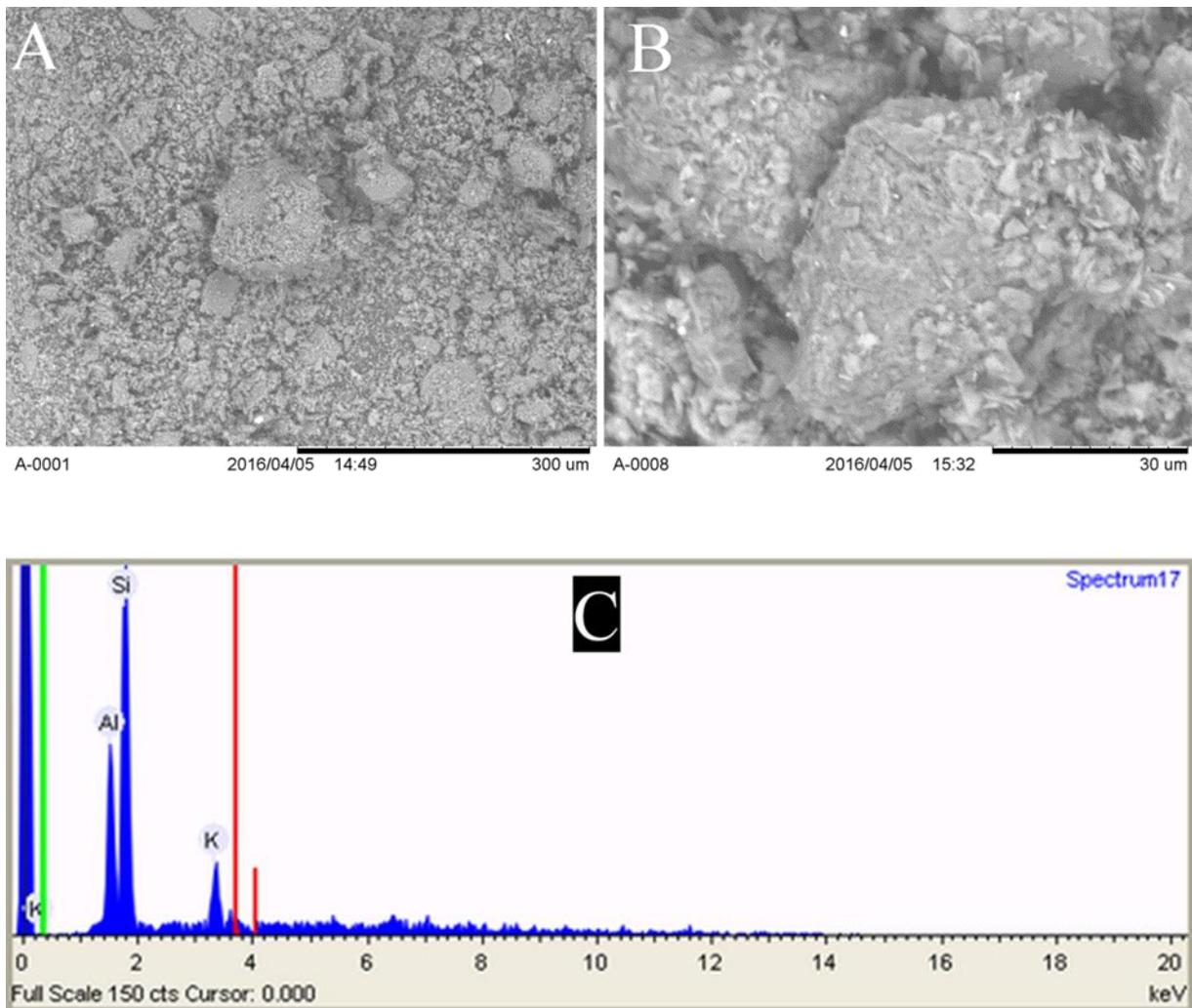


Figure IV-33 : Morphologie des fines A2 non stabilisées A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyen sur l'ensemble de l'image A

Après stabilisation à 10% de ThermO®, on constate que le matériau présente des amas de particules de quelques centaines de micromètres entre lesquels on note la présence de pore, structure que nous n'avons pas observé sur le matériau non traité (Figure IV-34A). Outre la présence de particules de kaolinite, un amas de particules, probablement de la portlandite, a été observé (Figure IV-34B). Une microanalyse ponctuelle en cet endroit nous donne le spectre EDS associé qui montre la présence de calcium (Figure IV-35C).

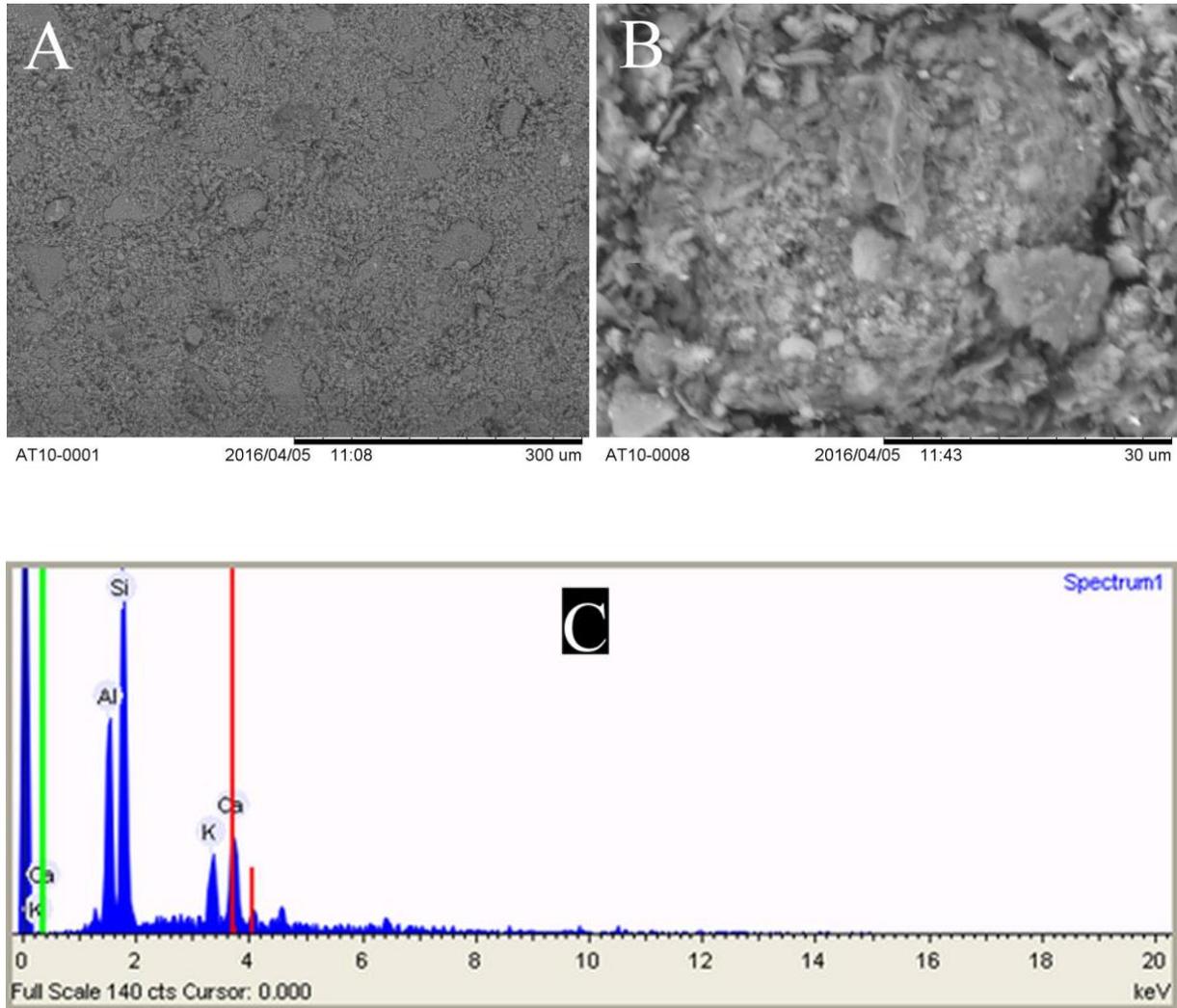


Figure IV-34 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% de ThermO® A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyen sur l'ensemble de l'image B

La Figure IV-35 illustre l'observation morphologique et les spectres EDS des fines A2 stabilisées par 10% de ciment. Par rapport aux fines stabilisées au ThermO® observées au même grossissement (Figure IV-35A), les fines stabilisées au ciment présentent une structure interne plus dense. L'observation au MEB permet de mettre en évidence le recouvrement des grains de quartz par les phases cimentaires. Ce ciment assure la cohésion entre les différents éléments. On remarque une fermeture de la porosité par le développement des hydrates du ciment (Figure IV-35B).

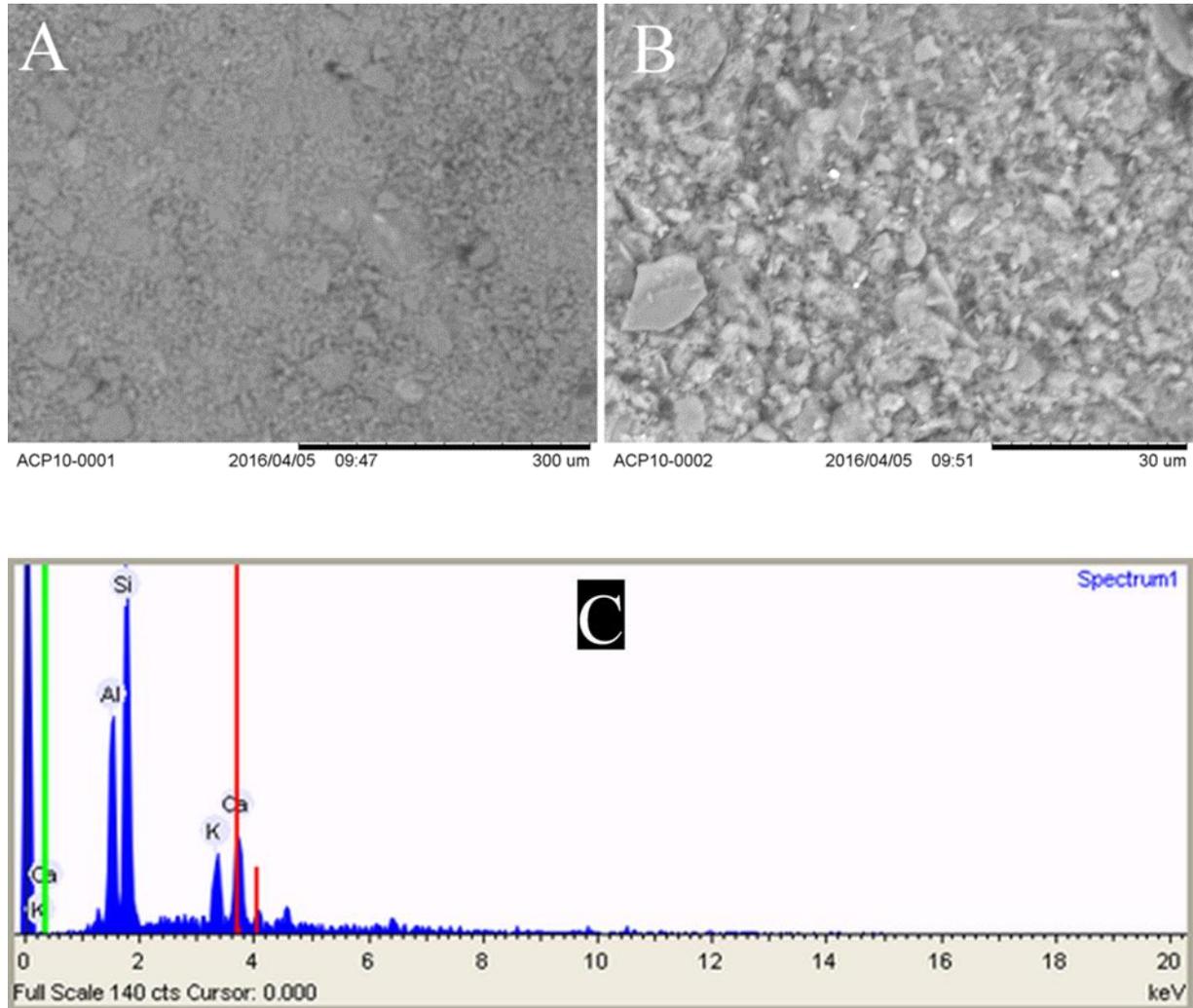


Figure IV-35 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% de ciment A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyenné sur A

La Figure IV-36 illustre l'effet de la stabilisation des fines par le couple ciment- ThermO®. Les observations réalisées sur les éprouvettes de fines A2 stabilisées par le couple ciment- ThermO® sont identiques aux observations réalisées sur les éprouvettes de fines A2 stabilisées par le ciment.

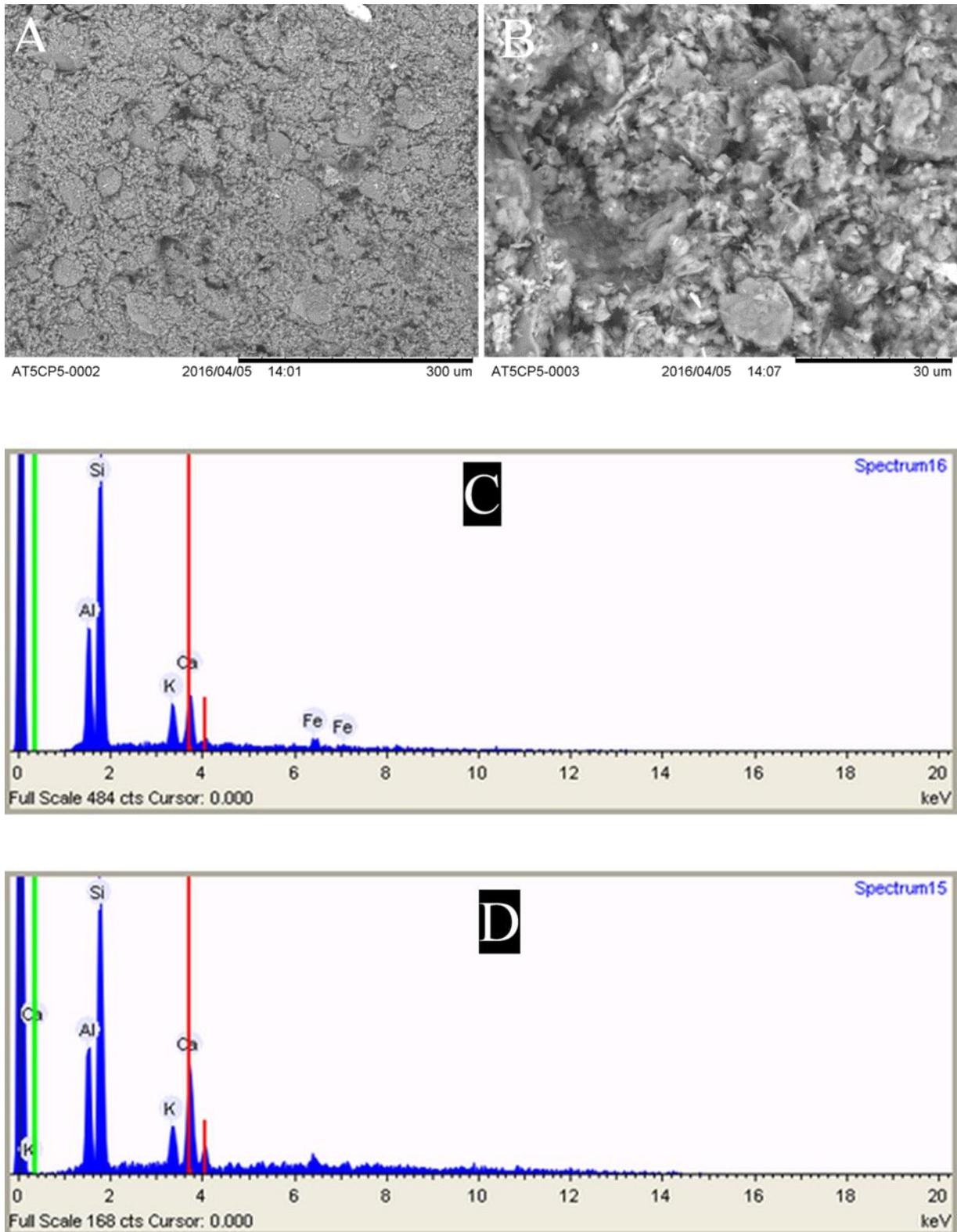


Figure IV-36 : Morphologie des fines A2 stabilisées par 10% du couple ThermO®-ciment A) grossissement x 300, B) grossissement x 2000, C) spectre EDS moyenné sur A et D) spectre EDS moyenné sur B

Cette étude effectuée par microscopie électronique à balayage montre des modifications de la structure du matériau après stabilisation au liant hydraulique, notamment par la mise en place de lien inter particulaires sans toutefois constituer une matrice dense et continue.

L'agrégation de particules résulte d'une attraction interparticulaire [Bergaya et Lagaly, 2006] qui, dans notre cas, est favorisée par l'ajout du liant hydraulique. Cet aspect a également été observé dans plusieurs études [Bell, 1996; Boardman et al., 2001].

Outre les particules argileuses caractéristiques telles que la kaolinite, nous avons pu mettre en évidence, notamment avec 10% du liant hydraulique, la présence d'amas de minéraux favorables à la cohésion qui correspondent à la formation des hydrates. Ceci indique que le liant hydraulique n'est pas parfaitement dispersé et ainsi n'est pas utilisé de façon optimale pour la stabilisation.

viii. Bilan

Nous avons analysé successivement l'effet de la stabilisation des fines par ajout de liants hydrauliques sur la masse volumique, les performances mécaniques, la conductivité thermique et la microstructure des fines stabilisées. Le dosage en liant est principalement étudié entre 4 et 10%, taux acceptables du point de vue économique.

L'effet de l'augmentation du dosage en liant hydraulique provoque une amélioration assez importante de la résistance. Cette augmentation est moins importante avec l'ajout de ThermO[®] seul qu'avec l'ajout de ciment ou du couple ThermO[®]- ciment. A partir de 8 % de taux en stabilisant avec le ciment ou le couple ThermO[®]- ciment, l'objectif de résistance en compression de 1 MPa est atteint.

D'un point de vue thermique, la stabilisation des fines conduit à une diminution marquée de la conductivité thermique. Celle-ci évolue ensuite légèrement quand le taux de stabilisant augmente.

IV.2.2.3 Bilan de l'étude de stabilisation

L'étude de stabilisation permet de sélectionner le type et le dosage en liant pour la stabilisation des fines.

La première campagne conduit à écarter le recours à la stabilisation des fines par le couple chaux-métakaolin. En effet, une fissuration et un faïençage importants ont été observés sur les échantillons.

La deuxième campagne montre qu'avec 8 % de taux de stabilisation avec le ciment ou le couple ThermO[®]- ciment, l'objectif de résistance en compression de 1 MPa est atteint. Afin de s'assurer une marge de sécurité vis-à-vis de la résistance en compression recherchée pour les composites, le dosage choisi est de 10 % pour le reste de l'étude. Afin de limiter l'impact environnemental lié à l'utilisation de liant hydraulique, le type de stabilisant sélectionné est le couple ThermO[®]- ciment. D'un point de vue thermique, les fines stabilisées avec 10 % de couple ThermO[®]- ciment ont une conductivité thermique de 0.395 W/(m.K)), soit 23 % inférieure à celle des fines non stabilisées.

IV.2.3 Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés multi-physiques du liant formulé ThermO[®] sont étudiées en fonction de du rapport eau sur liant. L'augmentation du dosage en eau conduit à une diminution de la masse volumique, de la résistance en compression et de la conductivité thermique. Elle augmente la valeur MBV. L'interprétation des résultats en fonction de la masse volumique permet de constituer une base de données pour ce liant, exploitable pour interpréter les résultats obtenus sur les composites ThermO[®]- chanvre.

Nous avons montré que la température de séchage des boues de lavage lors de la préparation des fines n'impacte pas leurs propriétés thermiques et hygriques. Ainsi, la température de séchage retenue est de 100 °C, permettant un séchage plus rapide.

Différents liants hydrauliques (ThermO®, chaux aérienne, Ciment portland) et liant pouzzolanique (métakaolin) ont été utilisés pour stabiliser et améliorer les propriétés mécaniques des fines. L'objectif de résistance en compression fixé est de 1 MPa. Cette valeur a été définie en considérant la résistance en compression cible des composites et en utilisant une transcription entre les propriétés des pâtes pures et celles des composites similaire à celle des bétons de chanvre.

L'utilisation du couple chaux-métakaolin pour la stabilisation des fines engendre des fissurations sur la surface des échantillons. Par conséquent, ce liant est écarté. Pour les autres liants hydrauliques, l'augmentation du dosage en stabilisant provoque une amélioration assez importante de la résistance. Cette augmentation est moins importante avec l'ajout de ThermO® seul qu'avec l'ajout de ciment ou du couple ThermO®- ciment. Les niveaux de résistance ciblés sont atteints pour les fines stabilisées avec 8% de ciment et avec 8% du couple ThermO®- ciment. Afin de s'assurer une marge de sécurité vis-à-vis de la résistance en compression recherchée pour les composites, le dosage choisi est de 10 %. De plus, afin de limiter l'impact environnemental lié à la stabilisation, le stabilisant retenu est le couple ThermO®- ciment. La stabilisation des fines avec 10% de couple ThermO®- ciment conduit à une conductivité thermique de 0.395 W/(m.K), soit 23% inférieure à celle des fines non stabilisées.

Parmi les matrices liantes présentées dans ce chapitre, le liant formulé ThermO®, les fines issues des boues de lavage et les fines stabilisées avec 10% du couple ThermO®- ciment sont retenues. Elles seront utilisées pour la production de composites avec différents dosages en chanvre. La terre Claytec, produit commercial, sera également considérée à titre comparatif pour un seul dosage en chanvre.

Chapitre V Formulation, fabrication des composites et caractérisation physique

Ce travail a pour objectif d'étudier l'effet du type de liant et du dosage en chanvre sur les propriétés multi-physiques des composites à base de chanvre. Ce chapitre présente la formulation, la fabrication, la stabilisation initiale et la caractérisation physique (masses volumiques apparentes et réelles et porosités) des composites réalisés. La comparaison des cinétiques de séchage et des propriétés physiques permet d'étudier l'influence des paramètres de formulation.

V.1 Formulation des composites

Pour ce travail, différentes formulations sont produites en faisant varier le type de liant et la proportion entre les constituants (C : chanvre, L : liant, E : eau), notamment le rapport massique chanvre sur liant (C/L). Ce rapport est estimé en se référant aux mélanges traditionnels de béton de chanvre utilisés pour les applications dalle, mur et toit préconisés par les règles professionnelles de Construire en Chanvre [CenC, 2007].

Les liants utilisés dans cette étude pour fabriquer des composites sont :

- le liant formulé (Thermo[®]), produit commercial permettant la réalisation de béton de chanvre, qui servira de valeur comparative),
- les fines issues de la boue de lavage,
- les fines stabilisées avec 5% de Thermo[®] et 5% de ciment portland, conformément à la conclusion du chapitre IV,
- la terre Claytec, pour laquelle un seul dosage est considéré, afin de comparer les résultats obtenus avec les fines issues des boues de lavage.

Des essais préliminaires sont réalisés pour déterminer la quantité d'eau de gâchage E_L nécessaire pour chaque liant afin d'assurer la même consistance de mélange. Les rapports E_L/L obtenus sont de 0.6 pour le Thermo[®] et les fines stabilisées, 0.4 pour les fines, et 0.31 pour la terre Claytec. La quantité d'eau de mouillage du chanvre est telle que $E_C/C=0.4$. Enfin, pour les plus forts dosages en chanvre ($C/L=0.75$), une quantité additionnelle d'eau est nécessaire.

Les 13 formulations considérées sont présentées dans le Tableau V 1. Les diagrammes ternaires donnés sur la Figure V-1 sont une représentation graphique de cette composition. Les trois composants sont les sommets du triangle équilatéral. Plus le point représentant une formulation est proche d'un sommet, plus la proportion du constituant de ce sommet est importante. Ainsi, plus le dosage C/L est élevé, plus les points sont proches du sommet C. Inversement, moins le dosage est élevé, plus les points sont proches du sommet L. Les dosages considérés pour les différents liants conduisent à des points sur la même zone dans le diagramme ternaire correspondant à 18.5 à 29.4 %, de chanvre, 35.7 à 51% de liant et à 28.6 à 37.5 % d'eau dans le mélange frais. Pour chaque type de liant, les formulations n'ayant pas nécessité d'ajout d'eau supplémentaire donnent des points alignés selon une iso-E. Les formulations avec le liant Thermo[®] et celles avec les fines stabilisées sont similaires (à l'ajustage du dosage en eau pour les plus fortes teneurs en chanvre près). Les formulations avec les fines nécessitent des dosages en eau plus faibles.

Tableau V-1 : Formulations des composites

Formulations	Liant	Rapport massique				Pourcentages massiques		
		C/L	E _c /C	E _l /L	E _{Tot} /L	Liant	Chanvre	Eau
TC-0.4	Thermo®	0.4	0.4	0.6	0.76	46.3	18.5	35.2
TC-0.5	Thermo®	0.5	0.4	0.6	0.80	43.5	21.7	34.8
TC-0.61	Thermo®	0.61	0.4	0.6	0.84	40.7	24.9	34.4
TC-0.75	Thermo®	0.75	0.4	0.6	1.05	35.7	26.8	37.5
AC-0.4	Fines	0.4	0.4	0.4	0.56	51.0	20.4	28.6
AC-0.455	Fines	0.455	0.4	0.4	0.58	49.1	22.3	28.6
AC-0.5	Fines	0.5	0.4	0.4	0.60	47.6	22.3	28.6
AC-0.75	Fines	0.75	0.4	0.4	0.80	39.2	29.4	31.4
ASC-0.4	Fines stabilisées	0.4	0.4	0.6	0.76	46.3	18.5	35.2
ASC-0.455	Fines stabilisées	0.455	0.4	0.6	0.78	44.7	20.3	35.0
ASC-0.5	Fines stabilisées	0.5	0.4	0.6	0.80	43.5	21.7	34.8
ASC-0.75	Fines stabilisées	0.75	0.4	0.6	1.00	36.4	27.3	36.3
CC-0.5	Claytec	0.5	0.4	0.31	0.69	45.7	22.8	31.5

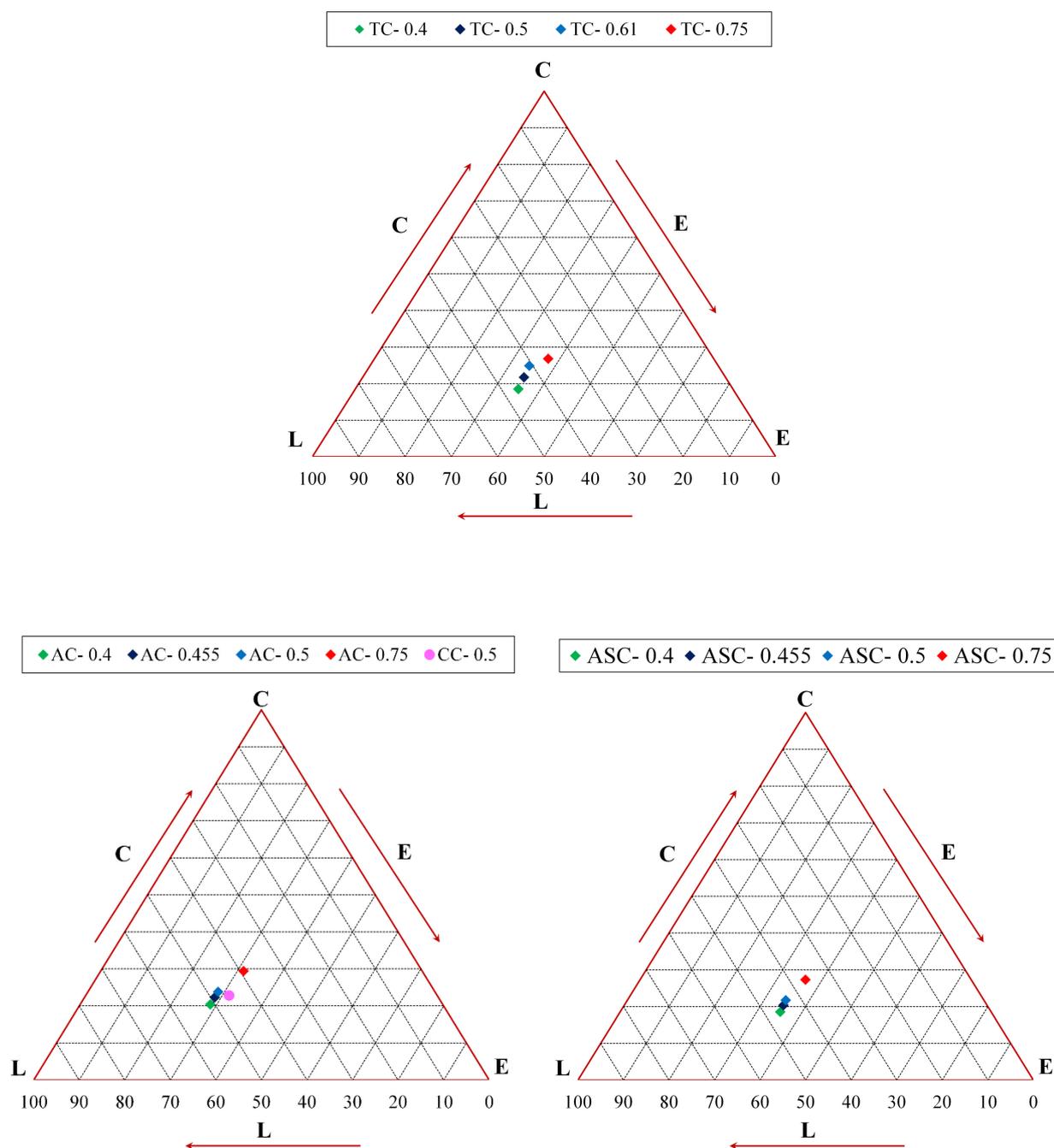


Figure V-1 : Diagramme ternaire montrant les différentes proportions des composants des composites (C: chanvre, L: liant, E: eau)

V.2 Fabrication des échantillons

V.2.1 Séquence de malaxage

Différentes méthodes de malaxage sont utilisées pour fabriquer du béton de chanvre dans les études précédentes [Cerezo, 2005 ; De Bruijn et al., 2009 ; Aj Hirst et al., 2010 ; Nguyen, 2010 ; Monreal et al., 2011 ; Nozahic, 2012 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Chamoin, 2013 ; Dinh, 2014 ; Chabannes, 2015]. La différence majeure entre les méthodes est la réalisation ou non d'un pré-mouillage des particules végétales. Certains auteurs utilisent un pré-mouillage des particules végétales dans une première étape avant d'ajouter le liant et l'eau de gâchage [Cerezo, 2005 ; Nguyen, 2010 ; Nozahic, 2012 ; Chabannes, 2015]. D'autres préparent la pâte lors d'une première étape, avant d'ajouter les granulats à l'état sec au mélange [Aj Hirst et al., 2010 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Chamoin, 2013].

De Bruijn et al., [De Bruijn et al., 2009] présentent une autre méthode qui consiste à préparer séparément la pâte du liant et à l'ajouter aux granulats pré-mouillés dans un malaxeur. Puis, ils continuent le malaxage jusqu'à obtention d'un mélange homogène.

L'eau de pré-mouillage permet d'humidifier les particules de chanvre et d'éviter qu'elles absorbent l'eau nécessaire à l'hydratation du liant. Par conséquent, le pré-mouillage améliore l'interaction entre les liants et les particules de chanvre [Cerezo, 2005 ; De Bruijn et al., 2009 ; Nguyen, 2010 ; Monreal et al., 2011 ; Nozahic, 2012].

Dans notre étude, nous avons décidé de suivre le protocole suivant pour la fabrication des échantillons :

Tout d'abord, les chènevottes sont pesées et mélangées à la main avec l'eau de pré-mouillage pendant environ 2 minutes dans un récipient avec un rapport massique eau sur chanvre de 0.4. Cette étape a pour rôle d'humidifier les chènevottes de façon à neutraliser leur fort pouvoir absorbant pour éviter qu'elles absorbent l'eau de gâchage nécessaire à la fluidité du liant. Dans le même temps, le liant et l'eau de gâchage sont mélangés à l'aide d'un malaxeur (type Hobart) jusqu'à obtenir un mélange homogène (environ 2 minutes) pour former une pâte. Ensuite, les chènevottes humides sont progressivement ajoutées à la pâte de liant et le malaxage est poursuivi pendant environ 5 minutes, jusqu'à ce qu'un mélange homogène soit obtenu. Afin d'atteindre une consistance satisfaisante pour la réalisation du mélange et du moulage, la quantité d'eau est ajustée si nécessaire, pour les formulations avec un rapport chanvre sur liant très élevé ($C/L = 0.75$).

Les échantillons de chaque formulation sont fabriqués en trois gâchées. Chaque gâchée est définie de façon à avoir un volume inférieur au volume critique du malaxeur dont dispose le laboratoire, cela assure que le mélange préparé après malaxage soit homogène.



Figure V-2 : Séquence de malaxage : a) pré-mouillage du chanvre et malaxage à la main; b) mélange du liant; c et d) addition du chanvre humide et malaxage

V.2.2 Mise en forme

Deux types de moules sont utilisés selon la nature de l'essai à réaliser. Pour produire les échantillons dédiés aux essais mécaniques, des moules cylindriques en PVC ont été utilisés (diamètre 10 cm et hauteur 20 cm) et pour les essais thermiques et hygriques, des moules prismatiques de dimensions 10x10x10 cm³.

Les moules sont auparavant huilés afin de limiter les frottements entre le mélange et la paroi du moule et pour faciliter aussi le démoulage des échantillons.

Le mélange préparé selon la procédure décrite précédemment est placé dans les moules en 4 couches successives pour les moules cylindriques et en 2 couches pour les moules prismatiques, chaque couche étant compactée à 0.1 MPa [CenC, 2007]. Cette contrainte de compactage permet de garantir l'arrangement des particules sans les endommager.

Pour les formulations réalisées avec un rapport chanvre sur liant très élevé ($C/L=0.75$), un phénomène de décompaction important apparaît après la mise en forme. Le recours à des serre-joints permet de le limiter (Figure V-5). Les serre-joints sont enlevés après 5 jours lors de démoulage des échantillons.

Les moules sont pesés vides et après remplissage afin d'estimer la masse volumique à l'état frais des échantillons.



Figure V-3 : Mise en forme des échantillons prismatiques : a) compactage de la première couche ; b) compactage de la deuxième couche ; c) état final



Figure V-4 : Mise en forme des échantillons cylindriques



Figure V-5 : Utilisation des serre-joints pour limiter le phénomène de décompaction

Le Tableau V-2 indique les masses volumiques à l'état frais obtenues après fabrication des échantillons cylindriques et prismatiques. La masse volumique à l'état frais des échantillons prismatiques est inférieure à celle obtenue pour les échantillons cylindriques. Cela peut s'expliquer par les effets de bords.

Tableau V-2 : Masse volumique des éprouvettes à l'état frais en fonction de la forme des échantillons (kg/m³)

Formulation	Échantillon prismatique	Échantillon cylindrique
TC- 0.4	816.2 ± 10.2	807.1 ± 7.1
TC- 0.5	701.2 ± 11.2	704.7 ± 17.1
TC- 0.61	639.3 ± 19.9	634.6 ± 17.1
TC- 0.75	627.6 ± 20.6	633.7 ± 10.0
AC- 0.4	740.0 ± 8.3	753.4 ± 6.8
AC- 0.455	734.0 ± 8.1	724.4 ± 11.2
AC- 0.5	642.0 ± 14.4	680.9 ± 13.3
AC- 0.75	559.2 ± 8.3	571.8 ± 8.2
ASC- 0.4	839.5 ± 13.5	857.7 ± 11.4
ASC- 0.455	745.3 ± 45.4	781.8 ± 18.3
ASC- 0.5	703.3 ± 1.5	706.5 ± 7.2
ASC- 0.75	611.2 ± 26.2	631.8 ± 5.7
CC- 0.5	662.3 ± 2.2	690.3 ± 1.0

V.2.3 Conservation et séchage des échantillons

Lors des essais préliminaires, le stockage des échantillons dans une salle à 23 °C et 50%HR directement après mise en forme conduit au développement de moisissures à la surface de certains échantillons (Figure V-6).



Figure V-6 : Apparition de moisissures sur les échantillons

Afin de limiter le risque de développement de moisissure, les échantillons sont conservés pendant 5 jours avant le démoulage à l'air ambiant du laboratoire afin d'assurer une ventilation suffisante en surface. Le placement d'un couvercle surélevé au-dessus du moule permet le séchage de l'échantillon sans assécher trop rapidement la surface (Figure V-7). Ensuite, les échantillons sont démoulés et conservés dans une salle régulée en température et en humidité relative contrôlée à 23 °C et 50% HR.



Figure V-7 : Conservation des échantillons à l'air ambiant

V.3 Caractérisation physique

V.3.1 Cinétique de séchage

La masse des échantillons est régulièrement mesurée afin de suivre son évolution dans le temps. La perte de masse relative au cours du temps est donnée par :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m_0 - m_t}{m_0} \quad \text{Eq. V-1}$$

où

m_0 : masse initiale de l'échantillon après démoulage

m_t : masse de l'échantillon mesurée à l'instant t

La Figure V-8 présente les cinétiques de séchage expérimentales pour les différentes formulations. Le suivi du séchage est réalisé après le démoulage sur les échantillons cylindriques jusqu'à ce que les essais mécaniques soient effectués. Le démoulage est effectué 5 jours après la fabrication. Durant la période de conservation en moule, la perte de masse des échantillons est négligeable.

Pour chaque formulation, la perte de masse est la moyenne des mesures effectuées sur cinq échantillons. Le temps de séchage typique est d'environ 35 jours pour les composites AC et CC, et 45 jours pour les composites ASC et TC quel que soit le rapport chanvre sur liant (la stabilisation est atteinte lorsque la variation de masse est inférieure à 0,1% entre trois pesées consécutives avec un pas de temps de 24 heures). Ce résultat est similaire à l'observation donnée dans des études antérieures sur les bétons de chanvre [Nguyen, 2010 ; Nozahic, 2012], où la stabilisation de masse est atteinte après environ 40 jours. Les variations sont plus élevées au cours de la première semaine de séchage et ces variations sont insignifiantes après le jour 35 pour le ASC et le jour 25 pour AC. Les composite ASC et TC ont un temps de séchage typique plus élevé que les composites AC. Cela s'explique par leur teneur en eau plus élevée.

Globalement, les pertes de masse totales jusqu'à stabilisation varient entre 28 et 32% pour les formulations AC, entre 32 et 35% pour les formulations ASC et entre 24 et 31% pour les formulations TC.

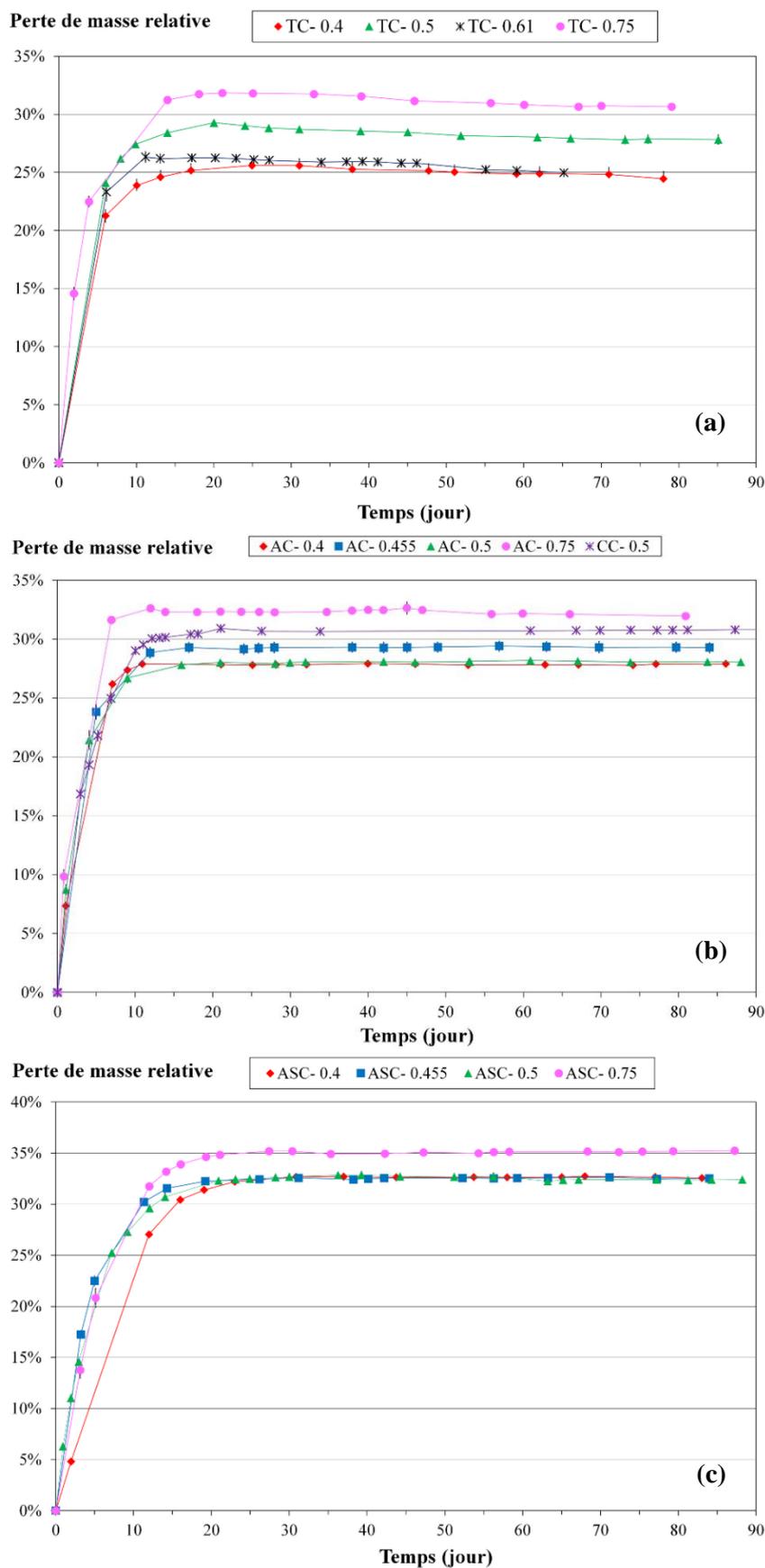


Figure V-8 : Cinétique de perte de masse des échantillons cylindriques de différentes formulations dans une ambiance à 23°C, 50%HR : a) TC, b) AC et CC, c) ASC.

V.3.2 Masse volumique apparente

La masse volumique apparente est déterminée après le séchage et la stabilisation des échantillons à 23°C, 50%HR (Tableau V-1 et Figure V-9).

Les masses volumiques apparentes des composites sont comprises entre 370 et 615 kg/m³. Tout comme pour la masse volumique à l'état frais, on constate que la masse volumique apparente des échantillons prismatiques est inférieure à celle des échantillons cylindriques, du fait des effets d'arêtes.

Pour les composites réalisés avec le ThermO[®], il n'y a pas de loi d'évolution en fonction du rapport C/L qui ressort. En effet, pour le rapport C/L=0.75, l'eau ajoutée pour assurer une bonne consistance au mélange semble conduire à un meilleur compactage des échantillons.

Pour les composites réalisés avec les fines ou avec les fines stabilisées, la masse volumique diminue logarithmiquement avec le rapport chanvre sur liant (Figure V-9). La diminution de la masse volumique avec le dosage en chanvre s'explique par la faible masse volumique du chanvre et par un dosage en eau plus élevé avec un dosage élevé en chanvre. La masse volumique des composites réalisés avec des fines non stabilisées est inférieure à celle des composites réalisés avec des fines stabilisées (respectivement 373 kg/m³ à 510 kg/m³, et 410 kg/m³ à 578 kg/m³). Le dosage en liant étant plus fort pour les composites réalisés avec des fines non stabilisées (Figure V-1), leur masse volumique plus faible est probablement due à une porosité plus élevée.

La masse volumique du composite réalisé avec la terre Claytec est similaire à celle du composite réalisé avec les fines non stabilisées pour le même rapport chanvre sur liant.

Au bilan, les masses volumiques obtenues sont de l'ordre de grandeur de celles trouvées dans la littérature pour les composites à base de chanvre [Cerezo, 2005 ; CenC, 2007 ; Elfordy et al., 2008 ; De Bruijn et al., 2009 ; Magniont, 2010 ; Nozahic, 2012 ; Chamoin, 2013 ; Collet et Pretot, 2014].

Tableau V-3 : Masse volumique apparente de différentes formulations (23°C, 50%HR)

Formulation	Échantillon prismatique	Échantillon cylindrique
TC- 0.4	580.6 ± 3.4	613.1 ± 11.2
TC- 0.5	460.4 ± 6.9	507.9 ± 17.6
TC- 0.61	451.4 ± 11.5	471.4 ± 8.4
TC- 0.75	461.9 ± 14.2	474.1 ± 19.8
AC- 0.4	483.1 ± 6.3	509.5 ± 7.5
AC- 0.455	473.3 ± 11.2	477.4 ± 5.9
AC- 0.5	421.7 ± 2.3	451.5 ± 6.2
AC- 0.75	362.5 ± 2.9	373.7 ± 6.8
ASC- 0.4	537.2 ± 9.6	577.4 ± 3.5
ASC- 0.455	496.5 ± 10.9	524.6 ± 8.8
ASC- 0.5	464.6 ± 1.6	475.2 ± 6.4
ASC- 0.75	401.3 ± 7.6	410.3 ± 8.1
CC- 0.5	423.8 ± 2.8	446.2 ± 4.2

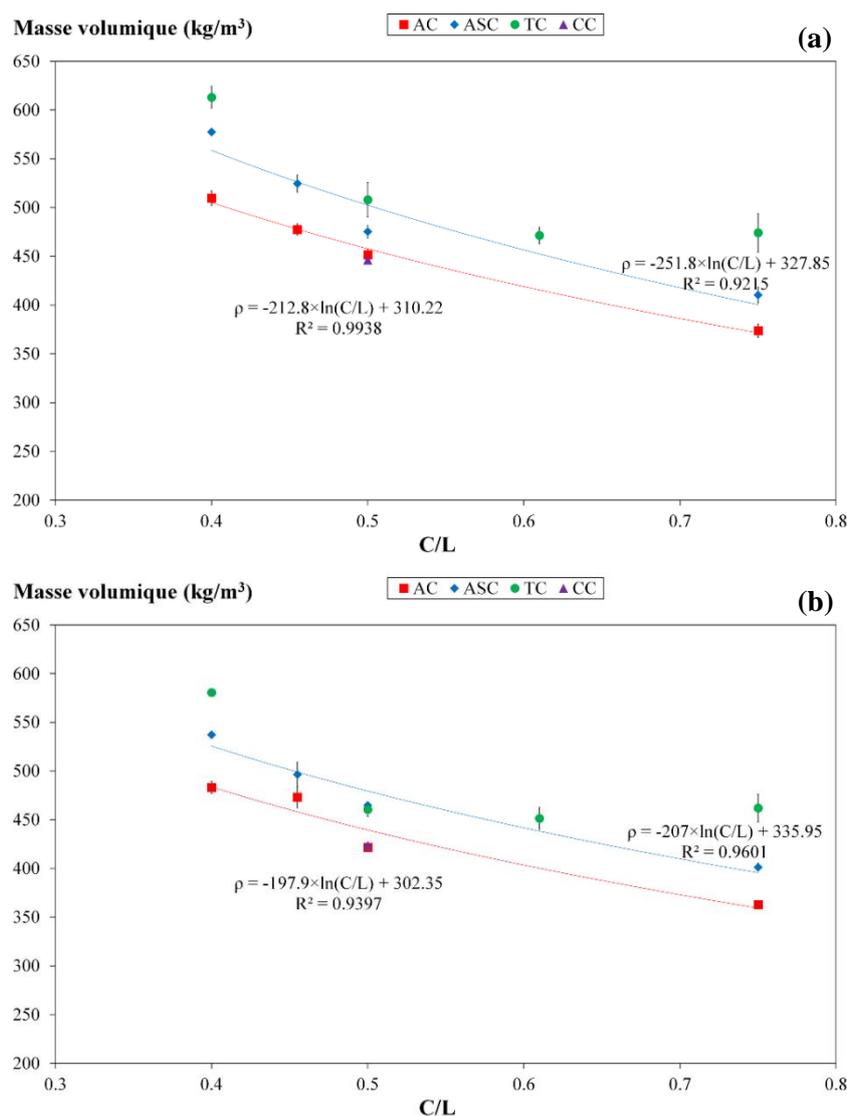


Figure V-9 : Masse volumique en fonction du rapport C/L (23°C, 50% HR) : a) échantillons cylindriques, b) échantillons prismatiques

V.3.3 Masse volumique réelle et porosité totale

Le Tableau V-4 donne les masses volumiques réelles théoriques et expérimentales, et la porosité totale des différentes formulations. Les masses volumiques réelles théoriques sont calculées à partir des compositions et des masses volumiques réelles des composants données dans le chapitre II.

Pour les différentes formulations, les données expérimentales sont en accord avec les valeurs théoriques (écart inférieur à 7%, excepté pour la formulation ASC-0.4 : 9%). La masse volumique réelle diminue lorsque le rapport C/L augmente, en lien avec une masse volumique réelle plus faible pour le chanvre que pour le liant.

Les composites réalisés avec des fines, avec des fines stabilisés ou avec la terre Claytec ont des masses volumiques réelles proches (comprises entre 1870 et 2060 kg/m³). Les masses volumiques réelles des composites réalisés avec du ThermO[®] sont plus faibles (entre 1809 et 1964 kg/m³), en lien avec les masses volumiques réelles des liants respectifs.

Le Tableau V-4 et la Figure V-10 présentent les porosités totales des différentes formulations. Les échantillons prismatiques ayant une masse volumique apparente plus faible que celle des échantillons cylindriques, leur porosité est plus élevée. Les porosités totales sont comprises entre 70 et 81 % et augmentent avec le rapport C/L suivant une relation logarithmique donnée sur la Figure V-10.

Les porosités les plus faibles sont obtenues pour les formulations réalisées avec du ThermO®. Les formulations réalisées avec des fines ont les porosités les plus élevées. La porosité de la formulation réalisée avec la terre Claytec est similaire à celle de la formulation réalisée avec des fines et le même C/L.

Au bilan, les porosités obtenues sont comparables à celles trouvées dans la littérature pour des composites à base de chanvre [Cerezo, 2005 ; Nguyen, 2010 ; Chamoin, 2013].

Tableau V-4 : Masse volumique réelle et porosité des différentes formulations calculées à partir de la masse volumique apparente des cylindres

Formulation	Masse volumique réelle théorique (kg/m ³)	Masse volumique réelle expérimentale (kg/m ³)	n _{tot} (%)	n _{tot} * (%)
TC- 0.4	1963.59	1978.50	70.7	70.5
TC- 0.5	1909.35	1774.82	72.9	74.8
TC- 0.61	1860.21	1721.53	74.4	76.4
TC- 0.75	1809.40	1819.81	75.8	75.7
AC- 0.4	2060.42	2116.68	76.7	76.1
AC- 0.455	2022.47	2044.12	77.5	77.3
AC- 0.5	1994.42	1987.81	78.1	78.2
AC- 0.75	1874.34	1803.08	80.4	81.1
ASC- 0.4	2054.52	1867.53	70.4	73.1
ASC- 0.455	2017.29	1967.31	74.5	75.1
ASC- 0.5	1989.26	1878.66	75.8	77.2
ASC- 0.75	1870.43	1864.71	79.2	79.2
CC- 0.5	2047.22	1938.71	77.8	79.7

n_{tot} : porosité totale calculée avec la masse volumique apparente et la masse volumique réelle expérimentale

n_{tot}* : porosité totale calculée avec la masse volumique apparente et la masse volumique réelle théorique

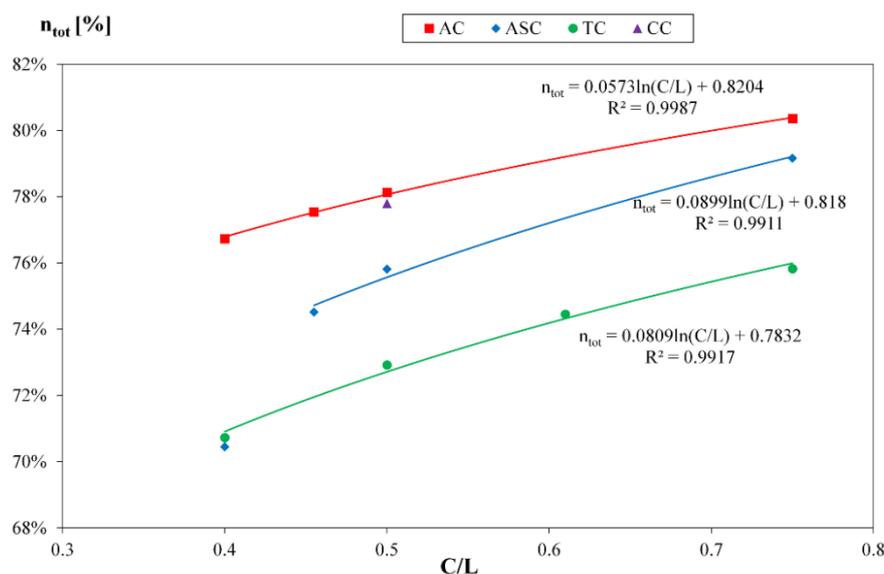


Figure V-10 : Evolution de la porosité n_{tot} en fonction du rapport C/L pour les différentes formulations (échantillons cylindriques)

V.3.4 Microstructure

Des observations au microscope électronique à balayage (MEB) sont réalisées sur les composites afin de vérifier l'adhérence du liant avec les granulats de chanvre. Les visualisations réalisées montrent que les granulats de chanvre sont bien enrobés par le liant (Figure V-11, V-12, V-13).

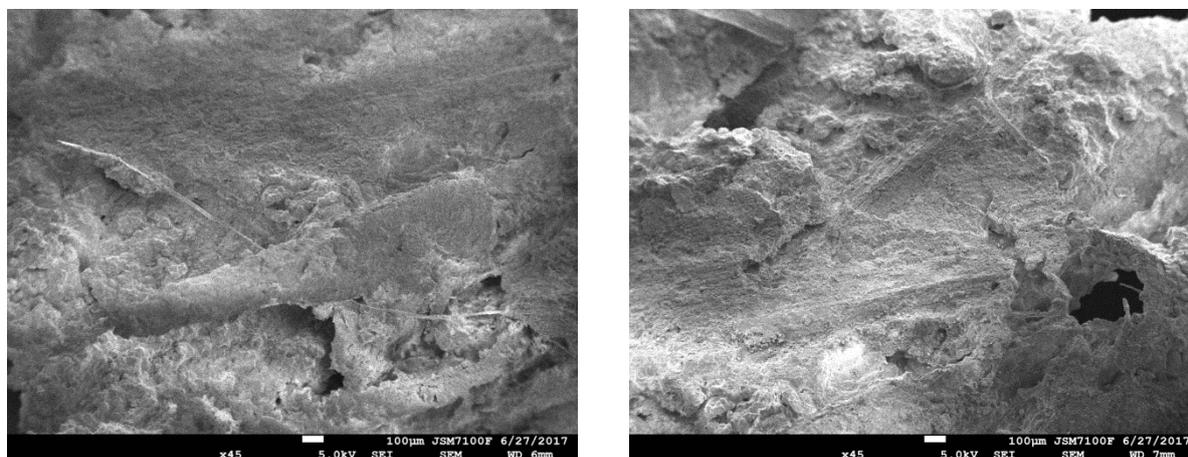


Figure V-11 : Observation MEB de la formulation TC- 0.5

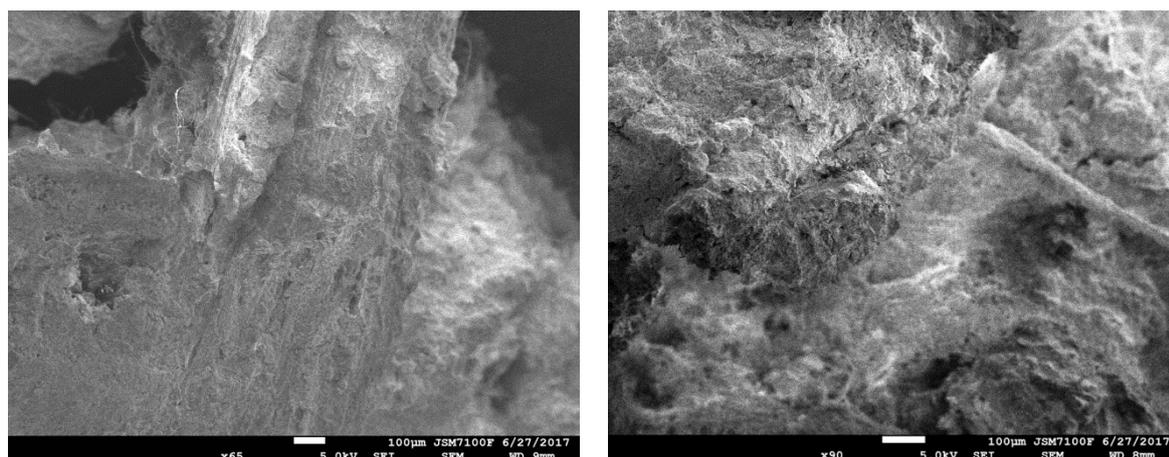


Figure V-12 : Observation MEB de la formulation AC- 0.5

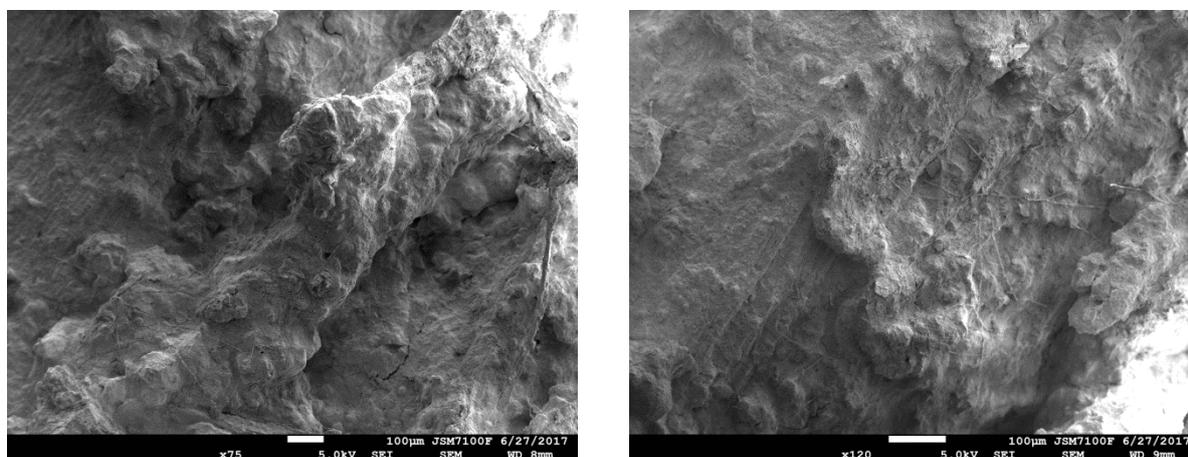


Figure V-13 : Observation MEB de la formulation ASC- 0.5

V.4 Conclusion

Ce chapitre présente les formulations, la fabrication et la caractérisation physique des composites.

Différents rapports C/L (chanvre/liant) sont considérés. Leur plage correspondant à des dosages utilisés pour la réalisation de toit, mur et dalle. Quatre types de liant sont utilisés : les fines issues des boues de lavage, les fines stabilisées conformément au choix issu du chapitre IV, le liant commercial ThermO[®], la terre commerciale Claytec. Ainsi, les composites réalisés avec ces liants sont respectivement notés AC-X, ASC-X, TC-X et CC-X. La notation X donne le rapport C/L de la formulation.

Deux types d'échantillons sont produits, des échantillons prismatiques produits dans des moules 10×10×10 cm³ et des échantillons cylindriques de 10 cm de diamètre et environ 20 cm de hauteur. Les échantillons prismatiques sont destinés aux essais hygriques et thermiques alors que les échantillons cylindriques sont destinés aux essais mécaniques. Le temps de séchage des échantillons en salle climatisée à (23°C, 50%HR) est de 35 à 45 jours.

Les masses volumiques et les porosités des composites sont comparables à celles issues de la littérature : entre 370 et 615 kg/m³ pour la masse volumique apparente et entre 70 et 81 % pour la porosité.

Le rapport C/L influe sur les propriétés physiques des composites. Les masses volumiques apparente et réelle diminuent et la porosité augmente lorsque C/L augmente.

Les échantillons à base de fines ont les masses volumiques les plus faibles et les porosités les plus élevées. La formulation avec la terre Claytec donne des résultats comparables à ceux du composite réalisé avec des fines et le même rapport C/L. Les formulations réalisées avec le liant ThermO[®] ont les masses volumiques les plus fortes et les porosités les plus faibles.

Ces résultats permettent ensuite d'analyser les caractéristiques mécaniques, hygriques et thermiques des composites.

Chapitre VI Étude de comportement mécanique

Ce chapitre est consacré à la caractérisation mécanique des composites produits. La caractérisation mécanique se base sur la réalisation d'essais en compression et en traction (par fendage). L'essai de compression permet de produire et d'interpréter une courbe d'évolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation. A partir de cette courbe, la résistance en compression, les valeurs des contraintes obtenues à 10 et 30 % de déformation ainsi que les modules apparents et élastiques sont évalués. L'essai de fendage permet d'évaluer la résistance en traction. Les différentes formulations testées permettent de quantifier l'influence du rapport chanvre sur liant, de la densité et du type de liant sur ces propriétés.

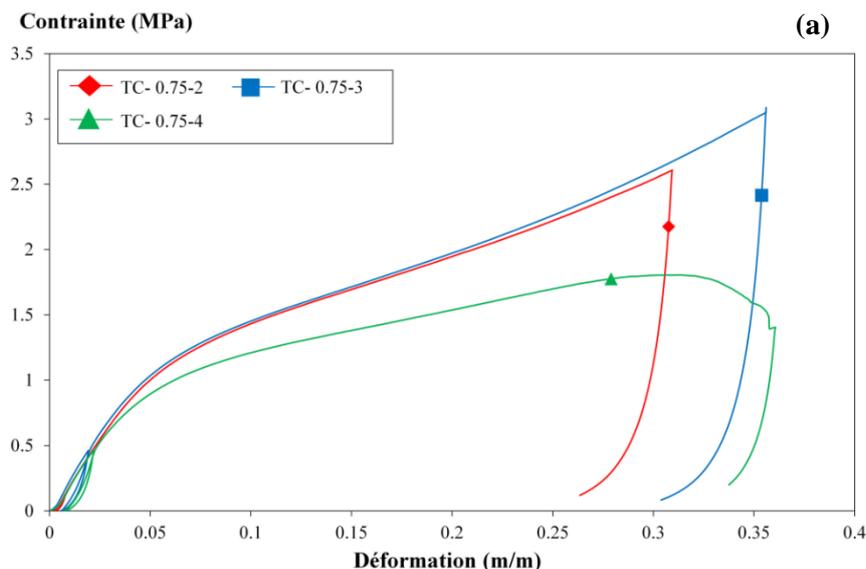
VI.1 Comportement lors des essais de compression

VI.1.1 Reproductibilité

La nature hétérogène du matériau et la fabrication des échantillons en plusieurs gâchées représentent des sources potentielles d'écarts dans les mesures expérimentales. La vérification de la reproductibilité des essais est donc nécessaire.

Pour chaque formulation, trois échantillons sont testés. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont globalement superposées ce qui permet de vérifier la reproductibilité et la répétabilité des essais (exemple donné sur la Figure VI-1). L'intégralité des courbes est placée en annexe B. On constate globalement une bonne reproductibilité des essais de compression pour les formulations AC, ASC et CC. Une légère dispersion est cependant observée à la fin d'essai qui peut s'expliquer par une légère différence de hauteur entre les échantillons et également par une rupture et une fragmentation légèrement différente d'un échantillon à l'autre.

Une dispersion plus importante apparaît pour les formulations TC. Cet écart ne peut pas s'expliquer par une différence de réarrangement des chènevottes dans le volume de l'éprouvette au cours des cycles de chargement comme évoqué par [Nguyen, 2010]. Il convient de noter que, avec ce liant plus cohésif, le niveau de contrainte est plus élevé et le caractère cassant de certaines éprouvettes est plus marqué.



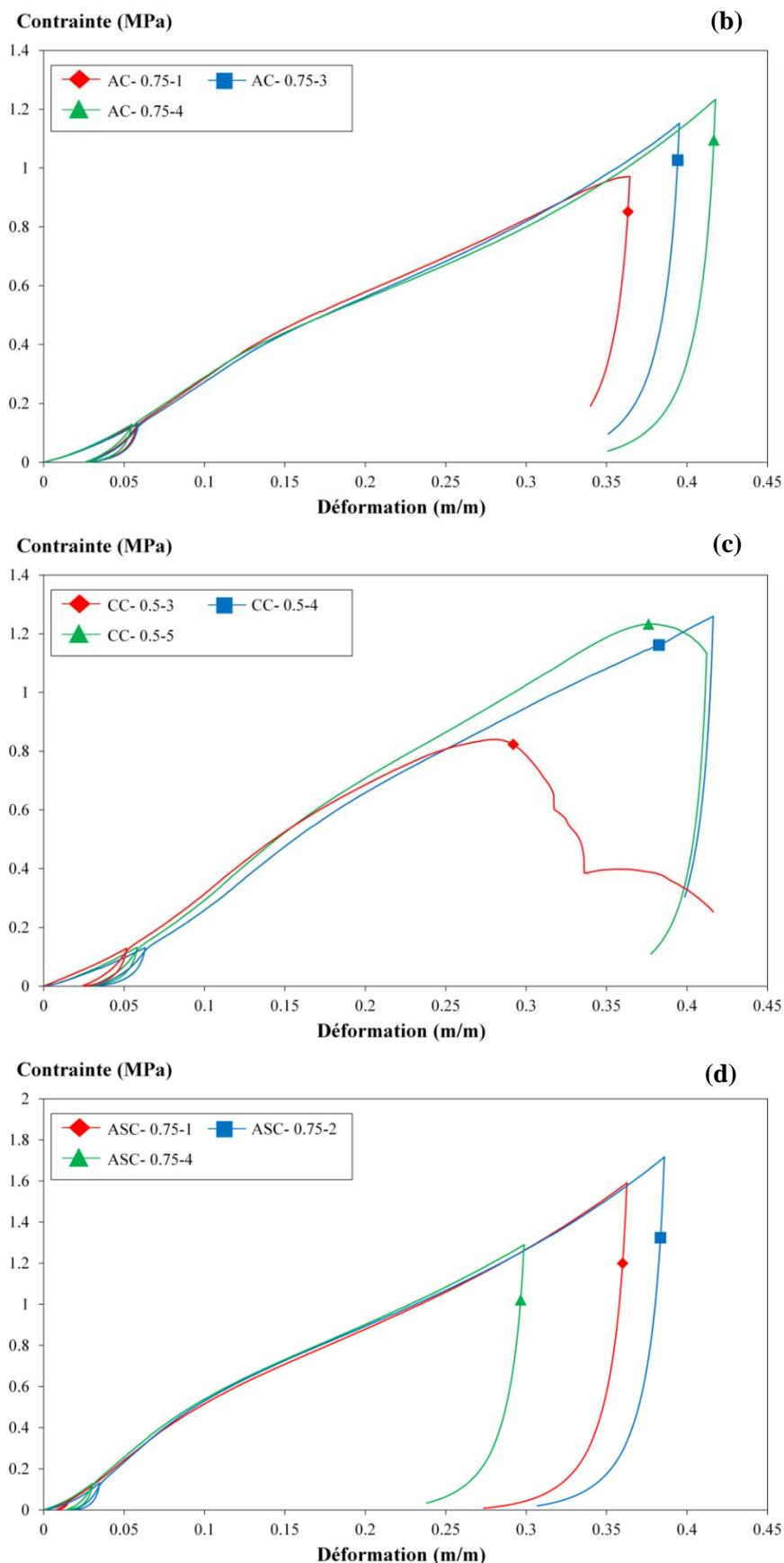


Figure VI-1 : Les courbes typiques contrainte-déformation en compression simple des différentes formulations - a) TC, b) AC, c) CC, d) ASC

VI.1.2 Analyse des enregistrements

Pour les différentes formulations étudiées, on peut distinguer deux types de comportements en fonction du rapport chanvre sur liant. Ces deux comportements sont influencés par le dosage et le type de liant.

Dans le cas d'une formulation à fort dosage en liant, un maximum est observé sur la courbe contrainte-déformation (Figure VI-2). Dans ce cas, on peut distinguer quatre zones sur la courbe contrainte-déformation :

- Zone I : elle correspond au domaine quasi élastique du comportement du matériau où la réponse est en grande partie réversible. Dans cette zone, c'est la matrice liante qui reprend la plus grande partie de la sollicitation. La limite de cette zone dépend de la quantité de liant dans le matériau. Selon [Nguyen, 2010], plus le dosage en liant est important, plus la zone est large.
- Zone II : elle correspond à la transition vers un domaine élasto-plastique. Dans cette zone la courbe présente un point d'inflexion, qui peut s'expliquer par l'endommagement de la matrice mais aussi des interfaces entre la matrice et les particules. Au début de cette zone le liant reprend la majorité des efforts tandis que les particules de chènevette s'adaptent au comportement du liant. Par contre, à la fin de cette zone la matrice du liant ne joue plus le rôle de transmetteur des sollicitations. Le point d'inflexion de la courbe a été choisi comme résistance en compression.
- Zone III : Cette zone se distingue par une augmentation coordonnée de la contrainte et de la déformation. Elle correspond à la compaction et à la densification du matériau. Ce comportement peut être attribué à la reprise des efforts dans les particules de chènevette qui induit leur importante déformation fortement irréversible et à la destruction complète de la matrice liante.
- Zone IV : Cette zone correspond à la rupture du matériau par l'ouverture de larges fissures qui induisent la décroissance de la courbe.

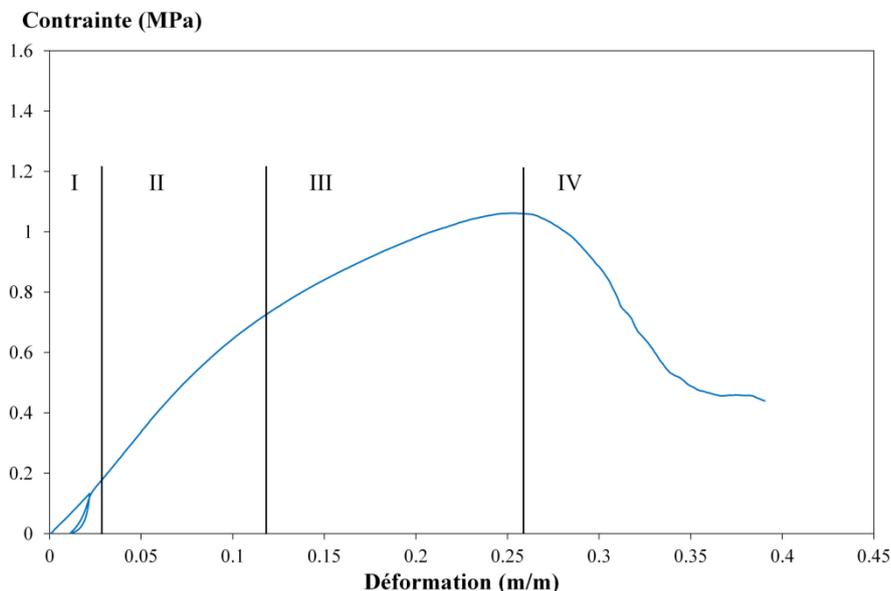


Figure VI-2 : Courbe contrainte – déformation : cas du fort dosage en liant (ASC- 0.5)

Dans le cas d'une formulation à faible dosage en liant (Figure VI-3), la courbe contrainte-déformation ne présente pas de pic de contrainte. Son absence peut s'expliquer par le pilotage de l'essai. En effet, 10 cm de déplacement n'est pas suffisant pour atteindre la rupture du matériau. Pour ce type de courbe, on peut distinguer trois zones : la première correspond au domaine quasi réversible du comportement du matériau, la deuxième correspond à la transition vers un comportement élasto-plastique et à l'initiation de l'endommagement de la matrice, et la troisième phase qui est d'abord

quasi linéaire correspond à une large et en grande partie irréversible déformation des particules de chènevotte, ponctuée par une augmentation de la contrainte due à la densification et à la compaction du matériau.

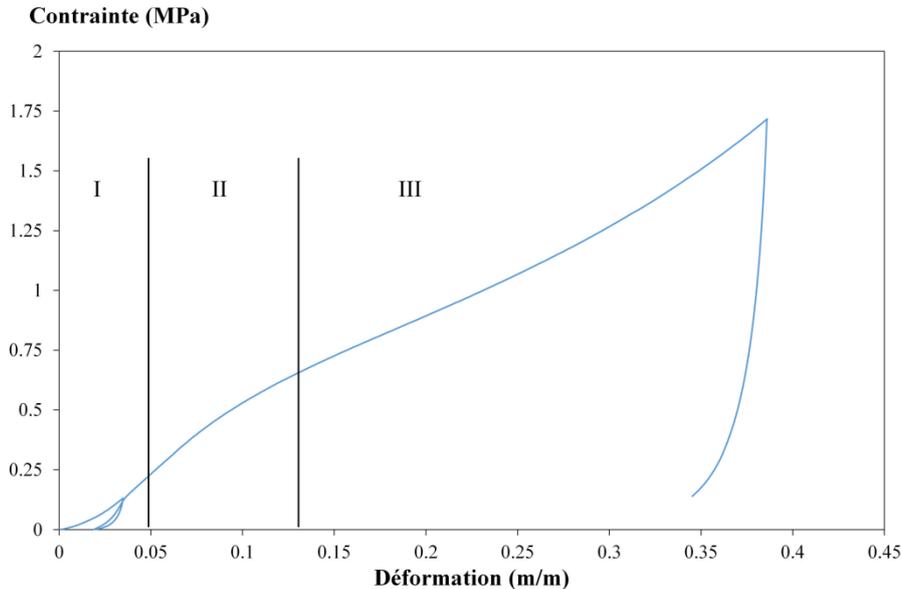


Figure VI-3 : Courbe contrainte – déformation : cas du faible dosage en liant (ASC- 0.75)

L'analyse des résultats regroupés dans l'annexe 2 permet de dégager différentes tendances, en fonction du type de matrice et du rapport C/L. Sur la Figure VI-7, une illustration des résultats est présentée. Pour chaque formulation (type de liant et rapport C/L) une des courbes moyennes représentatives des essais de compression est tracée. Les figures VI-4, VI-5 et VI-6 permettent de visualiser l'état des échantillons en fin d'essai pour chaque formulation, ce qui permet de constater que certains échantillons sont très détruits alors que d'autres conservent une certaine intégrité de leur forme.

Pour la formulation TC avec un dosage en liant élevé ($C/L=0.4$), le pic apparaît pour une déformation de 12% (Figure VI-7a). Pour un dosage en liant intermédiaire ($C/L= 0.5$ et 0.61) le pic apparaît pour des déformations comprises entre 25% et 30%. Pour un dosage en liant faible ($C/L=0.75$), le pic n'est pas observé.

Pour les formulations AC avec un rapport chanvre sur liant égal à 0.4, 0.455 et 0.5 (Figure VI-7b), la contrainte maximale apparaît pour des déformations comprises entre 25% et 30%. Pour le composite avec un rapport chanvre sur liant égal à 0.75, la compression ne conduit pas à un maximum de la courbe, mais induit un compactage continu avec augmentation de la contrainte. Ce phénomène de compaction est similaire à ce qui est observé dans certains matériaux très poreux sous compression ou contrainte d'indentation [Nguyen et al., 2009 ; Arnaud et Gourlay, 2012 ; Tronet, 2013 ; Akkaoui, 2014 ; Younes, 2017].

Pour la formulation CC (Figure VI-7b), la courbe contrainte-déformation ne présente pas de pic, un phénomène de compaction est systématiquement observé. Pour un même rapport chanvre sur liant ($C/L=0.5$), la formulation AC ne présente pas ce phénomène de compaction. Cela peut s'expliquer par la nature de la matrice liante. En effet, les fines issues de boues de lavage utilisées pour la fabrication des formulations AC est plus argileuse que la terre Claytec utilisée pour la fabrication de la formulation CC. Ce qui induit un comportement moins ductile pour AC que CC avec un même rapport chanvre sur liant.

Pour les formulations ASC avec un rapport chanvre sur liant égal à 0.4 et 0.455 (Figure VI-7c), la contrainte maximale apparaît pour des déformations comprises entre 25% et 30%. Les autres composites conduisent à un phénomène de compaction.

Les courbes contrainte-déformation des formulations AC, ASC et TC avec un rapport chanvre sur liant très élevé ($C/L = 0.75$) présentent un long plateau de ductilité. De plus, une inflexion de la courbe est observée lorsque les déformations deviennent voisines de 20% pour TC et 25% pour AC et ASC. Au-delà de ces déformations la courbe recommence à augmenter. Le comportement des matériaux devient semblable au comportement des particules de chanvre en vrac, le liant fortement endommagé dont la concentration ne joue plus un rôle mécanique majeur. Pour une déformation importante, les particules de chènevotte s'écrasent et entraînent une rigidification du matériau. Chaque chènevotte se comporte comme une coquille souple qui se déforme de manière régulière [Cerezo, 2005].

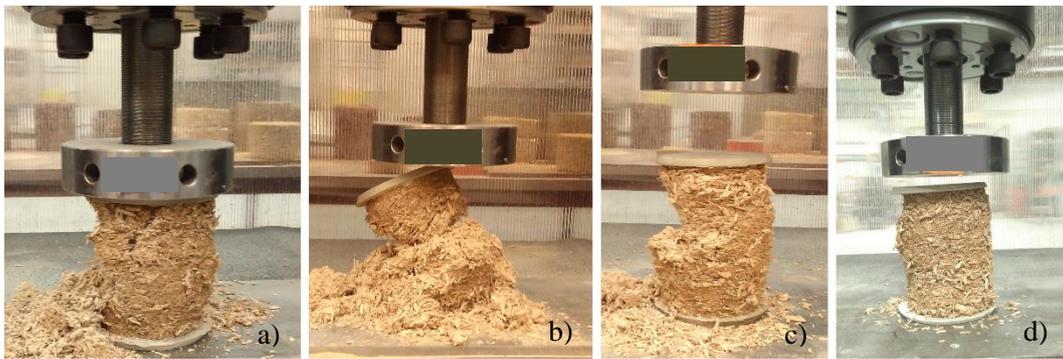


Figure VI-4 : Image des échantillons en fin d'essai pour les formulations AC – a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5, d) AC- 0.75

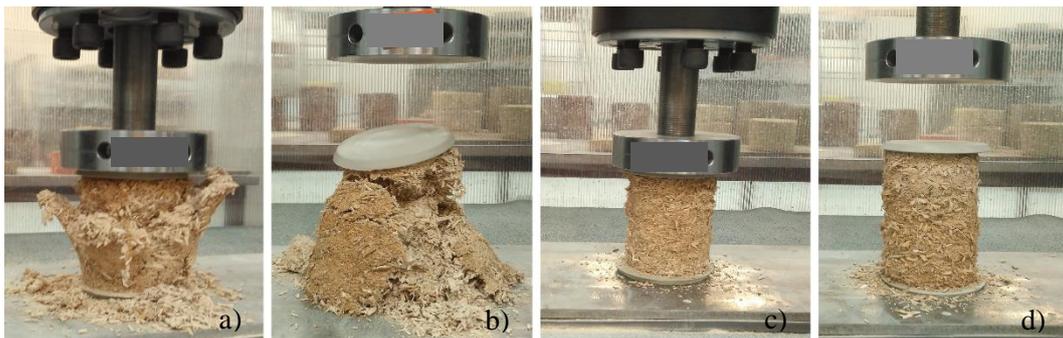


Figure VI-5 : Image des échantillons en fin d'essai pour les formulations ASC – a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5, d) ASC- 0.75

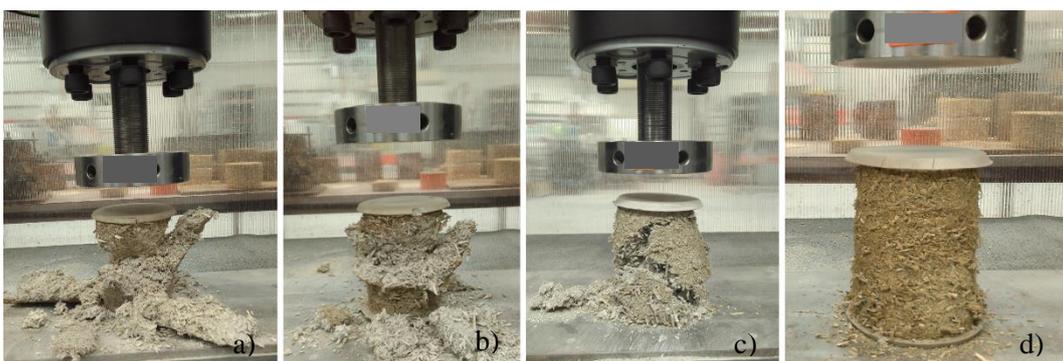


Figure VI-6 : Image des échantillons en fin d'essai pour les formulations TC – a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61, d) TC- 0.75

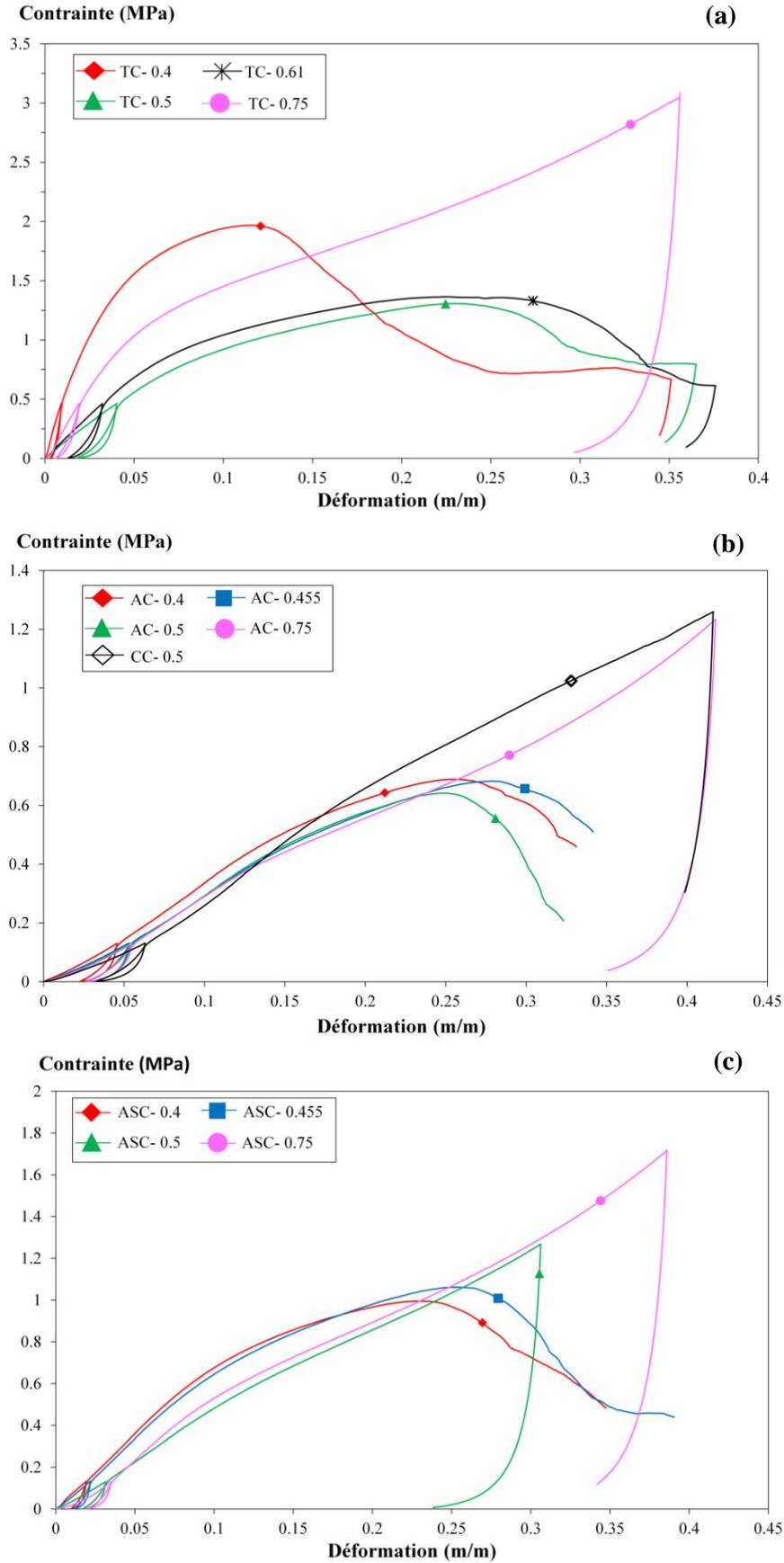


Figure VI-7 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des différentes formulations - a) TC, b) AC et CC, c)ASC

Les différentes formulations sont caractérisées par un comportement élasto-plastique marqué avec des déformations plastiques présentes dès les faibles niveaux de sollicitation. Le point d'inflexion sur les courbes est assez peu marqué. Vis-à-vis de la rupture, le matériau ne présente pas une rupture fragile. Pour une concentration en chènevottes suffisante, il est susceptible de subir de fortes déformations sans rupture brutale. De plus, lors des essais en compression et une fois la charge ultime atteinte, ce matériau se déforme encore beaucoup tout en résistant à des charges relativement élevées.

VI.2 Résistance en compression

L'évolution de la résistance en compression des formulations en fonction du rapport chanvre / liant est représentée sur la Figure VI-8 et les valeurs sont regroupées dans le Tableau VI-1. On constate que, quel que soit le rapport chanvre sur liant, les meilleures résistances mécaniques sont obtenues pour les formulations TC. Ce résultat peut s'expliquer par les meilleures propriétés mécaniques de la matrice liante de TC que celles de AC et de ASC. On remarque aussi que les formulations ASC ont une résistance en compression plus élevée que les formulations AC. On peut voir clairement que la stabilisation des fines améliore la résistance en compression de 20 à 43% en fonction du rapport chanvre / liant. Cela s'explique par l'amélioration des propriétés mécaniques de la matrice liante. La résistance en compression de toutes les formulations varie entre 0.39 MPa et 1.40 MPa. Ces valeurs sont dans la gamme des valeurs trouvées pour le béton de chanvre dans la littérature, qui se situent entre 0.1 MPa et 0.8 MPa [Elfordy et al., 2008 ; Arnaud et Gourlay, 2012]. De plus, la résistance en compression de toutes les formulations produites répond aux exigences des règles professionnelles françaises pour les constructions en béton de chanvre pour l'utilisation prévue (résistance minimale à la compression de 0.2 MPa pour un mur, 0.05 MPa pour le toit) [CenC, 2010].

Pour les différentes formulations, la résistance en compression diminue lorsque le rapport chanvre / liant augmente. La diminution des performances est plus faible dans le cas des formulations AC. En fait, la résistance en compression diminue de 31%, de 17% et de 28% pour ASC, AC et TC respectivement lorsque le rapport chanvre sur liant varie de 0.4 à 0.75. La diminution de la résistance en compression avec le rapport chanvre sur liant peut s'expliquer par l'augmentation de la porosité, ce qui a déjà été montré par plusieurs travaux antérieurs [Jorillo et Shimizu, 1992 ; MacVicar et al., 1999].

La résistance en compression est fortement influencée par la variation de la masse volumique, comme pour le béton de chanvre [Elfordy et al., 2008 ; Arnaud et Gourlay, 2012] (Figure VI-9). On observe une évolution quasi linéaire. Pour la gamme de la masse volumique étudiée, les matériaux présentent une résistance en compression plus élevée que celle des bétons de chanvre-chaux étudiés par Elfordy [Elfordy et al., 2008]. Cet écart peut s'expliquer par la méthode de mise œuvre des composites pendant la fabrication. En effet, la mise en place des composites à l'état frais, dans notre étude, est réalisée par l'application d'une contrainte de 0.1 MPa qui contribue à l'amélioration du collage aux interfaces et qui conduit à l'orientation préférentielle des particules de chènevotte, dans la direction perpendiculaire à la direction de compactage. Par contre dans l'étude d'Elfordy [Elfordy et al., 2008], la fabrication des échantillons est faite par projection, il est donc probable que l'orientation des particules reste globalement plus aléatoire avec cette dernière méthode.

$$\sigma_{TC} = 0.0033 \times \rho - 0.6085 \quad \text{Eq. VI-1}$$

$$\sigma_{AC} = 0.0006 \times \rho + 0.1539 \quad \text{Eq. VI-2}$$

$$\sigma_{ASC} = 0.0013 \times \rho - 0.0341 \quad \text{Eq. VI-3}$$

Tableau VI-1 : Bilan de la résistance en compression des différentes formulations

Formulations	Masse volumique (kg/m ³)		Rc (MPa)		R 10% (MPa)		R 30% (MPa)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
TC- 0.4	613.1	11.17	1.40	0.116	2.03	0.204	2.05	0.221
TC- 0.5	507.9	17.64	1.01	0.042	0.99	0.132	1.35	0.119
TC- 0.61	471.4	8.44	0.89	0.045	1.03	0.088	1.55	0.216
TC- 0.75	474.1	19.83	1.00	0.102	1.36	0.134	2.31	0.445
AC- 0.4	509.5	7.46	0.48	0.006	0.35	0.018	0.64	0.217
AC- 0.455	477.4	5.88	0.47	0.004	0.30	0.015	0.74	0.057
AC- 0.5	451.5	6.19	0.43	0.007	0.29	0.010	0.78	0.278
AC- 0.75	373.7	6.81	0.39	0.001	0.28	0.009	0.81	0.013
ASC- 0.4	577.4	3.49	0.68	0.009	0.68	0.020	0.93	0.082
ASC- 0.455	524.6	8.80	0.64	0.019	0.61	0.031	0.99	0.084
ASC- 0.5	475.2	6.37	0.58	0.007	0.50	0.018	1.16	0.101
ASC- 0.75	410.3	8.09	0.47	0.007	0.53	0.012	1.26	0.010
CC- 0.5	446.2	4.23	0.53	0.001	0.29	0.028	0.92	0.122

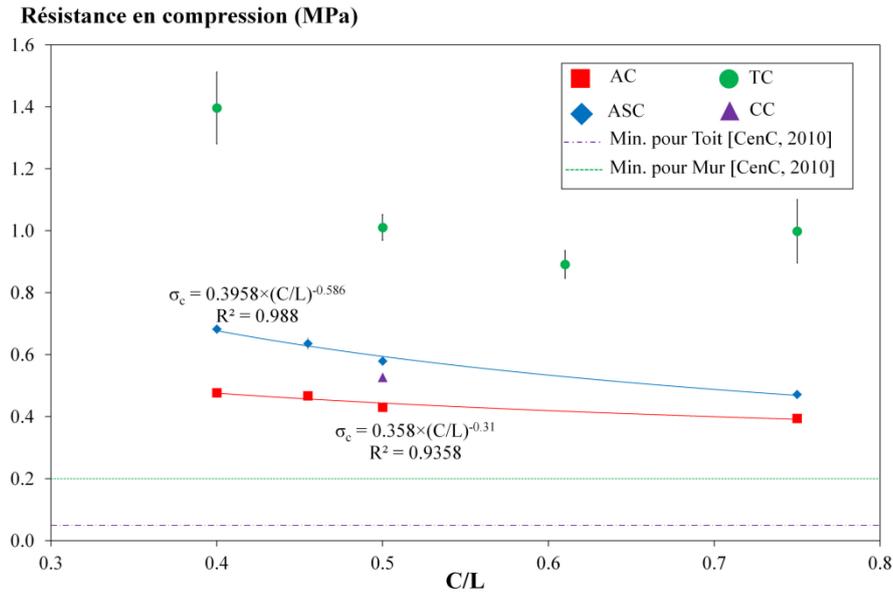


Figure VI-8 : Résistance en compression en fonction du rapport chanvre sur liant

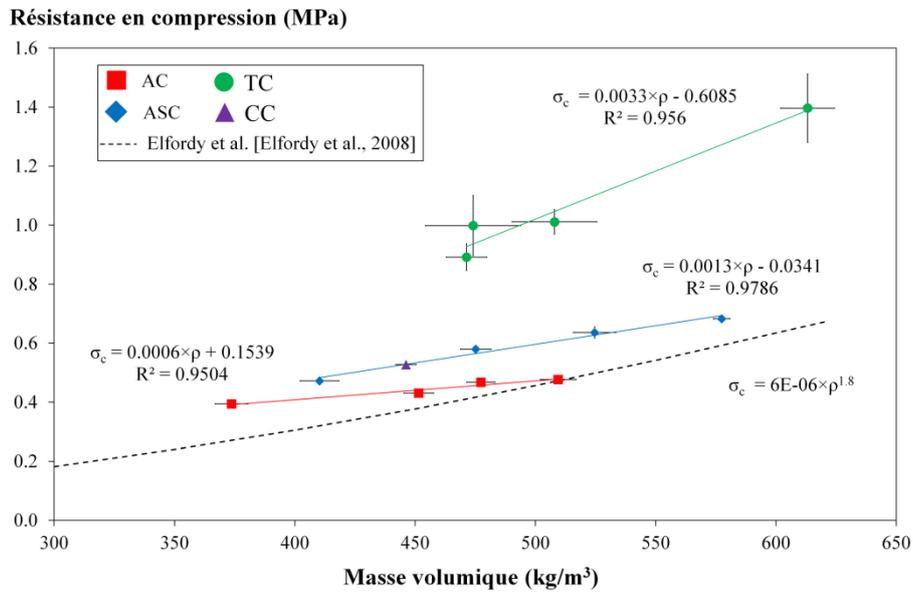


Figure VI-9 : Résistance en compression en fonction de la masse volumique

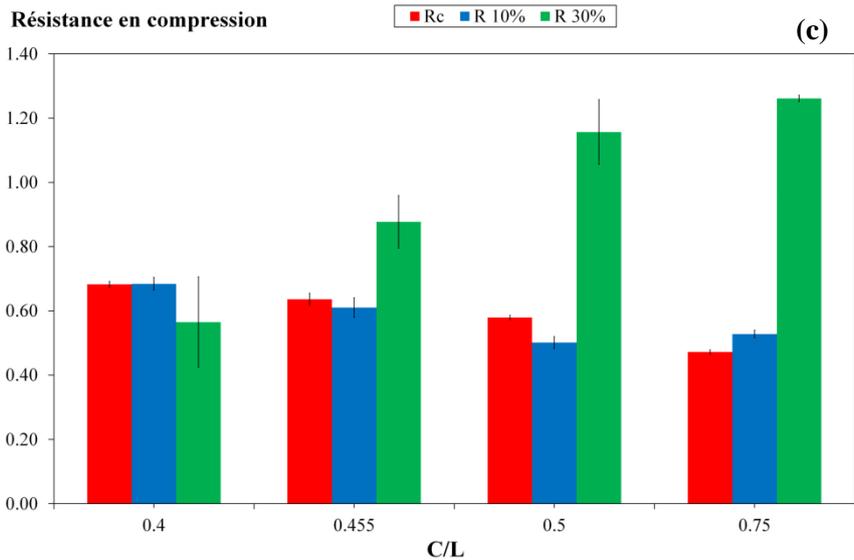
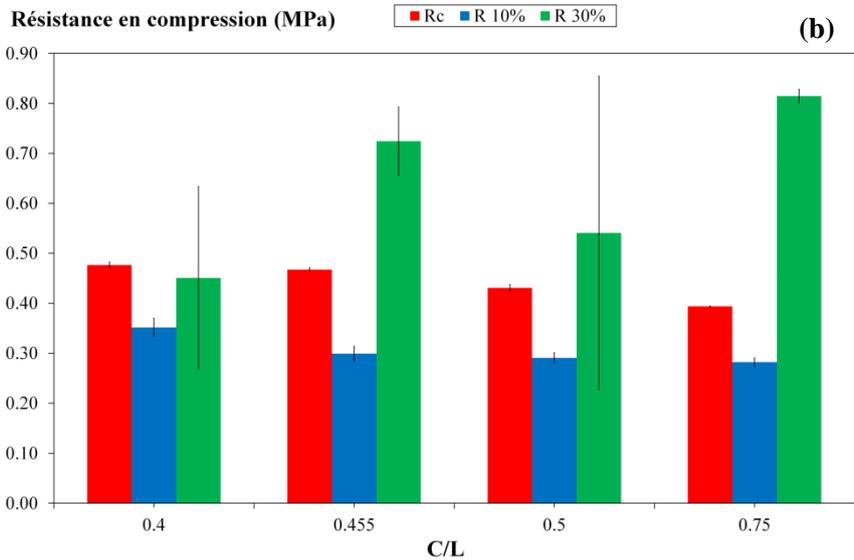
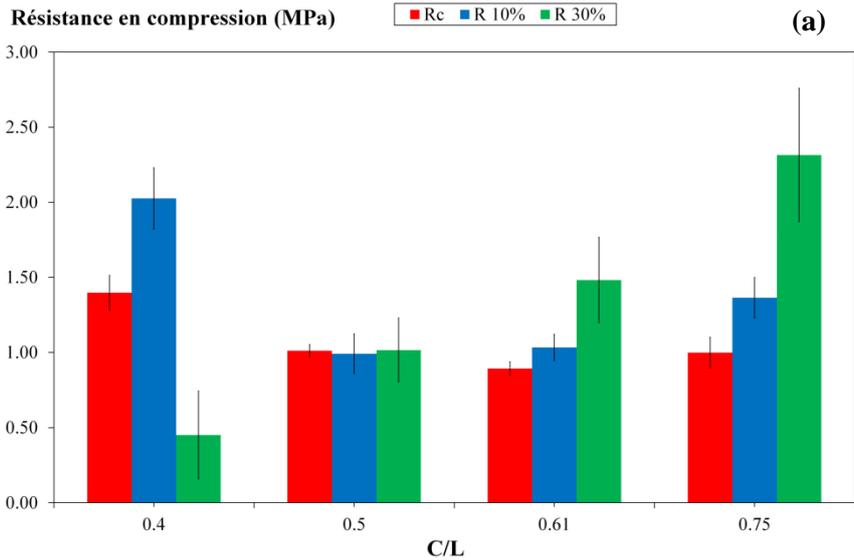
VI.3 Contraintes à 10% et 30% de déformations

La contrainte de compression identifiée pour des déformations de 10% et 30% est évaluée à partir de chaque courbe de comportement en compression (voir tableau VI-1). L'évolution de ces deux contraintes caractéristiques en fonction des paramètres de formulation et de la nature du liant est analysée en prenant la résistance en compression R_c comme référence (Figure VI-10).

Pour les formulations AC, CC et ASC, quel que soit le rapport chanvre sur liant, la contrainte à 10% de déformation ($R_{10\%}$) est généralement inférieure à la résistance en compression. Pour les formulations TC, on remarque que la contrainte à 10% de déformation est égale ou supérieure à la résistance en compression (R_c). La contrainte à 10% de déformation est une caractéristique souvent utilisée pour caractériser la résistance en compression des matériaux compactants dans l'industrie du bois. Les valeurs mesurées permettent de constater que la résistance en compression évaluée à partir du point d'inflexion sur la courbe et la contrainte à 10% de déformation sont assez voisines.

L'analyse des contraintes à 30% de déformation permet de constater que la dispersion est très élevée pour toutes les formulations (Tableau VI-1). Cet écart est lié à une reproductibilité de la destruction de la matrice liante moins importante. Pour les formulations avec un rapport chanvre sur liant compris entre 0.455 et 0.75, quel que soit le liant, on remarque que la contrainte à 30% de déformation est supérieure à la résistance en compression. Les formulations présentent une grande capacité de déformation, pouvant aller jusqu'à 35% sans comporter de rupture fragile. Le régime est alors essentiellement compactant. Les cas où la contrainte $R_{30\%}$ est inférieure, voire très inférieure à la résistance en compression, correspondent à un comportement plus fragile avec un pic plus ou moins marqué sur les courbes.

On remarque que la contrainte à 30% de déformation diminue avec la masse volumique (figure VI-11). A faible masse volumique, un réarrangement et une déformation des particules aisés impliquent une importante diminution des porosités inter-granulaires et intra-granulaires qui conduit à la compaction du matériau.



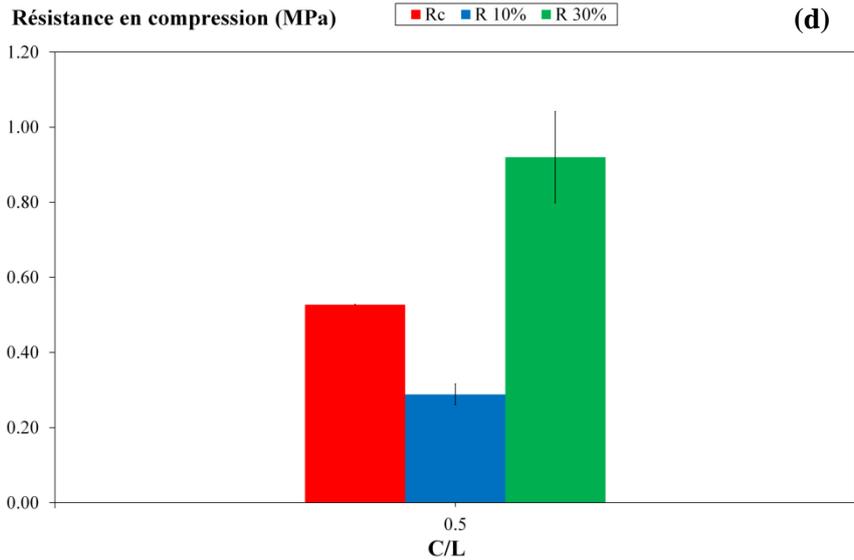


Figure VI-10 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du rapport chanvre sur liant des différentes formulations - a) TC, b) AC, c) ASC, d) CC

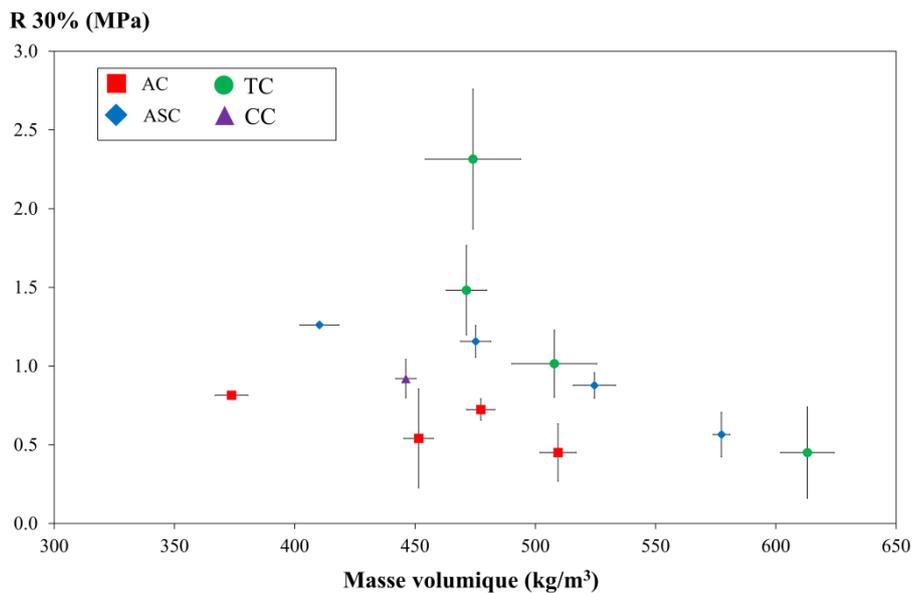


Figure VI-11 : Contrainte à 30% de déformation (R 30%) en fonction de la masse volumique

VI.4 Modules apparents et élastiques

VI.4.1 Module apparent

Le module apparent est estimé sur la courbe contrainte-déformation dans la zone I de l'enregistrement selon le protocole décrit dans le chapitre II, à l'image de ce qui est fait par [Niyigena, 2016]. Les valeurs identifiées sont regroupées dans le tableau VI-2.

Tableau VI-2 : Modules apparents et élastiques des différentes formulations

Formulations	Masse volumique (kg/m ³)		Ea1 (MPa)		Ea2 (MPa)		Ee (MPa)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
TC- 0.4	613.1	11.17	50.84	1.553	42.94	5.818	127.45	4.049
TC- 0.5	507.9	17.64	12.93	2.713	9.77	2.700	84.95	0.522
TC- 0.61	471.4	8.44	13.86	0.822	10.73	1.277	77.53	0.967
TC- 0.75	474.1	19.83	26.29	0.946	17.71	2.559	71.06	8.365
AC- 0.4	509.5	7.46	3.27	0.238	4.04	0.137	26.12	0.672
AC- 0.455	477.4	5.88	2.80	0.139	3.74	0.162	23.52	0.842
AC- 0.5	451.5	6.19	2.76	0.039	3.73	0.052	20.19	0.638
AC- 0.75	373.7	6.81	2.62	0.087	3.64	0.102	16.25	0.210
ASC- 0.4	577.4	3.49	7.36	0.644	7.58	0.126	55.97	0.343
ASC- 0.455	524.6	8.80	5.96	0.423	7.01	0.358	48.28	0.609
ASC- 0.5	475.2	6.37	4.76	0.424	5.47	0.160	36.56	0.112
ASC- 0.75	410.3	8.09	4.58	0.808	5.76	0.026	25.96	0.681
CC- 0.5	446.2	4.23	2.39	0.127	4.14	0.205	21.76	0.382

Les formulations TC présentent les modules apparents les plus élevés, quel que soit le rapport chanvre sur liant. Pour ces formulations, on peut remarquer que le module apparent Ea2 est inférieur à Ea1. Ce résultat peut être expliqué par l'endommagement de la matrice liante au cours du premier cycle de chargement qui pénalise la rigidité du matériau.

Les formulations ASC se placent en seconde position. Les autres formulations sont encore moins rigides.

Pour les formulations ASC et AC, le module apparent Ea2 est supérieur au module apparent Ea1, de 3 à 26% pour ASC et de 24 à 39% pour le AC en fonction du rapport chanvre / liant. Dans ce cas, le cycle de chargement-déchargement conduit à améliorer le module apparent, certainement en affectant la compacité et/ou l'orientation des particules.

L'effet du rapport chanvre sur liant sur le module apparent est représenté sur la Figure VI-12. Le module apparent diminue avec la teneur en chanvre, comme mentionné par d'autres études incorporant des fibres de chanvre ou des chènevottes [Tronet, 2013 ; Del Valle-Zermeño et al., 2016]. Pour ASC, le module apparent Ea1 diminue de 38% lorsque le rapport chanvre sur liant varie de 0.4 à 0.75. La formulation AC montre une diminution moins significative (20%) du module apparent Ea1 pour la même variation du rapport chanvre sur liant.

L'effet de la masse volumique sur le module apparent Ea1 et Ea2 est représenté sur la Figure VI-13. Pour CC, l'impact de la densité sur Ea1 et Ea2 n'est pas mis en évidence.

Les valeurs de module apparent requises par les règles professionnelles françaises pour le bâtiment en béton de chanvre [CenC, 2010] sont reportées sur les figures VI-15 et VI-16. Il est aisé de constater que les différentes formulations de type toit (C/L = 0.75) conduisent à une valeur de Ea supérieure au module apparent minimum exigé qui est de 3 MPa. Les différentes formulations avec un rapport chanvre sur liant égal à 0.5 (application mur) ont un module apparent inférieur au module minimal exigé qui est de 15 MPa.

A l'image de ce qui est discuté par [Niyigena, 2016], le module apparent n'est pas très représentatif du comportement réellement réversible (élastique) de ce type de matériau potentiellement endommageable et compactant. Pour cette raison, il convient d'analyser l'évolution du module élastique qui est déterminé sur les cycles de déchargement-rechargement tel que décrit dans le chapitre II.

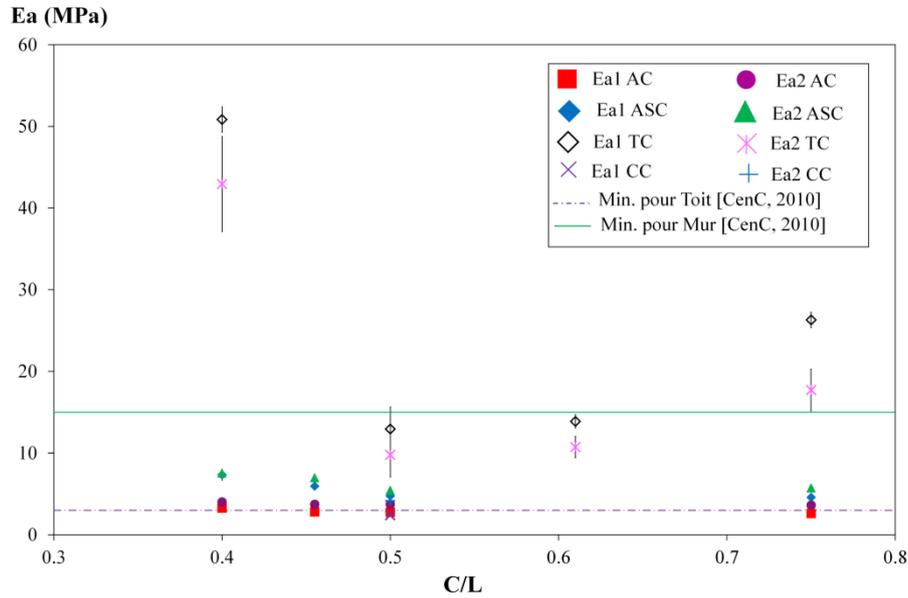


Figure VI-12 : Module apparent en fonction du rapport chanvre sur liant

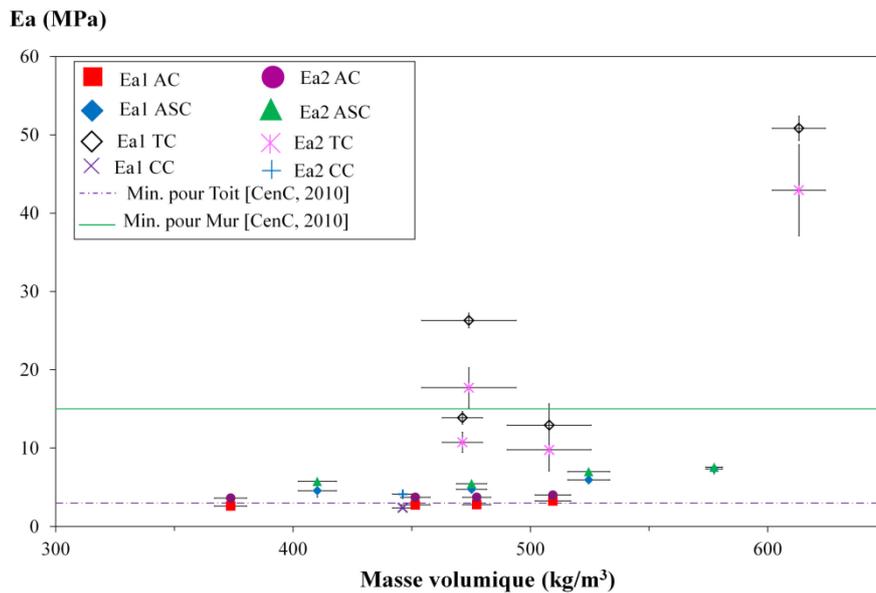


Figure VI-13 : Module apparent en fonction de la masse volumique

VI.4.2 Module Élastique

La Figure VI-14 montre l'évolution du module élastique des différentes formulations en fonction du rapport chanvre / liant. Les formulations TC ont le meilleur module élastique quel que soit le rapport chanvre sur liant. Les formulations ASC sont en seconde position alors que AC et CC sont les composites les plus souples.

Le module élastique diminue logiquement avec le rapport chanvre sur liant de façon beaucoup plus nette que ce qui est constaté dans le cas du module apparent. La relation entre le module d'élasticité et le rapport chanvre / liant est donnée par les équations Eq. VI-4, Eq. VI-5 et Eq. VI-6 suivantes:

$$Ee_{TC} = 51.549 \times \left(\frac{C}{L}\right)^{-0.892} \quad \text{Eq. VI-4}$$

$$Ee_{AC} = 12.878 \times \left(\frac{C}{L}\right)^{-0.742} \quad \text{Eq. VI-5}$$

$$Ee_{ASC} = 17.744 \times \left(\frac{C}{L}\right)^{-1.212} \quad \text{Eq. VI-6}$$

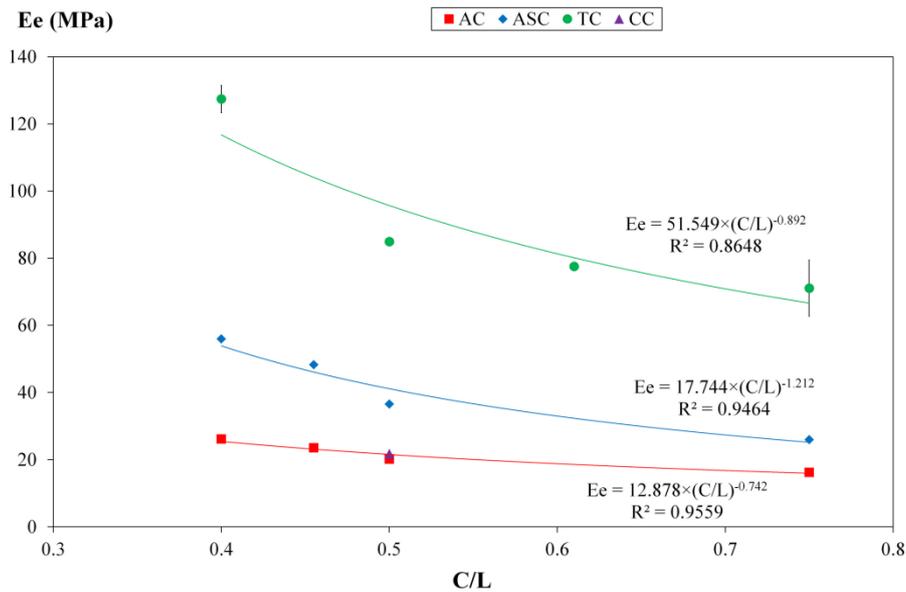


Figure VI-14 : Module élastique en fonction du rapport chanvre sur liant

La Figure VI-15 permet de visualiser l'évolution du module élastique en fonction de la masse volumique. Pour chaque type de composition, une relation linéaire est identifiée. Ces tendances sont beaucoup plus franches que ce que l'on peut constater dans le cas des modules apparents. L'augmentation relative du module élastique est beaucoup plus élevée pour ASC et TC que pour AC. Le module élastique augmente de 79 %, 61 % et 116 % lorsque la masse volumique augmente de 29 %, 36 % et 41 % pour TC, AC et ASC respectivement.

En se référant aux valeurs de module requises, exprimées dans les règles professionnelles françaises pour les structures en béton de chanvre [CenC, 2010], il apparaît que, quel que soit le composite (tous liants considérés et pour toute valeur C/L) les valeurs minimales sont dépassées.

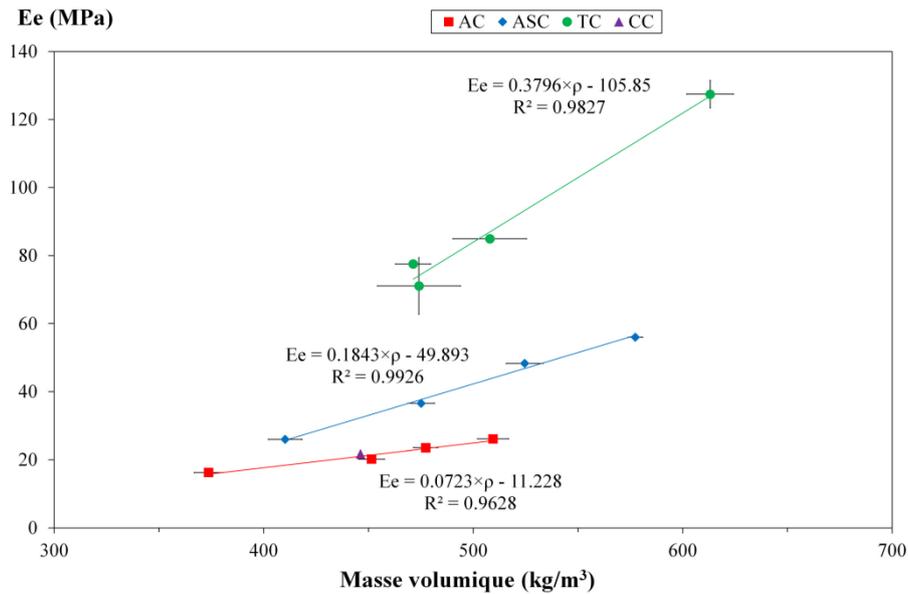


Figure VI-15 : Module élastique en fonction de la masse volumique

VI.5 Résistance en traction

La résistance en traction par fendage est identifiée à partir du maximum d'effort de fendage d'éprouvettes cylindriques (voir chapitre II). Pour les composites TC, plus dosés en liant, on a remarqué une rupture des échantillons assez franche en deux morceaux couturés par quelques chènevottes. Pour les autres matériaux, plus ductiles, la déformation au contact du plateau est très importante. L'interprétation des résultats de résistance en traction obtenus à partir de la relation conventionnelle devient donc discutable. Toutefois, les valeurs des résistances en traction sont indiquées dans le tableau VI-3.

Tableau VI-3 : Résistance en traction des différentes formulations

Formulations	Masse volumique (kg/m ³)		Rt (MPa)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
TC- 0.4	612.5	7.18	0.389	0.010
TC- 0.5	509.1	5.49	0.105	0.002
TC- 0.61	467.8	1.84	0.114	0.003
TC- 0.75	473.9	1.57	0.143	0.032
AC- 0.4	511.0	4.44	0.026	0.002
AC- 0.455	475.9	5.96	0.026	0.001
AC- 0.5	456.7	2.67	0.022	0.001
AC- 0.75	368.7	8.57	0.021	0.002
ASC- 0.4	576.1	0.91	0.059	0.000
ASC- 0.455	525.2	15.12	0.049	0.001
ASC- 0.5	476.0	0.69	0.036	0.004
ASC- 0.75	409.1	6.23	0.026	0.001
CC- 0.5	444.3	0.95	0.034	0.004

Comme dans le cas de la résistance en compression, les formulations TC présentent la meilleure résistance en traction quel que soit le rapport chanvre sur liant. Les formulations ASC se

placent en seconde position et les composites AC et CC sont logiquement les moins résistants. La formulation CC présente une résistance en traction légèrement supérieure à celle de la formulation AC pour le même rapport chanvre sur liant.

Les évolutions de la résistance en fonction du rapport C/L et de la masse volumique sont indiquées sur les figures VI-16 et VI-17.

Les résultats obtenus sont assez semblables à ceux correspondant à la résistance en compression avec des valeurs de dix à vingt fois plus faibles.

La résistance en traction est fortement influencée par le rapport chanvre sur liant (Figure VI-16). Elle diminue de 55% pour ASC, et de 17% pour AC et de 63% pour TC lorsque le rapport chanvre sur liant augmente de 0.4 à 0.75.

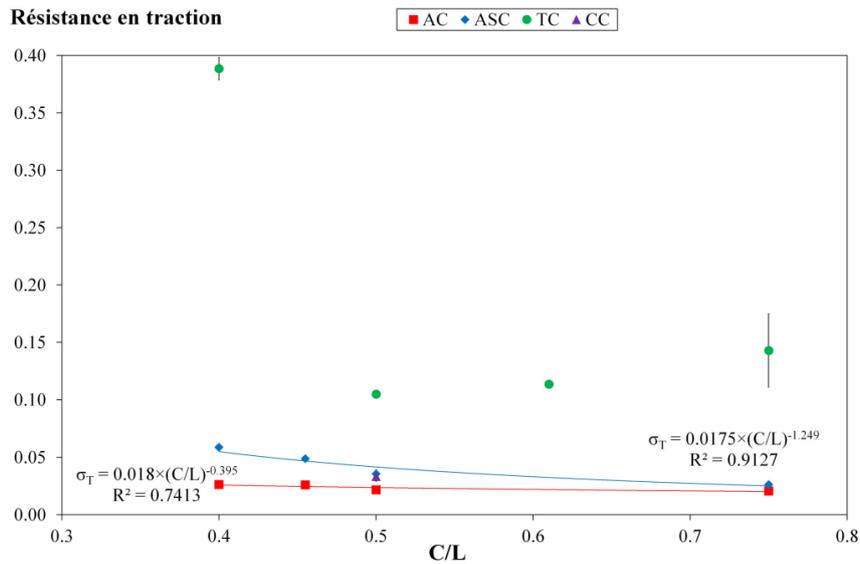


Figure VI-16 : Résistance en traction en fonction du rapport chanvre sur liant

La résistance en traction augmente linéairement avec la masse volumique (Figure VI-17). Comme dans le cas de la résistance en compression, la résistance en traction des formulations ASC est plus influencée par la masse volumique que les formulations AC.

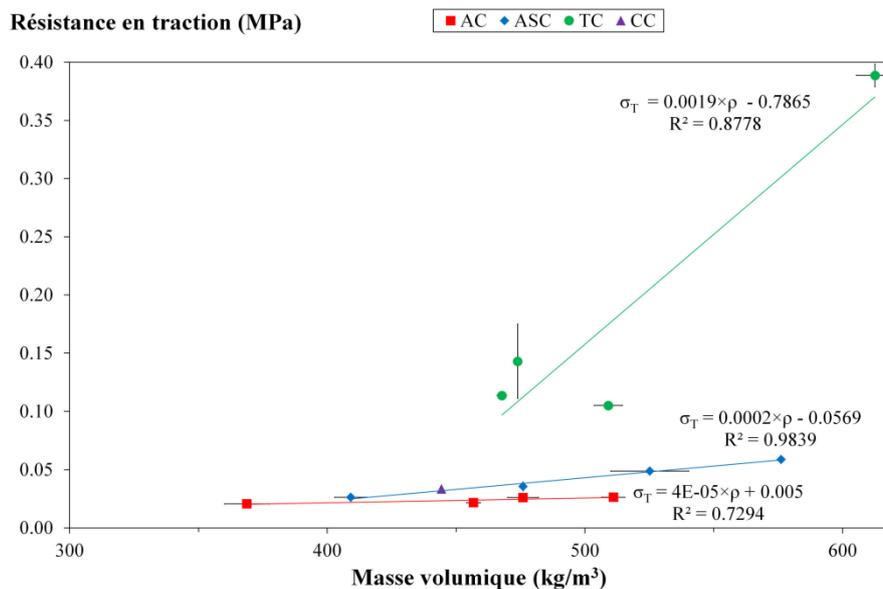


Figure VI-17 : Résistance en traction en fonction de la masse volumique

VI.6 Corrélations entre les caractéristiques mécaniques

Les évolutions linéaires du module élastique et de la résistance à la compression avec la masse volumique (Figure VI-9 et Figure VI-15) induisent une relation linéaire entre le module élastique et la résistance à la compression. Cette relation est mise en évidence à la Figure VI-18 avec une très bonne corrélation, associant les données obtenues pour tous les types de composites. De tels résultats ont également été observés sur d'autres bétons de chanvre [Chamoin, 2013].

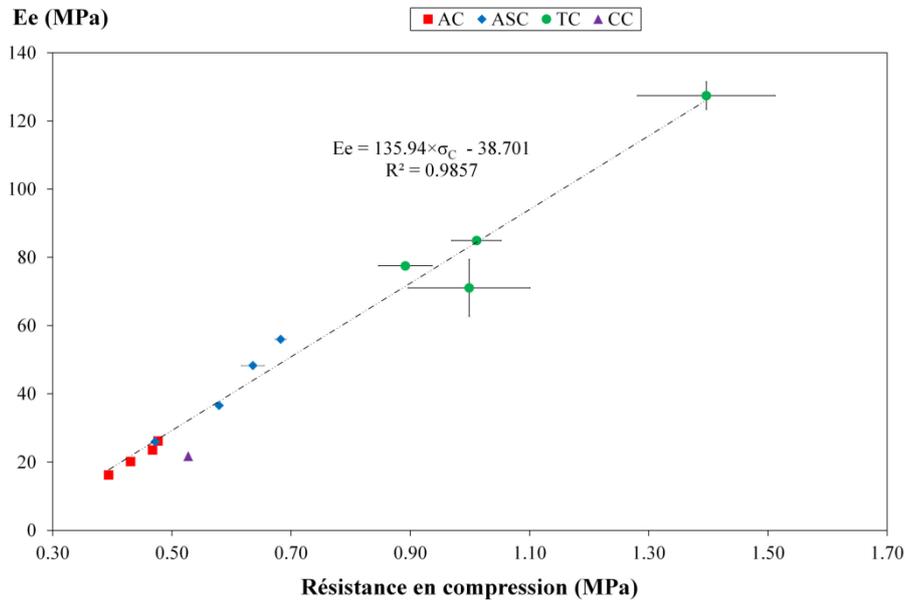


Figure VI-18 : Module élastique en fonction de la résistance en compression

Pour chaque type de formulation, on a pu remarquer que la résistance en compression évolue de façon coordonnée avec la résistance en traction. En associant les données de tous les composites, (Figure VI-19), aucun caractère linéaire universel ne semble s'appliquer. Par contre, un ajustement logarithmique semble présenter une très bonne corrélation ((Eq. VI-7, $R^2 = 0.9827$)).

$$\sigma_c = 0.3327 \times \log(\sigma_t) + 1.6759$$

Eq. VI-7

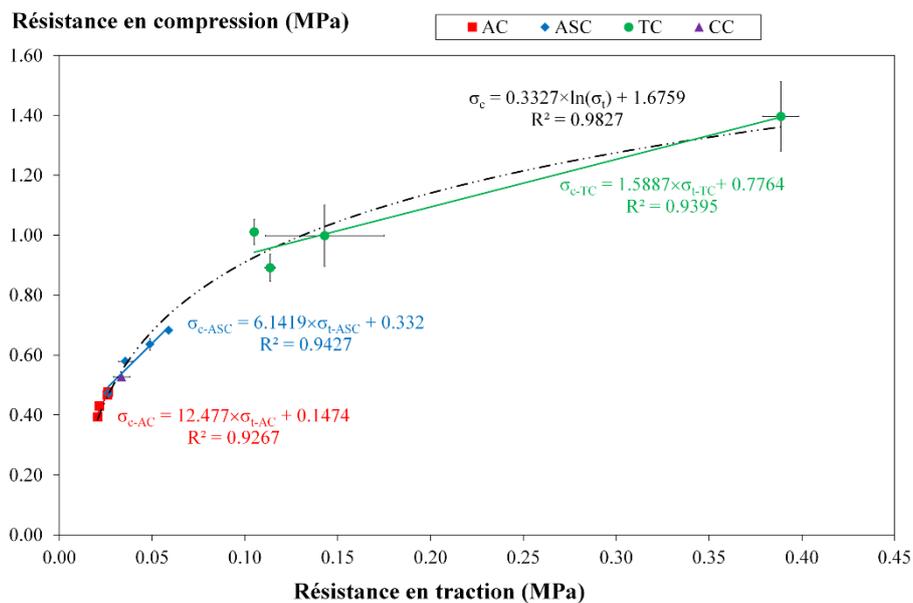


Figure VI-19 : Résistance en traction en fonction de la résistance en compression

L'interprétation de l'évolution entre la résistance en compression et la contrainte R30% est également intéressante à analyser (Figure VI-20). Ce graphique permet une lecture directe. Si le point caractéristique d'un composite est situé au-dessus de la bissectrice, le comportement en compression est de type compactant. Au contraire, pour un point situé sous la bissectrice, le comportement est plus fragile.

Une augmentation de C/L déplace le point caractéristique d'un composite vers le domaine compactant. Les courbes de tendance de chaque famille permettent d'identifier quelles seraient les valeurs de C/L nécessaire pour passer d'un domaine compactant, vers le domaine de rupture plus fragile.

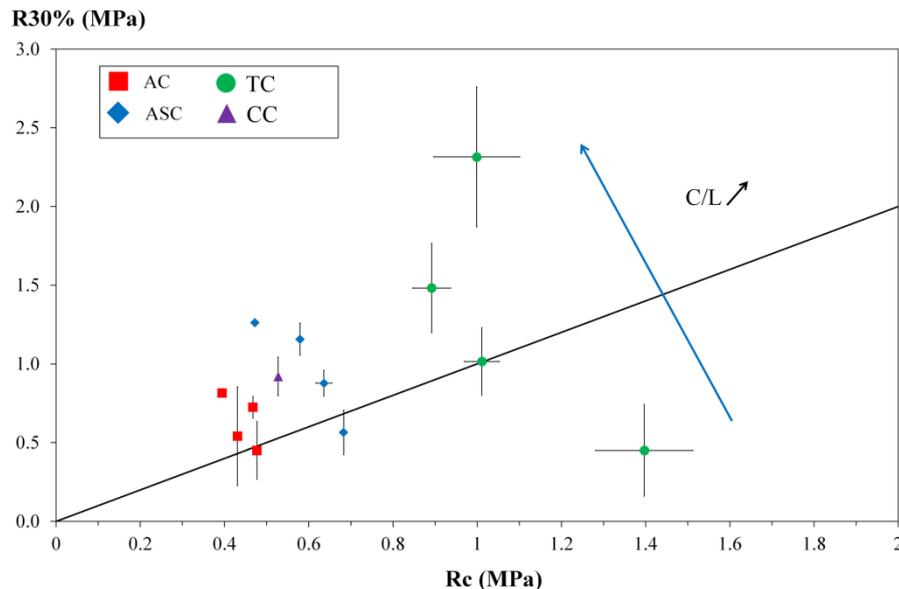


Figure VI-20 : Contrainte à 30% de déformation (R 30%) en fonction de la résistance en compression

Les résistances en compression des composites peuvent être comparées à celles des pâtes de liants dont la caractérisation des performances est présentée dans le chapitre III. Rappelons qu'un objectif de résistance en compression de 1 MPa sur les fines stabilisées a été évalué pour garantir une résistance du composite de minimum de 0.2 MPa, minimum requis par les règles professionnelles de Construire en Chanvre [CenC, 2010].

La Figure VI-21 permet de comparer les résultats obtenus sur les composites et les pâtes correspondantes. Le tout est placé dans un repère semi logarithmique.

Dans le cas du liant ThermO[®], on peut constater que le passage de la pâte au composite se traduit par une réduction de la contrainte de compression dans un rapport de 10.

Dans le cas des fines stabilisées, le passage de la pâte au composite se traduit par une réduction de la contrainte de compression dans un rapport de 2 alors que dans le cas des fines le rapport est proche de 1.

La nature de la matrice minérale du composite influence donc largement le résultat. Fixer une résistance de pâte de 1 MPa, estimée à partir des résultats obtenus sur le liant Tradical PF70 était donc largement pénalisant.

Les résultats présentés sont toutefois insuffisants pour aller plus loin dans l'analyse d'un tel rapport de contrainte. Ce sujet reste à envisager dans des travaux ultérieurs.

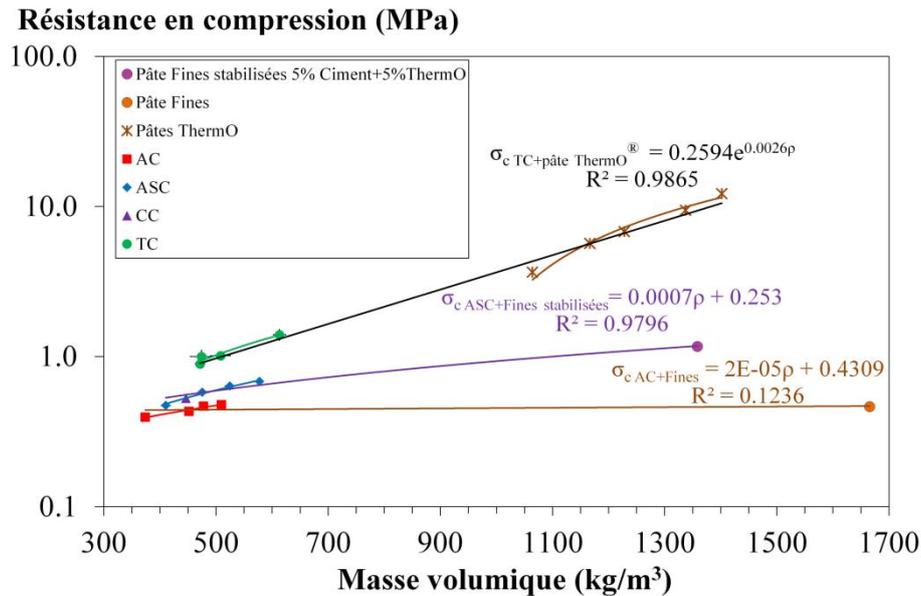


Figure VI-21 : Résistance en compression des composites et des pâtes associées en fonction de la masse volumique

VI.7 Conclusion

Les différents essais mécaniques permettent différents constats :

- Les composites à base de ThermO® sont caractérisés par des niveaux de résistance en compression importants. En fonction de C/L, leur comportement est compactant ou plus ou moins fragile.
- Les composites à base de mélange argileux, ASC, AC et CC présentent un comportement en compression essentiellement compactant.
- La résistance en compression est une fonction décroissante de C/L et croissante de la masse volumique. Ces résultats attendus permettent toutefois de constater que les formulations ASC ont de meilleures propriétés mécaniques que les formulations AC. Ce qui montre l'effet positif de stabilisation des fines.
- La contrainte R10%, généralement utilisée comme valeur de résistance en compression dans l'industrie du bois en présence de milieux compactants, s'avère assez voisine de la résistance en compression associée au point d'inflexion sur les courbes contrainte-déformation.
- L'analyse de l'évolution de R30% en fonction de la résistance en compression permet d'évaluer quel sera le comportement (compactant ou fragile) du composite en fonction de C/L.
- L'évolution de la résistance en traction est assez coordonnée à celle de la résistance en compression. Une évolution de type logarithmique s'affranchissant de la nature du liant semble acceptable.
- Le module apparent des composites reste assez peu élevé et son évolution en fonction de C/L ou de la masse volumique reste difficile à interpréter.
- Les modules élastiques présentent des évolutions beaucoup plus cohérentes avec C/L et la masse volumique. De plus, la corrélation entre ces modules élastiques et la résistance en compression est linéaire et identique pour tous les composites testés.

Vis-à-vis de l'exigence des règles professionnelles françaises pour les constructions en béton de chanvre, il apparaît que les minima sont respectés du point de vue de la résistance en compression mais que les minima de modules apparents ne sont pas atteints pour les formulations de type mur. Si l'on considère les modules élastiques, ces minima sont largement dépassés.

Chapitre VII Comportements hygrique et thermique des composites bio-sourcés

Ce chapitre est consacré à l'étude des propriétés hygrique et thermique des composites produits.

La caractérisation hygrique se base sur la mesure des isothermes de sorption et sur la mesure de la valeur tampon hygrique (MBV) à 23°C. Les isothermes de sorption sont mesurées selon la méthode discontinue par paliers successifs d'humidité relative croissante. Ensuite, le modèle GAB est ajustée sur les points expérimentaux. La valeur tampon hygrique est mesurée selon le protocole du NORDTEST project [Rode et al., 2005].

La caractérisation thermique se base sur la mesure de la conductivité thermique selon le protocole décrit dans le chapitre II. Dans un premier temps, l'influence du rapport C/L et du type de liant sur la conductivité thermique est étudié au point sec. Ensuite, l'effet de l'humidité sur la conductivité thermique des composites est étudié. Les résultats expérimentaux sont complétés par une modélisation par homogénéisation autocohérente.

VII.1 Comportement hygrique

VII.1.1 Isothermes de sorption

VII.1.1.1 Cinétique d'absorption

L'isotherme de sorption est déterminée par paliers successifs d'humidité relative ambiante croissante et à une température de 23°C. Cinq atmosphères différentes sont imposées à l'aide d'une armoire climatique (35%, 50%, 65%, 80%, 90% HR). Pour chaque palier d'humidité relative, un suivi massique est réalisé au cours du temps. Les teneurs en eau correspondantes sont calculées pour chaque échantillon. La teneur en eau d'une formulation correspond à la valeur moyenne des quatre échantillons (Figure VII-1).

Pour les différentes formulations, pour chaque humidité relative, la teneur en eau varie de façon importante dans les 48 heures suivant le changement d'humidité relative, puis le phénomène ralentit jusqu'à l'équilibre.

Pour des humidités relatives ambiantes inférieures ou égales à 65%, les temps de stabilisation sont courts : entre 15 et 20 jours quel que soit le type de formulation.

Pour les formulations TC, les temps stabilisation sont d'environ 60 jours à 80% HR et 150 jours à 90%HR.

Pour les formulations AC, les temps de stabilisation des échantillons à 80%HR sont courts, environ 20 jours. A 90% HR, un développement des moisissures sur la surface des échantillons apparaît après 48 heures d'exposition à 90% HR. L'essai est arrêté pour ces échantillons.

Pour les formulations ASC, les temps de stabilisation des échantillons à 80%HR sont également d'environ 20 jours. A 90%HR, la masse des formulations ASC-0.5 et ASC-0.75 présente une valeur maximale à environ 85 jours, puis décroît en lien avec un développement probable de moisissures. La teneur en eau retenue pour le tracé des isothermes de sorption est calculée avec la masse maximale observée. Pour les formulations ASC-0.4 et ASC-0.455, la stabilisation est poursuivie jusqu'à 150 jours.

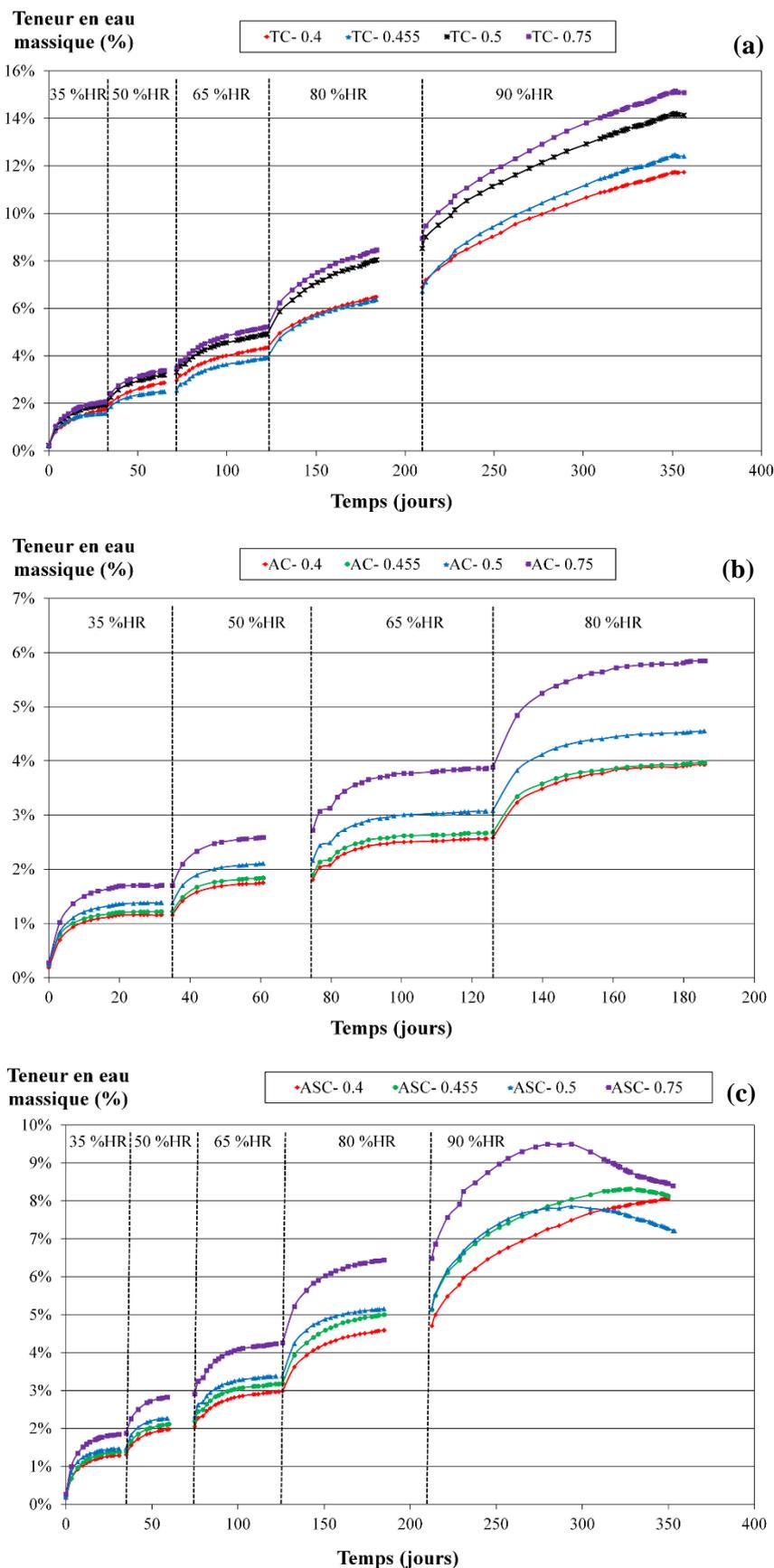


Figure VII-1 : Cinétique d'adsorption des différentes formulations à différentes humidité relative ambiante - a) TC, b) AC, c) ASC

VII.1.1.2 Isothermes d'adsorption

a) Résultats expérimentaux

La Figure VII-2 présente les isothermes d'adsorption obtenues pour les différentes formulations. Les points donnent les valeurs moyennes et les écart-types obtenus expérimentalement sur les teneurs en eau. La modélisation GAB permet de faciliter la lecture des résultats, elle sera présentée dans la section suivante.

Toutes les courbes obtenues sont des sigmoïdes. Selon la classification IUPAC [Sing, 1985], il s'agit d'isothermes de type II ou III, caractéristiques des milieux macroporeux.

Sur la plage d'humidité relative considérée, les formulations TC présentent les plus fortes teneurs en eau. Les formulations à base de fines ont des teneurs en eau similaires, avec des valeurs légèrement plus élevées dans le cas des fines stabilisées.

D'autre part, la teneur en eau est également influencée par le dosage en chanvre. Plus la quantité de chanvre est importante, plus la teneur en eau est élevée.

Ainsi, pour les formulations TC, les teneurs en eau atteignent 11.7 % à 15.2% à 90 %HR, et 6.4 % à 8.5 % à 80%HR. Pour les formulations ASC, les teneurs en eau atteignent 7.9 % à 9.5 % à 90 %HR, et 4.6% à 6.4 % à 80%HR. Enfin, pour les formulations AC, les teneurs en eau atteignent 3.9 % à 5.9 % à 80%HR.

Les teneurs en eau obtenues pour les formulations TC sont légèrement supérieures à celles rencontrées dans la littérature sur des bétons de chanvre. En effet, pour un dosage C/L de 0.5, la teneur en eau est de 2.5 % pour une humidité relative de 50 % et de 12.5 % à 90% HR. Pour un même dosage C/L, avec un liant commercial Tradical PF 70[®] et une mise en œuvre par projection, [Collet et al., 2013] trouvent une teneur en eau d'environ 2.4 % à 50%HR et 8.3% à 90% HR. De Bruijn et Johansson étudient des composites chanvre-chaux avec un dosage C/L de 0.55 [De Bruijn et Johansson, 2013]. A 90%HR, les teneurs en eau volumiques obtenues sont de 25 kg/m³, conduisant à une teneur en eau massique de 6.3 %. Evrard étudie également un béton de chanvre réalisé avec du Tradical PF 70[®] et dosé à C/L=0.5 [Evrard, 2008]. La teneur en eau massique obtenue à 93 %HR est de 9.3 %.

Les teneurs en eau obtenues pour les formulations AC et ASC sont plus élevées que celles obtenues par Ashour et al. [Ashour et al., 2015] qui ont étudié des briques de terre incluant une faible quantité d'orge ou de blé. Ainsi, pour des briques non stabilisées, les teneurs en eau obtenues avec 3 % de blé dans la composition sont de 3.6 % à 80 % HR et 5.6 % à 90 %HR. Avec 3 % d'orge dans la composition, les teneurs en eau à 80 et 90 % HR, sont respectivement de 3.6 et 5 %. Lorsque les briques sont stabilisées avec 10 % de ciment, les teneurs en eau obtenues avec 3 % de blé sont de 3.7 % à 80 % HR et 5 % à 90 %HR (pour l'orge, respectivement 3 et 4 % de teneur en eau). Les différences de teneur en eau entre les formulations AC, ASC et les briques stabilisées de cette étude sont attribuées à la différence de charge, beaucoup plus faible dans le cas de l'étude de Ashour et al.

Les teneurs en eau obtenues pour les formulations ASC sont légèrement inférieures à celles obtenues par Bouguerra et al. [Bouguerra et al., 1999] sur des composites argile-ciment-granulats de bois. En effet, pour des dosages en bois de 30%, les teneurs en eau sont de l'ordre de 4.2 % à 65 %HR, 6.7 % à 80 % HR et 11 % à 90 % HR. Pour des dosages en bois de 40 %, les teneurs en eau sont d'environ 4.3 % à 65%HR, 7.8 % à 80 % HR et 12.9 % à 90 % HR. Plus l'humidité relative est élevée, plus l'écart entre les formulations ASC et les composites argile-ciment-granulats de bois est élevé.

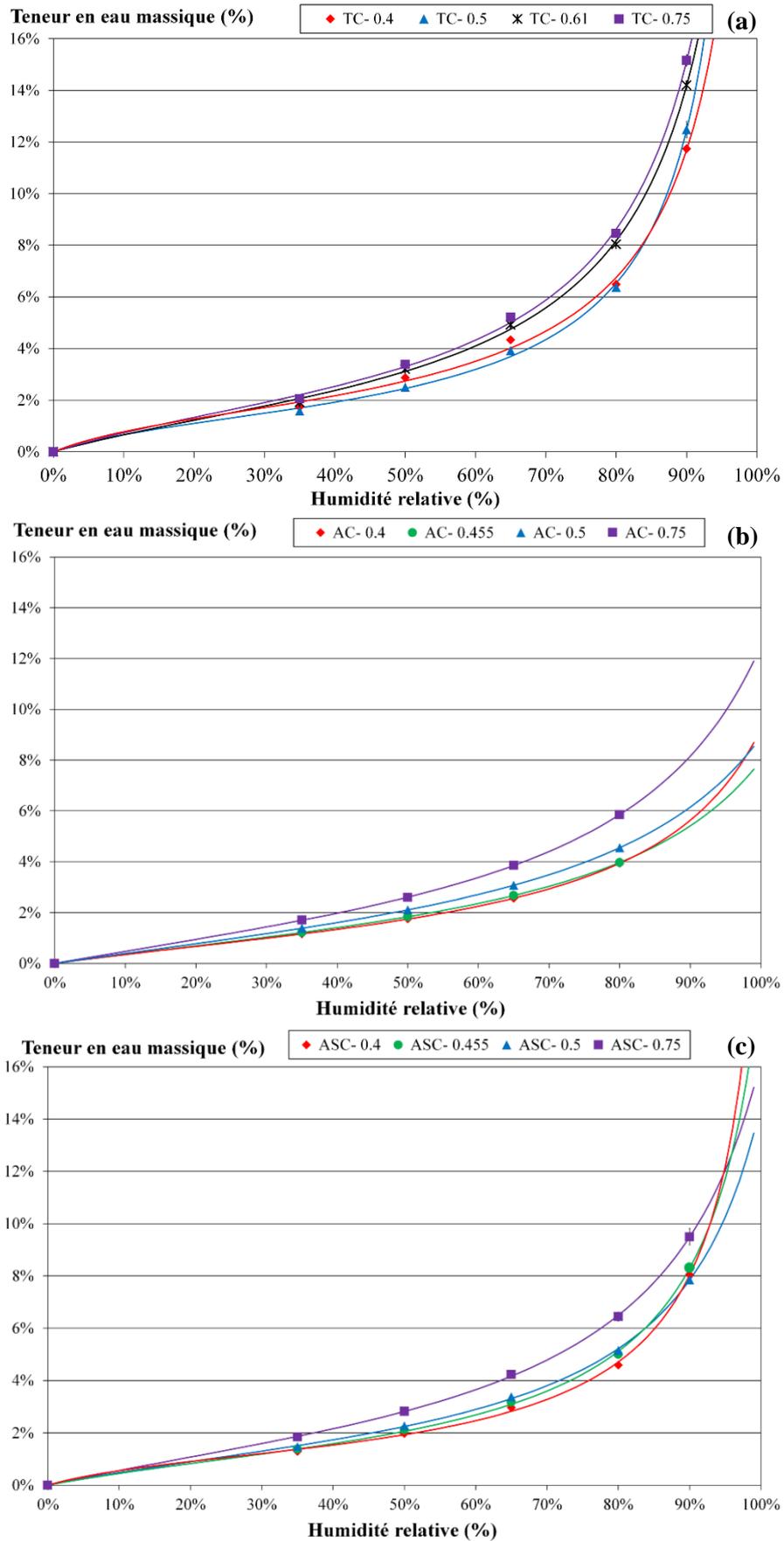


Figure VII-2 : Isothermes d'adsorption des différentes formulations – a) TC, b) AC, c) ASC (points : teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type, lignes : modèle GAB)

b) Modélisation des isothermes de sorption (modèle BET et GAB)

Les isothermes de sorption sont modélisées avec le modèle BET sous forme linéarisée (Figure VII-3) puis avec le modèle BET et le modèle GAB sous forme classique (Figure VII-6, Figure VII-7 et Figure VII-5), conformément au protocole présenté dans le chapitre II. Le Tableau VII-1 présente les paramètres des différents modèles.

Pour l'ensemble des formulations, l'application du modèle BET linéarisé conduit à une évolution linéaire jusqu'à une hygrométrie de 65 % HR, correspondant à une zone d'adsorption polymoléculaire (Figure VII-3). Au-delà de 65 % HR, la condensation capillaire se développe donc au sein des matériaux. On observe une très forte corrélation entre le modèle BET linéarisé et les points expérimentaux (R^2 très proche de 1). Les Figure VII-6 pour les formulations TC, Figure VII-7 pour les formulations AC et Figure VII-5 pour les formulations ASC, ainsi que le Tableau VII-1 montrent également une très forte corrélation entre les points de mesure et les modèles GAB et BET.

Les teneurs en eau monomoléculaires, déterminées avec le modèle BET linéarisé, sont les plus élevées pour les composites Thermo[®]-chanvre (entre 1.59 et 2.17 %). Les composites à base de fines présentent les valeurs de w_m les plus faibles (0.95 à 1.49 %), alors qu'avec les fines stabilisées les teneurs en eau monomoléculaires sont 10 à 22 % plus élevées.

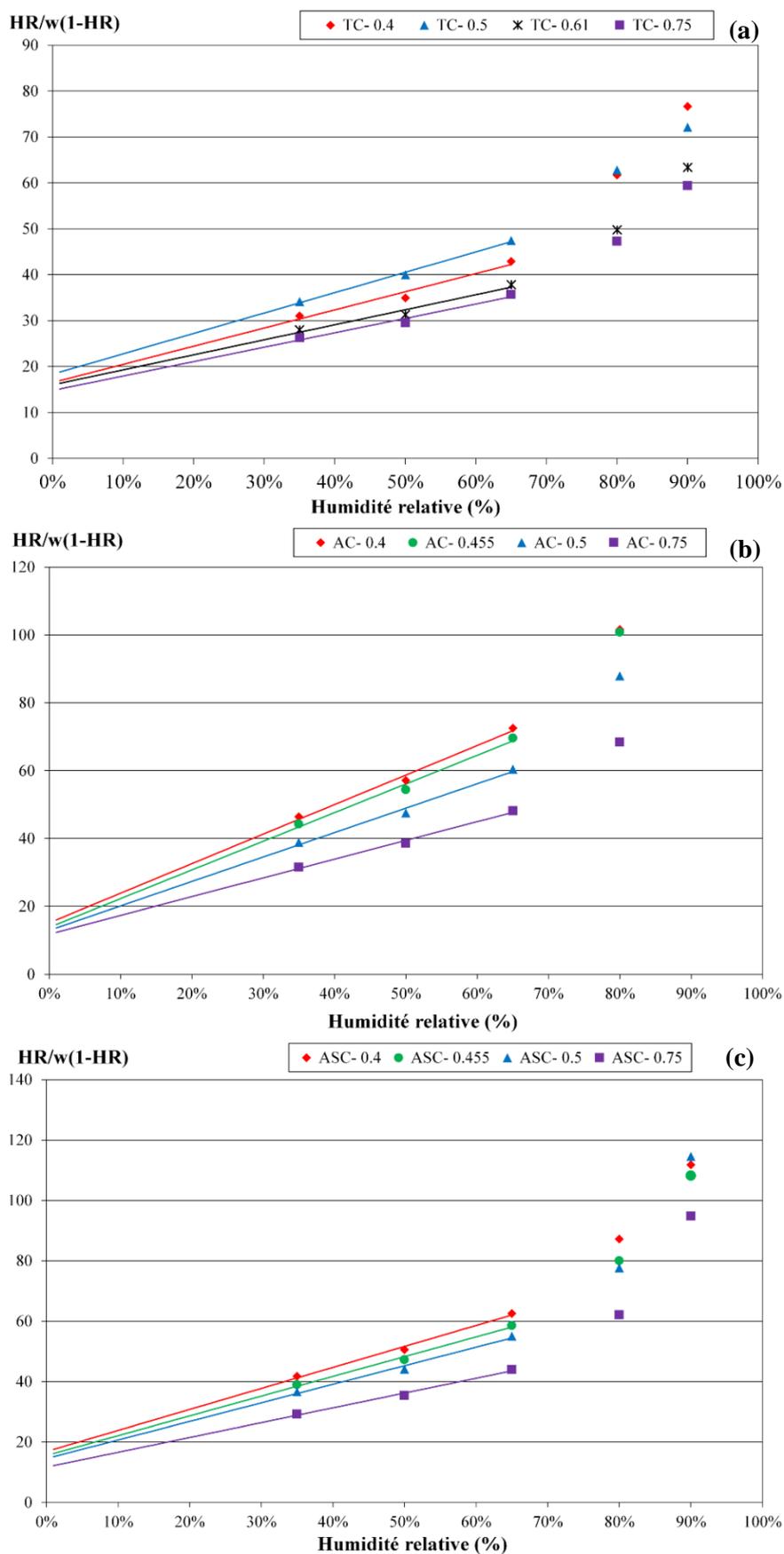
Pour les trois types de formulation, l'augmentation du rapport C/L conduit à une augmentation de la teneur en eau monomoléculaire (à l'exception de la formulation TC-0.5). La Figure VII-4 donne les corrélations linéaires entre la teneur en eau monomoléculaire et le rapport C/L (en écartant le point correspondant à la formulation TC-0.5). Ainsi, les teneurs en eau monomoléculaires à C/L = 0.75 sont les plus importantes pour les formulations avec le liant Thermo[®] et les plus faibles pour les formulations à base de fines. Les surfaces spécifiques sont donc les plus élevées avec le liant Thermo[®] et la stabilisation conduit à une augmentation de la surface spécifique au sein de la matrice à base de fines.

L'effet du rapport C/L est le plus marqué pour les formulations à base de fines. Pour les formulations avec les fines stabilisées, l'augmentation de la teneur en eau monomoléculaire avec le rapport C/L est réduite de 6.7 %. Les formulations réalisées avec le liant Thermo[®] ont l'évolution avec le rapport C/L la moins marquée (25 % inférieure à celle des formulations à base de fines).

Les teneurs en eau monomoléculaires obtenues avec le modèle GAB sont du même ordre de grandeur que celles obtenues avec le modèle BET pour les formulations TC (écart maximal inférieur à 10%). Pour les formulations AC et ASC, les valeurs sont plus élevées avec le modèle GAB, jusqu'à 39 % pour les formulations ASC et 76 % pour les formulations AC.

La constante C1 du modèle BET, en liaison avec la chaleur d'adsorption de la première couche, est la plus faible pour les formulations TC. Les formulations AC présentent des valeurs de C1 environ deux fois plus élevées, alors que les formulations ASC ont des valeurs 20 % plus faibles que les formulations AC. L'énergie échangée lors de l'adsorption/désorption de la première couche est donc plus faible avec les formulations réalisées au liant Thermo[®].

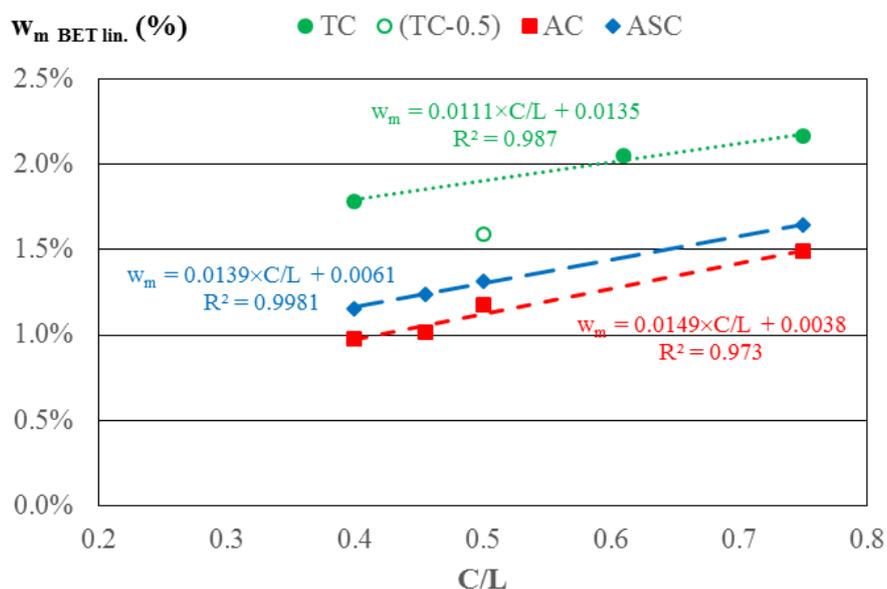
La constante C3 du modèle GAB est proche de 1, indiquant que les chaleurs de liaison entre les différentes couches sont proches de la chaleur latente de vaporisation de l'eau.



**Figure VII-3 : Isotherme d’adsorption sous la forme BET linéarisé-a) TC, b) AC, c) ASC
Points : Valeurs expérimentales / Ligne : Modélisation BET linéarisé**

Tableau VII-1 : Paramètres des modèles de GAB et de BET pour les formulations AC, ASC et TC

Modèle	BET			GAB			
	w _m	C1	R ²	w _m	C2	C3	R ²
TC- 0.4	1.78%	3.401	0.9976	1.64%	7.089	0.958	0.9987
TC- 0.5	1.59%	3.423	0.9997	1.44%	6.427	0.985	0.9995
TC- 0.61	2.05%	3.048	0.9983	2.10%	3.782	0.953	0.9997
TC- 0.75	2.17%	3.123	0.9984	2.16%	4.204	0.958	0.9996
AC- 0.4	0.98%	6.733	0.9984	1.45%	3.036	0.851	1.0000
AC- 0.455	1.02%	7.101	0.9978	1.71%	2.679	0.804	1.0000
AC- 0.5	1.18%	6.562	0.9981	2.07%	2.451	0.790	1.0000
AC- 0.75	1.49%	5.664	0.9991	2.44%	2.450	0.821	1.0000
ASC- 0.4	1.16%	5.115	0.9991	1.16%	7.237	0.953	0.9995
ASC- 0.455	1.24%	5.195	0.9991	1.43%	3.898	0.928	0.9997
ASC- 0.5	1.32%	5.223	0.9987	1.67%	3.664	0.889	0.9998
ASC- 0.75	1.65%	5.187	0.9991	2.28%	3.053	0.866	0.9999

**Figure VII-4 : Teneur en eau monomoléculaire déterminée avec le modèle BET linéarisé en fonction du rapport C/L pour les différentes formulations**

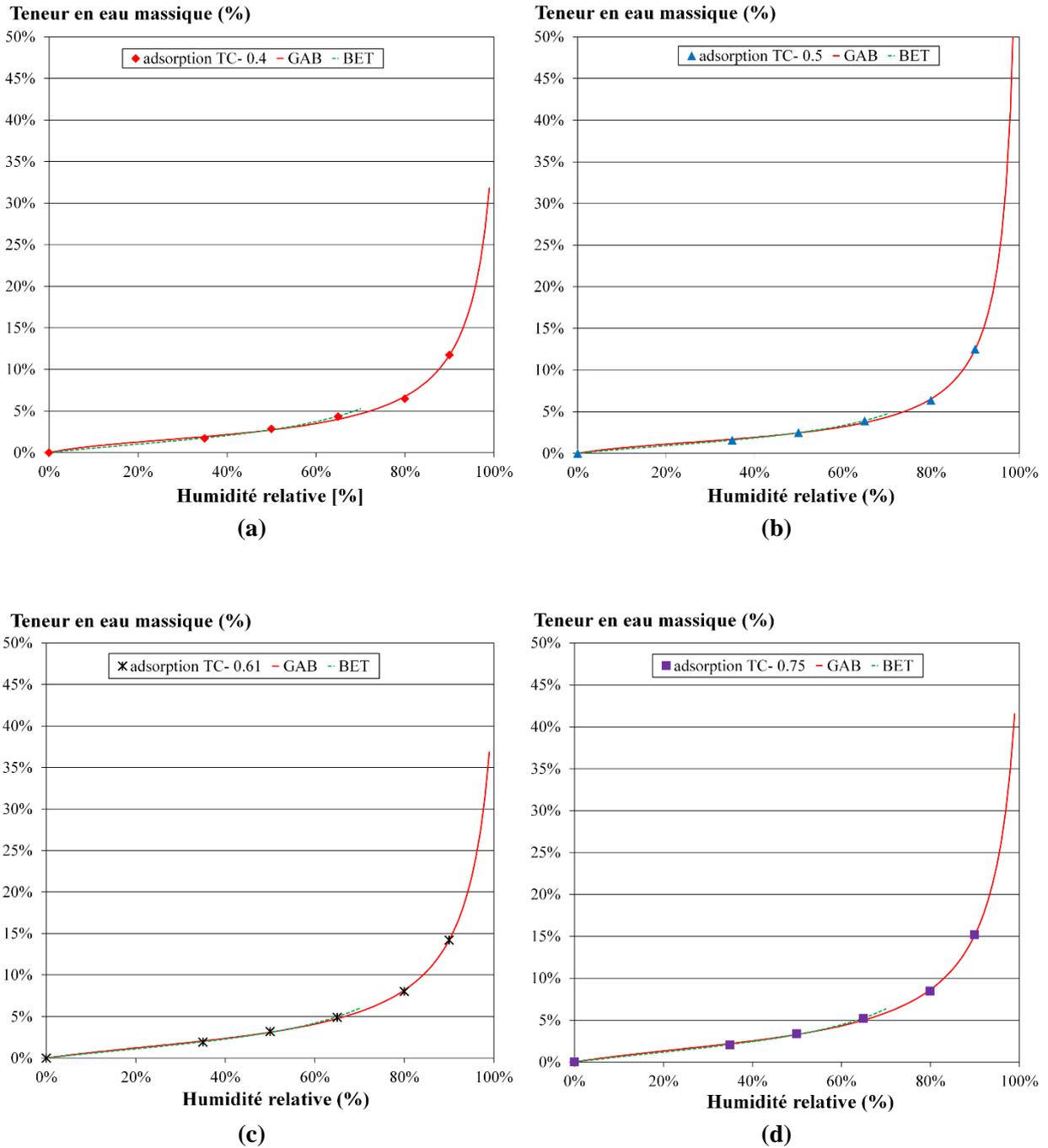


Figure VII-5 : Isotherme d'adsorption des formulations TC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec le modèle GAB et BET - a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61, d) TC- 0.75

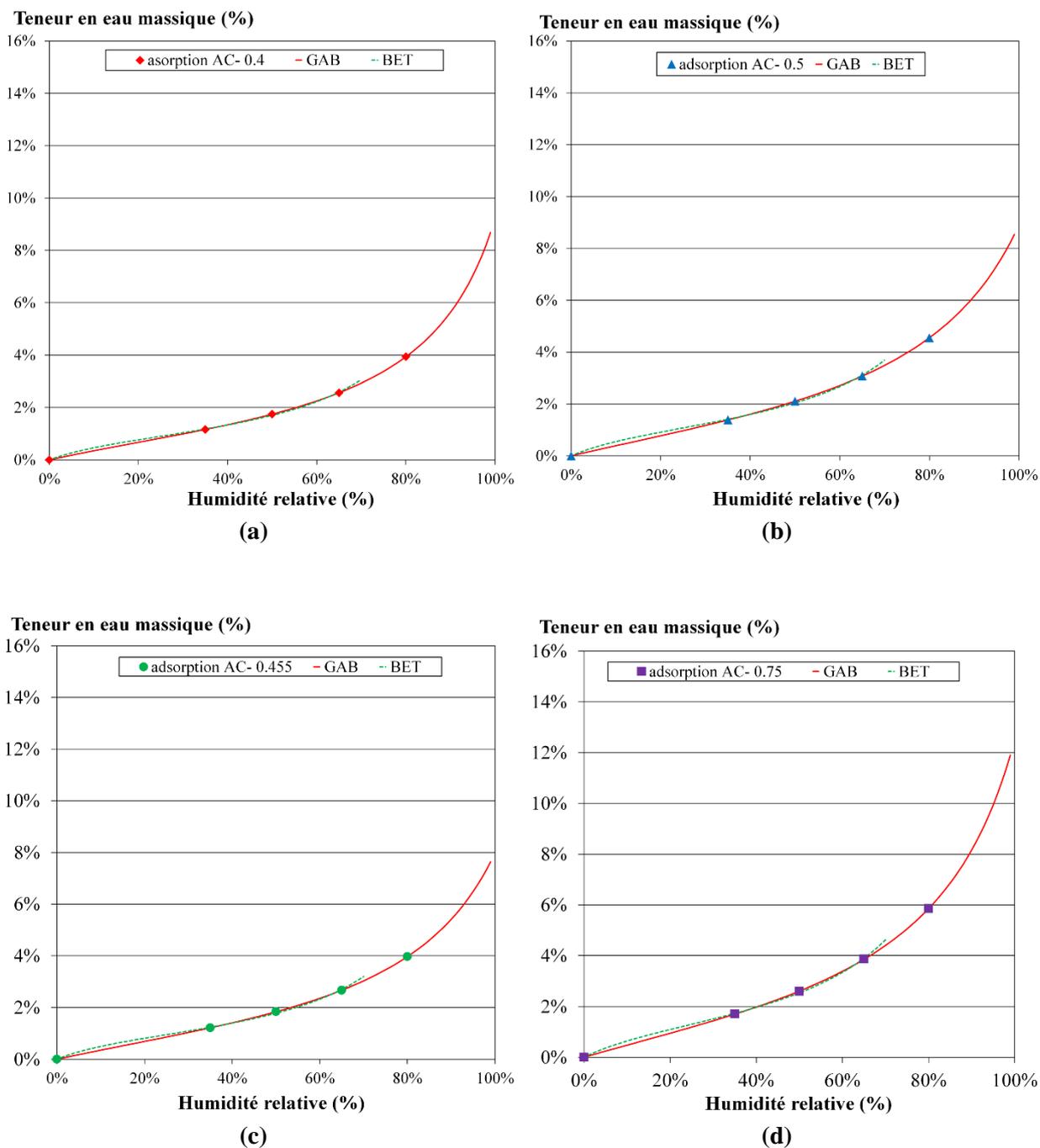


Figure VII-6 : Isotherme d'adsorption des formulations AC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec le modèle GAB et BET - a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5, d) AC- 0.75

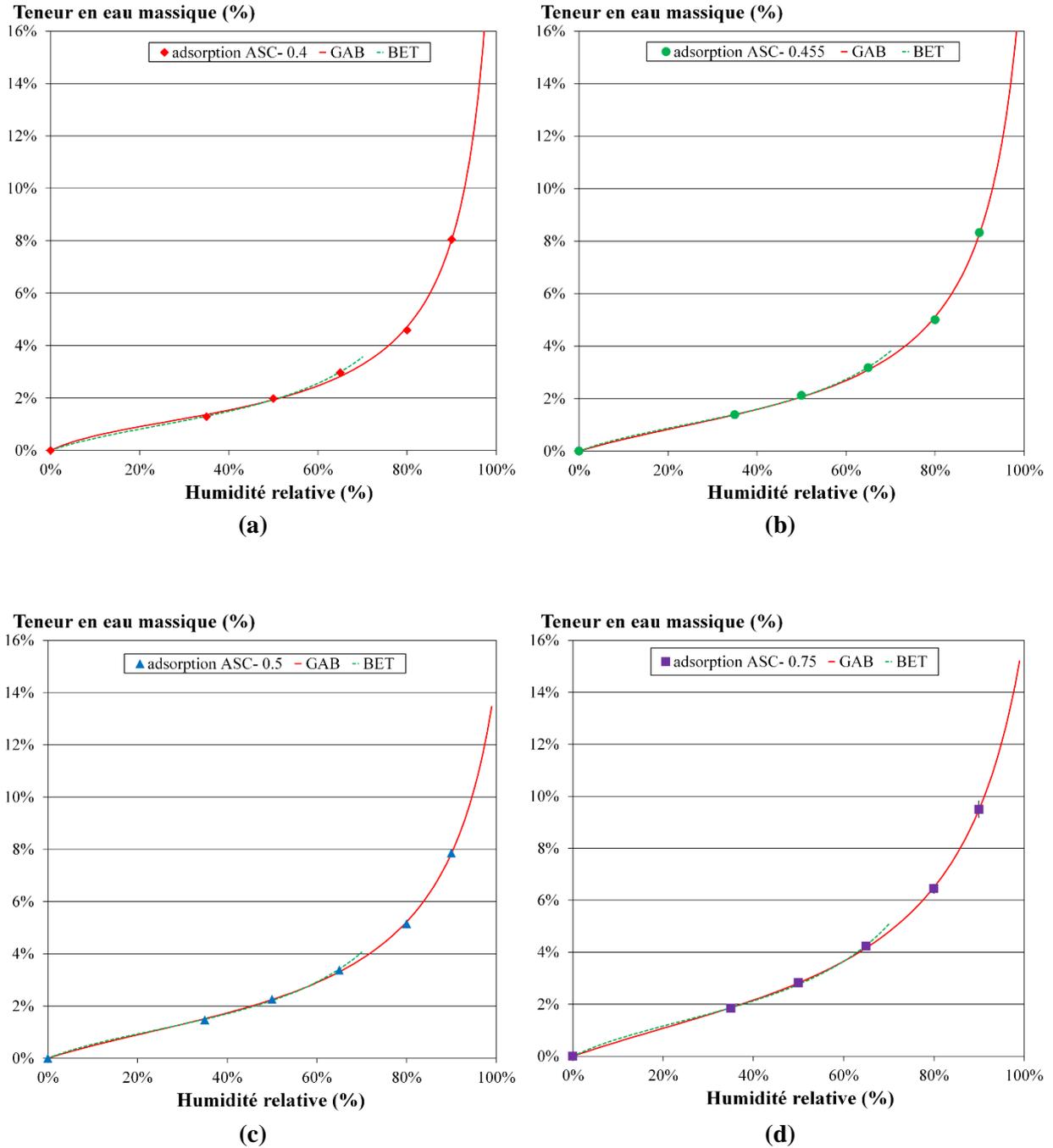


Figure VII-7 : Isotherme d'adsorption des formulations ASC – Teneurs en eau massiques moyennes et écarts-type - Lissage de la branche d'adsorption avec le modèle GAB et BET - a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5, d) ASC- 0.75

c) Effet de la formulation sur les isothermes de sorption

Afin d'identifier l'effet du rapport chanvre sur liant et le type de liant sur les isothermes de sorption, la Figure VII-8 présente l'évolution de la teneur en eau massique en fonction du rapport chanvre sur liant pour les différentes formulations sous différentes hygrométries.

Sur l'ensemble du domaine d'humidités relatives considéré, quel que soit le type de liant, la teneur en eau augmente linéairement avec le rapport chanvre sur liant. Les régressions linéaires pour chaque type de liant et pour chaque humidité relative sont données sur la Figure VII-8. Pour les formulations AC et ASC, les coefficients de corrélation sont élevés quel que soit l'humidité relative considérée. Pour les formulations TC, les coefficients de corrélations sont plus faibles aux faibles humidités relatives, du fait de teneurs en eau quasi-constantes en fonction du rapport C/L.

Les corrélations linéaires établies montrent une teneur en eau à l'origine (pour $C/L=0$) nettement plus élevée (deux à trois fois supérieur jusqu'à 80 % HR) pour les formulations TC que pour les formulations à base de fines. Celles-ci présentent des valeurs un peu plus élevées dans le cas des fines stabilisées. Ainsi, la quantité d'eau adsorbée dans la matrice ThermO[®] est plus élevée que celle fixée dans les matrices à base de fines, et de la même façon légèrement supérieure pour les fines stabilisées que pour les fines non stabilisées.

Pour l'ensemble des humidités relatives considérées, l'évolution de la teneur en eau en fonction du rapport C/L est similaire pour les formulations à base de fines AC et ASC. Pour les humidités relatives faibles et moyennes (jusqu'à 50 % HR), cette évolution est plus faible pour les formulations TC que pour les formulations AC et ASC. A 65 % HR, les pentes sont similaires quel que soit le type de formulation. Enfin, pour les humidités relatives élevées, l'effet du rapport C/L est plus marqué sur les formulations TC que sur les autres formulations.

Au bilan, cette étude définit les corrélations entre le rapport C/L et les teneurs en eau pour les différentes humidités relatives explorées. Ainsi, pour des composites réalisés avec le mode de mise en œuvre considéré ici, cet outil permet de prédire, pour les différentes matrices étudiées, les isothermes de sorption pour n'importe quelle formulation.

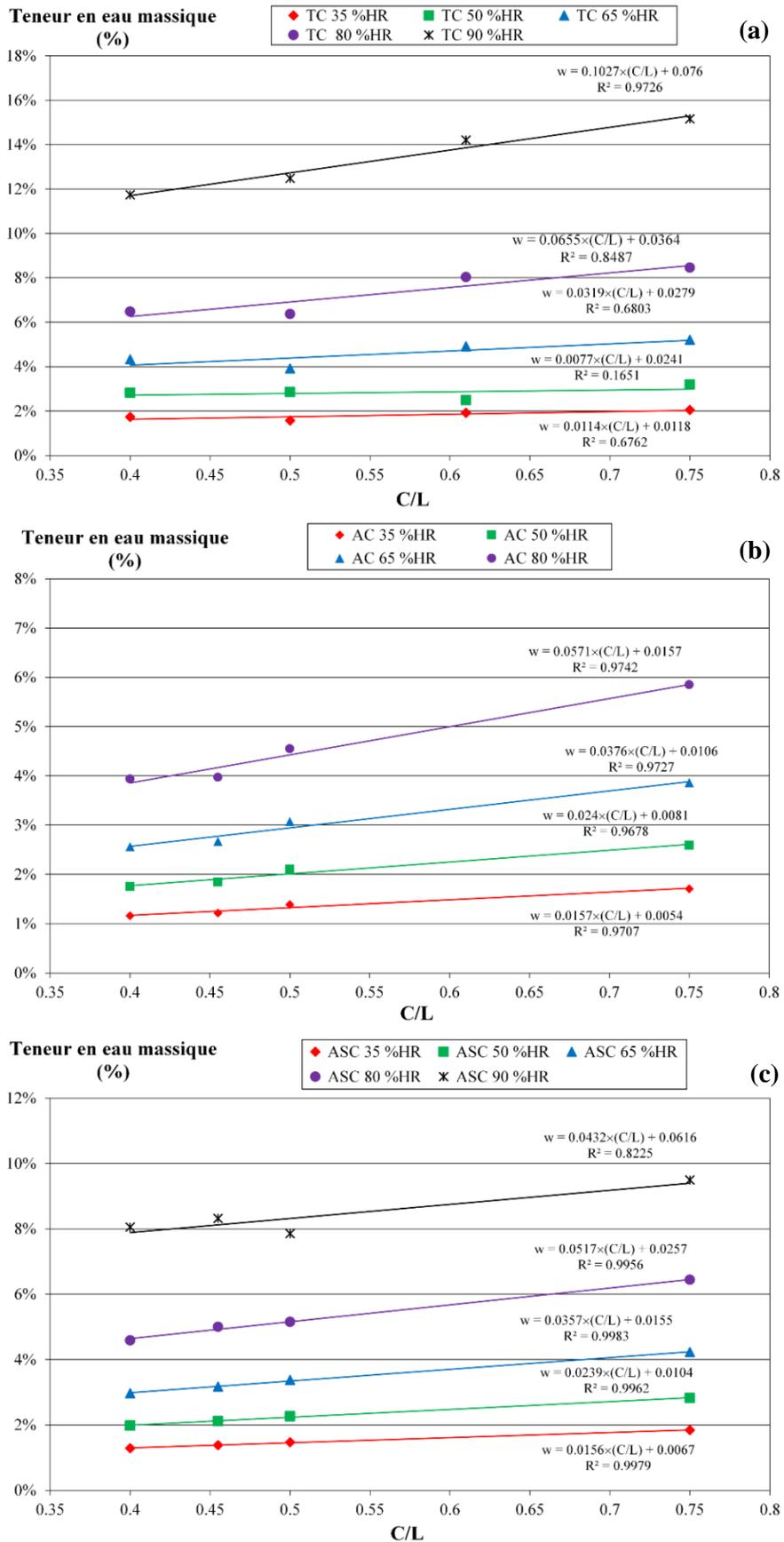


Figure VII-8 : Evolution de la teneur en eau massique en fonction du rapport chanvre sur liant pour les différentes formulations sous différentes hygrométries : a) AC, b) ASC et c) TC

VII.1.2 Valeur tampon hygrique

VII.1.2.1 Données brutes : humidité relative ambiante et cinétique de prise/perte de masse au cours de l'essai.

La Figure VII-9 présente l'humidité relative dans l'armoire climatique lors de l'essai. Au cours de l'essai, la valeur moyenne d'humidité relative est légèrement inférieure à 75% durant les phases d'adsorption (environ 74.13%) et légèrement supérieure à 33 % durant les phases de désorption (environ 35.2%). Ceci est dû à l'ouverture régulière de la porte lors des pesées. D'autre part, lors des changements de consignes, le passage de 33 à 75% s'effectue en environ trente minutes, alors qu'il faut presque une heure pour passer de 75 à 33%. Il a été montré que la durée de montée/descente en humidité relative avait un effet limité sur la valeur de capacité tampon hygrique (inférieur à 5%) même lorsque cette durée atteignait une heure et demie [Rode et al., 2005]. La Figure VII-9 présente également un exemple de cinétique de prise/perte de masse d'un échantillon durant l'essai MBV. Pour chaque formule, les mesures réalisées sur trois échantillons donnent des résultats semblables pour la cinétique de prise/perte de masse et ainsi pour la valeur tampon hygrique.

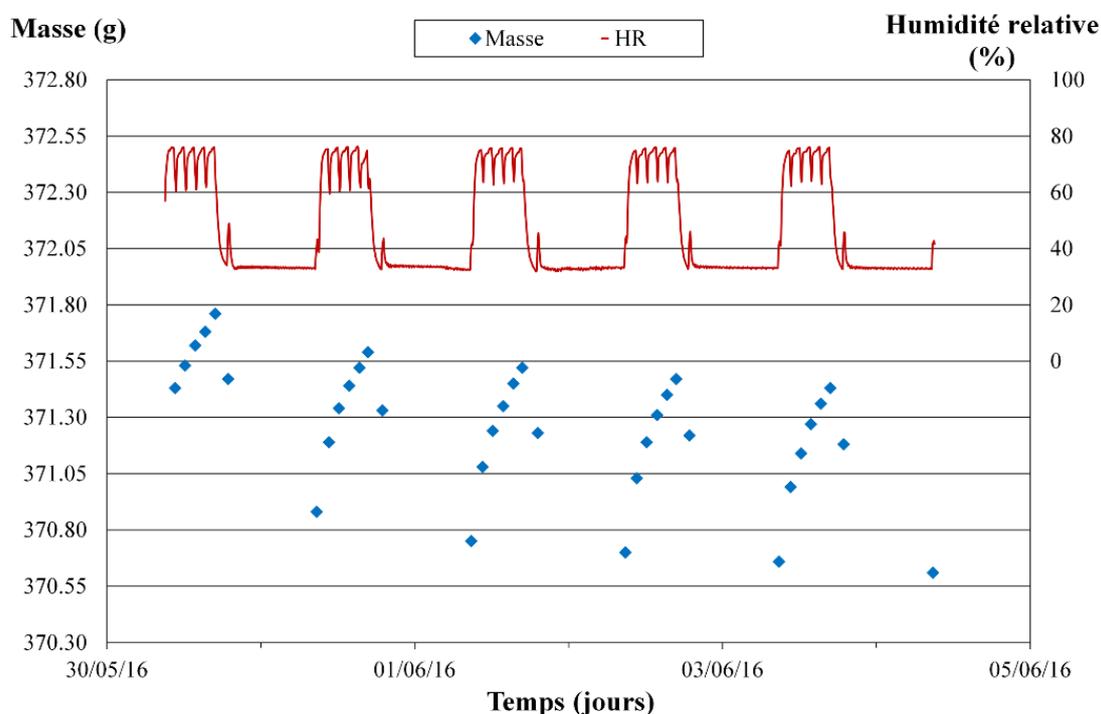


Figure VII-9 : Ambiance d'humidité relative lors de l'essai et exemple de cinétique de prise/perte de masse d'un échantillon

VII.1.2.2 Valeurs MBV : résultats expérimentaux et classification (selon Nordtest project)

La Figure VII-10 et le Tableau VII-2 donnent la valeur moyenne et l'écart-type de la valeur tampon hygrique calculée sur les cycles 3 à 5 en adsorption, en désorption et en moyenne pour toutes les formulations. La valeur est légèrement plus haute en désorption qu'en adsorption. En effet, après stabilisation à 23°C; 50%HR, la première phase d'adsorption est réalisée en partant de 50 %HR, alors que les cycles suivants sont réalisés entre 33 et 75 %HR. Le faisceau des cinétiques de masse présente donc une tendance décroissante (Figure VII-9) qui se traduit par une valeur MBV plus élevée en désorption qu'en adsorption. Après plusieurs cycles, la cinétique et les valeurs MBV tendent à se stabiliser, la valeur en désorption tend alors vers la valeur en adsorption.

Les valeurs MBV obtenues sont comprises entre 1.84 et 2.02 g/(m².%HR) pour les formulations TC, entre 2.07 et 2.28 g/(m².%HR) pour les formulations AC, 2.24 et 2.33 g/(m².%HR) pour les formulations ASC g/(m².%HR) et égale à 2.16 pour la formulation CC g/(m².%HR).

Selon la classification proposée par le Nordtest project, les formulations TC sont donc de très bons, voire excellents, régulateurs hygriques et les formulations à base de fine ou de terre Claytec sont d'excellents régulateurs hygriques.

Tableau VII-2 : Valeurs tampon hygrique (MBV) des différentes formulations en phase d'absorption, de désorption et valeur moyenne à 23°C

Formulations	Masse volumique (kg/m ³)	MBV			Ecart-type		
		MBV _{ads} (g/m ² .%HR)	MBV _{des} (g/m ² .%HR)	MBV _{moy} (g/m ² .%HR)	MBV _{ads} (g/m ² .%HR)	MBV _{des} (g/m ² .%HR)	MBV _{moy} (g/m ² .%HR)
TC- 0.4	582.2	1.79	1.88	1.84	0.04	0.05	0.04
TC- 0.5	463.3	1.97	2.06	2.02	0.06	0.06	0.06
TC- 0.61	445.9	1.85	1.91	1.88	0.01	0.01	0.01
TC- 0.75	467.3	1.84	1.93	1.88	0.07	0.04	0.06
AC- 0.4	480.2	1.99	2.15	2.07	0.03	0.03	0.03
AC- 0.455	468.8	2.05	2.20	2.12	0.02	0.02	0.02
AC- 0.5	420.6	2.09	2.21	2.15	0.02	0.04	0.03
AC- 0.75	361.3	2.18	2.38	2.28	0.03	0.04	0.03
ASC- 0.4	537.2	2.20	2.45	2.33	0.01	0.02	0.02
ASC- 0.455	496.5	2.21	2.42	2.31	0.01	0.02	0.02
ASC- 0.5	464.6	2.14	2.33	2.24	0.03	0.03	0.03
ASC- 0.75	401.3	2.24	2.43	2.33	0.07	0.07	0.07
CC- 0.5	423.8	2.08	2.24	2.16	0.03	0.02	0.02

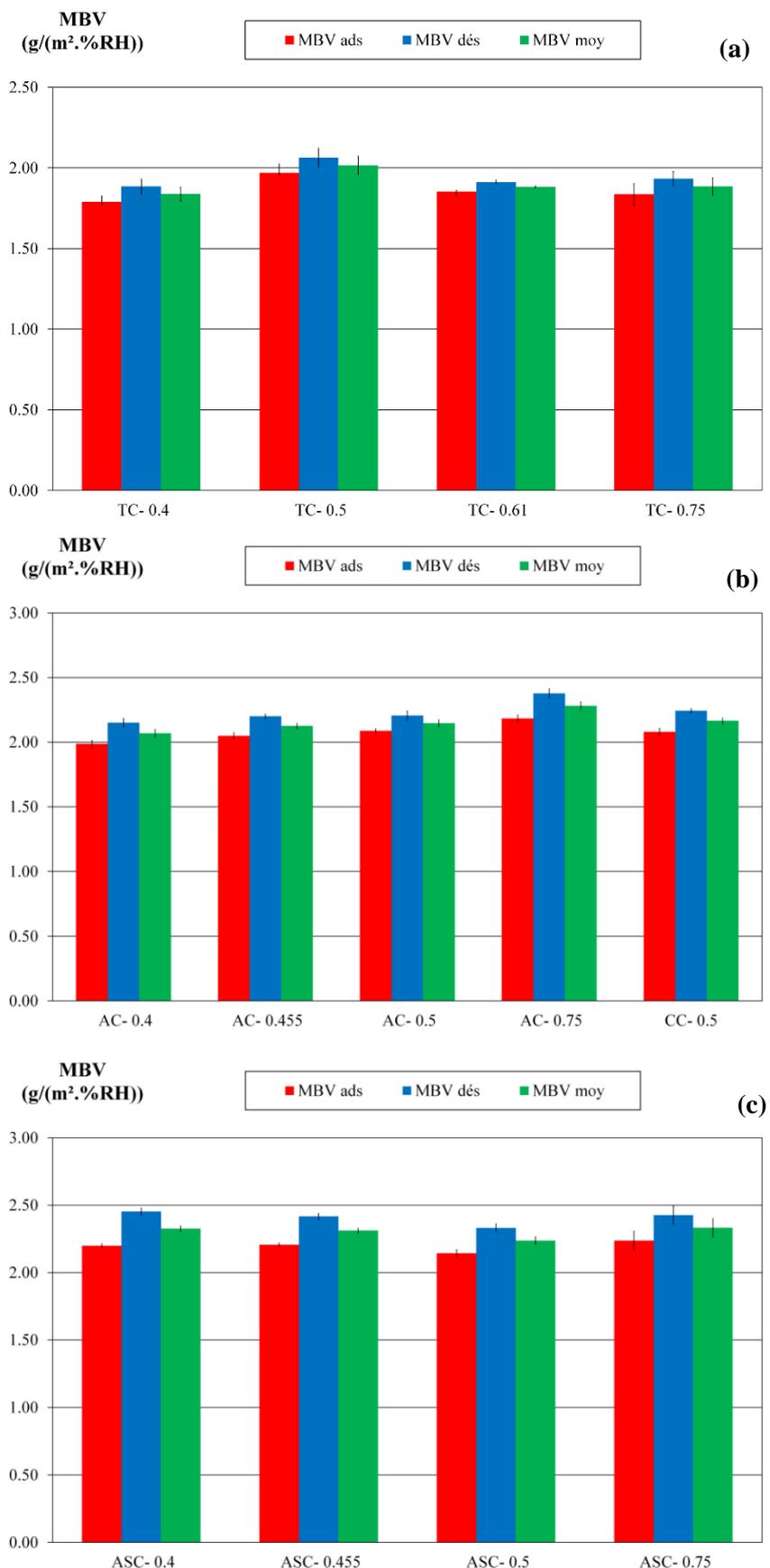


Figure VII-10 : Valeurs tampon hygrique (MBV) à 23°C des différentes formulations en phase d’absorption, de désorption et en moyenne – a) TC, b) AC et CC, c) ASC

VII.1.2.3 Analyse

La formulation réalisée à la terre Claytec est comparable à la formulation à base de fines ayant le même rapport C/L. Les formulations les plus performantes sont les formulations à base de fines stabilisées. La stabilisation de la matrice (stabilisation des fines de lavage) améliore donc la valeur tampon hygrique. D'un point de vue stockage d'humidité (isothermes de sorption), les formulations les plus performantes sont les formulations réalisées avec le liant ThermO®. La valeur MBV est liée à la fois à la capacité de stockage et au transfert d'humidité au sein du matériau. Elle dépend ainsi de la porosité du matériau et de la connectivité dans la structure poreuse. Les matrices à base de fines ou à base de terre Claytec permettent donc une meilleure pénétration de l'humidité au sein des matériaux.

La Figure VII-11 présente l'évolution de la valeur tampon hygrique (MBV) de toutes les formulations en fonction de la masse volumique. Pour les formulations AC, la valeur tampon hygrique diminue linéairement quand la masse volumique augmente. Pour les formulations ASC et TC, la valeur tampon hygrique est quasi constante dans la gamme de masse volumique étudiée.

Les valeurs MBV obtenues pour les formulations TC, sont dans la gamme basse des valeurs trouvées dans la littérature. Pour des composites réalisés à base de chaux-chanvre, les valeurs MBV sont comprises entre 1.94 et 2.24 g/(m².%HR) [Collet et al., 2013, 2015], 1.99 g/(m².%HR) selon [Tran Le, 2010] et 2.02 g/(m².%HR) selon [Rahim et al., 2015].

Les valeurs sont meilleures que celles obtenues pour des composites à base de PLA pour lesquels la valeur tampon hygrique est de 1.77 g/(m².%HR) [Collet et al., 2015] et comparables à celles obtenues pour des composites chanvre-paille (MBV = 2.27 g/(m².%HR) pour $\rho = 179 \text{ kg/m}^3$) [Collet et al., 2016].

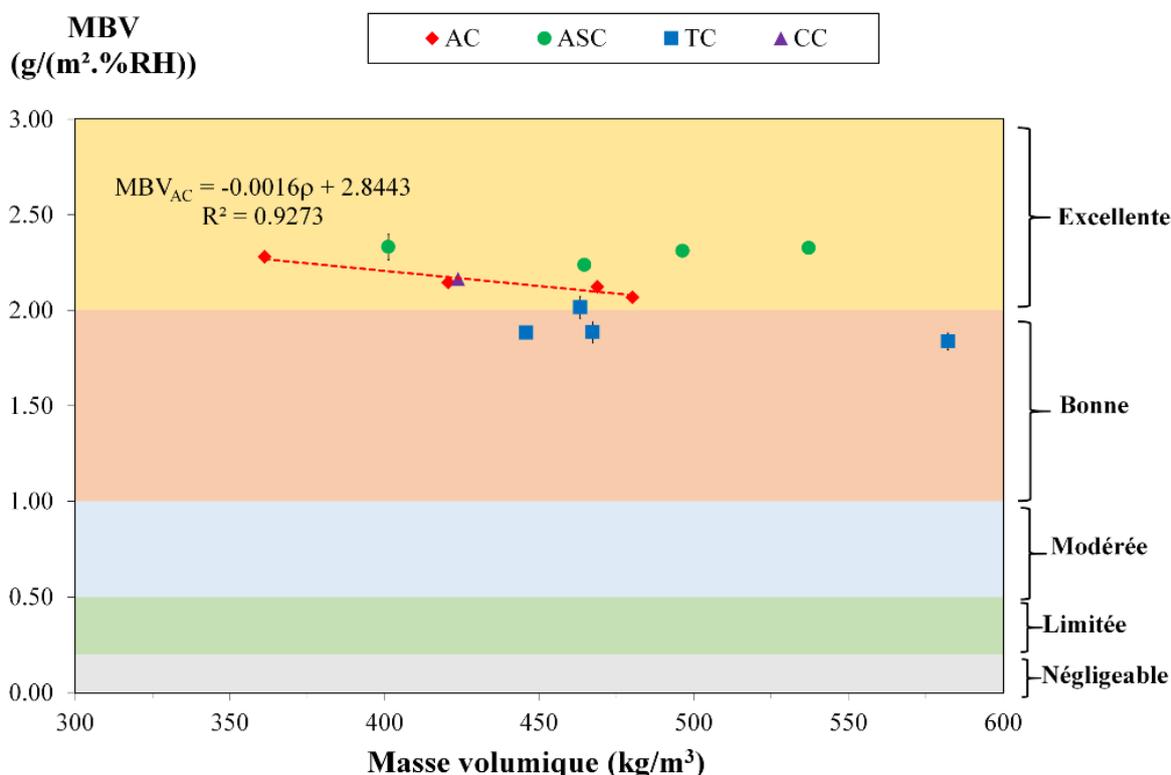


Figure VII-11 : Valeur tampon hygrique MBV des matériaux en fonction de la masse volumique (23°C; 50%HR).

VII.2 Comportement thermique

Cette section est dédiée à l'étude expérimentale et théorique de la conductivité thermique des différentes formulations au point sec et en fonction de la teneur en eau.

VII.2.1 Etude expérimentale

VII.2.1.1 Conductivité thermique au point sec

Le Tableau VII-3 présente les valeurs moyennes, les écart-types et les coefficients de variation des mesures de conductivité thermique au point sec à 23°C des différentes formulations. Pour l'ensemble des mesures, les coefficients de corrélation entre le thermogramme expérimental et le modèle du fil chaud sont proches de 1. Les coefficients de variation sont inférieurs à 4% pour chaque formulation sauf pour les formulations TC-0.4 et TC-0.5 qui ont respectivement un coefficient de variation de 9.9 et 5.4 %. Pour ces deux formulations, l'écart peut s'expliquer par l'état de surface et des problèmes d'homogénéité des échantillons. Dans l'ensemble, les conductivités thermiques obtenues sont donc considérées représentatives des matériaux étudiés.

Les conductivités thermiques au point sec sont comprises entre 0.089 W/(m.K) et 0.128 W/(m.K), permettant l'utilisation de ces matériaux en isolation répartie.

Ces valeurs sont dans la gamme de celles rencontrées dans la littérature pour des matériaux bio-sourcés. Elles sont de l'ordre de grandeur donné par l'équation définie par Cerezo pour des bétons de chanvre [Cerezo, 2005] (**Eq. VII-1**). Elles sont légèrement inférieures aux valeurs données par Nguyen [Nguyen, 2010] pour des bétons de chanvre compactés et par [Collet et Pretot, 2014] pour des bétons de chanvre projetés. Les conductivités thermiques obtenues sont également de l'ordre de grandeur de celles données par [Magniont et al., 2012] pour des composites à base de chanvre ou de moelle de tournesol dont la matrice liante est réalisée avec 50 % de chaux hydraulique naturelle et 50 % de métakaolin (masses volumiques et conductivités thermiques respectives : 525 kg/m³ - 0.100 W/(m.K) , 575 kg/m³ - 0.115 W/(m.K)). La conductivité thermique obtenue par [Al Rim et al., 1999] sur des composites argile-ciment-bois est de 0.08 W/(m.K) pour une masse volumique de 370 kg/m³. Enfin, [Labat et al., 2016] donnent pour des composites argile-paille les couples de masse volumique et conductivité thermique suivants : (300 kg/m³ - 0.080 W/(m.K)), (450 kg/m³ - 0.104 W/(m.K)), (531 kg/m³ - 0.120 W/(m.K)).

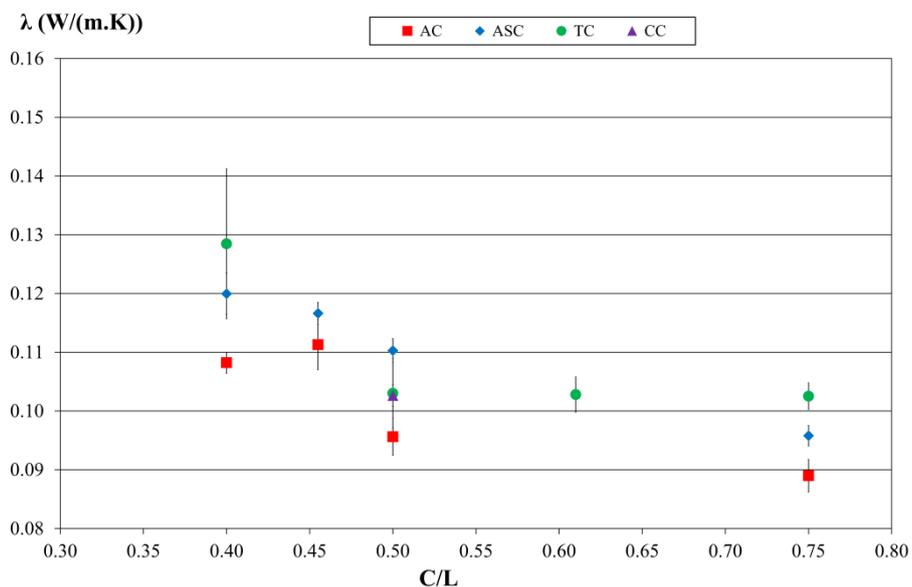
$$\lambda = 0.0002 \times \rho + 0.0194 \quad \text{Eq. VII-1}$$

La conductivité thermique des composites est impactée par le rapport C/L (Figure VII-12). Ainsi, lorsque le rapport chanvre sur liant augmente de 0.4 à 0.75, la conductivité thermique diminue d'environ 18% pour les formulations AC et d'environ 20% pour les formulations ASC et TC. Cette diminution n'est pas linéaire en fonction du rapport C/L. Cette tendance est retrouvée dans la littérature pour différents composites bio-sourcés à base de chanvre ou de bois [Al Rim et al., 1999 ; Bouguerra et al., 1999 ; Ledhem et al., 2000 ; Bederina et al., 2007 ; De Bruijn et Johansson, 2013 ; Agoua et al., 2013 ; Taoukil et al., 2013 ; Benfratello et al., 2013 ; Collet et Pretot, 2014]. La diminution de la conductivité thermique lorsque le rapport C/L augmente est induite d'une part par une conductivité thermique plus faible de la phase solide du chanvre que de la phase solide de la matrice liante, et d'autre part par une diminution de la masse volumique apparente du composite lorsque le rapport C/L augmente.

La Figure VII-13 donne l'évolution de la conductivité thermique des différentes formulations en fonction de la masse volumique apparente. Une seule corrélation linéaire est définie pour l'ensemble des formulations, quel que soit le type de liant. Ce type de corrélation est souvent rencontré dans la littérature [Al Rim et al., 1999 ; Khedari et al., 2005 ; Cerezo, 2005 ; Walker et Pavía, 2014].

Tableau VII-3 : Conductivité thermique des différentes formulations au point sec à 23°C

Formulations	ρ_{moy} (kg/m ³)			λ (W/(m.K))		
	Moyenne	Ecart-type	Coef. Var. (%)	Moyenne	Ecart-type	Coef. Var. (%)
TC- 0.4	555.12	2.52	0.5	0.128	0.0128	9.9
TC- 0.5	442.86	6.20	1.4	0.103	0.0059	5.4
TC- 0.61	429.36	11.10	2.6	0.103	0.0030	2.9
TC- 0.75	440.13	12.97	2.9	0.103	0.0022	2.2
AC- 0.4	467.59	6.75	1.4	0.108	0.0018	1.6
AC- 0.455	457.70	11.16	2.4	0.111	0.0043	3.8
AC- 0.5	406.29	2.04	0.5	0.096	0.0031	3.3
AC- 0.75	346.39	3.27	0.9	0.089	0.0028	3.1
ASC- 0.4	522.81	9.34	1.8	0.120	0.0035	2.9
ASC- 0.455	480.86	10.56	2.2	0.117	0.0019	1.6
ASC- 0.5	447.04	1.53	0.3	0.110	0.0020	1.8
ASC- 0.75	381.59	5.20	1.4	0.096	0.0017	1.8
CC- 0.5	409.52	3.18	0.8	0.103	0.0018	1.8

**Figure VII-12 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du rapport chanvre sur liant (point sec)**

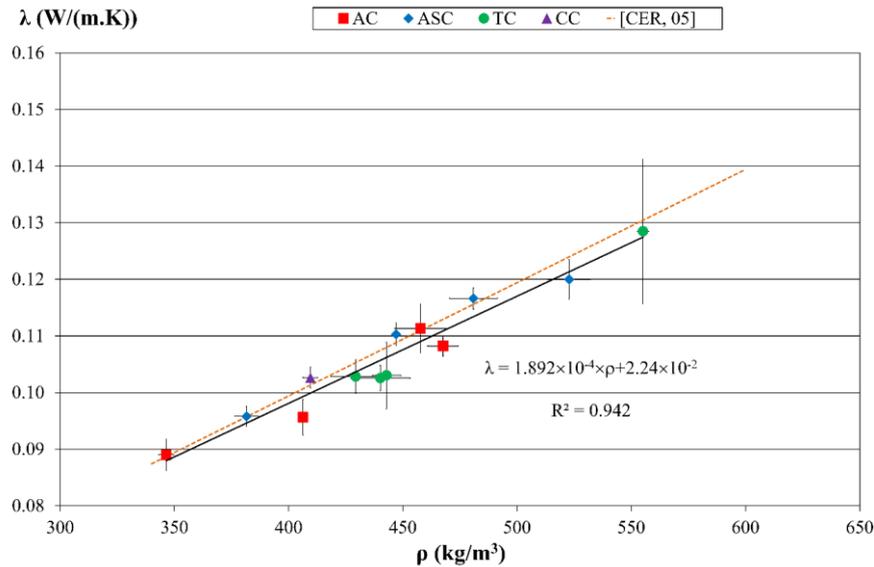


Figure VII-13 : Conductivité thermique des différentes formulations sèches en fonction de la masse volumique apparente

VII.2.1.2 Conductivité thermique en fonction de l'humidité

En raison du caractère hygroscopique des composites étudiés, il est nécessaire d'évaluer l'impact de la teneur en eau sur la conductivité thermique des différentes formulations. Ainsi, la conductivité thermique est mesurée à 23°C après stabilisation dans les ambiances suivantes : point sec, 35 % HR, 50 % HR, 65 % HR, 80 % HR et 90 % HR. De la même façon que précédemment, les coefficients de corrélation entre le thermogramme expérimental et le modèle du fil chaud sont proches de 1. Les coefficients de variation sont inférieurs à 5 % pour l'ensemble des formulations. Les conductivités thermiques données sont donc représentatives des composites.

L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau est donnée sur la Figure VII-14. La conductivité thermique augmente de façon linéaire avec la teneur en eau pour toutes les formulations, du fait d'une conductivité thermique plus élevée pour l'eau que pour l'air. La Figure VII-14 donne les relations définies par ajustement sur les points expérimentaux.

Pour tous les types de liant ou matrices minérales, l'effet de la teneur en eau sur la conductivité thermique est d'autant plus important que le rapport C/L est faible. Les conductivités thermiques des formulations ASC sont globalement les plus impactées par la teneur en eau alors que les formulations TC y sont moins sensibles. Toutefois, les teneurs en eau obtenues pour une humidité relative donnée étant beaucoup plus importantes pour les formulations TC (voir section isothermes de sorption), les formulations TC sont finalement les plus impactées par l'évolution de l'humidité relative ambiante. Ainsi, entre le point sec et le point 90 % HR, la conductivité thermique des formulations TC augmente de 32.4 à 38.9 % (selon le rapport C/L), celle des formulations ASC de 22.5 à 27.5 % et celle des formulations AC de 12.3 à 16.9 %.

Ces résultats sont comparables à ceux trouvés dans la littérature. Ainsi, dans l'équation reliant la conductivité thermique à la teneur en eau, [Collet, 2004] trouve une pente de 0.29 pour un béton de chanvre formulé avec de la Tradical PF70 et un rapport C/L de 0.5. Ceci est totalement comparable à la valeur trouvée pour la formulation TC-0.5. [Amziane et Arnaud, 2013] prédisent une pente de 0.35 pour un béton de chanvre de masse volumique 430 kg/m³. Pour des bétons de bois, selon [Taoukil et al., 2013], les conductivités thermiques à saturation sont deux à trois fois plus élevées qu'au point sec et selon [Bouguerra, 1999], elles peuvent mêmes atteindre cinq fois sa valeur. Enfin, [Collet et Pretot, 2014] ont également noté que la conductivité thermique était moins impactée par la teneur en eau lorsque le dosage en chanvre était plus élevé.

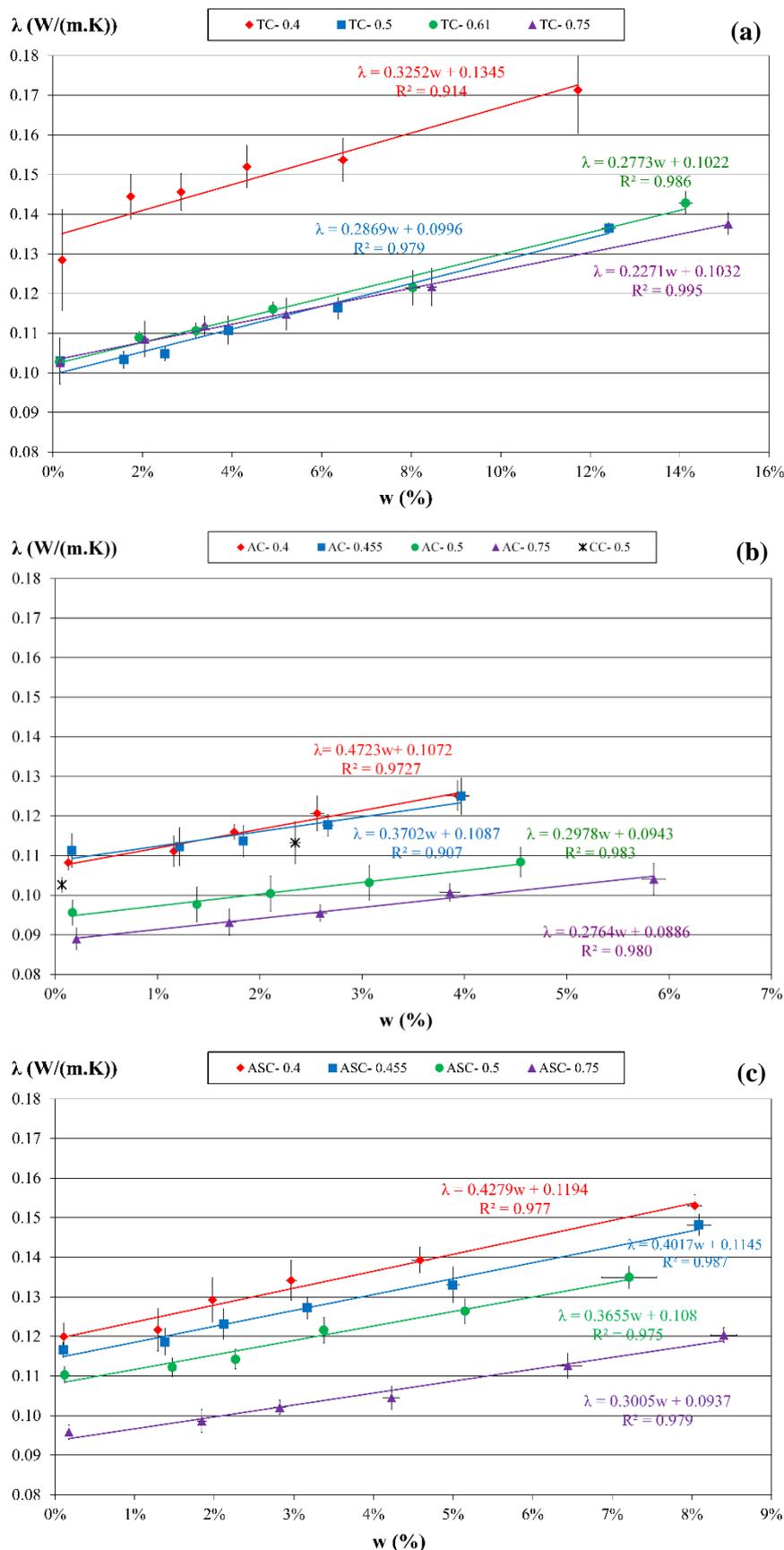


Figure VII-14 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau pour les différentes formulations – a) TC, b) AC et CC, c) ASC

VII.2.2 Etude théorique : modélisation de la conductivité thermique par la méthode autocohérente

VII.2.2.1 Conductivité thermique au point sec

a) Détermination de la conductivité thermique au point sec des formulations TC à partir des conductivités thermiques des composants

La conductivité thermique au point sec en fonction de la masse volumique est calculée pour les formulations TC en fonction de la formulation, de la porosité et des propriétés des constituants : masse volumique réelle et conductivité thermique des phases solides déterminées dans les chapitres précédents.

Les trois phases considérées dans l'homogénéisation auto-cohérente sont l'air (sphère a), entourée de la phase solide de chanvre (première coquille b), elle-même entourée de la phase solide du liant (deuxième coquille c). La conductivité thermique équivalente λ_{eq} du milieu tricomposite est déterminée par l'équation **Eq. VII-2**.

$$\frac{\lambda_{eq}}{\lambda_b} = 1 + \frac{\varepsilon}{\left[\frac{1-\varepsilon}{3} + \frac{3 + \delta \left(\lambda_a/\lambda_b - 1 \right)}{3 \left(\lambda_a/\lambda_c - 1 \right) - \delta \left(\lambda_a/\lambda_b - 1 \right) \left(2 \lambda_b/\lambda_c + 1 \right)} \right]} \quad \text{Eq. VII-2}$$

avec : $\varepsilon = \left(\frac{R_b}{R_c} \right)^3 = 1 - \frac{1-n}{\rho_l} \times \frac{1}{\frac{k}{\rho_{ch}} + \frac{1}{\rho_l}}$ et $\delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_b} \right)^3 = \frac{1-n}{\rho_{ch}} \times \frac{(1-n)k}{\frac{k}{\rho_{ch}} + \frac{n}{\rho_l}}$

avec :

λ_a : conductivité thermique de la phase a = air (0.026 W/(m.K)) ,

λ_b : conductivité thermique de la phase b = chanvre (0.617 W/(m.K)),

λ_c : conductivité thermique de la phase c = liant ThermO® (0.989 W/(m.K)),

$R_{a,b,c}$: rayon extérieur des phases a, b, c ,

n : porosité totale de la formulation,

k : rapport chanvre sur liant,

ρ_{ch} : masse volumique réelle du chanvre,

ρ_l : masse volumique réelle de la matrice liante.

La Figure VII-15 présente les conductivités thermiques des différentes formulations au point sec obtenues expérimentalement (points) et par homogénéisation autocohérente (trait). L'écart obtenu entre les valeurs expérimentales et théoriques, inférieur à $\pm 6\%$, montre la pertinence du modèle.

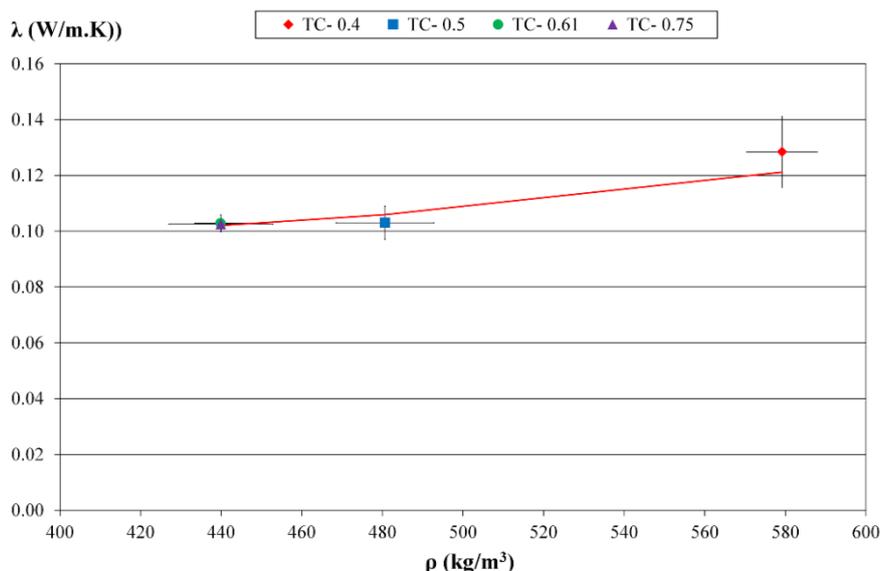


Figure VII-15 : Comparaison entre la conductivité thermique expérimentale (symboles) et modèle autocohérent (trait plein) pour les formulations TC

b) Détermination de la conductivité de la phase solide des formulations TC à partir des conductivités thermiques des composants

L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau est modélisée par la suite avec une double homogénéisation. En effet, cette évolution est calculée avec un modèle à trois phases comprenant l'air en phase *a*, l'eau en phase *b* et la matrice solide en phase *c*. La matrice solide résulte elle-même d'une homogénéisation pour déterminer les propriétés de la phase solide (comprenant le chanvre et la matrice liante).

Ainsi, à partir des caractéristiques des composants, de la formulation et de la porosité totale des composites, la conductivité thermique de la phase solide est calculée en écrivant que la conductivité thermique du milieu homogène bicomposite constitué de l'air en phase *a* et de la phase solide équivalente en phase *b* est égale à la conductivité thermique du milieu homogène équivalent tricomposite constitué de l'air en phase *a*, du chanvre en phase *b* et de la matrice liante en phase *c*.

$$\lambda_{2 \text{ phases (air,solide)}}^* = \lambda_{3 \text{ phases (air,chanvre,liant)}}^* \quad \text{Eq. VII-3}$$

Les conductivités thermiques des phases solides ainsi obtenues sont présentées dans le Tableau VII-4. En toute logique, elles diminuent lorsque le dosage en chanvre augmente.

Tableau VII-4 : Conductivité thermique de la phase solide pour les formulations TC déterminée à partir des conductivités thermiques des composants et de leur ratio volumique selon l'équation VII-3

Formulation	n_{tot}^* (%)	k	λ_s (W/(m.K))
TC- 0.4	70.5	0.4	0.478
TC- 0.5	74.8	0.5	0.458
TC- 0.61	76.4	0.61	0.443
TC- 0.75	75.7	0.75	0.432

c) Détermination de la conductivité thermique de la phase solide des différentes formulations à partir de la conductivité thermique des composites au point sec et de leur porosité totale n_{tot}^*

Pour les matrices liantes à base de fines, ne disposant des données sur les matrices seules, la conductivité thermique de la phase solide est déterminée à partir de la conductivité thermique au point sec des composites et de leur porosité en considérant un modèle à deux phases (a =air, b =phase solide). Ce même traitement est également appliqué aux formulations TC.

Les conductivités thermiques des phases solides sont comprises entre 0.441 et 0.537 W/(m.K) (Tableau VII-5).

Pour l'ensemble des formulations TC, l'écart entre les deux méthodes de détermination est inférieur à 5 %.

Les formulations TC présentent des conductivités thermiques de la phase solide plus faible que les formulations à base de fines, de fines stabilisées ou de terre Claytec. Les formulations AC, ASC et CC ont des conductivités thermiques de la phase solide comparables pour les différents rapports C/L, avec un écart inférieur à 4%, à l'exception de la formulation AC-0.5.

D'autre part, la conductivité thermique ne décroît pas systématiquement lorsque C/L augmente. En effet, les conductivités thermiques des composites mesurées au point sec n'évoluent pas strictement de façon linéaire ce qui se répercute donc sur le calcul de la conductivité de la phase solide.

Tableau VII-5 : Conductivité thermique de la phase solide pour l'ensemble des formulations déterminée à partir de la conductivité thermique du composite au point sec et de sa porosité en utilisant la méthode auto-cohérente à deux phases (sphère = air, coquille = phase solide).

Formulation	n_{tot}^* (%)	λ (W/(m.K))	λ_s (W/(m.K))
TC- 0.4	70.5	0.128	0.486
TC- 0.5	74.8	0.103	0.441
TC- 0.61	76.4	0.103	0.465
TC- 0.75	75.7	0.103	0.450
AC- 0.4	76.1	0.108	0.491
AC- 0.455	77.3	0.111	0.537
AC- 0.5	78.2	0.096	0.460
AC- 0.75	81.1	0.089	0.484
ASC- 0.4	73.1	0.120	0.494
ASC- 0.455	75.1	0.117	0.518
ASC- 0.5	77.2	0.110	0.527
ASC- 0.75	79.2	0.096	0.485
CC- 0.5	79.7	0.103	0.511

VII.2.2.2 Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau

La détermination de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau est réalisée avec un modèle à trois phases : a = air, b = eau, c = solide. Les conductivités thermiques des phases solides sont celles déterminées précédemment (de deux façons différentes pour les composites TC). Les ratios volumiques sont alors :

$$\varepsilon = \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^3 = n \quad \text{et} \quad \delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_b}\right)^3 = \frac{w}{n} \times \frac{\rho_0}{\rho_w}$$

n : porosité totale

w : Teneur en eau massique

ρ_0 : Masse volumique apparente sèche

ρ_w : Masse volumique de l'eau

La Figure VII-16 donne les résultats obtenus pour les formulations TC lorsque la conductivité thermique de la phase solide est déterminée à partir des caractéristiques des constituants. La Figure VII-17 donne les résultats obtenus pour l'ensemble des formulations avec une détermination de la conductivité de la phase solide à partir de la conductivité au point sec et de la porosité des composites.

Les deux méthodes utilisées pour les formulations TC conduisent à des résultats similaires (écart inférieur à 3 % pour les TC-0.4, 0.5 et 0.75 et à 4 % pour TC-0.61).

Pour l'ensemble des formulations et pour les humidités relatives inférieures ou égales à 65 %, l'écart entre les données expérimentales et les valeurs théoriques est inférieur à 5 %. Au-delà de 65 % HR, l'écart atteint 7.5 % pour TC-0.75 à 90 % HR, 6.5 % au-delà de 80 % HR pour AC-0.4 et AC-0.75, 8.5 % à 90 % HR pour ASC-0.455 et ASC-0.5. Il reste inférieur à 5% pour les autres formulations. Ces faibles écarts montrent ainsi la pertinence de l'homogénéisation par méthode auto-cohérente.

Toutefois, il convient de noter que la modélisation conduit systématiquement à des valeurs inférieures aux données expérimentales. En particulier, les pentes d'évolution en fonction de la teneur en eau sont plus faibles de 9 à 30 % pour les formulations TC et de 25 à 48 % pour les formulations AC et ASC. Le modèle sous-estime donc l'impact de la teneur en eau sur la conductivité thermique apparente.

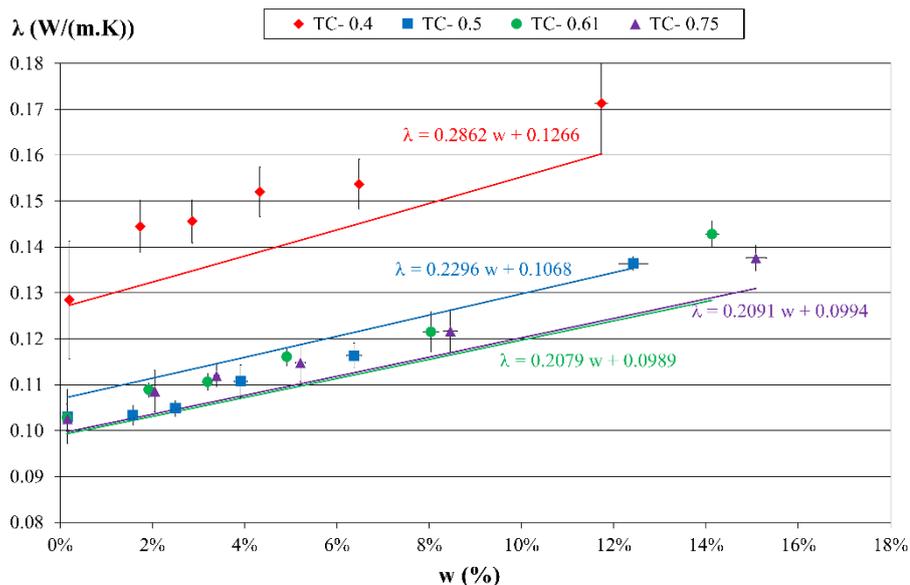


Figure VII-16 : Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau des formulations TC – données expérimentales (symboles) et théoriques selon la double homogénéisation par méthode auto-cohérente

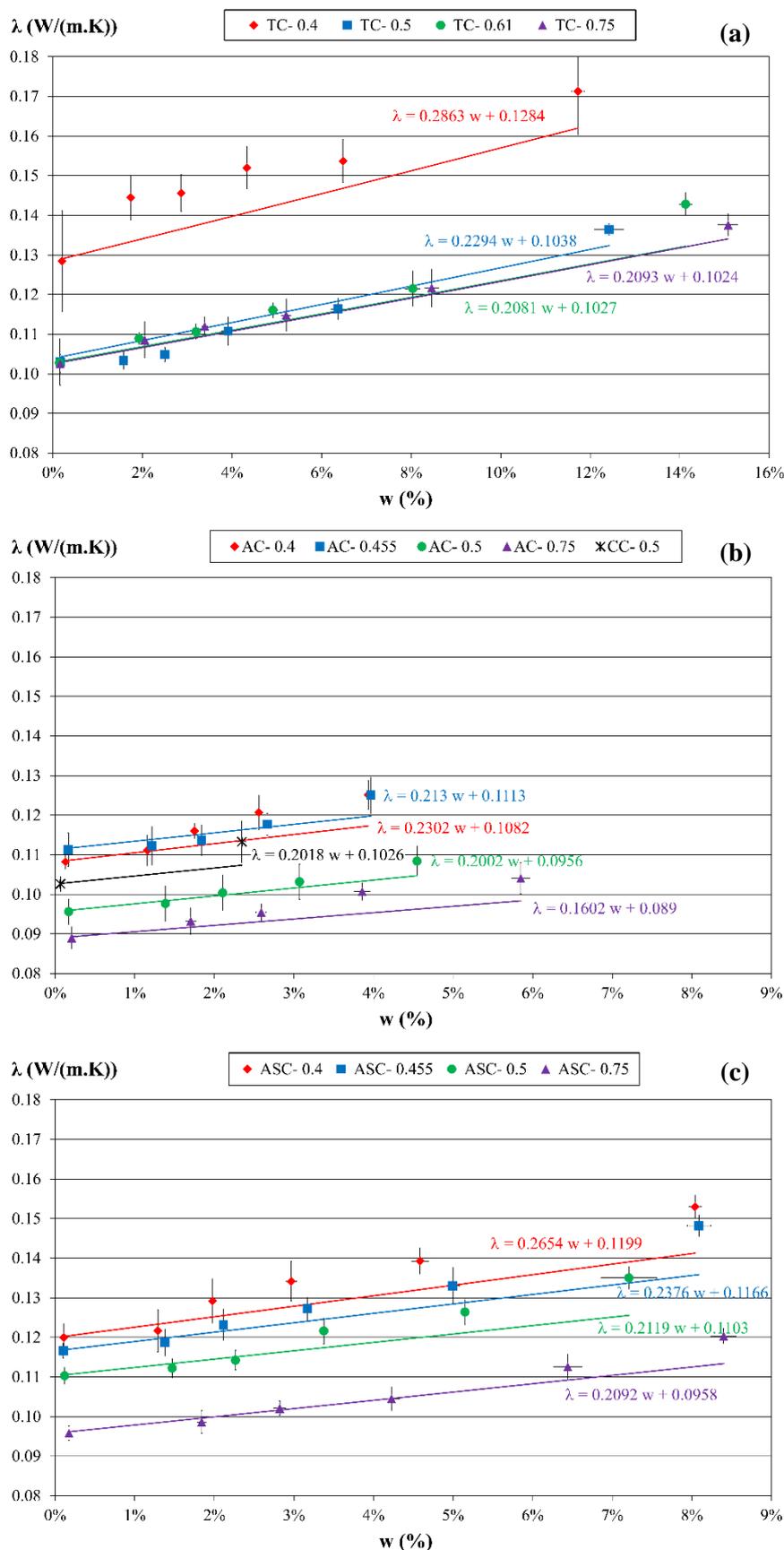


Figure VII-17 : Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau – données expérimentales (symboles) et théoriques selon la méthode autocohérente à trois phases (trait plein) pour les formulations a)TC, b) AC et CC, c) ASC

VII.3 Conclusion

Ce chapitre caractérise les comportements hygriques et thermiques des différentes formulations. Les performances évaluées sont très satisfaisantes.

Les isothermes de sorption obtenues sont des sigmoïdes de type II ou III selon le classement de l'IUPAC pour l'ensemble des formulations, résultats classiquement obtenus pour des matériaux macroporeux. Pour un même rapport C/L, les teneurs en eau des formulations TC sont supérieures à celles des formulations ASC, elles-mêmes légèrement supérieures à celles des formulations AC. Pour chaque type de matrice liante, aux faibles et moyennes hygrométries, les teneurs en eau massiques sont comparables quel que soit le rapport chanvre sur liant. Pour les hygrométries les plus élevées, la formulation la plus dosée en chanvre a les teneurs en eau les plus fortes.

Les valeurs tampons hygriques des formulations TC sont comprises entre 1.88 et 2.02 g/(m².%HR), ce qui les classe bons, presque excellents, régulateurs hygriques selon la classification du Nordtest Project. Les valeurs tampons hygriques des formulations AC, ASC et CC sont supérieures à 2 g/(m².%HR), ce qui les classe excellents régulateurs hygriques. Ainsi, les liants à base de fines ou de terre Claytec donnent des composites ayant des qualités de régulations hygriques encore meilleures que celles des bétons de chanvre, déjà très performants.

Les conductivités thermiques des formulations au point sec sont comprises entre 0.089 et 0.128 W/(m.K), en permettant ainsi une utilisation en isolation répartie. L'étude souligne que la conductivité thermique dépend principalement de la masse volumique du composite et peu du type de matrice liante utilisée.

La sensibilité des formulations à l'humidité impacte leur conductivité thermique. Ainsi, les variations de conductivité avec l'humidité relative ambiante sont les moins marquées pour les formulations AC (entre 12.3 et 16.9 %) et les plus marquées pour les formulations TC (jusqu'à 38.9%), en lien avec les isothermes de sorption. Une modélisation par méthode autocohérente conclut l'étude et permet de disposer d'un modèle prédictif de la conductivité thermique sous différentes teneurs en eau.

Les résultats soulignent les performances hygrothermiques élevées des matériaux étudiés. Ces qualités doivent permettre de réduire la consommation énergétique des bâtiments tout en assurant un bon confort hygrothermique aux usagers.

Par ailleurs, l'exposition à humidité relative élevée lors de la mesure des isothermes de sorption a montré l'intérêt de la stabilisation sur la résistance fongique des composites à base de fines. Cet aspect constitue une perspective à ces travaux.

Conclusion générale et perspectives

Cette étude a permis de développer et caractériser des composites à base de chanévotte, investiguant d'une part, des bétons de chanvre réalisés avec le liant ThermO[®], récemment développé par la société BCB pour la fabrication de bétons de chanvre, et d'autre part des composites formulés avec des matrices argileuses alternatives.

Après avoir présenté les matières premières et leurs caractéristiques, l'étude s'est intéressée au développement et à la sélection de différentes matrices en particulier en cherchant à évaluer l'évolution des performances mécanique, hygrique et thermique en fonction du rapport Chanvre / liant.

Les investigations menées séparément sur les constituants des composites permettent de lister un certain nombre de faits importants.

Le chanvre utilisé est du chanvre Biofibat[®], de masse volumique apparente 100 kg/m³ au point sec. Sa conductivité thermique en vrac au point sec est de 0.056 W/(m.K), conduisant à une conductivité thermique de la phase solide de 0.617 W/(m.K). Ce chanvre est un excellent régulateur hygrique au regard de ses valeurs MBV.

Pour le liant ThermO[®], le dosage en eau impacte les propriétés multiphysiques des pâtes. L'augmentation de celui-ci conduit à une diminution logique de la masse volumique, de la résistance en compression et de la conductivité thermique et à une augmentation de la valeur MBV. La masse volumique des échantillons est également impactée par la forme et la mise en œuvre des échantillons. Les échantillons 10×10×7 cm³ ont une masse volumique plus faible, probablement due à une teneur en air occlus plus importante. Les résistances mécaniques, mesurées sur les échantillons 4×4×16 cm³, lorsque le rapport eau / liant augmente de 0.4 à 0.9, diminuent linéairement de 1.96 à 0.31 MPa pour les résistances en traction et de façon exponentielle de 12.16 à 2.68 MPa pour les résistances en compression. Lorsque le rapport eau / liant augmente de 0.4 à 0.6, les conductivités thermiques mesurées sur les échantillons 10×10×7 cm³ diminuent de 0.465 à 0.353 W/(m.K) alors que leur MBV augmente de 1.22 à 1.57 g/(m².%HR). La modélisation de la conductivité thermique au point sec selon la méthode auto-cohérente permet d'identifier la conductivité thermique de la phase solide (0.989 W/(m.K)).

Pour avoir un impact environnemental plus faible que celui des liants à base de chaux traditionnellement utilisés, une matrice liante argileuse est développée à partir de fines issues de boue de lavage. Après prélèvement des boues de lavage à la carrière, celles-ci sont séchées, broyées et tamisées pour en obtenir des fines. L'analyse minéralogique montre qu'elles sont essentiellement composées de quartz, de kaolinite et d'illite ou muscovite. En relation avec les analyses granulométriques, minéralogiques et les limites d'Atterberg, les fines sont classées moyennement plastique et d'une argilosité moyenne. Ainsi, une stabilisation est envisagée afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de cette matrice.

Pour stabiliser les fines, différents liants ou matrices minérales sont considérés, jusqu'à une teneur de 10% : le liant commercial ThermO[®], le ciment portland, un couple chaux-métakaolin, et un couple ThermO[®]-ciment portland. La sélection de la stabilisation se fait au regard d'une résistance mécanique cible de la matrice fixée à 1 MPa en compression. Cette valeur a été définie en considérant la résistance en compression cible des composites et en utilisant une transcription entre les propriétés des pâtes pures et celles des composites similaire à celle des bétons de chanvre. La stabilisation des fines par le couple chaux-métakaolin est écartée du fait de faïençage et de fissuration importants des échantillons. La stabilisation sélectionnée est réalisée avec le couple 5% ThermO[®]- 5 % ciment portland permettant de dépasser la valeur cible tout en limitant l'impact environnemental. De plus, cette stabilisation conduit à une conductivité thermique de 0.395 W/(m.K)), soit 23% inférieure à celle des fines non stabilisées.

Les formulations considérées pour réaliser des composites sont donc basées sur l'utilisation du ThermO[®], des fines stabilisées ou non et de la terre commerciale Claytec[®]. Les rapports chanvre / liant sont compris entre 0.4 et 0.75 et sont ainsi représentatifs de dosages utilisés pour les différentes applications dalle, mur, toit. La fabrication des composites suit le même protocole pour toutes les formulations : prémouillage du chanvre, préparation de la pâte de liant, mélange du chanvre prémouillé avec la pâte. La mise en forme est réalisée par moulage de couches successives compactées avec une presse manuelle à 0.1 MPa. Cette méthodologie permet de générer un ensemble de composites présentant une cohésion importante sur une large gamme de valeurs de masses volumiques.

Pour l'ensemble des formulations, l'augmentation du rapport chanvre / liant conduit à une diminution de la masse volumique (comprise entre 370 et 615 kg/m³) et à une augmentation de la porosité (entre 70 et 81 %). Les échantillons à base de fines ont les masses volumiques les plus faibles et les porosités les plus élevées. La formulation avec la terre Claytec[®] donne des résultats comparables à ceux du composite réalisé avec des fines et le même rapport chanvre / liant. Les formulations réalisées avec le liant ThermO[®] ont les masses volumiques les plus fortes et les porosités les plus faibles. Les visualisations réalisées pour analyser la microstructure des composites montrent que chaque matrice minérale enrobe parfaitement les granulats végétaux.

Les caractérisations mécaniques thermiques et hygriques réalisées sur les composites permettent les constats suivants :

- Le comportement en compression varie fortement en fonction du rapport chanvre sur liant pour toutes les matrices liantes considérées. Pour un faible dosage en chanvre, le comportement se rapproche de celui de la matrice minérale, de type plutôt fragile avec fort endommagement en fin d'essai. Pour les formulations comportant un dosage plus important en chanvre, un comportement de type compactant est obtenu. Le liant ThermO[®] conduit à de meilleures résistances en compression mais en présentant un comportement mécanique intermédiaire entre compactant et fragile. L'efficacité de la stabilisation des fines est démontrée via de meilleures résistances en compression pour les fines stabilisées que pour les fines non stabilisées. Dans les deux cas le comportement en compression reste essentiellement compactant. Les résistances en compression de l'ensemble des formulations répondent aux exigences des règles professionnelles Construire en Chanvre.
- L'analyse des modules apparents et élastiques permet d'évaluer l'influence du paramètre chanvre / liant. Fort logiquement, plus ce rapport croît, plus le module élastique est faible. La variation est moins franche dans le cas du module apparent. Il apparaît que le minimum de module apparent requis par les règles professionnelles Construire en Chanvre dans le cas de l'application mur n'est pas satisfait. Toutefois cette limite fait l'objet d'une discussion au sein de la communauté et la révision de cette valeur est probable. Ce problème n'est pas constaté si l'on se réfère au module élastique.
- L'analyse des résultats des essais mécaniques permet d'identifier une corrélation totalement indépendante de la nature de la matrice liante entre le module élastique et la résistance en compression des composites.
- La résistance en traction des composites est corrélable à la résistance en compression.

D'un point de vue hygrique, les isothermes de sorption obtenues sont des sigmoïdes de classe II ou III. Pour un même rapport chanvre / liant, les teneurs en eau des formulations réalisées à partir de liant commercial ThermO[®] sont supérieures à celles des formulations réalisées à partir de fines stabilisées, elles-mêmes légèrement supérieures à celles des formulations réalisées à partir des fines. Pour chaque type de matrice liante, aux faibles et moyennes hygrométries, les teneurs en eau massiques sont comparables quel que soit le rapport chanvre sur liant. Pour les hygrométries les plus élevées, la formulation la plus dosée en chanvre a les teneurs en eau les plus fortes. Les résultats obtenus permettent de définir, pour chaque type de liant, des corrélations entre les teneurs en eau et le rapport chanvre / liant pour une humidité relative donnée.

Les valeurs MBV obtenues montrent que les composites à base de fines ou de terre Claytec® (MBV = 2.1 à 2.4 g/(m².%HR)) sont meilleurs régulateurs hygriques que les composites réalisés avec le liant ThermO® (MBV = 1.8 à 2.0 g/(m².%HR)), respectivement classés excellents et très bons régulateurs hygriques.

Les conductivités thermiques des formulations au point sec sont comprises entre 0.089 et 0.128 W/(m.K), permettant ainsi une utilisation en isolation répartie. L'étude souligne que la conductivité thermique dépend principalement de la masse volumique du composite et peu du type de matrice liante utilisée.

La sensibilité des formulations à l'humidité impacte leur conductivité thermique. Ainsi, les variations de conductivité avec l'humidité relative ambiante sont les moins marquées pour les formulations réalisées à partir de fines (entre 12.3 et 16.9 %) et les plus marquées pour les formulations réalisées à partir de liant ThermO® (jusqu'à 38.9%), en lien avec les isothermes de sorption. Une modélisation par méthode autocohérente permet de disposer d'un modèle prédictif de la conductivité thermique sous différentes teneurs en eau.

Les résultats soulignent les performances globales des matériaux développés qui répondent à la fois aux critères mécaniques pour ce type de matériau et aux attentes hygrothermiques contemporaines, dans l'objectif de réduction des consommations énergétiques des bâtiments et de confort élevé des usagers.

Cette étude montre donc toute la pertinence du développement de composites formulés à l'aide de fines issues de boues de lavage en substitution de la chaux. Ce choix permet, en outre, de valoriser des déchets de carrière.

Enfin, la stabilisation des fines semble présenter un intérêt vis-à-vis de la résistance fongique. En effet, dès les premiers jours d'exposition à 90% HR, après une stabilisation à 80% HR, on a observé des moisissures mais ces conditions sont quand même extrêmes. Les moisissures se sont développées sur les formulations à base de fines, ce qui n'a pas été le cas sur les formulations à base de ThermO® et de fines stabilisées. Cet aspect nécessiterait des investigations complémentaires pour approfondir cette étude.

Cette étude ouvre de nombreuses perspectives.

- D'un point de vue mécanique, les composites développés à base des fines ou des fines stabilisées sont plus performants qu'attendu par la loi de transcription. Il serait donc intéressant de revoir le critère de stabilisation.
- La stabilisation des fines semble présenter un intérêt vis-à-vis de la résistance fongique, ce qui nécessiterait des investigations complémentaires pour confirmer ce point et de trouver à quel dosage optimum.
- L'essai MBV permet de décrire le comportement hygrique des matériaux en régime dynamique. La modélisation de cet essai pourrait permettre d'identifier d'autres paramètres caractéristiques du matériau tels que la perméabilité à la vapeur.
- Le comportement hygrothermique des composites élaborés dans cette étude est mesuré à l'échelle du matériau, il serait intéressant de l'envisager à l'échelle de la paroi.
- Les performances des composites fines stabilisées - chanvre étant avérées, une transposition à l'échelle industrielle est désormais envisageable.

Références bibliographiques

- AFNOR** (2013). Produits isolants thermiques destinés aux applications du bâtiment - Détermination du comportement en compression.
- Agoua, E., Allognon-Houessou, E., Adjovi, E., and Togbedji, B.** (2013). Thermal conductivity of composites made of wastes of wood and expanded polystyrene. *Construction and Building Materials* 41, 557–562.
- Akkaoui, A.** (2014). Bétons de granulats de bois: étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-hydro-mécaniques par des approches multi-échelles. Université Paris-Est.
- Akpokodje, E.G.** (1985). The stabilization of some arid zone soils with cement and lime. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology* 18, 173–180.
- Algin, H.M., and Turgut, P.** (2008). Cotton and limestone powder wastes as brick material. *Construction and Building Materials* 22, 1074–1080.
- Amziane, S., and Arnaud, L.** (2013). Les bétons de granulats d'origine végétale : Application au béton de chanvre (Paris: Hermes Science Publications).
- Amziane, S., Collet, F., Lawrence, M., Magniont, C., Picandet, V., and Sonebi, M.** (2017). Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. *Materials and Structures* 50.
- Arnaud, L.** (2008). Synthèse des connaissances sur les bétons et mortiers de chanvre.
- Arnaud, L., and Gourlay, E.** (2012). Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials* 28, 50–56.
- Arnaud, L., Monnet, H., Cordier, C., and Sallet, F.** (2000). Modélisation par homogénéisation autocohérente de la conductivité thermique de bétons et laines de chanvre. In *Colloque Annuel - SFT*, pp. 543–548.
- Ashour, T., Wieland, H., Georg, H., Bockisch, F.-J., and Wu, W.** (2010). The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings. *Materials & Design* 31, 4676–4685.
- Ashour, T., Korjenic, A., and Korjenic, S.** (2015). Equilibrium moisture content of earth bricks biocomposites stabilized with cement and gypsum. *Cement and Concrete Composites* 59, 18–25.
- Bagoniza, S., Peete, J.M., Freer-Hewish, R., and Newill, D.** (1987). Carbonation of stabilised soil-cement and soil-lime mixtures.
- Bahar, R., Benazzoug, M., and Kenai, S.** (2004). Performance of compacted cement-stabilised soil. *Cement and Concrete Composites* 26, 811–820.
- Bal, H., Jannot, Y., Gaye, S., and Demeurie, F.** (2013). Measurement and modelisation of the thermal conductivity of a wet composite porous medium: Laterite based bricks with millet waste additive. *Construction and Building Materials* 41, 586–593.
- Balaras, C.A., Gaglia, A.G., Georgopoulou, E., Mirasgedis, S., Sarafidis, Y., and Lalas, D.P.** (2007). European residential buildings and empirical assessment of the Hellenic building stock, energy consumption, emissions and potential energy savings. *Building and Environment* 42, 1298–1314.
- Balčiūnas, G., Žvironaitė, J., Vėjelis, S., Jagniatinskis, A., and Gaidučis, S.** (2016). Ecological, thermal and acoustical insulating composite from hemp shives and spropel binder. *Industrial Crops and Products* 91, 286–294.

- Baley, C.** (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33, 939–948.
- Basha, E.A., Hashim, R., Mahmud, H.B., and Muntohar, A.S.** (2005). Stabilization of residual soil with rice husk ash and cement. *Construction and Building Materials* 19, 448–453.
- Bell, F.G.** (1993). *Engineering treatment of soils* (London; New York: E & FN Spon).
- Benfratello, S., Capitano, C., Peri, G., Rizzo, G., Scaccianoce, G., and Sorrentino, G.** (2013). Thermal and structural properties of a hemp–lime biocomposite. *Construction and Building Materials* 48, 745–754.
- Bergaya, F., and Lagaly, G.** (2006). General introduction: clays, clay minerals, and clay science. *Developments in Clay Science* 1, 1–18.
- Bevan, R., Woolley, T., Pritchett, I., Carpenter, R., Walker, P., and Duckett, M.** (2008). *Hemp Lime Construction: a guide to building with hemp lime composites* (BRE Press).
- Binici, H., Aksogan, O., Bodur, M.N., Akca, E., and Kapur, S.** (2007). Thermal isolation and mechanical properties of fibre reinforced mud bricks as wall materials. *Construction and Building Materials* 21, 901–906.
- Bledzki, A.K., and Gassan, J.** (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science* 24, 221–274.
- Boardman, D.I., Glendinning, S., and Rogers, C.D.F.** (2001). Development of stabilisation and solidification in lime–clay mixes. *Geotechnique* 51, 533–543.
- Bouasker, M., Belayachi, N., Hoxha, D., and Al-Mukhtar, M.** (2014). Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications. *Materials (Basel)* 7, 3034–3048.
- Bouguerra, A., Sallée, H., de Barquin, F., Dheilily, R.M., and Quéneudec, M.** (1999). Isothermal moisture properties of wood–cementitious composites. *Cement and Concrete Research* 29, 339–347.
- Bouhicha, M., Aouissi, F., and Kenai, S.** (2005). Performance of composite soil reinforced with barley straw. *Cement and Concrete Composites* 27, 617–621.
- Bouloc, P.** (2006). *Le chanvre industriel: production et utilisations* (France Agricole Editions).
- Boutin, C.** (1996). Conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé: modélisation par méthode autocohérente. *Materials and Structures* 29, 609–615.
- De Bruijn, P., and Johansson, P.** (2013). Moisture fixation and thermal properties of lime–hemp concrete. *Construction and Building Materials* 47, 1235–1242.
- De Bruijn, P.B., Jeppsson, K.-H., Sandin, K., and Nilsson, C.** (2009). Mechanical properties of lime–hemp concrete containing shives and fibres. *Biosystems Engineering* 103, 474–479.
- Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E.** (1938). Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *J. Am. Chem. Soc.* 60, 309–319.
- Brunauer, S., Deming, L.S., Deming, W.E., and Teller, E.** (1940). On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases. *J. Am. Chem. Soc.* 62, 1723–1732.
- Brundtland, G.H.** (1987). *Rapport Brundtland*. Ministère Des Affaires Étrangères et Du Développement International. L’Odyssée Du Développement Durable. [Http://www.diplomatie.gouv.fr/fr/sites/odysee-developpementdurable/files/5/rapport_brundtland.pdf](http://www.diplomatie.gouv.fr/fr/sites/odysee-developpementdurable/files/5/rapport_brundtland.pdf) (Page Consultée Le 31 Mai 2014).
- Busbridge, R.** (2009). *Hemp-Clay: an initial investigation into the thermal, structural and environmental credentials of monolithic clay and hemp walls*. (Centre for Alternative Technology, UK and School of Computing and Technology University of East London, UK,).

- Butschi, P.** (2005). Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction (French text).
- Bütschi, P.-Y., Deschenaux, C., Miao, B., and Srivastava, N.K.** (2004a). Caractérisation d'une maçonnerie composée d'éléments en aggloméré de chanvre. *Canadian Journal of Civil Engineering* 31, 526–529.
- Bütschi, P.-Y., Deschenaux, C., Miao, B., and Srivastava, N.K.** (2004b). Caractérisation d'une maçonnerie composée d'éléments en aggloméré de chanvre. *Canadian Journal of Civil Engineering* 31, 526–529.
- Bütschi, P.-Y., Deschenaux, C., Miao, B., and Srivastava, N.K.** (2004c). Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction (Département de génie civil, Faculté d'ingénierie, Université de Moncton).
- Bütschi, P.-Y., Deschenaux, C., Miao, B., and Srivastava, N.K.** (2004d). Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction (Département de génie civil, Faculté d'ingénierie, Université de Moncton).
- Cabane, N.** (2004). Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation (Saint-Etienne, EMSE).
- Cagnon, H., Aubert, J.E., Coutand, M., and Magniont, C.** (2014). Hygrothermal properties of earth bricks. *Energy and Buildings* 80, 208–217.
- Camara, M.L., Vianou, A., and Keita, M.** (2005). Mesure de la conductivité thermique de la boue rouge stabilisée au ciment et à l'argile. *Journal des sciences pour l'Ingénieur* 40–45.
- Carlsaw, H.S., and Jaeger, J.C.** (1986). *Conduction of Heat in Solids* (Oxford, New York: Oxford University Press).
- CenC** (2007). Association Construire en Chanvre; FFB; Règles professionnelles d'exécution d'ouvrages en béton de chanvre (France).
- CenC** (2010). Construire en Chanvre, «Construire en Chanvre - Règles Professionnelles (RP2C)» (France).
- Cerezo, V.** (2005). Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique. . Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Černý, R., Kunca, A., Tydlitát, V., Drchalová, J., and Rovnaníková, P.** (2006). Effect of pozzolanic admixtures on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters. *Construction and Building Materials* 20, 849–857.
- Chabannes, M.** (2015). Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction. Montpellier.
- Chamoin, J.** (2013). Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation. INSA de Rennes.
- Collet, F.** (2004). Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux (Rennes, INSA).
- Collet, F., and Prétot, S.** (2012a). Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete. In *The Second International Conference on Building Energy and Environment*, (Boulder, United States), pp. 878–885.
- Collet, F., and Prétot, S.** (2012b). Variation de la capacité hydrique tampon de bétons de chanvre en fonction de la formulation.
- Collet, F., and Prétot, S.** (2012c). Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Construction and Building Materials* 36, 58–65.

- Collet, F., and Pretot, S.** (2014). Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content. *Construction and Building Materials* 65.
- Collet, F., Serres, L., Miriel, J., and Bart, M.** (2006). Study of thermal behaviour of clay wall facing south. *Building and Environment* 41, 307–315.
- Collet, F., Chamoin, J., Pretot, S., and Lanos, C.** (2013). Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy and Buildings* 62, 294–303.
- Collet, F., Pretot, S., Brahim, M., Laetitia, B., and Lanos, C.** (2015). Comparing hemp composites made with mineral or organic binder on thermal, hygric and mechanical point of view. In *First International Conference on Bio-Based Building Materials, ICBBM 2015*.
- Collet, F., Pretot, S., and Lanos, C.** (2016). Hemp-straw composites: thermal and hygric performances. In *ICOME, (La Rochelle, France)*.
- Cordier, C.** (1999). Caractérisation thermique et mécanique des bétons de chanvre. Rapport de Stage de Fin D'études, ENTPE-École Doctorale MEGA.
- Couedel, I.** (1998). Le béton de chanvre comme matériau de construction, première approche mécanique du béton de chanvre. ENTPE, Vaulx-En-Velin.
- Deboucha, S., and Hashim, R.** (2011). A review on bricks and stabilized compressed earth blocks. *Scientific Research and Essays* 6, 499–506.
- Derriche, Z., and Lazzali, F.** (1997). Analyse des mécanismes de stabilisation d'un sol gonflant par apport de chaux sous différentes formes. *International Proceedings on Engineering Geology and Environment, Springer* 79–84.
- DEV, L.** (2009). Développement Chanvre mécanise l'injection du béton vert. usinouvelle.com/.
- Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., and Richardson, M.O.W.** (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology* 67, 1674–1683.
- Dinh, T.M.** (2014). Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant. phd. Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.
- Doat, P., hays, A., Houben, H., matuk, s, and vitoux, F.** (1979). Construire en terre (Alternative et Parallèles, collection AnArchitecture).
- Dubois, S., Evrard, A., and Lebeau, F.** (2012). Hygrothermal modelling of Lime-Hemp concrete used as building material and indoor climate buffering characterization.
- Dubois, S., McGregor, F., Evrard, A., Heath, A., and Lebeau, F.** (2014). An inverse modelling approach to estimate the hygric parameters of clay-based masonry during a Moisture Buffer Value test. *Building and Environment* 81, 192–203.
- Eades, J.L., and Grim, R.E.** (1960). Reaction of hydrated lime with pure clay minerals in soil stabilization. *Highway Research Board Bulletin*.
- Elfordy, S., Lucas, F., Tancret, F., Scudeller, Y., and Goudet, L.** (2008). Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials* 22, 2116–2123.
- Evrard, A.** (2002). L'utilisation du chanvre dans la construction. Disponible En Ligne Sur [Http://www. Chanvre-Info. Ch/info](http://www.Chanvre-Info.Ch/info).
- Evrard, A.** (2006). Sorption behaviour of Lime-Hemp Concrete and its relation to indoor comfort and energy demand. In *Proceedings of the 23rd Conference on Passive and Low Energy Architecture, Geneva, Switzerland,*.
- Evrard, A.** (2008). Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials. UCL - Université Catholique de Louvain.

- Fertikh, S., Merzoud, M., Habita, M.F., and Benazzouk, A.** (2011). Comportement mécanique et hydrique des composites à matrice cimentaire et argileuse à base de diss «*Ampelodesma mauritanica*».
- Flament, C.** (2013). Valorisation des fines de lavage de granulats : application à la construction en terre crue. Université d'Artois. PhD. Faculté des Sciences Appliquées de Béthune.
- Ghembaza, M.S., Dadouch, M., and Bellia, Z.** (2012). Effet du ciment sur le comportement physico-chimique d'un matériau de la région de Sidi Bel Abbès. In Proceedings of 30th Meeting of AUGC/IBPSA, Chambéry, France, pp. 6–8.
- Glouannec, P., Collet, F., Lanos, C., Mounanga, P., Pierre, T., Poullain, P., Pretot, S., Chamoin, J., and Zaknoune, A.** (2011). Propriétés physiques de bétons de chanvre. *Matériaux & Techniques* 99, 657–665.
- González, M.J., and García Navarro, J.** (2006). Assessment of the decrease of CO₂ emissions in the construction field through the selection of materials: Practical case study of three houses of low environmental impact. *Building and Environment* 41, 902–909.
- GTR** (1992). DTRF - Consultation d'une notice (Dtrf-0000639).
- GTS, G.** (2000). Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques. Application À La Réalisation Des Remblais et Des Couches de Forme, LCPC/Setra.
- Hakimi, A., Yamani, N., and Ouissi, H.** (1996). Rapport: Résultats d'essais de résistance mécanique sur échantillon de terre comprimée. *Materials and Structures* 29, 600–608.
- Heijungs, R., Huppes, G., and Guinée, J.B.** (2010). Life cycle assessment and sustainability analysis of products, materials and technologies. Toward a scientific framework for sustainability life cycle analysis. *Polymer Degradation and Stability* 3, 422–428.
- Henderson, S.M., Henderson, S.M., Henderson, S., Henderson, S., and Henderson, S.T.** (1952). A basic concept of equilibrium moisture.
- Horpibulsuk, S., Rachan, R., Chinkulkijniwat, A., Raksachon, Y., and Suddeepong, A.** (2010). Analysis of strength development in cement-stabilized silty clay from microstructural considerations. *Construction and Building Materials* 24, 2011–2021.
- Aj Hirst, E., Walker, P., Paine, K., and Yates, T.** (2010). Characterisation of Low Density Hemp-Lime Composite Building Materials under Compression Loading.
- Ip, K., and Miller, A.** (2012). Life cycle greenhouse gas emissions of hemp-lime wall constructions in the UK. *Resources, Conservation and Recycling* 69, 1–9.
- Istvan, C.** (1990). Comportement géotechnique des sables argileux: influence du traitement à la chaux. EMP.
- Jaquin, P., and Augarde, C.** (2012). *Earth Building: History, Science and Conservation* (Bracknell: IHS BRE Press).
- Jorillo, P., and Shimizu, G.** (1992). Coir fibre reinforced cement based composite. Part 2: Fresh and mechanical properties of fiber concrete. In RILEM PROCEEDINGS, (CHAPMAN & HALL), pp. 1096–1096.
- Keefe, L.** (2005). *Earth Building: Methods and Materials, Repair and Conservation* (London ; New York: Routledge).
- Khedari, J., Watsanasathaporn, P., and Hirunlabh, J.** (2005). Development of fibre-based soil-cement block with low thermal conductivity. *Cement and Concrete Composites* 27, 111–116.
- Korte, S., and Staiger, M.P.** (2008). Effect of processing route on the composition and properties of hemp fibre. *Fibers Polym* 9, 593–603.

- Krus, M.** (1996). *Moisture Transport and Storage Coefficients of Porous Mineral Building Materials: Theoretical Principles and New Test Methods* (Fraunhofer-IRB-Verlag).
- Kuersten, E.** (2015). COIR -TRADITIONALLY USED FIBRES FOR NEW CONSTRUCTION APPLICATIONS.
- Kymäläinen, H.-R., and Sjöberg, A.-M.** (2008). Flax and hemp fibres as raw materials for thermal insulations. *Building and Environment* 43, 1261–1269.
- Labat, M., Magniont, C., Oudhof, N., and Aubert, J.-E.** (2016). From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential. *Building and Environment* 97, 69–81.
- Langmuir, I.** (1918). The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *J. Am. Chem. Soc.* 40, 1361–1403.
- Lasledj, A., and Al-Mukhtar, M.** (2008). Effect of hydrated lime on the engineering behaviour and the microstructure of highly expansive clay. In *The 12th International Conference of International Association for Computer Methods and Advances in Geomechanics*.
- Latif, E., Lawrence, M., Shea, A., and Walker, P.** (2015). Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime. *Building and Environment* 93, 199–209.
- Laurent, J.-P.** (1986). Contribution à la caractérisation thermique des milieux poreux granulaires: optimisation d'outils de mesure in situ des paramètres thermiques, application à l'étude des propriétés thermiques du matériau terre.
- Lawrence, R.M.H., Mays, T.J., Walker, P., and D'Ayala, D.** (2006). Determination of carbonation profiles in non-hydraulic lime mortars using thermogravimetric analysis. *Thermochimica Acta* 444, 179–189.
- Ledhem, A., Dheilily, R.M., Benmalek, M.L., and Quéneudec, M.** (2000). Properties of wood-based composites formulated with aggregate industry waste. *Construction and Building Materials* 14, 341–350.
- Liebig, E., and Althaus, E.** (1998). Pozzolan Activity of Volcanic Tuff and Suevite: Effects of Calcination. *Cement and Concrete Research* 28, 567–575.
- Lima, J., and Faria, P.** (2015). Eco-efficient earthen plasters: The influence of the addition of natural fibers. ICNF2015 - 2nd International Conference on Natural Fibers: From Nature to Market ID47.
- MacVicar, R., Matuana, L.M., and Balatinecz, J.J.** (1999). Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites. *Cement and Concrete Composites* 21, 189–196.
- Magniont, C.** (2010). Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources. Toulouse 3.
- Magniont, C., Escadeillas, G., Coutand, M., and Oms-Multon, C.** (2012). Use of plant aggregates in building ecomaterials. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 16, s17–s33.
- Mazhoud, B., Collet, F., Pretot, S., and Lanos, C.** (2017). Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites. *Construction and Building Materials* 155, 1126–1137.
- Merakeb, S., Dubois, F., and Petit, C.** (2009). Modélisation des hystérésis de sorption dans les matériaux hygroscopiques. *Comptes Rendus Mécanique* 337, 34–39.
- Merouani, L.** (1987). Phénomènes de sorption et de transfert d'humidité dans des matériaux du bâtiment : étude expérimentale comparative d'un mortier de ciment et d'un enduit de façade (Grenoble INPG).
- Meukam, P., Noumowe, A., Jannot, Y., and Duval, R.** (2003). Caractérisation thermophysique et mécanique de briques de terre stabilisées en vue de l'isolation thermique de bâtiment. *Mat. Struct.* 36, 453–460.

- Millogo, Y., Morel, J.-C., Aubert, J.-E., and Ghavami, K.** (2014). Experimental analysis of Pressed Adobe Blocks reinforced with Hibiscus cannabinus fibers. *Construction and Building Materials* 52, 71–78.
- Ministère de l'Environnement, de l'Energie et de la Mer - Ministère du logement et de l'habitat durable** (2016). Construire ensemble la réglementation énergétique et environnementale du bâtiment.
- Ministère du développement durable et de l'énergie** (2014). L'environnement en France.
- Minke, G.** (2012). *Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture* (Basel, Switzerland: Birkhauser Verlag AG).
- NF EN 196-1** (2006). NF EN 196-1 - Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques.
- NF EN 197-1** (2009). NF EN 197-1 - Ciment - Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants.
- NF EN 459** (2012). NF EN 459-1 - Chaux de construction - Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité.
- NF P 94-050** (1995). NF P94-050 - Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux - Méthode par étuvage.
- NF P 94 068** (1998). NF P94-068 - Sols : reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tâche.
- NF P94-093** (2014). NF P94-093 - Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor Normal - Essai Proctor modifié.
- Niyigena, C.** (2016). Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chènevotte produite en Auvergne. Phd thesis. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.
- Norme ISO 13320** (2009). ISO 13320:2009 - Analyse granulométrique - Méthodes par diffraction laser - Principes généraux.
- Nouvelle, L.** (2009). Développement Chanvre mécanise l'injection du béton vert. usinenouvelle.com/.
- Nozahic, V., Amziane, S., Torrent, G., Saïdi, K., and De Baynast, H.** (2012). Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder. *Cement and Concrete Composites* 34, 231–241.
- Nozahic, V.** (2012). Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal: application à des granulats de chènevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux. Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- Nguyen, T.-T., Picandet, V., Amziane, S., and Baley, C.** (2009). Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 13, 1039–1050.
- Nguyen, T.-T.** (2010). Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre. Université de Bretagne-Sud.
- Ortega, O., and Pelletier, L.** (2011). Rapport à Madame Nathalie Kosciusko-Morizet, Ministre de l'écologie, du développement durable, des transports et du logement.
- Oswin, C.R.** (1946). The kinetics of package life. III. The isotherm. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 65, 419–421.
- Oudhof, N., Labat, M., Magniont, C., and Nicot, P.** (2015). Measurement of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures.

- Ait Oumeziane, Y.** (2013). Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre (Rennes, INSA).
- Padfield, T.** (1998). The Role of Absorbent Building Materials in Moderating Changes of Relative Humidity.
- Perret, P.** (1979). Application pratique des nouvelles données expérimentales relatives à la stabilisation des sols fins par la chaux. Bulletin de Liaison Des Laboratoires Ponts et Chaussées (99) 110–118.
- Picandet, V., Tronet, P., and Baley, C.** (2012). Caractérisation granulométrique des chènevottes. XXX E Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry, Savoie.
- Pretot, S., and Collet, F.** (2012). Experimental Study of Hygrothermal Behavior of a Hemp Concrete Wall (without and with coating).
- Pretot, S., Collet, F., and Garnier, C.** (2014). Life cycle assessment of a hemp concrete wall: Impact of thickness and coating. Building and Environment 72, 223–231.
- Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Promis, G., Laidoudi, B., Crigny, A., Dupre, B., and Langlet, T.** (2015). Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. Energy and Buildings 88, 91–99.
- Al-Rawas, A.A., Hago, A.W., and Al-Sarmi, H.** (2005). Effect of lime, cement and Sarooj (artificial pozzolan) on the swelling potential of an expansive soil from Oman. Building and Environment 40, 681–687.
- Reddy, B.V., and Gupta, A.** (2005). Characteristics of soil-cement blocks using highly sandy soils. Materials and Structures 38, 651.
- Reddy, B.V., and Kumar, P.P.** (2011). Cement stabilised rammed earth. Part A: compaction characteristics and physical properties of compacted cement stabilised soils. Materials and Structures 44, 681–693.
- Al Rim, K., Ledhem, A., Douzane, O., Dheilly, R.M., and Queneudec, M.** (1999). Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. Cement and Concrete Composites 21, 269–276.
- Rode, C., Peuhkuri, R., Lone, H., Time, B., Gustavsen, A., Ojanen, T., Ahonen, J., and Svennberg, K.** (2005). Moisture Buffering of Building Materials (Nordic Innovation).
- Rogers, C.D.F., and Glendinning, S.** (1996). The role of lime migration in lime pile stabilization of slopes. Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology 29, 273–284.
- Röhlen, U., and Ziegert, C.** (2013). Construire en terre crue: Construction - Rénovation - Finitions (Paris: Le Moniteur).
- Labrel-Préneron, A., Aubert, J.E., Magniont, C., Tribout, C., and Bertron, A.** (2016). Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review. Construction and Building Materials 111, 719–734.
- Le Roux, A.** (1969). Traitement des sols argileux par la chaux. Bulletin de Liaison Des Laboratoires Des Ponts et Chaussées, Paris (40) 59–95.
- Mazhoud, B., Collet, F., Pretot, S., and Lanos, C.** (2017). Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite. European Journal of Environmental and Civil Engineering 0, 1–11.
- Sameh, S.H.** (2014). Promoting earth architecture as a sustainable construction technique in Egypt. Journal of Cleaner Production 65, 362–373.
- Samri, D.** (2008). Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction: approche expérimentale et modélisation numérique. Ecole Nationale Des Travaux Publics de l'Etat.

- Saussaye, L.** (2012). Traitement des sols aux liants hydrauliques : aspects géotechniques et physico-chimiques des perturbations de la solidification (Caen).
- Simons, A., Laborel-Préneron, A., Bertron, A., Aubert, J.E., Magniont, C., Roux, C., and Roques, C.** (2015). Development of bio-based earth products for healthy and sustainable buildings: characterization of microbiological, mechanical and hygrothermal properties. *Matériaux & Techniques* 103, 206.
- Sing, K.S.W.** (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). *Pure Appl. Chem., PAC* 57, 603–619.
- Smith, S.E.** (1947). The Sorption of Water Vapor by High Polymers. *J. Am. Chem. Soc.* 69, 646–651.
- Taoukil, D., El bouardi, A., Sick, F., Mimet, A., Ezbakhe, H., and Ajzoul, T.** (2013). Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite. *Construction and Building Materials* 48, 104–115.
- Tran Le, A.D.** (2010). Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment. Reims.
- Triolo, L.** (1980). [Non-wood raw materials for the paper industry]. [Italian]. *Cellulosa e Carta*.
- Tronet, P.** (2013). contribution a l'étude des matériaux chaux-chanvre : Influence du compactage sur les propriétés.
- Unies, N.** (1998). Protocole de Kyoto la convention-cadre des Nations Unies sur les changements climatiques. Kyoto, Japon [en Ligne] [Http://unfccc. Int/resource/docs/convkp/kpfrench. Pdf](http://unfccc.int/resource/docs/convkp/kpfrench.pdf) (page Consultée Le 15 Avril 2010).
- Vénuat, M.** (1980). Le traitement des sols à la chaux et au ciment.
- Viel, M., Collet, F., and Lanos, C.** (2017). Thermal insulation materials from renewable resources: Thermal and hygric performances. In 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, (Clermont-Ferrand, France),.
- Vinceslas, T., Colinart, T., Hamard, E., Hellouin De Ménibus, A., Lecompte, T., and Lenormand, H.** (2017). LIGHT EARTH PERFORMANCES FOR THERMAL INSULATION: APPLICATION TO EARTH-HEMP.
- Walker, P.J.** (1995). Strength, durability and shrinkage characteristics of cement stabilised soil blocks. *Cement and Concrete Composites* 17, 301–310.
- Walker, R., and Pavía, S.** (2014). Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes. *Construction and Building Materials* 64, 270–276.
- Werf, H.M.G. van der** (2004). Life Cycle Analysis of field production of fibre hemp, the effect of production practices on environmental impacts. *Euphytica* 140, 13–23.
- Younes, A.** (2017). Prise en compte des apports mécaniques du béton de chanvre pour le calcul de structure bois/béton de chanvre et métal/béton de chanvre. Lorient.
- Zaknoue, A.** (2011). Etude du comportement thermohydrigue de matériaux «chanvre-chaux» lors de la phase de séchage–estimation par technique inverse des propriétés hydriques. Université de Bretagne Sud.
- Zeller, P., and Zoicher, D.** (2012). Ecovative's Breakthrough Biomaterials. *Fungi Magazine* 5, 51–56.
- Zheng, J., Shao, G., and Shen, X.** (2014). Synergistic interactions of chemical additives on the strength development of silicate cement by a box-behnken model optimization. *J. Appl. Polym. Sci.* 131, n/a – n/a.

Annexe A Méthodes expérimentales usuelles

Cette annexe regroupe les descriptions des méthodes expérimentales usuelles utilisées pour la caractérisation physique des matériaux et la caractérisation mécanique des liants.

A.1 Caractérisation physique

A.1.1 Masse volumique apparente

Pour calculer la masse volumique apparente des **matériaux cohérents** (liants et composites), la masse totale est mesurée par simple pesée et le volume total est calculé à partir des mesures des dimensions. Cette méthode est suffisamment précise dans la mesure où les échantillons ont des géométries simples (cylindres ou parallélépipèdes).

Afin de limiter les erreurs, chaque dimension correspond à la moyenne de quatre mesures et la masse est la moyenne de trois pesées. Les caractéristiques des appareils utilisés pour déterminer les masses et les dimensions sont décrites dans le Tableau A-1.

Tableau A-1 : Appareils utilisés pour la mesure des dimensions et de masse des échantillons

Appareil	Type	Portée	Précision de lecture
Pied à coulisse électronique	Dimension	20 cm	0,01 mm
Réglet	Dimension	50 cm	0,5 mm
Balance Sartorius 8200S	Masse	8000 g	0,01 g
Balance Sartorius 4202S	Masse	4000 g	0.01 g

A.1.2 Masse volumique réelle

Pour le chanvre et les composites, la masse volumique réelle est mesurée par la méthode pycnométrique. Afin d'avoir accès à l'ensemble des pores, les échantillons sont tout d'abord broyés et séchés à l'étuve à une température de 60 °C jusqu'à stabilisation de leur masse (jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 0,1 % sur trois pesées successives effectuées à 24 h d'intervalle). Une fois secs, les échantillons sont placés dans des pycnomètres dont les volumes sont ensuite complétés par un liquide chimiquement inerte. Dans notre cas, le liquide utilisé est le toluène. Afin de s'assurer que tous les vides sont comblés par le liquide, l'ensemble est régulièrement agité, complété par le liquide et pesé jusqu'à stabilisation de la masse. La masse volumique du toluène est mesurée par pesée du pycnomètre rempli de toluène, puis d'eau. Les pycnomètres utilisés ont des volumes de l'ordre 500–1000 ml. La balance utilisée est une balance Sartorius LP 8200 S ayant une portée de 8 kg et une précision de lecture égale à 0.01 g.

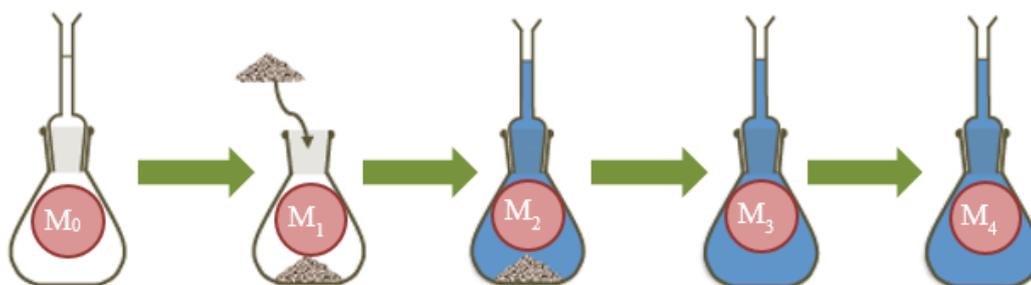


Figure A-1 : Schéma descriptif de la mesure de la densité absolue par la méthode du pycnomètre

Le mode opératoire utilisé est :

- M_0 : Masse pycnomètre vide (g)
- M_1 : Masse pycnomètre + Matériau (g)
- M_2 : Masse pycnomètre + Matériau + Toluène (g)
- M_3 : Masse pycnomètre + Toluène (g)
- M_4 : Masse pycnomètre + Eau distillée (g)

La masse volumique de l'eau ρ_{eau} est celle correspondant à la température de l'essai.

Ces pesées permettent de déterminer :

La masse de l'échantillon :

$$M_{matériau} = M_1 - M_0 \quad \text{Eq. A-1}$$

La masse du toluène pour remplir le pycnomètre :

$$M_{toluène} = M_3 - M_0 \quad \text{Eq. A-2}$$

La masse d'eau pour remplir le pycnomètre :

$$M_{eau} = M_4 - M_0 \quad \text{Eq. A-3}$$

La masse du toluène pour compléter le contenu du pycnomètre avec l'échantillon :

$$M_{toluène\ ajouté} = M_2 - M_1 \quad \text{Eq. A-4}$$

Le volume du pycnomètre :

$$V_{pycnomètre} = \frac{M_{eau}}{\rho_{eau}} = \frac{M_4 - M_0}{\rho_{eau}} \quad \text{Eq. A-5}$$

La masse volumique du toluène :

$$\rho_{toluène} = \frac{M_{toluène}}{V_{pycnomètre}} = \frac{(M_3 - M_0)\rho_{eau}}{M_4 - M_0} \quad \text{Eq. A-6}$$

Le volume occupé par le toluène dans le pycnomètre avec le matériau :

$$V_{toluène\ ajouté} = \frac{M_{toluène\ ajouté}}{\rho_{toluène}} = \frac{M_2 - M_1}{\rho_{toluène}} \quad \text{Eq. A-7}$$

Le volume occupé par l'échantillon dans le pycnomètre :

$$\begin{aligned} V_{matériau} &= V_{pycnomètre} - V_{toluène\ ajouté} = \frac{M_4 - M_0}{\rho_{eau}} - \frac{M_2 - M_1}{\rho_{toluène}} \\ &= \frac{M_4 - M_0}{\rho_{eau}} - \frac{M_2 - M_1}{\frac{M_3 - M_0}{\frac{M_4 - M_0}{\rho_{eau}}}} = \frac{M_4 - M_0}{\rho_{eau}} \left(1 - \frac{M_2 - M_1}{M_3 - M_0} \right) \end{aligned} \quad \text{Eq. A-8}$$

La masse volumique réelle de l'échantillon :

$$\begin{aligned} \rho_s &= \frac{M_{\text{matériau}}}{V_{\text{matériau}}} = \frac{M_1 - M_0}{\frac{M_4 - M_0}{\rho_{\text{eau}}} \left(1 - \frac{M_2 - M_1}{M_3 - M_0}\right)} \\ &= \frac{(M_1 - M_0)\rho_{\text{eau}}}{(M_4 - M_0) \left(1 - \frac{M_2 - M_1}{M_3 - M_0}\right)} \\ &= \frac{(M_3 - M_0)(M_1 - M_0)\rho_{\text{eau}}}{(M_4 - M_0)(M_3 - M_0 - M_2 + M_1)} \end{aligned} \quad \text{Eq. A-9}$$

Pour les liants, la masse volumique réelle est mesurée en utilisant un pycnomètre Le Chatelier. Ce pycnomètre est constitué d'un ballon d'environ 250 cm³ surmonté d'un col étroit comprenant une graduation « 0 », puis une échelle graduée au 1/10 de cm³. Un volume initial est rempli avec du toluène, au niveau ou au-dessus de la graduation « 0 ». Le matériau est ensuite introduit dans le pycnomètre. Les pesées et lectures successives permettent de déterminer la masse volumique réelle selon :

$$\rho_s = \frac{M_2 - M_1}{V_2 - V_1} \quad \text{Eq. A-10}$$

- ρ_s : masse volumique réelle (g/cm³)
- M_1 : Masse pycnomètre + Toluène (g)
- M_2 : Masse pycnomètre + Matériau + Toluène (g)
- V_1 : Volume de Toluène au-dessus de la graduation « 0 » (cm³)
- V_2 : Volume Toluène + Matériau au-dessus de la graduation « 0 » (cm³)

A.1.3 Porosité totale

La porosité totale est calculée à partir de la masse volumique apparente et de la masse volumique réelle par l'équation suivante :

$$n_{\text{tot}} = 1 - \frac{\rho_{\text{app}}}{\rho_s} \quad \text{Eq. A-11}$$

A.1.4 Analyses par MEB-EDS

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie basée sur le principe d'interaction électrons-matière sous un bombardement d'électrons. Différents aspects peuvent être étudiés selon la nature du signal analysé émis par l'échantillon :

- Emission d'électrons secondaires qui apportent une information sur le relief de l'échantillon, la forme des cristaux et la porosité (topographie de l'échantillon).
- Emission de rayon X qui caractérisent la composition chimique élémentaire de l'échantillon.
- Émission d'électrons rétrodiffusés qui nous renseigne sur la composition de l'échantillon : plus l'élément est lourd (numéro atomique grand), plus l'image rétrodiffusée est brillante ; image des zones contenant des éléments lourds.

Des observations par microscopie électronique à balayage, associées à de la microanalyse élémentaire par spectrométrie X, ont été réalisées en utilisant un MEB Hitachi TM 1000 ou un MEB Jeol JSM 7100F.

A.2 Caractérisation mécanique des liants

Les essais de flexion et de compression sont réalisés sur des éprouvettes mesurant $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ suivant la norme EN 1015-11.

Après confection et avant les essais, les éprouvettes sont conservées à l'air ambiant du laboratoire.

A.2.1 Description de dispositif de l'essai de flexion

La résistance en traction par flexion est mesurée à l'aide d'un dispositif de flexion 3 points :

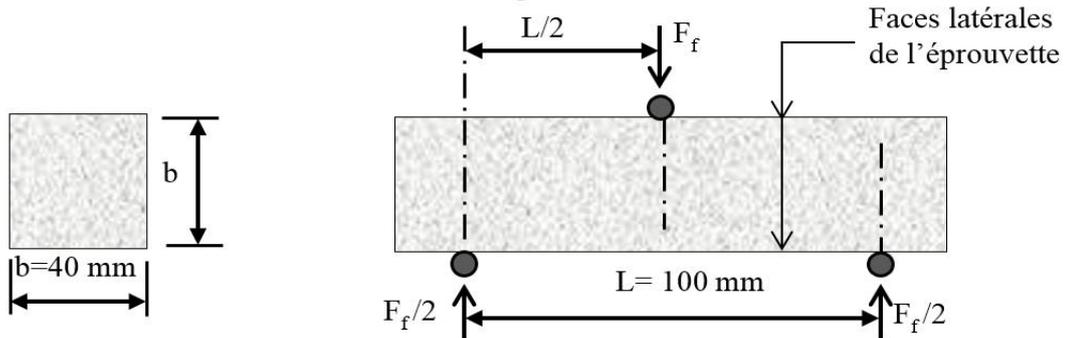


Figure A-2 : Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion

On applique au centre des éprouvettes ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$) une charge verticale qui augmente progressivement jusqu'à la rupture. Soit F_f la charge à la rupture de l'éprouvette en flexion, le moment de rupture vaut $\frac{L \cdot F_f}{4}$. La contrainte de traction ou la résistance en flexion, appliquée sur la face inférieure vaut :

$$R_t = \frac{1.5 F_f L}{b^3} \text{ (MPa)} \quad \text{ou} \quad R_t = 0.234 F_f \text{ (MPa)} \quad \text{Eq. A-12}$$

L'essai est répété sur trois éprouvettes et la contrainte en traction est la moyenne des trois valeurs.

A.2.2 Description du dispositif de l'essai de compression

L'essai de compression est réalisé sur les demi-prismes des éprouvettes obtenus après rupture en flexion. Ceux-ci sont placés dans une presse pour les rompre en compression.

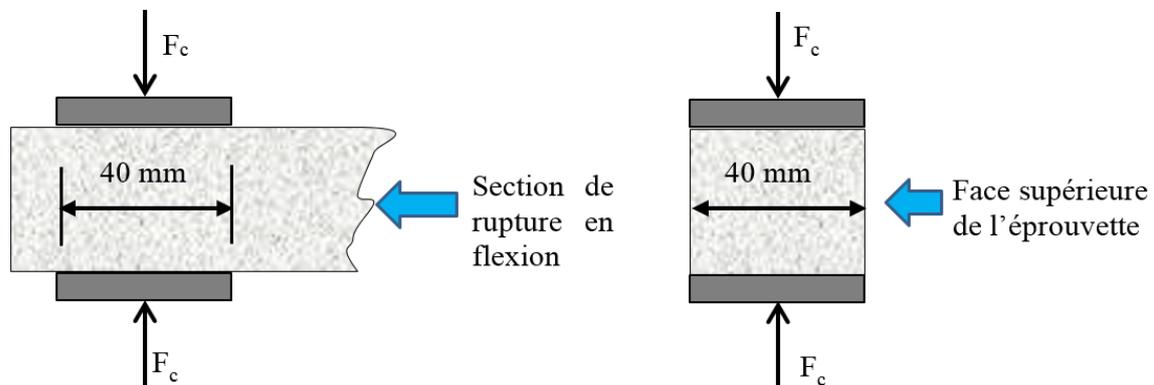


Figure A-3: Dispositif de rupture en compression

Soit F_c la charge à la rupture ; la contrainte de rupture vaut alors :

$$R_c = \frac{F_c}{b^2} (N) \quad \text{Ou} \quad R_c = \frac{F_c}{1600} (MPa) \quad \text{Eq. A-13}$$

La résistance en compression est la moyenne calculée à partir des six résultats obtenus sur les six demi-prismes.

A.2.3 Vitesse de propagation d'ondes ultrasonore

La mesure de vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans un matériau tel que les mortiers est un essai non-destructif qui permet de déterminer plusieurs caractéristiques complémentaires des essais mécaniques tels que : le degré de compacité, le taux de fissuration, etc.

La propagation des ondes dans les solides est basée sur les théories de l'élasticité qui relient efforts et faibles déformations. Ces ondes élastiques sont polarisées selon deux directions perpendiculaires, en deux ondes planes : l'onde longitudinale de compression appelée onde primaire (onde P), représentant la vibration des particules parallèlement au sens de propagation de l'onde, et l'onde transversale de cisaillement appelée onde secondaire (onde S), représentant la vibration des particules perpendiculairement au sens de propagation [Kevin, 2006]. Dans l'essai de mesure de la vitesse du son, une éprouvette 4x4x16 est placée entre deux transducteurs piézo-électriques, l'un servant d'émetteur de l'onde ultrasonore et l'autre de récepteur sur la face opposée. La distance émetteur-récepteur (i.e. la longueur de l'éprouvette) est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse et le temps que met l'impulsion pour passer de l'émetteur au récepteur est déterminé à l'aide d'un appareil à ultrasons Pundit, en tenant compte également d'un tarage (temps mesuré pour une distance nulle).

Le rapport de ces deux grandeurs nous donne la vitesse de propagation des ondes P dans le matériau pour une direction considérée. La vitesse de propagation est donnée alors par l'équation suivante :

$$V = \frac{d}{t} \quad \text{Eq. A-14}$$

- V : vitesse de propagation (m/s)
- d : distance entre émetteur et récepteur mesurée à l'aide d'un pied à coulisse (m)
- t : temps en seconde (s)

Annexe B Etude de comportement mécanique

Cette annexe regroupe les courbes contrainte-déformations de toutes les formulations en compression simple.

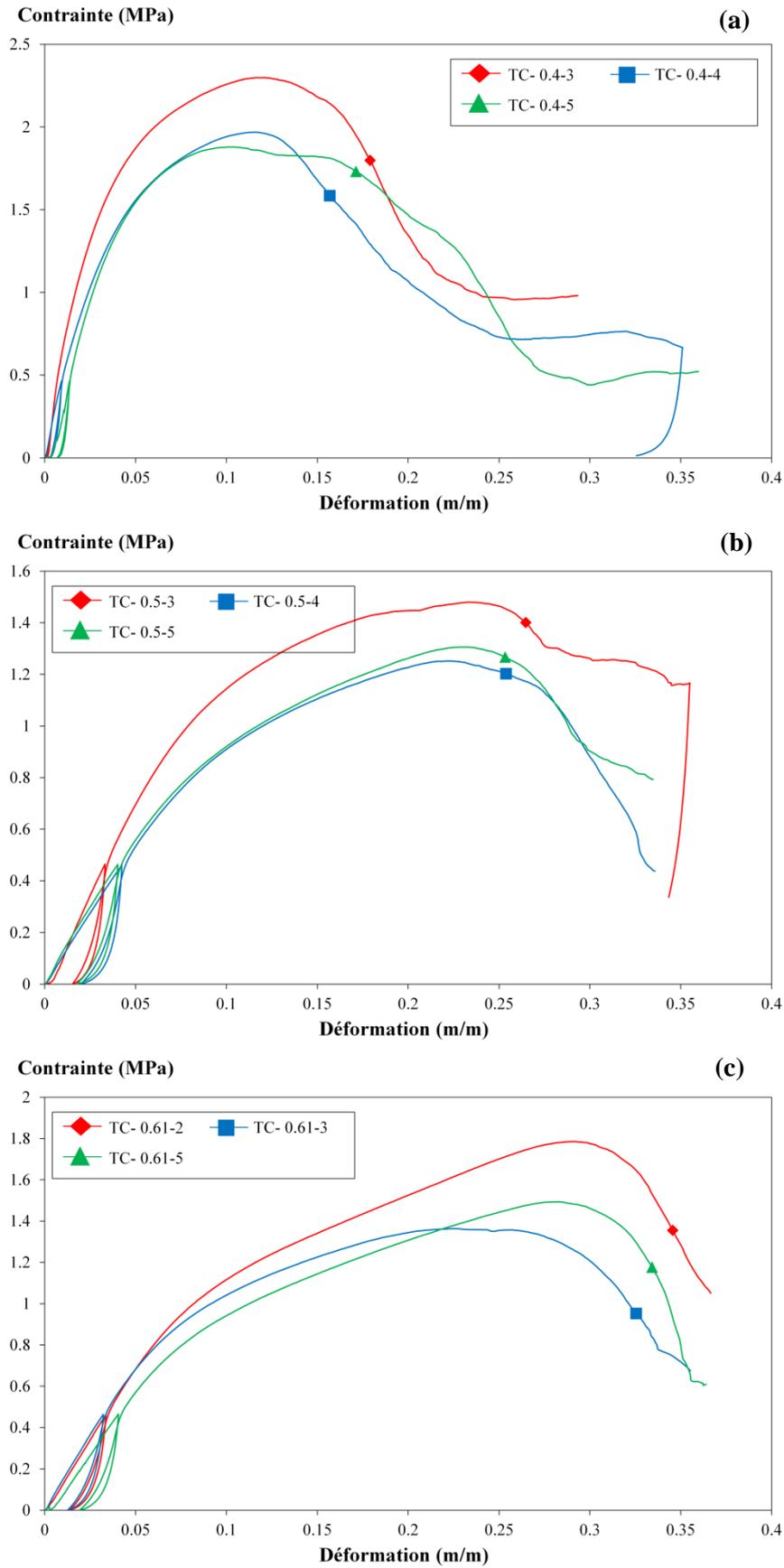


Figure B-1 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations TC- a) TC- 0.4, b) TC- 0.5, c) TC- 0.61

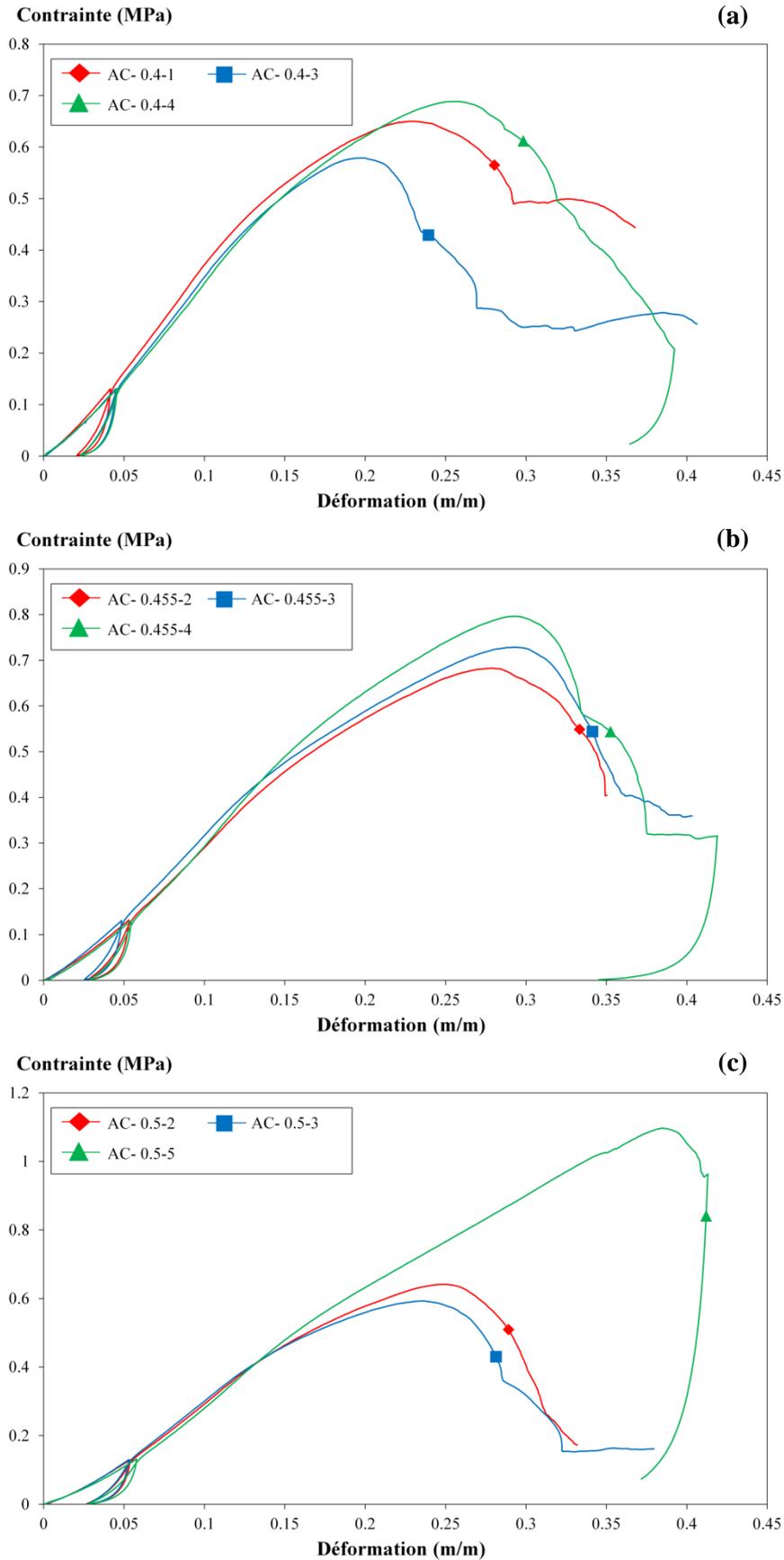


Figure B-2 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations AC- a) AC- 0.4, b) AC- 0.455, c) AC- 0.5

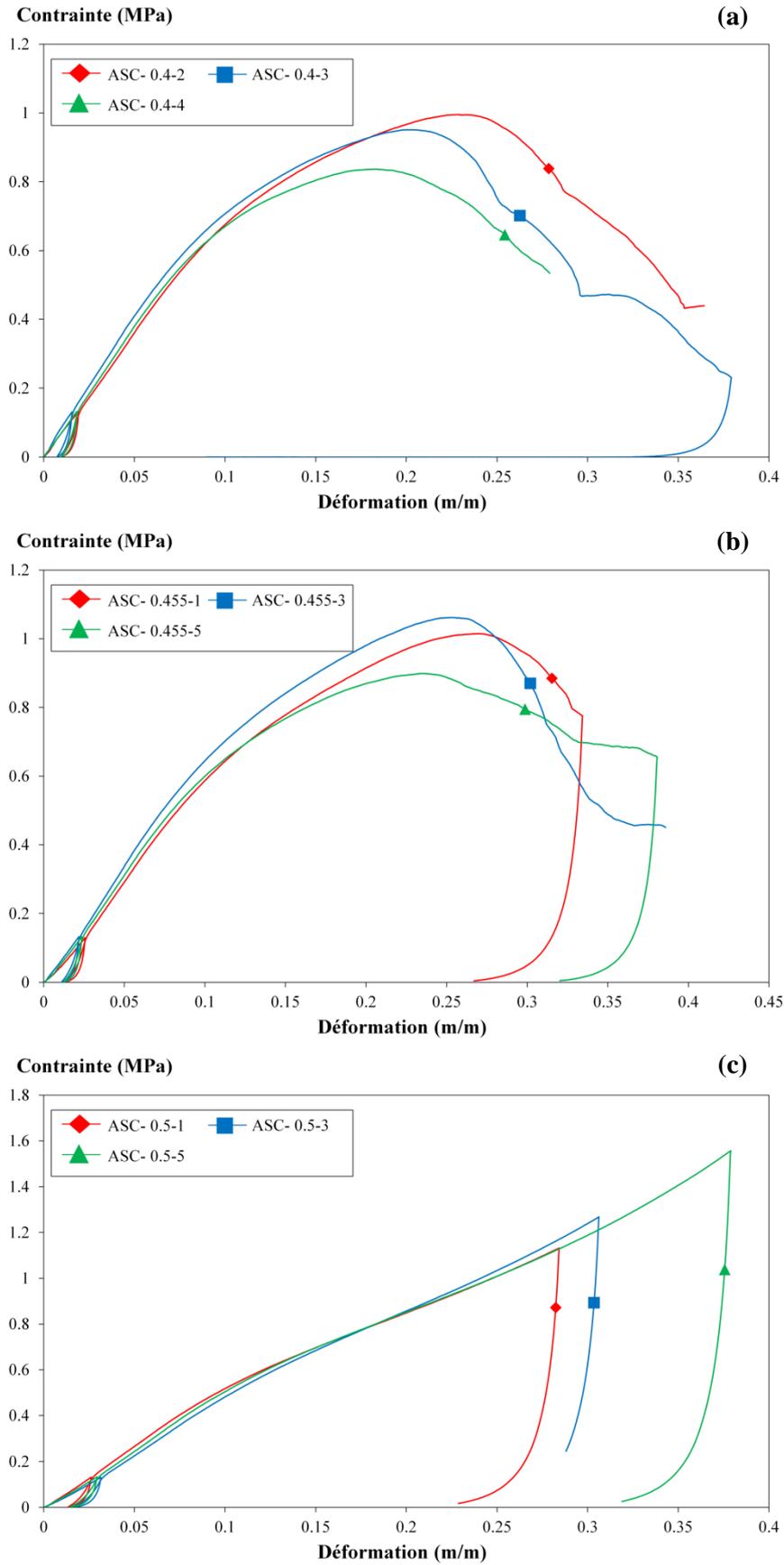


Figure B-3 : Courbes contrainte-déformation en compression simple de l'ensemble des échantillons des différentes formulations AC- a) ASC- 0.4, b) ASC- 0.455, c) ASC- 0.5

AVIS DU JURY SUR LA REPRODUCTION DE LA THESE SOUTENUE

Titre de la thèse:

Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés

Nom Prénom de l'auteur : MAZHOUD BRAHIM

Membres du jury :

- Monsieur BOUTOUIL Mohamed
- Monsieur LANOS Christophe
- Madame COLLET Florence
- Madame PRETOT Sylvie
- Monsieur ESCADEILLAS Gilles
- Monsieur AMZIANE Sofiane

Président du jury : *AMZIANE Sofiane*

Date de la soutenance : 12 Décembre 2017

Reproduction de la these soutenue

- Thèse pouvant être reproduite en l'état
 Thèse pouvant être reproduite après corrections suggérées

Fait à Rennes, le 12 Décembre 2017

Signature du président de jury

Le Directeur,

M'hamed DRISSI



A handwritten signature in black ink, appearing to be "Amziane", written over a horizontal line.

Résumé

En réponse aux préoccupations environnementales, l'utilisation du béton de chanvre s'est développée ces dernières années et a montré son efficacité d'un point de vue hygrothermique. L'analyse de son cycle de vie souligne l'intérêt environnemental du chanvre et montre que le constituant le plus impactant est le liant, généralement à base de chaux.

L'objectif de cette thèse est de développer des composites à base de chanvre en substituant à la chaux une matrice minérale moins impactante. Plusieurs formulations sont réalisées avec différentes matrices liantes et différents dosages en chanvre. D'une part, le liant commercial ThermO® est utilisé pour produire des bétons de chanvre « classiques », servant de référence comparative. D'autre part, des matrices liantes sont développées à base de fines issues de boue de lavage. La terre commerciale Claytec® est également considérée. Après avoir présenté les différentes matières premières retenues pour cette étude, le liant ThermO® est caractérisé pour différents dosages en eau. Les fines issues de boues de lavage font l'objet d'une étude de stabilisation visant à satisfaire des objectifs de résistance mécanique de la matrice liante. Une stabilisation avec 5 % de ciment portland couplé à 5 % de ThermO® est retenue pour la suite de l'étude. Cette formulation n'impacte pas significativement la conductivité thermique de la matrice liante, tout en permettant d'atteindre les objectifs mécaniques fixés.

Les composites réalisés avec les différents liants sélectionnés présentent des dosages chanvre / liant évoluant entre 0.4 et 0.75, dosage conventionnels pour des applications toit, mur et dalle. Ils sont mis en œuvre par compaction, ce qui conduit à des masses volumiques comprises entre 370 et 615 kg/m³ et des porosités comprises entre 70 et 81 %. Les comportements mécaniques, thermiques et hygriques des composites sont évalués. Les performances mécaniques mesurées répondent aux exigences des règles professionnelles Construire en Chanvre, y compris pour les composites réalisés avec des fines non stabilisées. Les isothermes de sorption obtenues sont des sigmoïdes de classe II ou III, présentant des teneurs en eau plus élevées pour les composites réalisés avec le ThermO®. Les valeurs MBV obtenues montrent que les composites à base de fines ou de terre Claytec® sont meilleurs régulateurs hygriques que les composites réalisés avec le liant ThermO®, respectivement classés excellents et très bons régulateurs hygriques. Les performances thermiques des composites en permettent un usage en isolation répartie. Au point sec, la conductivité thermique dépend essentiellement de la masse volumique, sans impact du type de liant. Lorsque l'humidité relative ambiante augmente, la conductivité thermique des composites à base de liant ThermO® est plus impactée que celle des autres composites, en lien avec les isothermes de sorption. Cette étude montre donc toute la pertinence du développement de composites formulés à l'aide de fines issues de boues de lavage en substitution de la chaux.

Abstract

In response to environmental concerns, the use of hemp concrete has been developed in recent years and has shown its efficiency from a hygrothermal point of view. Its life cycle analysis underlines the environmental interest of hemp and shows that the most impacting component is the binder, usually lime-based.

The aim of this thesis is to develop hemp-based composites by substituting lime with a less impacting mineral matrix. Several formulations are made with different binder matrices and different hemp content. On the one hand, the ThermO® commercial binder is used to produce «classic» hemp concrete, which are used as a comparative reference. On the other hand, binder matrices are developed based on washing mud fines. Claytec® commercial earth is also considered. After presenting the different raw materials selected for this study, the ThermO® binder is characterized with several water to binder ratios. The washing mud fine stabilisation is investigated regarding mechanical resistance objectives. A stabilization with 5% of portland cement coupled with 5% of ThermO® is selected for the following development. This formulation does not significantly affect the thermal conductivity of the binder matrix, while allowing to achieve the fixed mechanical objectives. The composites made with the various selected binders have hemp / binder ratios ranging between 0.4 and 0.75, conventional ratio for roof, wall and floor applications. They are implemented by compaction, which leads to densities ranging from 370 to 615 kg / m³ and porosities ranging from 70 to 81%. The mechanical, thermal and hygric behaviors of the composites are investigated. The measured mechanical performances meet the requirements of the professional rules Construire en Chanvre, even for composites made with unstabilized fines. The sorption isotherms obtained are class II or III sigmoid, with higher water contents for composites made with ThermO®. The MBV values obtained show that the composites made with fines and with Caytec® earth are better hygric regulators than the composites made with ThermO® binder, respectively classified as excellent and as very good hygric regulators. The thermal performances of the composites allow a use in distributed insulation. At the dry point, the thermal conductivity mainly depends on the density, without impact of the type of binder. As ambient relative humidity increases, the thermal conductivity of ThermO® binder-based composites is more impacted than that of other composites in connection with sorption isotherms.

This study thus shows the relevance of the development of composites formulated with washing mud fine as a substitute for lime.