



Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi bicouche bio et géosourcée

Méryl Lagouin

► To cite this version:

Méryl Lagouin. Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi bicouche bio et géosourcée. Construction durable. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2020. Français. NNT : 2020TOU30258 . tel-03244792

HAL Id: tel-03244792

<https://theses.hal.science/tel-03244792>

Submitted on 1 Jun 2021

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

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

en Génie Civil

délivré par l' *Université Toulouse III - Paul Sabatier*

présentée et soutenue le jeudi 19 novembre 2020 par

MÉRYL LAGOUIN

Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi
bicouche bio et géosourcée

JURY

Jean-Emmanuel AUBERT	Professeur des Universités	Directeur de thèse
Antonin FABBRI	Chargé de recherche	Rapporteur
Aurélie LABOREL-PRÉNERON	Maître de Conférences	Co-encadrante
Thierry LANGLET	Professeur des Universités	Président du jury
Christophe LANOS	Professeur des Universités	Rapporteur
Camille MAGNIONT	Professeur des Universités	Co-encadrante
Fabrice ROJAT	Chercheur	Examineur

École doctorale :

Mécanique, Énergétique, Génie civil et Procédés (MEGeP - ED 468)

Unité de recherche :

Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions

Directeurs de thèse :

Jean-Emmanuel AUBERT, Aurélie LABOREL-PRÉNERON et Camille MAGNIONT

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier très chaleureusement mes encadrants, Jean-Emmanuel Aubert, Aurélie Laborel-Préneron et Camille Magniont, pour leur investissement, leur disponibilité, la confiance qu'ils m'ont accordée. Leurs conseils avisés et remarques constructives m'ont permis de développer mes compétences scientifiques. J'ai été ravie de réaliser ce travail avec vous.

Je remercie très sincèrement, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en participant au jury, témoignant ainsi de l'intérêt qu'ils portent à mes travaux, Antonin Fabbri et Christophe Lanos, rapporteurs du mémoire, ainsi que les examinateurs Thierry Langlet et Fabrice Rojat.

Ces travaux de thèse ont été réalisés au Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC). Je remercie vivement Alain Sellier, son directeur, de m'avoir accueillie au sein du laboratoire et pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail. J'adresse toute ma gratitude à l'ensemble du personnel du laboratoire pour la collaboration et l'appui technique. Une pensée particulière à l'équipe tarbaise, petite mais hautement investie et dynamique : merci à tous !

Pour leur précieuse aide, un grand merci à Peter Moonen et Pascale Sénéchal du DMEX, à Laurent Moynault du LaTEP, à Philippe Evon et Laurent Labonne du LCA.

J'exprime toute ma reconnaissance à l'ensemble de l'équipe du département Génie Civil de l'IUT de Tarbes, pour sa bienveillance et sa bonne humeur. Merci de m'avoir accompagnée ces trois dernières années.

Enfin, à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail :

MERCI !!!

Abstract

As a key sector in the fight against climate change and in the energy transition, the building industry must re-think and transform its activity. The use of raw and bio-based materials can help to respond to this environmental challenge effectively, enabling natural resources to be saved thanks to the recovery of agricultural waste and by-products, the consumption of fossil raw materials to be reduced, greenhouse gas emissions to be limited, and new economic sectors to be created and developed.

In this context, this thesis research project aims to develop a constructive bio- and geo-based solution with low environmental impact.

A thermally self-insulating vegetal concrete, used to fill a load-bearing structure, is considered. For the mix design of this lightweight concrete, the potential of two agricultural by-products, maize and sunflower, is evaluated. These two locally available aggregates are considered as substitutes for hemp shiv, which is currently the most commonly used of such products even though little is available. They are then mixed with a binder. Two mineral matrices are considered in the study: a lime-based preformulated binder and a metakaolin-based pozzolanic binder.

The exploration of the microstructure of both vegetal concretes and their components, together with studies of the chemical interactions between the lignocellulosic particles and the mineral binder, provide a better understanding of the hygrothermal and mechanical performances of the bio-based materials developed. The very open and interconnected pore structure of pozzolanic-based composites is responsible for their higher moisture buffering capacity than those obtained with lime-based materials, while the water-soluble components of maize disturb the setting time and the mechanical behaviour of mineral binders after hardening, thus preventing the use of maize-based concrete in construction.

From the standpoint of suitability for use, pozzolanic binder and sunflower bark chips appear to be the most promising combination of raw materials for designing a hygrothermally and mechanically effective bio-aggregate based concrete.

In practice, vegetal concrete walls are rarely left uncoated in a building. The presence of wall coating is likely to influence the hygrothermal behaviour of the wall. The second part of the thesis work consists of evaluating and optimising the performances of an unfired earth-based finish coating. In this type of plaster, the clayey phase ensures the global cohesion of the material by acting as a binder for the sand grain skeleton. Depending on the water state of the material, more or less affected by the soil mineralogical composition, clay can induce drying shrinkage of the mortar, leading to cracking of the plaster. However, the clayey phase also ensures the sorption capacity and, hence, the moisture buffering capacity of the plaster, which needs to be maximized. A wide variety of organic additives and admixtures has been tested in association with four distinct mineralogical earths to address issues such as mechanical resistance and drying shrinkage

in earthen building materials. The potential of flax fibres and glycerol carbonate in the stabilization of earthen plasters is thus highlighted. Combined, these two admixtures allow a clay-rich earth plaster to be formulated, which possesses a high capacity to moderate ambient hygric variations, leads to no cracking defects, and exhibits sufficient adhesion to its application support.

The assembly of the two materials with optimised hygrothermal performance is the subject of a final phase of work. From the experimental data obtained during the characterisation of each layer, a numerical study enables the bilayer wall moisture buffering capacity to be predicted. These results, supported by experimental measurements, attest to the excellent moisture buffering capacity of the wall.

Keywords: vegetal concrete; earth plaster; bilayer wall; microstructure; hygrothermal properties; mechanical resistance.

Résumé

Secteur clé dans la lutte contre le réchauffement climatique et dans la transition énergétique, le domaine du bâtiment doit prioritairement repenser et transformer son activité. L'utilisation de matériaux premiers et biosourcés permet, entre autres, de répondre efficacement à ces enjeux environnementaux. Ils participent à la préservation des ressources naturelles et à la diminution des consommations de matières premières d'origine fossile par valorisation de déchets ou coproduits renouvelables ainsi qu'à la limitation des émissions de gaz à effet de serre et à la création de nouvelles filières économiques.

Dans ce contexte, le travail de thèse réalisé vise à proposer une solution constructive bio et géosourcée à faible impact environnemental.

Ainsi, un matériau d'isolation thermique répartie en béton végétal, utilisé en remplissage d'une structure porteuse, est considéré ici. Pour la formulation de béton léger, le potentiel de deux agroressources, le maïs et le tournesol, est évalué. Ces granulats disponibles localement sont considérés en remplacement de la chènevotte de chanvre, couramment utilisée mais plus faiblement disponible. Ils sont alors associés à un liant. Deux matrices minérales différentes sont utilisées dans l'étude : une chaux formulée et un liant pouzzolanique.

L'exploration de la microstructure des matériaux composites et de leurs composants, ainsi que l'étude des interactions entre les différentes phases permettent une compréhension des performances hygrothermiques et mécaniques des matériaux développés. La plus forte porosité ouverte des composites à base de liant pouzzolanique confère aux agrobétons une capacité tampon hygrique supérieure à celle des matériaux à base de chaux formulée. Par ailleurs, les hydrosolubles de maïs ont un effet délétère sur la prise et le durcissement du liant, compromettant ainsi le comportement mécanique du béton végétal durci qui est alors incompatible avec son utilisation en construction.

Au regard des propriétés d'usage, la formulation à base de liant pouzzolanique et de granulats de tournesol apparaît donc comme étant la plus satisfaisante.

Rarement laissés à l'état brut dans un bâtiment, ces agrobétons sont recouverts d'un enduit susceptible d'altérer les performances hygrothermiques de la paroi. La deuxième partie du travail de thèse consiste à évaluer et optimiser les performances d'un enduit de finition en terre crue. Dans ce type d'enduit, le rôle de liant est joué par la fraction argileuse contenue dans la terre. Cette propriété colloïdale peut s'accompagner de variations volumiques importantes en fonction de l'état hydrique du matériau et de la nature minéralogique des argiles, pouvant conduire à une fissuration de l'enduit au séchage. Or, c'est également cette fraction argileuse, responsable de la capacité tampon hygrique des enduits terre, qui vise à être maximisée. Dans une recherche d'amélioration de la cohésion de la terre, de diminution de sa sensibilité à l'eau et d'optimisation de sa capacité tampon hygrique, une large variété d'adjuvants organiques (d'origine animale ou végétale) a été testée en association avec quatre terres de natures minéralogiques distinctes. Le

potentiel des fibres de lin et du carbonate de glycérol dans la stabilisation des enduits en terre est ainsi mis en évidence. Associés, ces deux adjuvants permettent la formulation d'un enduit terre riche en argile, à la capacité tampon hygrique élevée et ne présentant aucun défaut de fissuration et une adhérence suffisante à son support d'application.

L'assemblage des deux matériaux aux performances hygrothermiques optimisées fait l'objet d'une dernière phase de travail. À partir des données expérimentales obtenues lors de la caractérisation de chaque couche, une étude numérique permet de prédire le potentiel d'atténuation des variations hygriques intérieures de la paroi bicouche développée. Ces résultats, confortés par des mesures expérimentales, attestent de l'excellente capacité tampon hygrique de la paroi.

Mots-clés : béton végétal ; enduit terre crue ; complexe bicouche ; microstructure ; propriétés hygrothermiques ; résistance mécanique.

Table des matières

Remerciements	3
Abstract	5
Résumé	7
Table des matières	9
Table des figures	13
Liste des tableaux	17
Notations	19
Introduction	23
Chapitre 1. Contexte et état de l'art	25
1. Développement durable, construction et matériaux	26
1.1. Prise de conscience écologique	26
1.2. Secteur du bâtiment	27
1.3. Potentiel des matériaux biosourcés	32
2. Transferts en milieux poreux	36
2.1. Porosité	36
2.2. Stockage et transport de l'humidité	37
2.3. Transfert de la chaleur	45
3. Bétons végétaux	47
3.1. Formulation et mise en œuvre	47
3.2. Caractéristiques des agroressources	49
3.3. Caractéristiques des matrices liantes	56
3.4. Propriétés d'usage des agrobétons	67
3.5. Structures enduites	84
4. Enduits terre crue	92
4.1. Matériau terre	92
4.2. Construire en terre	96
4.3. Formulation et mise en œuvre	98
4.4. Caractéristiques physiques	101
4.5. Propriétés hygrothermiques	103
4.6. Comportement mécanique	107
4.7. Ajduvantation organique	112
5. Synthèse et présentation de la problématique de thèse	116
6. Références	118

Chapitre 2. Isolation répartie en béton végétal	131
<i>Préambule</i>	131
<i>Article A. Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes</i>	133
1. Introduction.....	134
2. Materials and methods	137
2.1. Materials	137
2.2. Methods	140
2.3. Hygric properties.....	144
2.4. Thermal conductivity.....	148
2.5. Compressive strength.....	148
3. Results and discussion	149
3.1. Raw material properties.....	149
3.2. Composite performances	158
4. Conclusion	170
5. Acknowledgements	170
6. References.....	171
<i>Synthèse et transition</i>	177
Chapitre 3. Enduits en terre crue.....	179
<i>Préambule</i>	179
<i>Article B. Effects of organic admixtures on the fresh and mechanical properties of earth-based plasters</i>	181
1. Introduction.....	182
2. Materials and methods	184
2.1. Materials, mortars and specimens	184
2.2. Testing Procedures.....	189
3. Results.....	191
3.1. Characteristics of plasters in the fresh state	191
3.2. Mechanical performance of earthen plasters	194
4. Conclusion	206
5. References.....	207
<i>Synthèse et transition</i>	211

<i>Article C. Influence of chemical, mineralogical and geotechnical characteristics of soil on earthen plaster properties</i>	213
1. Introduction.....	213
2. Materials and methods	215
2.1. Raw materials	215
2.2. Procedures.....	216
3. Results.....	219
3.1. Chemical and mineralogical characteristics.....	219
3.2. Geotechnical characterization of soils	224
3.3. Soil properties and behaviour of plasters	231
4. Conclusion	236
5. Acknowledgement.....	237
6. References.....	237
<i>Synthèse et transition</i>	241
Chapitre 4. Paroi bicouche bio et géosourcée	243
<i>Préambule</i>	243
<i>Article D. Optimisation of the moisture buffer capacity of a bilayer bio- and geo-based wall</i>	245
1. Introduction.....	245
2. Materials and methods	247
2.1. Sunflower-based concrete	247
2.2. Unfired clay plasters	248
2.3. Procedures.....	249
3. Numerical simulation.....	254
3.1. Heat and mass transfer	254
3.2. Initial values and boundary conditions	255
4. Results and discussion	256
4.1. Sunflower-based concrete hygrothermal characterisation.....	256
4.2. Clay-rich plaster.....	257
4.3. Moisture buffering capacity of the coated wall	264
5. Conclusion	266
6. References.....	267
<i>Synthèse</i>	273
Conclusion générale et perspectives	275



Table des figures

Figure 1.1. Répartition des consommations énergétiques des bâtiments, dues au chauffage, aux matériaux et à la construction, en fonction de leurs performances énergétiques et de leur durée de vie ([Magniont 2010] se référant à Lanier et al. [2008]).	29
Figure 1.2. Répartition médiane des principaux indicateurs de l'impact environnemental d'un bâti entre les principaux postes contributeurs [Lebert et al. 2013].	31
Figure 1.3. Phases constitutives d'un milieu poreux non saturé [Collet 2004].	36
Figure 1.4. Schématisation du réseau poreux d'un matériau [Collet 2004].	37
Figure 1.5. Vue d'un béton de chanvre projeté au microscope électronique à balayage permettant d'observer la triple porosité des bétons végétaux [Collet et al. 2013].	37
Figure 1.6. Étapes de transfert d'humidité dans un milieu poreux en fonction de l'hygrométrie [Evrard 2008 ; Nozahic 2012].	38
Figure 1.7. Isotherme d'adsorption et modes de fixation de l'humidité dans un pore [Collet 2004 ; Magniont 2010].	39
Figure 1.8. Modes de transfert d'humidité selon la teneur en eau dans les pores [Peuhkuri 2003].	40
Figure 1.9. Schéma de montage d'une coupelle [Vololonirina et Perrin 2016].	43
Figure 1.10. Classification du comportement d'un matériau de construction selon sa capacité tampon hygrique [Rode et al. 2005].	45
Figure 1.11. Dispositif de mesure de la conductivité thermique par la méthode du fil chaud.	46
Figure 1.12. Fabrication et mise en œuvre de béton de chanvre : (a.) préfabrication de blocs à l'aide d'un malaxeur et d'une presse à blocs, (b.) mélange sec réalisé au malaxeur puis appliqué par projection (ajout d'eau dans la lance) [Collet et al. 2013].	48
Figure 1.13. Observations au MEB de particules de chanvre ; (a.) coupe transversale (x75) [Jiang et al. 2018] ; (b.) section longitudinale (x500) [Magniont et al. 2011].	49
Figure 1.14. Isothermes de sorption de granulats végétaux.	54
Figure 1.15. Capacités d'absorption de granulats végétaux en eau.	55
Figure 1.16. Distributions des pores de mortiers de chaux avec additions pouzzolaniques selon leur diamètre [Vejmelková et al. 2012b].	60
Figure 1.17. Distribution porale de pâtes de chaux aériennes avec substitution cimentaire en fonction du rapport E/L [Arandigoyen et al. 2006].	61
Figure 1.18. Isothermes de sorption d'enduits de chaux avec et sans addition pouzzolanique [Černý et al. 2006].	63
Figure 1.19. Comportement en compression à 28 jours des liants étudiés par [Nguyen 2010].	66
Figure 1.20. Résultats de masses volumiques (à l'état sec et stabilisé avec l'ambiance) disponibles dans la littérature pour des bétons végétaux.	67
Figure 1.21. Résultats de porosités (totale et accessible) disponibles dans la littérature pour des bétons végétaux.	68
Figure 1.22. Distribution porale volumétrique de deux bétons de chanvre [Collet 2004].	68
Figure 1.23. Isothermes d'adsorption de matériaux de construction : HLC béton chaux-chanvre, AAC béton cellulaire durci en autoclave, VPB brique perforée verticalement [Amziane et Collet 2017].	70

Figure 1.24. Isothermes de sorption de plusieurs agrobétons disponibles dans la littérature.	72
Figure 1.25. Facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau de bétons végétaux et de matériaux de construction conventionnels en coupelle sèche.	73
Figure 1.26. Perméabilité à la vapeur pour deux bétons de chanvre (valeurs expérimentales et modèle) en fonction de l'hygrométrie [Chamoin 2013].	74
Figure 1.27. Capacités tampon hygrique de matériaux de construction [Rode et al. 2005].	75
Figure 1.28. Dépendance quasi-linéaire de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique du béton [Cérézo 2005].	78
Figure 1.29. Conductivités thermiques de bétons légers à l'état sec.	79
Figure 1.30. Évolution du comportement mécanique d'un béton de chanvre soumis à une contrainte en compression croissante [Dinh et al. 2012].	81
Figure 1.31. Évolution en fonction du temps des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ pour la formulation à faible dosage en liant (toit) [Cérézo 2005].	81
Figure 1.32. Essais de compression cycliques pour différentes formulations de béton de chanvre (a.) [Arnaud et Gourlay 2012a], (b.) [Cérézo 2005].	83
Figure 1.33. Humidités relatives ambiantes pour une paroi brute et enduite de béton de chanvre selon (a.) [Maalouf et al. 2014] et (b.) [Tran Le et al. 2010].	87
Figure 1.34. Résultats expérimentaux pour une paroi en béton de chanvre brute (lignes) et enduite (pointillés) soumise à un gradient de température et d'humidité. La réponse temporelle (a.) et spatiale (b.) en température est représentée [Colinart et al. 2013].	88
Figure 1.35. Humidités relatives enregistrées dans le béton de chanvre (a.) à 8 cm (traits pleins) et 22 cm (pointillés) de la surface par [Aït Ouméziane et al. 2012] et (b.) à 22 cm de la surface par [Bart et al. 2014].	89
Figure 1.36. Teneurs en eau accumulées dans la paroi en phase de sorption [Bart et al. 2014].	90
Figure 1.37. Distributions d'humidité relative à 7,5 cm (traits fins) et 22,5 cm (traits gras) pour quatre assemblages différents : béton de chanvre sans enduit, avec un enduit chaux-chanvre (ECC) ; avec un enduit chaux-plâtre (ECP) et avec un enduit conventionnel (Ecl) [Aït Oumeziane 2013].	91
Figure 1.38. Classification granulométrique.	93
Figure 1.39. Techniques de construction en terre : (a.) pisé, (b.) blocs de terre comprimés, (c.) adobe, (d.) terre coulée [Van Damme et Houben 2017].	98
Figure 1.40. Distribution porale d'enduits en terre [Santos et al. 2019].	101
Figure 1.41. Isothermes de sorption d'un sol avec une teneur en bentonite variable [McGregor et al. 2014b].	103
Figure 1.42. Effet de la masse volumique apparente sur les isothermes de sorption [McGregor et al. 2014b].	104
Figure 1.43. Lien entre masse volumique et conductivité thermique à partir de résultats disponibles dans la littérature.	106
Figure 1.44. Présentation schématique des objectifs du projet de thèse.	117
Figure 2.1. Structure of maize (1.) and sunflower (2.) stem: photo of cross-section (a.); longitudinal section (b.) ...	138
Figure 2.2. Test cup scheme adapted from [46]).	145
Figure 2.3. Moisture uptake and release cycles for a sample. Exposure between 33 and 75% RH.	147
Figure 2.4. Particle size distribution (a.) and circularity (b.) of maize and sunflower bark chips.	149

Figure 2.5. 3D tomography reconstruction (a.) and section images (b.) of maize (1.) and sunflower (2.) samples. The red contour delimits a representative unit cell of the material.	151
Figure 2.6. Pore size distribution of plant aggregate samples determined by X-ray tomography and mercury intrusion porosimetry.	153
Figure 2.7. Absorption capacity of the studied plant aggregates with time.	154
Figure 2.8. Sorption isotherms of maize and sunflower bark particles.	155
Figure 2.9. Pore size distribution of binder paste samples determined by mercury intrusion porosimetry.	157
Figure 2.10. DVS water vapour sorption isotherm of the two binder pastes at 23°C.	157
Figure 2.11. Pore size diameter distributions of the maize and sunflower concretes.	159
Figure 2.12. Sorption isotherms of composites.	160
Figure 2.13. Results from literature of mass variation of vegetal concretes with the relative humidities [19], [20], [24], [26], [66].	161
Figure 2.14. Moisture buffer values of vegetal concretes.	163
Figure 2.15. Relationship between density and thermal conductivity of building materials and relationship established by Cérézo [13] ([13], [71]–[75]).	165
Figure 2.16. Compressive strength tests on vegetal concrete formulated with different types of binder or bio-aggregate.	166
Figure 2.17. X-ray tomography images of (a.) maize and (b.) sunflower metakaolin-based concretes (voxel size of 4 μm).	168
Figure 2.18. (a.) 3D reconstruction of the sunflower aggregates within the metakaolin binder paste (voxel size of 19.9 μm) and spatial orientation of particles: (b.) 2D normalized histogram of direction versus inclination and (c.) definition of direction and inclination.	169
Figure 2.19. Analyse multicritère de la performance des agrobétons étudiés.	177
Figure 3.20. Particle size distribution of flax fibres incorporated within mortars, based on their major and minor axis lengths.	187
Figure 3.21. Matlab software analysis steps.	190
Figure 3.22. Shear test assembly.	191
Figure 3.23. Water content of the four soils depending on the clay content.	192
Figure 3.24. Water content of the four soils depending on the fines content.	192
Figure 3.25. Effect of admixtures on the water content required in mortar to ensure a similar consistency in the fresh state.	193
Figure 3.26. Volumetric shrinkage of mortars depending on clay contents and types of soil.	195
Figure 3.27. Volumetric shrinkage ratio deviation from the reference formulations.	196
Figure 3.28. Link between water requirement and volumetric contraction of admixed mixes.	196
Figure 3.29. Shrinkage test results for different earth to sand ratios.	198
Figure 3.30. Shrinkage test binarised images of the admixed mortars.	199
Figure 3.31. Comparative effect of admixtures on the cumulative length of shrinkage cracks.	200
Figure 3.32. (a.) Flexural and (b.) compressive resistances of prismatic specimens of mortars depending on their clay contents.	201

Figure 3.33. Deviation of (a.) flexural and (b.) compression resistances of admixed plasters from reference formulations' resistances.	202
Figure 3.34. Shear stress of unstabilized plasters.	203
Figure 3.35. Effect of admixtures on shear stress.	205
Figure 3.36. X-ray diffraction patterns of the four earths (a.), and of soils C (b.) and N (c.) following the oriented aggregate method.	220
Figure 3.37. Derivative thermo-gravimetric curves.	222
Figure 3.38. Particle size distribution of soils B, C, F and N.....	224
Figure 3.39. Correlation between plasticity index (PI) or methylene blue (MB) value and the percentage of particles smaller than 63 μm in soils.	227
Figure 3.40. Correlation between both specific surface area [m^2/g] and methylene blue (MB) value and the sum of exchangeable cations, except for Ca^{2+} in soils.....	229
Figure 3.41. Potential dependency of water content in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earthen materials.	231
Figure 3.42. Correlation between linear and volumetric shrinkage ratios.....	232
Figure 3.43. Potential dependency of linear shrinkage in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earthen materials.	233
Figure 3.44. Relationship between flexural strength and compressive strength.	234
Figure 3.45. Potential dependency of the compressive strength in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earth-based plasters.....	235
Figure 4.1. Matlab software analysis steps.	250
Figure 4.2. Test cup scheme adapted from Vololonirina and Perrin [61].....	252
Figure 4.3. Shrinkage test binarised images.....	258
Figure 4.4. Evaluation of the reinforcement effect of flax fibres (FF) and glycerol carbonate (GC) through cumulative cracking length and cracking area ratio assessment.	259
Figure 4.5. Evaluation of the impact of glycerol carbonate on the cracking reduction of 33% soil + 0.75% FF formulation.	259
Figure 4.6. Pore size distributions, with and without optimisation of earth-based plasters.....	261
Figure 4.7. Sorption isotherms of basic plaster without admixture and optimised coating formulation.....	262
Figure 4.8. Experimental estimations and experimental results of the moisture buffer value of bilayer walls.	265

Liste des tableaux

Tableau 1.1. Qualités recherchées pour un éco-matériau de construction selon Amziane et Arnaud [2013].....	32
Tableau 1.2. Capacité de stockage en dioxyde de carbone de plusieurs sources de biomasse végétale [Lecompte 2019].	33
Tableau 1.3. Estimation des ressources de biomasse utilisées et utilisables en matériaux [Allain et al. 2016].....	35
Tableau 1.4. Principaux modes de transport d'humidité dans les matériaux de construction ([Seng 2018] à partir de [Künzel 1995 ; Peuhkuri 2003]).....	38
Tableau 1.5. Exemples de dosages de bétons de chanvre selon l'application visée (extraits de [Seng 2018] se référant aux règles professionnelles d'exécution d'ouvrage en béton de chanvre [Construire en chanvre 2007]).	48
Tableau 1.6. Diamètres des principaux capillaires présents dans les granulats végétaux.....	50
Tableau 1.7. Porosités (totale, inter et intra-granulaires) et masses volumiques (apparentes et réelles) de granulats végétaux.....	52
Tableau 1.8. Conductivité thermique de granulats végétaux.....	53
Tableau 1.9. Valeurs de porosité ouverte de mortiers et pâtes de liant.....	59
Tableau 1.10. Conductivités thermiques de liants à l'état sec.	62
Tableau 1.11. Facteurs de résistance de diffusion à la vapeur d'eau en coupelle sèche (0-50 %) pour des mortiers de chaux avec et sans addition pouzzolanique.....	64
Tableau 1.12. Résistances mécaniques de liants disponibles dans la littérature.....	65
Tableau 1.13. Capacités tampon hygrique de bétons végétaux mesurées expérimentalement et estimées par simulation numérique.....	76
Tableau 1.14. Résistances en compression maximales et modules d'Young de bétons légers.....	82
Tableau 1.15. Récapitulatif des travaux réalisés sur des complexes bétons végétaux/enduits.....	85
Tableau 1.16. Propriétés hygrothermiques principales du béton de chanvre projeté et des enduits de chaux caractérisés par [Colinart et al. 2016].	86
Tableau 1.17. Effet d'un enduit sur la valeur de capacité tampon hygrique d'une paroi en béton de chanvre.....	87
Tableau 1.18. Caractéristiques de cinq minéraux argileux courants [Voïnovitch 1971 ; Schulze 2005 ; Huggett 2015 ; Adams et al. 2016].....	95
Tableau 1.19. États hydriques de la terre [ARESO et al. 2018].....	99
Tableau 1.20. Caractéristiques des mortiers à l'état frais.	100
Tableau 1.21. Résultats de porosité ouverte pour des enduits à base de terre disponibles dans la littérature.	101
Tableau 1.22. Facteurs de résistance de diffusion à la vapeur d'eau obtenus pour des enduits en terre.	104
Tableau 1.23. Classes de résistances des enduits en terre crue [DIN 2013].....	107
Tableau 1.24. Résistances en flexion et en compression d'enduits terre.	110
Tableau 1.25. Résistance au cisaillement d'enduits à base de terre.....	111
Tableau 1.26. Liants organiques employés dans la littérature pour la stabilisation de matériaux de construction en terre crue.	113

Tableau 1.27. Performances minimales à satisfaire par chaque couche et par la paroi bicouche dans son ensemble.	118
Table 2.1. Mix proportioning of binder pastes for the production of one cubic metre of paste.	139
Table 2.2. Mix design to produce one cubic metre of the bio-aggregate-based concretes studied.	139
Table 2.3. Apparent density of plant aggregates.	150
Table 2.4. Total aggregate porosities determined by X-ray tomography and MIP.	152
Table 2.5. Open porosity of binder pastes estimated by WIP and MIP.	156
Table 2.6. Open porosity of composites estimated by MIP method.	158
Table 2.7. Average water vapour permeability and resistance factor of maize and sunflower concretes.	162
Table 2.8. Practical and ideal moisture buffer values.	163
Table 2.9. Thermal conductivity of the vegetal concretes.	164
Table 2.10. Thermal conductivity of the two binder pastes studied.	165
Table 2.11. Compressive strength identification methods applied to the materials studied.	167
Table 2.12. Floating modulus of LS, MS and MM concretes.	168
Table 3.1. Soil characteristics.	185
Table 3.2. Water content (in %) of the reference and admixed formulations.	187
Table 3.3. Mix designs of the formulations.	216
Table 3.4. Chemical analysis of the four earths (in percentages).	219
Table 3.5. Potential mineralogical composition of soils B, C, F and N.	223
Table 3.6. Characteristic dimensions of soils.	224
Table 3.7. Atterberg limits (LL, PL, PI), activity (IA) and methylene blue (MB) absorption values.	225
Table 3.8. Correlation between the plasticity index and a soil sample's level of plasticity [34].	226
Table 3.9. Effective CEC, exchangeable calcium, potassium, magnesium and sodium, and specific surface area results.	228
Table 3.10. Characteristic properties of soil colloids [43].	230
Table 3.11. Theoretical estimations and experimental results for cation exchange capacities and specific surface areas.	230
Table 4.1. Average water vapour permeability and resistance factor of sunflower concrete.	256
Table 4.2. Thermal properties of the vegetal concrete.	257
Table 4.3. Summary of the tested formulations.	258
Table 4.4. Physical properties of earth-based plasters studied.	260
Table 4.5. Test results of the water vapour permeability and diffusion resistance factor obtained by dry and wet cup methods.	263
Table 4.6. Density and thermal conductivity of earth plasters in dry conditions.	264
Table 4.7. Heat capacity and emissivity determination based on specific heat capacity measurements.	264

Notations

Symboles latins

A	Surface exposée de l'éprouvette	$[m^2]$
b_m	Effusivité hygrique	$[kg/(m^2.Pa.s^{1/2})]$
c	Capacité thermique	$[J/(kg.K)]$
$c_{p,a}$	Capacité thermique de l'air	$[J/(kg.K)]$
$c_{p,v}$	Capacité thermique de la vapeur	$[J/(kg.K)]$
$c_{p,l}$	Capacité thermique de l'eau liquide	$[J/(kg.K)]$
c_p^{dry}	Capacité thermique à sec	$[J/(kg.K)]$
$c_{p,water}$	Capacité thermique à l'état sec	$[J/(kg.K)]$
C_A	Coefficient d'adsorption en eau	$[\%/min]$
d	Épaisseur du matériau	$[m]$
d_a	Épaisseur de la lame d'air	$[m]$
$d_{p,1\%}$	Profondeur de pénétration	$[m]$
D_l	Coefficient de diffusion de surface	$[m^2/s]$
D_w	Diffusivité hygrique	$[m^2/s]$
$D50$	Diamètre médian des granulats	$[m]$
$D90$	Diamètre médian des granulats	$[m]$
E	Module d'Young	$[Pa]$
EAD	Diamètre équivalent	$[m]$
G	Flux de vapeur d'eau au travers de l'éprouvette	$[kg/s]$
g_m	Densité de flux de masse par convection	$[kg/(m^2.s)]$
g_v	Densité de flux de vapeur	$[kg/(m^2.s)]$
$g_{v,advection}$	Densité de flux de vapeur advectif	$[kg/(m^2.s)]$
$g_{v,diffusion}$	Densité de flux de vapeur par diffusion	$[kg/(m^2.s)]$
$g_{v,thermodiffusion}$	Densité de flux de vapeur par thermodiffusion	$[kg/(m^2.s)]$
$g_{l,conduction}$	Densité de flux liquide par conduction capillaire	$[kg/(m^2.s)]$
$g_{l,diffusion}$	Densité de flux d'eau liquide transporté par diffusion de surface	$[kg/(m^2.s)]$
h_{conv}	Coefficient de transfert de chaleur par convection	$[kg/(m^2.s.Pa)]$
h_m	Coefficient de transfert de masse par convection	$[kg/(m^2.s.Pa)]$
HR (ou RH)	Humidité relative	$[\%]$
I	Intensité du rayon incident	$[eV]$
I_0	Intensité du rayonnement après traversée d'un échantillon	$[eV]$
I_A	Indice d'activité des argiles	$[-]$
K	Constante incluant la diffusivité thermique du matériau	$[-]$
k_g	Perméabilité effective de l'air humide	$[m^2]$
L_v	Chaleur latente de vaporisation	$[J/kg]$
m	Masse de l'échantillon	$[kg]$
m_0	Masse de la matière sèche	$[kg]$
m_{air}	Masse de l'échantillon saturée en eau et superficiellement sec	$[kg]$

m_{bark}	Masse d'écorce	[kg]
m_{dry}	Masse de l'échantillon sec	[kg]
m_{water}	Masse de l'échantillon par pesée hydrostatique	[kg]
M_a	Masse molaire de l'air	[kg/mol]
M_v	Masse molaire de la vapeur d'eau	[kg/mol]
MBV	Valeur tampon hygrique	[kg/(m ² .% HR)]
n	Porosité	[%]
P	Pression imposée	[Pa]
P_{atm}	Pression atmosphérique	[Pa]
P_c	Pression capillaire	[Pa]
$P_{c,air}$	Pression capillaire dans les pores	[Pa]
$P_{c,surf}$	Pression capillaire à la surface du matériau	[Pa]
P_{totale}	Pression totales	[Pa]
P_v	Pression de vapeur	[Pa]
P_v^{sat}	Pression de vapeur saturante	[Pa]
ΔP_v	Différence de pression partielle de vapeur d'eau	[Pa]
$P_2 \mu m$	Passant à 2 μm	[%]
q	Flux de chaleur par mètre	[W/m ²]
q_{cond}	Flux de chaleur transmise par conduction	[W/m ²]
q_{conv}	Flux de chaleur transmis par convection	[W/m ²]
r	Rayon des pores	[m]
r	Rapport de mélange	[kg _{vapeur} /kg _{air sec}]
S	Terme source énergétique	[W/m ³]
t	Temps	[s]
t_p	Durée d'une période	[s]
T	Température	[K]
T_{air}	Température de l'air	[K]
T_{surf}	Température de surface	[K]
u	Teneur en eau	[kg/kg]
v	Vitesse de l'air	[m/s]
v_l	Vitesse de l'eau liquide	[m/s]
v_v	Vitesse de la vapeur d'eau	[m/s]
V	Volume total	[m ³]
V_s	Volume de solide	[m ³]
V_v	Volume des vides	[m ³]
w	Teneur en eau	[kg/m ³]
W	Capacité d'absorption en eau	[%]
W_0	Capacité d'absorption initiale	[%]
Z	Résistance apparente à la diffusion de vapeur	[m ² .s.Pa/kg]

Symboles grecs

α	Angle de contact entre le mercure et l'échantillon	[°]
γ	Tension de surface du mercure	[N/m]
δ_P	Perméabilité à la vapeur d'eau sous un gradient de pression	[kg/(m.s.Pa)]
$\delta_{P,a}$	Perméabilité de l'air à la vapeur d'eau	[kg/(m.s.Pa)]
$\delta_{P,l}$	Perméabilité de l'eau liquide	[kg/(m.s.Pa)]
$\delta_{P,v}$	Perméabilité à la vapeur	[kg/(m.s.Pa)]
δ_T	Perméabilité à la vapeur sous un gradient de température	[kg/(m.s.K)]
ε	Déformation	[%]
θ	Température	[°C]
λ	Conductivité thermique	[W/(m.K)]
μ	Facteur de résistance de diffusion à la vapeur d'eau	[-]
μ_g	Viscosité dynamique de l'air	[Pa.s]
ξ	Coefficient d'atténuation	[m ⁻¹]
ρ	Masse volumique	[kg/m ³]
ρ_0	Masse volumique sèche	[kg/m ³]
ρ_a	Masse volumique de l'air	[kg/m ³]
ρ_s	Masse volumique apparente	[kg/m ³]
ρ_{water}	Masse volumique de l'eau	[kg/m ³]
$\rho_{water,\theta}$	Masse volumique de l'eau à température θ	[kg/m ³]
σ	Contrainte	[Pa]
φ	Humidité relative	[-]



Introduction

Premier poste mondial de consommation énergétique (36 %) et d'émission de dioxyde de carbone (39 %), le secteur du bâtiment (construction et exploitation) se doit d'entreprendre une conversion de ses pratiques constructives pour atténuer son impact environnemental et ainsi tenter de contenir la hausse des températures atmosphériques moyennes en dessous de 2 °C, par rapport à celles de l'ère préindustrielle, à l'horizon 2100.

Bien que ces impacts soient principalement imputables à la phase d'exploitation des bâtiments, la contribution des matériaux de construction dans le bilan des émissions de CO₂, ainsi que dans la production de déchets, est considérable et tend à augmenter. Le choix des matériaux de construction devient ainsi un paramètre déterminant. Ils doivent notamment permettre la baisse des consommations énergétiques des bâtis, liées à la fois à leur énergie grise (énergie associée aux phases de construction et de déconstruction) et à la phase d'exploitation des bâtis.

En ce sens, il convient de favoriser l'emploi de matériaux renouvelables, réutilisables, recyclables ou encore de déchets ou coproduits. Ainsi, l'utilisation de matériaux de construction issus de matières premières renouvelables apporte une réponse au problème d'épuisement des ressources naturelles. La valorisation de déchets ou coproduits contribue quant à elle à limiter la production de déchets et la déplétion des sources de matières premières non-renouvelables. D'autre part, recourir à des matériaux locaux permet de réduire les émissions de carbone associées au transport des matériaux.

Par ailleurs, les matériaux de construction ainsi développés doivent permettre d'assurer la performance énergétique de l'enveloppe du bâtiment et le confort des usagers. Cette performance de l'enveloppe physique du bâtiment permet de limiter l'utilisation de moyens « actifs » de régulation des ambiances et, ainsi, de faire des économies d'énergie. Cela passe notamment par l'optimisation des échanges hygriques et thermiques entre l'enveloppe et l'air intérieur. Les matériaux légers sont alors privilégiés pour leur potentiel d'isolant thermique tandis que les matériaux présentant un réseau poreux ouvert et une affinité avec la molécule d'eau favorisent les phénomènes de stockage et de transport de l'humidité.

Ces éléments constituent le point de départ du travail réalisé qui vise à développer une solution constructive bicouche, formulée à partir de matériaux bio et géosourcés locaux, offrant des performances hygrothermiques élevées tout en garantissant un comportement mécanique adapté à l'application souhaitée. La paroi, proposée en remplissage d'une structure porteuse, associe un béton végétal à un enduit en terre crue.

Implantée dans le sud-ouest de la France, cette étude évalue le potentiel de ressources disponibles localement, en grandes quantités, pour la formulation du complexe constructif. Les particules d'écorces de maïs et de tournesol sont de ce fait utilisées comme granulats végétaux en remplacement de la chènevotte de chanvre pour la formulation de bétons légers. Ces quinze dernières années, cette agroressource a concentré la majorité des travaux de recherche pour le

développement d'éco-matériaux de construction, bien qu'elle ne soit que faiblement disponible sur le territoire français comparativement à d'autres coproduits végétaux. En ce qui concerne les enduits en terre, quatre terres de natures minéralogiques distinctes, dont des fines de lavages issues de carrières considérées comme des déchets de cette activité, sont employées.

Cette thèse est structurée en quatre chapitres, en partie constitués d'articles publiés (chapitre 2) et soumis (chapitres 3 et 4).

Le premier chapitre dresse un état des connaissances sur le contexte environnemental, les transferts hygrothermiques en milieux poreux ainsi que les performances des bétons végétaux et enduits en terre selon une approche multi-usage.

Le deuxième chapitre s'intéresse au corps de la paroi en béton végétal. L'impact de la nature des matières premières sur la microstructure et les performances d'usage des agrobétons y est évalué. L'étude réalisée permet de retenir la formulation présentant le comportement le plus satisfaisant au regard de ces performances hygrothermiques et mécaniques.

Le troisième chapitre traite des performances des enduits en terre. L'influence de la nature minéralogique et de la teneur en argile sur les performances des mortiers d'enduit à l'état frais et durci y est notamment explorée. Ce chapitre aborde également l'effet des additions végétales et de biopolymères sur la consistance et le comportement au séchage des enduits. La formulation d'enduit ayant le plus fort potentiel de transport et stockage de l'humidité est employée pour la réalisation du matériau bicouche.

Enfin, l'association des matériaux optimisés dans les parties précédentes fait l'objet du dernier chapitre. À partir des données expérimentales obtenues pour chaque couche, un modèle numérique existant permet la prédiction du comportement hygrothermique, a priori élevé, de la structure. Les résultats obtenus par simulation numérique sont confrontés aux mesures expérimentales.

Chapitre 1.

Contexte et état de l'art

Préambule

Ce premier chapitre dresse un état de l'art des connaissances sur les propriétés d'usage des bétons végétaux et enduits en terre crue pour la construction. L'importance de leur microstructure dans la définition de leurs performances est notamment soulignée. Ce travail s'efforce de résumer les principales caractéristiques de ces types de matériaux dans les trois domaines abordés tout au long de cette thèse : hygrique, thermique et mécanique.

Ce chapitre permet tout d'abord de replacer l'étude dans son contexte environnemental, de formuler les enjeux du développement durable en Génie Civil et de présenter le potentiel des éco-matériaux de construction, biosourcés notamment, pour diminuer la consommation de matières premières non-renouvelables, pour limiter les émissions de gaz à effet de serre et créer de nouvelles filières économiques.

Après une description générale des milieux poreux, les différents phénomènes de transport et de stockage de l'humidité ainsi que ceux liés au transfert de chaleur sont décrits. Les principales méthodes permettant d'évaluer les performances hygrothermiques des matériaux poreux sont également présentées.

Dans un troisième temps, les résultats de travaux antérieurs, menés sur l'impact de la composition et l'évaluation des propriétés de bétons végétaux, sont présentés. Les principaux résultats sur la caractérisation des matières premières sont tout d'abord rappelés. Les propriétés d'usage des agrobétons sont ensuite abordées, notamment du point de vue de l'impact de la formulation et de la nature des matières premières sur les caractéristiques physiques et les performances hygrothermiques et mécaniques des bétons végétaux. Les travaux de plusieurs auteurs sur les impacts générés par la présence d'un enduit sur le comportement hygrothermique d'une paroi en béton de chanvre sont enfin résumés.

Dans la dernière partie de ce chapitre, les spécificités du matériau terre et de la construction en terre crue sont rapportées avant de présenter les caractéristiques physiques, hygrothermiques et mécaniques des enduits terre. Enfin, quelques éléments bibliographiques concernant l'adjuvantation organique des matériaux de construction en terre sont présentés.

1. Développement durable, construction et matériaux

1.1. Prise de conscience écologique

1.1.1. *Problématique environnementale*

La multiplication et l'intensification des crises écologiques mettent en évidence un changement du climat et une dégradation de l'environnement à l'échelle du dernier siècle. L'augmentation des températures à la surface de la Terre constatée depuis 1950 ou l'élévation du niveau moyen des océans, mesurée depuis 1901, en sont des indicateurs [Pachauri *et al.* 2015]. Les conclusions de la communauté scientifique font désormais consensus sur le rôle des activités humaines dans ces perturbations.

En l'espace de quelques décennies, les modes de production et de consommation énergétique sans borne des sociétés industrielles ont entraîné la libération dans l'atmosphère du carbone que la Terre avait absorbé depuis plusieurs centaines de millions d'années. Les concentrations en vapeur d'eau (H_2O), dioxyde de carbone (CO_2) et méthane (CH_4) s'accroissent considérablement et les réserves d'énergies fossiles telles que le charbon, le gaz naturel et le pétrole, sont extrêmement sollicitées.

Les émissions anthropiques de gaz à effet de serre (H_2O , CO_2 , CH_4 , N_2O , O_3 et gaz fluorés) perturbent l'équilibre climatique : ils piègent une partie du rayonnement infra-rouge de la surface terrestre ce qui provoque une hausse de la température de la basse atmosphère. En France, ce sont près de 300 Mt de CO_2 qui sont émises chaque année [Données et études statistiques 2019], soit près de 1 % des émissions mondiales (de l'ordre de 33 000 Mt de CO_2) [The International Energy Agency 2017].

À la question du réchauffement climatique vient s'ajouter l'enjeu de la déplétion des sources d'énergies fossiles. Le pétrole (41 %), le gaz naturel (15 %) et le charbon (10 %) figurent aujourd'hui parmi les principales sources d'énergie primaire utilisées dans le monde et assurent à eux seuls 82 % de la production mondiale [The International Energy Agency 2017]. En France, le pétrole représente 28 % de la consommation primaire énergétique corrigée des variations climatiques, le gaz naturel 15 % et le charbon 4 % [Données et études statistiques 2019]. Toutefois, les réserves mondiales de pétrole, gaz et charbon sont détruites plus vite qu'elles ne se forment. Leur production et leur utilisation finiront donc inexorablement par décroître. Il est indispensable d'anticiper le déclin de la disponibilité de ces ressources. Cette nécessité coïncide avec celle de l'atténuation des émissions de gaz à effet de serre et des autres conséquences négatives de l'utilisation de ces sources d'énergie (pollutions atmosphériques, pluies acides, marées noires, etc.).

1.1.2. *Engagements politiques*

C'est autour des bouleversements générés et d'une prise de conscience grandissante des enjeux écologiques que le concept de développement durable est construit. En 1987, la commission mondiale sur l'environnement et le développement de l'Organisation des Nations Unies (ONU)

publie le rapport « Notre Avenir Commun » (*Our Common Future*) dans lequel est définie, pour la première fois, la notion de développement durable : « le développement durable est un mode de développement qui répond aux besoins de générations présentes sans compromettre la capacité des générations futures de répondre aux leurs » [Brundtland 1987].

Face à une capacité menacée des générations futures à subvenir à leurs besoins, les acteurs nationaux et mondiaux s'engagent et définissent des objectifs chiffrés afin d'apporter des réponses aux enjeux environnementaux. En 1992, le Sommet de la Terre à Rio de Janeiro, tenu sous l'égide des Nations Unies, officialise la notion définie par le rapport Brundtland et pose les piliers du développement durable, associant l'environnement à la croissance économique des pays au lieu de les opposer : un développement économiquement efficace, socialement équitable et écologiquement soutenable.

En 1997, lors de la troisième Conférence des parties (COP3), les débats politiques internationaux aboutissent au Protocole de Kyoto. Ce texte engage, pour la première fois, les pays le ratifiant sur des objectifs contraignants : sur la période 2008-2012, 37 pays développés ou en transition doivent réduire leurs émissions de gaz à effet de serre de 5,2 % par rapport à leur niveau de 1990. Dix-huit ans plus tard, la COP21 organisée à Paris débouche sur le premier accord universel pour le climat, approuvé à l'unanimité par les 196 délégations. Cet accord engage une nouvelle fois les pays signataires à réduire leurs émissions de gaz à effet de serre. Il confirme l'objectif central de contenir l'augmentation de la température en-deçà de 2 °C et de s'efforcer de limiter cette augmentation à 1,5 °C, afin de réduire les risques et les impacts liés aux conséquences du changement climatique.

En France, une série de mesures a été instaurée pour traduire, et même dépasser, les engagements internationaux. Ainsi ont été successivement mis en place le Programme national de lutte contre le changement climatique élaboré en 2000, le Plan Climat de 2004, le Grenelle de l'Environnement en 2009 et 2010 puis, en 2015, la loi de transition énergétique pour la croissance verte.

Par ces mesures, la France s'engage donc à diviser par un facteur 4 les émissions nationales de gaz à effet de serre du niveau de 1990 d'ici 2050 mais aussi à réduire de moitié la consommation d'énergie finale d'ici à 2050 par rapport à 2012, à intégrer 32 % d'énergies renouvelables dans la consommation finale d'énergie en 2030 et 50 % d'énergie nucléaire dans la production d'électricité en 2025.

1.2. Secteur du bâtiment

1.2.1. Impacts environnementaux

Face à ces engagements environnementaux, le secteur du bâtiment doit agir prioritairement pour repenser et transformer son activité. Il doit notamment réduire les quatre principaux impacts de son activité sur l'environnement : ses émissions de gaz à effet de serre, sa

consommation d'énergie, sa consommation de ressources naturelles non renouvelables et sa production de déchets.

Le secteur résidentiel et tertiaire émet chaque année plus de 70 millions de tonnes de CO₂, soit 24 % des émissions de gaz à effet de serre françaises [Moreau 2019].

Il est, par ailleurs, responsable à 46 % de la consommation énergétique en France (toutes énergies confondues) [Moreau 2019].

Les minéraux utilisés principalement dans la construction constituent près de 45 % des matières consommées en France. Avec 354 millions de tonnes consommées en 2017, la construction est ainsi le plus gros consommateur de matières premières non renouvelables.

Selon les chiffres du Ministère de la Transition écologique [Scribe 2019], la construction est également le premier secteur d'activité producteur de déchets. Bien que le BTP ait diminué sa production de déchets de 14 % entre 2010 et 2016, il est encore aujourd'hui à l'origine de 70 % des déchets. Ces déchets, en grande partie inertes (80 %), ont un impact sur l'environnement du fait de leur gestion : acheminement, tri, traitement, stockage ou valorisation.

Pour toutes ces raisons, le bâtiment constitue un secteur clé dans la lutte contre le réchauffement climatique et l'épuisement des ressources.

1.2.2. Cadre normatif et réglementaire

Au niveau national comme au niveau européen, ce sont les politiques d'efficacité énergétique qui donnent les grandes orientations et les objectifs environnementaux pour la filière du bâtiment.

La Directive européenne sur la performance énergétique des bâtiments de 2010 (refonte de celle adoptée en 2002) fixe des exigences en ce qui concerne :

- les travaux de réhabilitation énergétique ;
- le certificat de performance énergétique (appelé en France diagnostic de performance énergétique) ;
- l'inspection obligatoire des chaudières et des systèmes de climatisation ;
- l'adoption d'une méthode de calcul harmonisée de la performance énergétique des bâtiments ;
- le calcul des niveaux optimaux en fonction des coûts des exigences minimales en matière de performance énergétique ;
- l'obligation de ne construire que des bâtiments ne nécessitant pratiquement plus d'énergie à partir de 2020.

En ce qui concerne le bâti existant, en France, le Plan de rénovation énergétique de l'habitat (lancé en 2013) s'engage dans la lutte contre la précarité énergétique et fixe les objectifs annuels attendus en matière de rénovation à 180 000 logements privés dès 2014 et, depuis 2017, à 380 000 logements privés auxquels s'ajoutent 120 000 logements sociaux.

Pour ce qui est des constructions neuves (secteurs résidentiel et tertiaire), elles doivent actuellement répondre aux exigences de la RT 2012. Cette réglementation thermique instaurée le 1^{er} janvier 2013 :

- encourage la conception bioclimatique du bâti pour limiter les besoins en énergie du bâtiment tout en garantissant un niveau de confort pour les occupants ;
- fixe à 50 kWh/(m².an) la consommation énergétique maximale (modulée selon la situation géographique, l'usage du bâtiment, etc.). Cette exigence impose de plus le recours à des équipements énergétiques performants, à haut rendement ;
- définit des catégories de bâtiments dans lesquels il est possible d'assurer un bon niveau de confort en été sans recourir à un système actif de refroidissement.

Alors que la réglementation thermique actuelle porte sur le seul critère de performance énergétique, la future Réglementation Environnementale 2020 (RE 2020) conjugue un objectif de performance énergétique très élevé visant le Bâtiment à Énergie POSitive (BEPOS) et un objectif limitant la quantité de carbone rejeté sur tout le cycle de vie du bâtiment. Il s'agit là d'une avancée majeure dans la prise en compte globale des impacts environnementaux d'un bâtiment.

1.2.3. Développement d'éco-matériaux de construction

Ces dernières années, encouragés par les législations européenne et française ainsi que des labels volontaires (Haute Qualité Environnementale HQE, Bâtiment Basse Consommation BBC, Bâtiment Bas CARbone BBKA, Effinergie, E+C-, etc.), les efforts ont majoritairement porté sur la baisse des consommations énergétiques, en phase d'exploitation des bâtiments. L'amélioration de l'isolation et l'optimisation des apports et de l'efficacité des systèmes de régulation ont permis une réduction drastique des consommations énergétiques dans le bâtiment. Cette évolution implique une modification de la répartition des consommations énergétiques entre les différentes phases de la vie du bâti : une place de plus en plus importante est imputée aux phases de construction et de déconstruction de l'ouvrage (**Figure 1.1**).

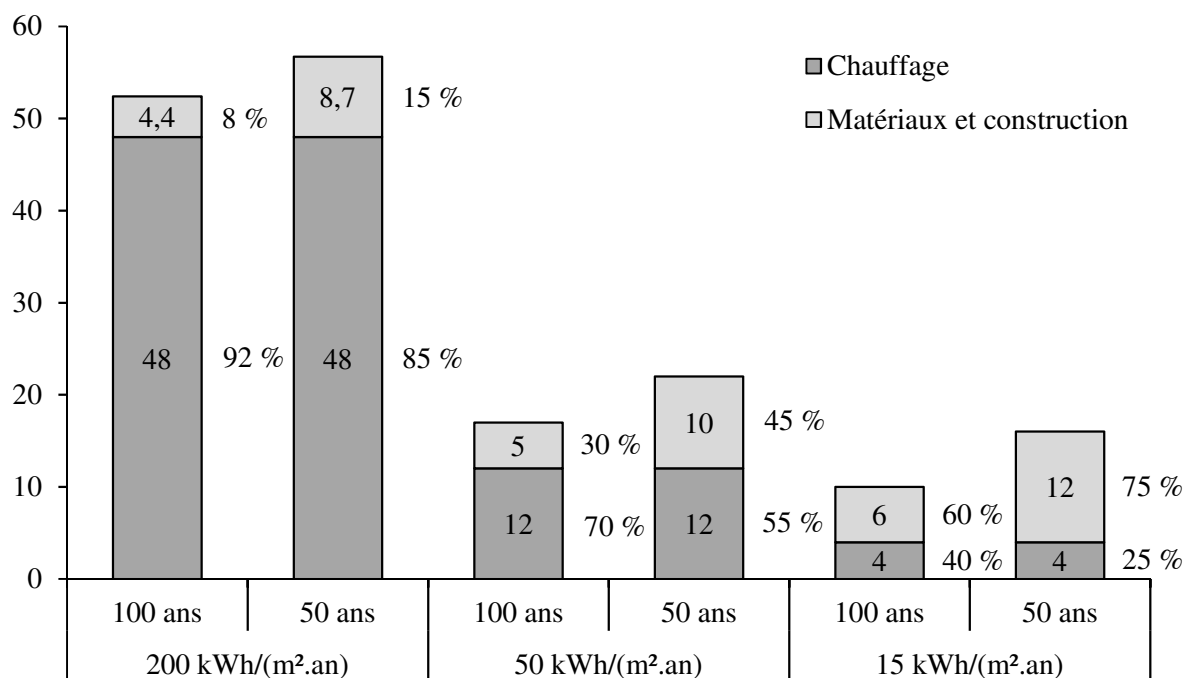


Figure 1.1. Répartition des consommations énergétiques des bâtiments, dues au chauffage, aux matériaux et à la construction, en fonction de leurs performances énergétiques et de leur durée de vie ([Magniont 2010] se référant à Lanier *et al.* [2008]).

Entre le poste de chauffage et celui dédié aux matériaux et à la construction d'une maison individuelle, Lanier *et al.* [2008] mettent en évidence le poids relatif plus important que prend le second poste au fur et à mesure de l'application des réglementations [Magniont 2010]. Lorsque la performance énergétique du bâti passe de 200 kWh/(m².an) à 15 kWh/(m².an), la part relative des matériaux et de la construction passe de 8 à 60 % (pour une durée de vie de 100 ans).

Dans une démarche plus globale, l'Analyse du Cycle de Vie (ACV) permet de mieux comprendre l'origine et la nature des impacts environnementaux associés à un bien ou un service. L'ACV est une méthode standardisée par la norme NF EN ISO 14040 [ISO 2006]. Elle recense et quantifie les impacts environnementaux potentiels tout au long du cycle de vie d'un produit, de l'acquisition des matières premières à sa production, son utilisation, son traitement de fin de vie, son recyclage et sa mise au rebut.

Cette méthodologie, appliquée aux bâtiments, permet d'identifier les contributeurs les plus impactants et leurs conséquences sur l'environnement, en particulier, leur participation au réchauffement climatique, à la pollution de l'eau et de l'air ainsi qu'à l'épuisement des ressources abiotiques (i.e. ressources naturelles, non vivantes, qui ne peuvent être facilement reconstituées comme la terre, l'eau, le charbon ou le pétrole).

Deux expérimentations HQE Performances (en 2010 et 2012) portant sur 115 bâtiments neufs, pour une période d'étude de 50 ans, ont permis de fournir des ordres de grandeurs des impacts environnementaux liés à la consommation d'énergie et d'eau, à la phase de chantier et aux produits de construction (et équipements techniques) pour des maisons individuelles, des logements collectifs et des bâtiments tertiaires (**Figure 1.2**). L'essentiel des bâtiments pris en compte dans les expérimentations sont des bâtiments labellisés BBC ou conformes à la RT 2012. Une poignée de bâtiments va au-delà de ces exigences et, au regard des résultats, une poignée est en-deçà.

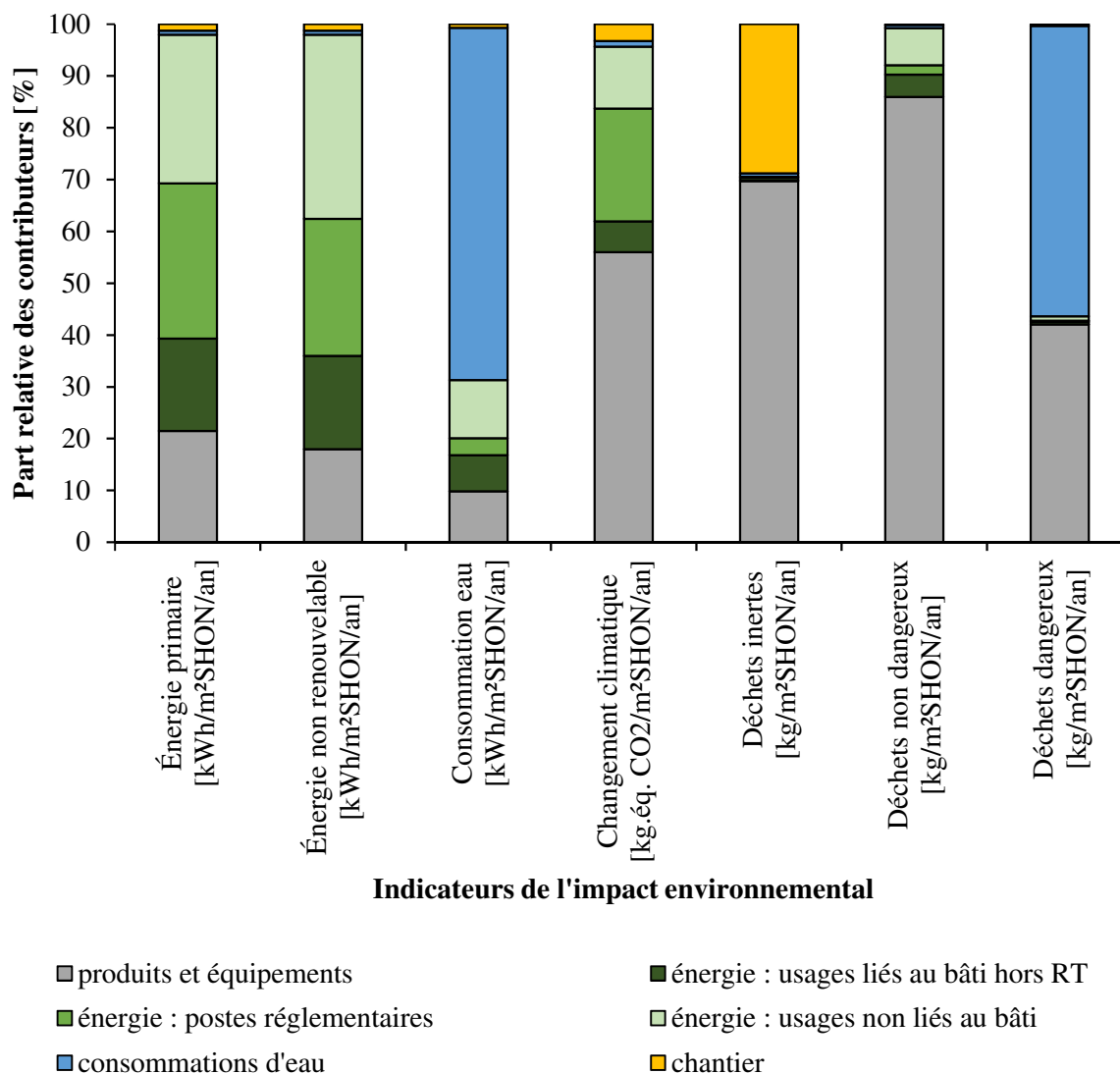


Figure 1.2. Répartition médiane des principaux indicateurs de l'impact environnemental d'un bâti entre les principaux postes contributeurs [Lebert *et al.* 2013].

Même si, comme le rapportent Lebert *et al.* [2013], la majeure partie des consommations en énergies primaire et non renouvelable est imputable à la phase d'exploitation du bâtiment, la contribution des produits et équipements des bâtis à la consommation énergétique est non négligeable et tend à augmenter avec la réduction des consommations énergétiques. Par ailleurs, les matériaux de construction ont un poids considérable dans le bilan des émissions de CO₂, engendrant à eux seuls plus de 40 % des émissions. La contribution des matériaux de construction (intégrés au contributeur « produits et équipements ») est également majeure dans la production de déchets.

Dans ce contexte, il semble fondamental qu'une réflexion soit entreprise sur le choix des matériaux de construction, aussi bien pour la construction neuve que pour la rénovation du bâti ancien.

1.2.4. Matériaux à faible impact environnemental

Dans une nouvelle démarche de conception du bâti, le choix des matériaux de construction est un paramètre déterminant. Il n'existe à ce jour aucune définition exhaustive ou réglementaire permettant de classer un matériau comme éco-matériau. Toutefois, en plus des caractéristiques techniques généralement requises pour satisfaire à l'utilisation d'un produit comme matériau de construction, le confort et la santé des utilisateurs tout comme le respect de l'environnement sont des exigences auxquelles doivent répondre les éco-matériaux (**Tableau 1.1**). Ces matériaux alternatifs, sains, écologiques et durables doivent permettre la baisse des consommations énergétiques, à la fois en termes d'énergie grise (énergie associée aux phases de construction et de déconstruction) et d'énergie liée à la phase d'exploitation des bâtis tout en satisfaisant au confort des habitants. En ce sens, les matériaux doivent être performants d'un point de vue hygrothermique et acoustique. Ils doivent également participer à la réduction des émissions de gaz à effet de serre sur l'ensemble de leur cycle de vie. La démarche d'ACV est le moyen le plus répandu pour comparer l'impact environnemental de deux solutions constructives, facilitant ainsi la prise de décision au regard du critère environnemental.

Caractéristiques techniques	Qualité environnementale
Performances mécaniques Qualité architecturale Résistance au feu et à la chaleur Durabilité Facilité d'entretien Économique	Utilisation de matières premières renouvelables et recyclables (bois, végétaux...) Faible énergie grise Limitation des émissions de gaz à effet de serre de la « tombe au berceau » Respect de l'environnement lors de l'exploitation des matières premières (eau, paysage, biodiversité...)
Qualité sanitaire	Confort
Limitations des émissions de composants organiques volatiles dans l'habitat et lors de la construction Limitations des émissions de minéraux volatiles (fibres, poussières...), particulièrement lors de la construction	Qualités thermiques (conductivité, inertie, effusivité) Qualités hygroscopiques (perméabilité à la vapeur d'eau, diffusivité en phases vapeur et liquide, isothermes de sorption) Qualités acoustiques (coefficient d'absorption acoustique, indice d'affaiblissement acoustique)

Tableau 1.1. Qualités recherchées pour un éco-matériau de construction selon Amziane et Arnaud [2013].

1.3. Potentiel des matériaux biosourcés

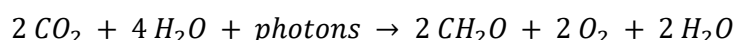
Afin de répondre aux problématiques de construction durable, l'usage des matériaux biosourcés pour des applications dans le secteur du bâtiment est fortement encouragé. Sont qualifiés de biosourcés, les matériaux non alimentaires issus pour tout ou partie de la biomasse, d'origine animale ou végétale [ADEME 2017].

1.3.1. Démarche encouragée

En mars 2010, la filière des matériaux biosourcés a été identifiée par le Commissariat Général au Développement Durable comme l'une des dix-huit filières vertes ayant un potentiel de développement économique élevé pour l'avenir. Ces matériaux présentent un potentiel, notamment en raison de leur rôle pour diminuer notre consommation de matières premières d'origine fossile, pour limiter les émissions de gaz à effet de serre et créer de nouvelles filières économiques. La loi relative à la transition énergétique pour la croissance verte confirme l'intérêt porté à l'usage de ces matériaux biosourcés en précisant dans son article 5 que « l'utilisation des matériaux biosourcés concourt significativement au stockage de carbone atmosphérique et à la préservation des ressources naturelles » et qu'« elle est encouragée par les pouvoirs publics lors de la construction ou de la rénovation des bâtiments ».

1.3.2. Intérêt environnemental et potentiel socio-économique

Les matériaux biosourcés, contrairement aux matériaux de construction conventionnels tels que les produits cimentaires ou ceux issus de la sidérurgie, contribuent au stockage du dioxyde de carbone atmosphérique capté par les plantes au cours de leur croissance via le phénomène de la photosynthèse. Ce processus bioénergétique permet à des organismes de synthétiser de la matière organique (cellulose, hémicellulose, lignine et extractibles) en utilisant l'énergie lumineuse et le carbone atmosphérique :



Les matériaux issus de la biomasse végétale sont des réservoirs naturels de CO₂, des puits de carbone : ils ont l'aptitude à séquestrer du carbone, diminuant la quantité de dioxyde de carbone atmosphérique et contribuant ainsi à la limitation du réchauffement climatique.

Matériau	Teneur massique en carbone [%]	kg CO ₂ prélevé dans l'atmosphère/kg de matière végétale (12 % d'humidité)
paille de blé	44	1,44
fibres de chanvre et de lin	44	1,44
chènevotte de chanvre	47	1,54
bois feuillu	48	1,57
bois résineux	50	1,63

Tableau 1.2. Capacité de stockage en dioxyde de carbone de plusieurs sources de biomasse végétale [Lecompte 2019].

L'usage de ces matériaux pour la construction permet alors de limiter l'empreinte carbone du bâtiment. Pour cela, le gisement des ressources doit être géré de manière durable : la biomasse extraite au cours d'une année doit être compensée par la biomasse créée durant cette même année. Plusieurs facteurs, tels que la croissance de la plante et la période de révolution au sein de l'exploitation, doivent être pris en compte et appréciés au regard de la durée de vie d'un bâtiment. Les matériaux agrosourcés, issus de plantes annuelles, apparaissent comme de bons

candidats pour répondre à la demande croissante de matériaux de construction tout en stockant temporairement du carbone [Lecompte 2019].

Par ailleurs, la disponibilité de ces ressources à l'échelle locale permet de limiter les distances de transport et ainsi de réduire l'émission de carbone liée au transport des matériaux.

Les agroressources, pour la plupart sous-produits des activités agricoles, participent à la préservation des ressources naturelles par la valorisation de déchets, à la diminution des consommations de matières premières d'origine fossile et à la création de nouvelles filières économiques.

Enfin, comme le soulignent Conteville et den Hartigh [2009], les éco-matériaux sont le plus souvent issus de ressources locales, employant de la main-d'œuvre et mobilisant les savoir-faire locaux et stimulant une économie protectrice des droits sociaux des travailleurs et redistributive des richesses qu'elle crée. Cette démarche s'oppose à la production industrielle de matériaux de construction standardisés pour des bâtis formant un paysage uniforme sans s'adapter aux spécificités climatiques ou architecturales régionales.

1.3.3. Exigences réglementaires

En France, tous les matériaux de construction doivent se plier à une démarche de certification [Amziane et Arnaud 2013]. La certification a pour but de garantir les performances (qualité, sécurité, durabilité, etc.) de produits de construction à un ensemble d'exigences décrites dans les référentiels de certifications. Les fabricants et fournisseurs de matériaux innovants sont donc en amont contraints d'apporter des garanties en termes de performance et de mise en œuvre.

Cette démarche de contrôle est la condition sine qua non pour que maîtres d'œuvre et artisans, qui sont soumis à la garantie décennale, puissent assurer leur ouvrage. Ce n'est qu'après l'obtention d'un avis technique sur le produit de construction délivré par le Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB) que les assureurs consentent généralement à apporter une décennale.

En l'absence de Documents Techniques Unifiés (DTU), la mise en place de règles professionnelles d'exécution, par le biais d'associations permettant de structurer et de crédibiliser une filière, constitue une étape intermédiaire à la rédaction de DTU [Amziane et Arnaud 2013].

1.3.4. Matériaux biosourcés

Dans ce contexte de développement durable et compte tenu du potentiel des matériaux biosourcés, une large gamme de nouveaux matériaux pour la construction se développe rapidement. Les ressources de biomasse disponibles, utilisées ou utilisables, sont abondantes (Tableau 1.3).

Ressources			Volume total produit [milliers de tonnes/an]	Valorisation en matériau [%]
Agriculture	cultures dédiées au non alimentaire	lin fibres	297	43
		chanvre	53	19
		miscanthus, TCR, panic érigé	33	0
		sorgho	478	3
	résidus de cultures annuelles	pailles de céréales	66 397	> 1
		pailles d'oléagineux	2 645	0
		pailles de lin oléagineux	27	3
		canne de maïs	5 800	0
	déchets de cultures pérennes	entretien/ renouvellement vignes	1 750	0
		entretien/ renouvellement vergers	646	0
	issues de silo		439	0
Coproduits des industries agroalimentaires	industrie du blé	issues des industries céréalières	2 000	0
	industrie de la betterave	pulpe	1 400	0
Total			81965	0,2

Tableau 1.3. Estimation des ressources de biomasse utilisées et utilisables en matériaux
[Allain *et al.* 2016].

Les filières associées sont jeunes, fortement territorialisées et montrent des degrés de structuration variables. Parmi celles qui sont structurées, les filières associées au chanvre, à la paille, au lin, au textile recyclé et à la laine de mouton commercialisent des matériaux biosourcés pour la construction depuis une vingtaine d'années. Les volumes relatifs restent néanmoins assez faibles. Au contraire, les filières associées à la ouate de cellulose et aux produits connexes du bois, portées par des acteurs industriels, concernent des volumes de production bien plus importants : près de 30 millions d'euros annuels de chiffre d'affaires pour la fabrication de produits à base de ouate de cellulose [Dutreix *et al.* 2017].

Les matériaux et produits mis en œuvre dans la construction sont notamment destinés à de l'isolation (laines de fibres végétales ou animales, de textile recyclé, ouate de cellulose, bottes de paille, etc.) ou à de la structure (bois massif). La majorité des matières premières peut être valorisée à la fois en tant que matériau d'isolation rapportée et en tant que matériau d'isolation répartie, pour lequel l'élément de remplissage joue lui-même le rôle d'isolant [Dutreix *et al.* 2017]. Pour ce faire, des bétons légers sont formulés par l'association de particules biosourcées à un liant minéral (béton de chanvre, de bois, de lin, etc.). Ces derniers sont utilisés principalement pour leurs propriétés hygrothermiques, en remplissage d'une ossature porteuse. Ils présentent

l'avantage, au-delà de leur faible impact environnemental, d'être des matériaux multifonctionnels contrairement aux systèmes constructifs conventionnels.

Les agrobétons sont des matériaux hétérogènes obtenus à partir d'un mélange de granulats issus de végétaux lignocellulosiques, majoritaires en volume, et d'un liant minéral hydraté qui assure la cohésion du matériau. Les composites ainsi formés sont des milieux poreux, sièges de multiples phénomènes physico-chimiques et de transport.

2. Transferts en milieux poreux

Dans un béton végétal, la phase solide constituée du liant et des granulats végétaux est séparée par des espaces vides, les pores. Ces cavités sont occupées par une phase gazeuse, formée par l'air et la vapeur d'eau, et/ou une phase liquide, l'eau (**Figure 1.3**). Sous l'influence de gradients de différents potentiels (pression de vapeur, pression totale, température, etc.), l'eau présente dans le milieu poreux et la chaleur sont susceptibles de se déplacer, de se diffuser.

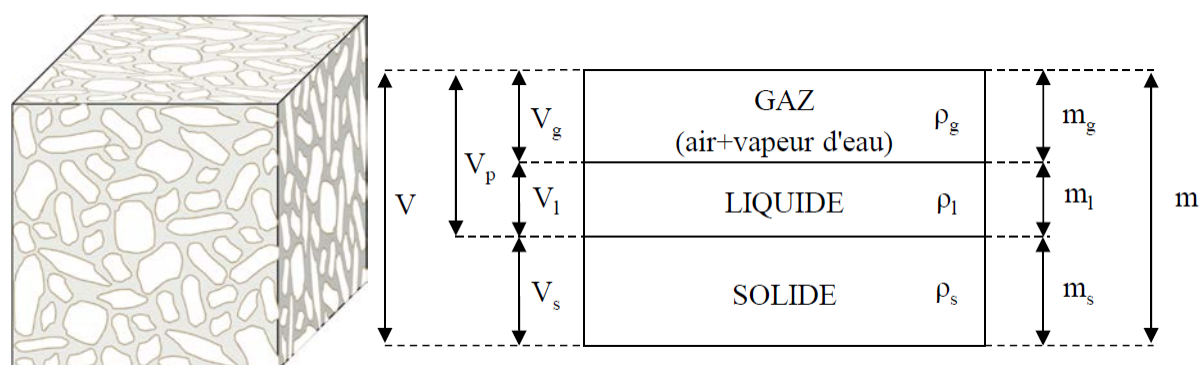


Figure 1.3. Phases constitutives d'un milieu poreux non saturé [Collet 2004].

2.1. Porosité

Les propriétés d'usage des matériaux poreux varient fortement selon la quantité de cavités, la connectivité et la géométrie des pores. Ces caractéristiques du milieu conditionnent les capacités d'écoulement ou de rétention des fluides en présence.

La porosité est la fraction volumique du matériau occupée par les pores (n), c'est-à-dire le rapport entre le volume des pores (V_p) et le volume total apparent de l'échantillon (V). Elle s'écrit : $n = \frac{V_p}{V} = \frac{V_p}{V_s + V_p}$ où V_s est le volume de la phase solide du matériau.

L'ensemble de ces vides, plus ou moins connectés et communiquant entre eux et avec l'extérieur du matériau, constitue un réseau (**Figure 1.4**). Les pores interconnectés (au moins deux ouvertures) forment un espace continu dans le réseau poreux et participent au transport de matière à travers le milieu. Les pores aveugles, ou bras morts (une seule ouverture), peuvent quant à eux être accessibles mais ne participent pas au transport. Enfin, les pores isolés sont inaccessibles. Les pores interconnectés et aveugles constituent la porosité ouverte, ou percolante, du milieu. Les autres réseaux qui n'ont pas d'ouvertures avec l'extérieur, ou les pores qui sont

isolés, définissent la porosité fermée. Ils peuvent avoir une forme cylindrique, d'entonnoir, de bouteille d'encre (col étroit et corps large) ou de microfissures [Collet 2004].

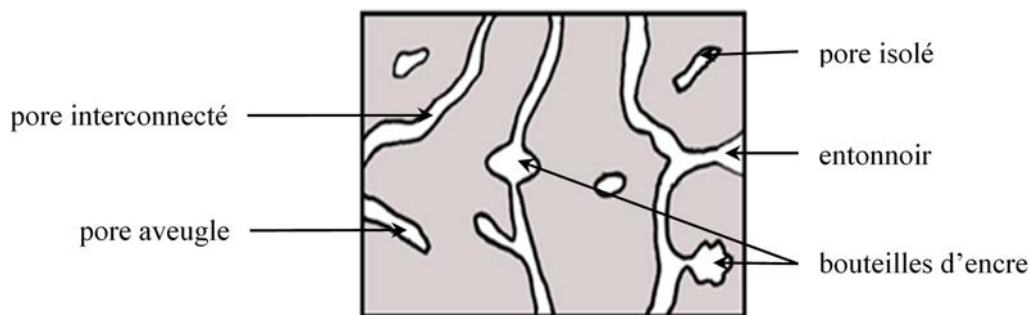


Figure 1.4. Schématisation du réseau poreux d'un matériau [Collet 2004].

Les bétons végétiaux présentent une porosité multimodale. Ils sont constitués de plusieurs familles de vides dont la taille varie de quelques nanomètres à plusieurs millimètres selon l'origine de la porosité. Les granulats végétiaux possèdent une porosité intrinsèque due à la présence de vaisseaux conducteurs de sève dans leur structure. La matrice de liant contient également des vides qui apparaissent au moment de la prise des hydrates et du séchage du matériau. Enfin, l'arrangement plus ou moins compact des différents constituants entre eux (empilement de granulats et du liant) crée des vides supplémentaires [Cérézo 2005].

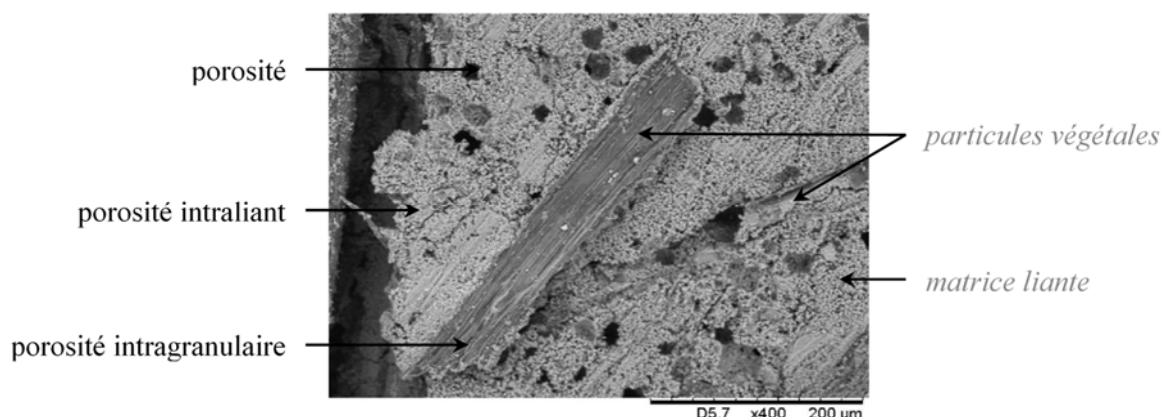


Figure 1.5. Vue d'un béton de chanvre projeté au microscope électronique à balayage permettant d'observer la triple porosité des bétons végétiaux [Collet *et al.* 2013].

2.2. Stockage et transport de l'humidité

Grâce à leur réseau poreux ouvert et la diversité des familles de vides qui les composent, les agrobétons présentent une capacité très importante à échanger la vapeur d'eau avec l'air environnant. Lorsque l'hygrométrie de l'air est élevée, la vapeur d'eau peut se condenser sous forme d'eau liquide et se fixer à la surface des pores [Amziane et Arnaud 2013].

Les principaux transports de masse dans les matériaux de construction ainsi que leur potentiel moteur sont rassemblés dans le **Tableau 1.4**.

Mécanisme de transport		Potentiel moteur
Transport vapeur	Diffusion moléculaire	Pression de vapeur
	Effusion (diffusion de Knudsen)	Pression de vapeur
	Advection	Pression totale
	Thermodiffusion (effet Soret)	Température
Transport liquide	Capillarité	Pression capillaire
	Diffusion de surface	Humidité relative (teneur en eau)

Tableau 1.4. Principaux modes de transport d'humidité dans les matériaux de construction ([Seng 2018] à partir de [Künzel 1995 ; Peuhkuri 2003]).

2.2.1. Différents états de l'eau

Le comportement des matériaux de construction poreux vis-à-vis de l'eau en phases vapeur et liquide est gouverné par le réseau de pores.

Présente sous forme vapeur, l'eau est susceptible d'être captée, stockée et transportée dans les vides présents dans le milieu. L'Humidité Relative (HR) caractérise le degré d'humidité d'une ambiance à une température donnée. Elle traduit la quantité de vapeur réellement présente dans l'air, qui crée une pression de vapeur (P_v), par rapport à la quantité totale de vapeur que peut contenir l'air à la même température (P_v^{sat}) : $HR = \frac{P_v}{P_v^{sat}} * 100$ [%]

Dans sa forme liquide, l'eau peut être présente de quatre manières dans un matériau de construction (**Figure 1.6**) :

- eau de constitution, liée chimiquement aux particules solides ;
- eau adsorbée, due à l'adsorption physique des molécules d'eau sur les surfaces solides (adsorbant) par les forces de Van der Waals ;
- eau capillaire, retenue par les forces capillaires ;
- eau libre qui peut s'écouler sous l'effet de la pesanteur.

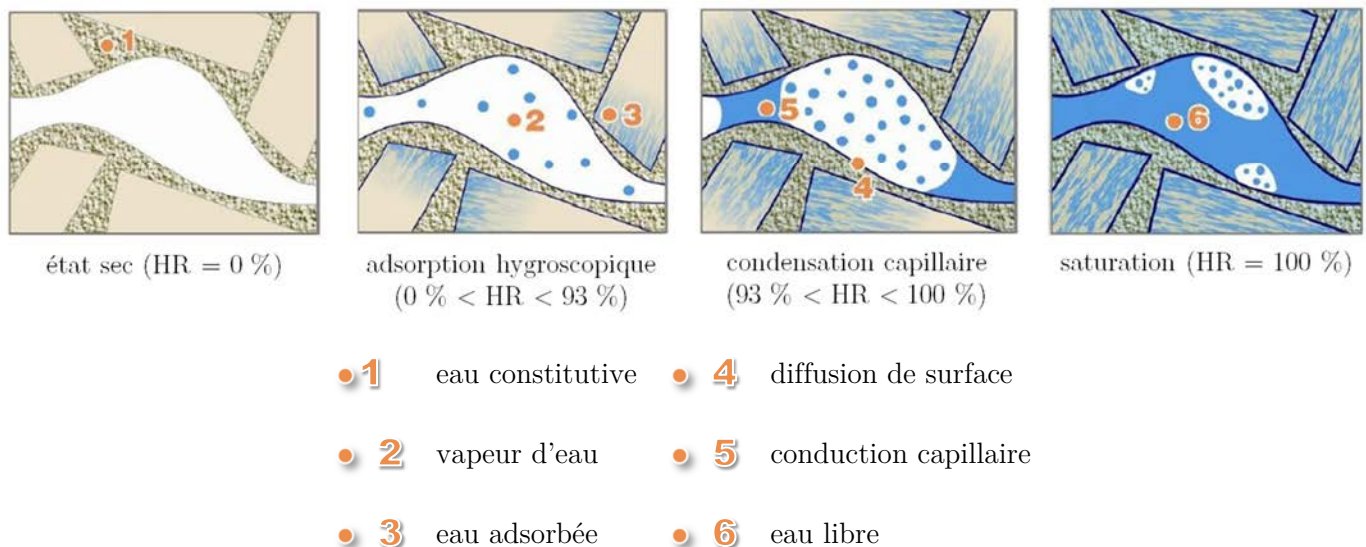


Figure 1.6. Étapes de transfert d'humidité dans un milieu poreux en fonction de l'hygrométrie [Evrard 2008 ; Nozahic 2012].

2.2.2. Stockage de l'humidité

Les matériaux poreux, de porosité ouverte, ont la propriété de fixer l'humidité de l'air environnant. Une hausse de l'hygrométrie au voisinage du matériau entraîne une augmentation de la masse apparente de ce dernier. Les molécules d'eau se fixent alors en surface du matériau : c'est le phénomène d'adsorption.

Inversement, une diminution de l'humidité de l'air environnant entraîne une baisse de la masse apparente : c'est la désorption. Cette capacité de stockage est décrite par les isothermes d'adsorption et de désorption du matériau. Réalisées à température constante, ces courbes décrivent les états d'équilibres successifs du matériau avec le milieu ambiant.

L'adsorption physique suit trois grandes étapes (trois zones visibles sur les isothermes de sorption) [Collet 2004] présentées sur la **Figure 1.7**. À chaque zone, correspond un mode de fixation particulier de l'eau sur le produit :

- les molécules d'eau recouvrent en une couche la surface des pores où elles sont maintenues sous l'effet des forces de Van Der Waals : c'est l'adsorption monomoléculaire ou monocouche ;
- lorsque l'humidité devient plus importante, d'autres couches de molécules d'eau se fixent à la première. Il s'agit de l'adsorption polymoléculaire ou multicouche ;
- aux humidités relatives les plus fortes, 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 des forces capillaires. Ceci entraîne le remplissage des pores les plus fins puis des pores de plus grande dimension : c'est la condensation capillaire.

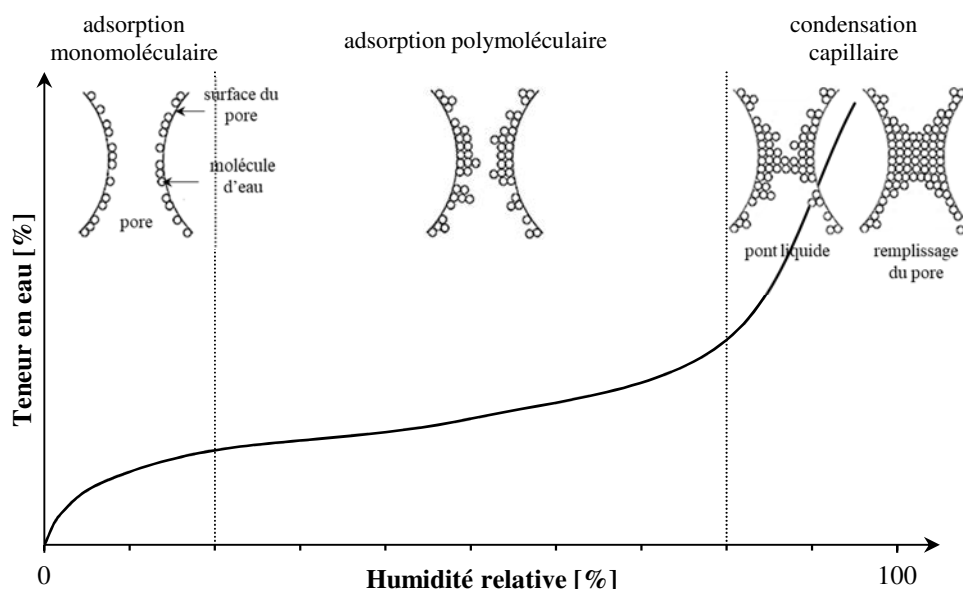


Figure 1.7. Isotherme d'adsorption et modes de fixation de l'humidité dans un pore [Collet 2004 ; Magniont 2010].

Cette description très générale des isothermes d'adsorption a été reprise de manière plus précise par l'International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) qui a établi six modèles d'isothermes différents, dont chacun correspond à un type d'interaction et de porosité

[Sing 1985]. Les isothermes peuvent être déterminées expérimentalement par une méthode gravimétrique statique (méthode des solutions salines saturées) ou dynamique (méthode du Dynamic Vapour Sorption ou DVS).

2.2.3. Transport de l'humidité

Les milieux non saturés, de porosité ouverte et interconnectée, sont le siège de transports hydriques lorsqu'ils sont soumis à des gradients d'humidité. Les mécanismes de transport d'humidité évoluent selon la teneur en eau dans les pores (**Figure 1.8**).

Aux plus basses humidités relatives (1), le transport d'eau est réalisé en phase vapeur sous l'effet d'un gradient de pression. Avec l'augmentation de l'hygrométrie, la couche d'eau à la surface des pores s'épaissit et forme des ponts liquides. Le transport est régi par condensation-évaporation (2) et peut être accompagné par une diffusion de surface (3) : il s'agit alors d'un transport vapeur-liquide. Enfin, lorsque le milieu est saturé, le transport est liquide sous l'effet d'un gradient de pression capillaire.

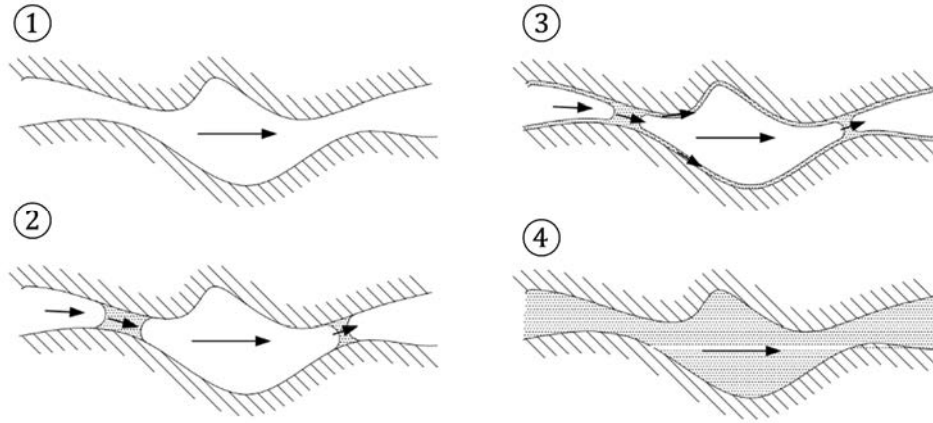


Figure 1.8. Modes de transfert d'humidité selon la teneur en eau dans les pores [Peuhkuri 2003].

2.2.4. Transport vapeur

La phase gazeuse qui occupe l'espace poral (l'air) peut être considérée comme un mélange de vapeur d'eau et d'air sec, tous deux assimilables à des gaz parfaits. La densité de flux de vapeur d'eau dans un milieu poreux peut s'exprimer comme la somme des densités de flux élémentaires comprenant la diffusion moléculaire, l'effusivité, la thermodiffusion et l'advection de vapeur [Seng 2018].

Diffusion moléculaire

Le transport moléculaire se fait sous l'effet d'un gradient de concentration de vapeur. Cette diffusion est due aux chocs des molécules d'eau entre elles. Elle est généralement décrite par une équation de diffusion obéissant à la loi de Fick qui, dans le cas d'un gaz parfait, peut s'écrire à partir d'un gradient de pression P_v [Pa] :

$$\overrightarrow{g_{v,diffusion}} = -\delta_{P,v} \overrightarrow{grad P_v}$$

où $\delta_{p,v}$ est la perméabilité à la vapeur d'eau sous un gradient de pression de vapeur [kg/(m.s.Pa)].

Effusion

Lorsque le libre parcours moyen des molécules de vapeur d'eau, c'est-à-dire la distance moyenne parcourue par une molécule de gaz entre deux chocs intermoléculaires, est inférieure au diamètre des pores, le transport de l'humidité est alors dominé par les chocs entre les molécules d'eau : c'est l'effusion. Cette diffusion s'opère dans les pores de très petites tailles.

Thermodiffusion

La thermodiffusion apparaît quand l'air est soumis à un gradient de température provoquant la migration des molécules des zones les plus froides vers les zones les plus chaudes, à l'opposé du gradient de température T [K]. Mathématiquement, ce phénomène est retranscrit par :

$$\overrightarrow{g_{v,thermodiffusion}} = -\delta_{T,v} \overrightarrow{gradT}$$

où $\delta_{T,v}$ est la perméabilité à la vapeur sous gradient de température [kg/(m.s.K)].

Advection de vapeur

Le flux advectif est le transport macroscopique de vapeur avec le flux d'air. Son expression est donnée en fonction de la vitesse de l'air, v [m/s], le rapport de mélange correspondant à la masse de vapeur d'eau sur la masse d'air sec, $\mathcal{r}$ [kg_{eau}/kg_{air}], et la masse volumique de l'air, ρ_a [kg/m³] :

$$\overrightarrow{g_{v,advection}} = \mathcal{r} \rho_a \vec{v}$$

En considérant la vapeur d'eau et l'air sec comme des gaz parfaits et en exprimant la vitesse de l'air par la loi de Darcy, le flux advectif peut s'écrire :

$$\overrightarrow{g_{v,advection}} = -\rho_a \frac{M_v}{M_a} \frac{P_v}{P_{atm} - P_v} \frac{k_g}{\mu_g} \overrightarrow{gradP_{totale}}$$

où M_a et M_v sont les masses molaires de l'air et de la vapeur d'eau respectivement [kg/mol], P_{atm} , P_v et P_{totale} sont les pressions atmosphérique, de vapeur et totale [Pa], k_g est la perméabilité effective de l'air humide [m²] et μ_g , la viscosité dynamique de l'air [Pa.s].

Il convient de noter que le phénomène d'effusion est peu traité et que celui de thermodiffusion ne contribue que faiblement au transport d'humidité dans le domaine du bâtiment [Seng 2018].

2.2.5. Transport liquide

Le transport de l'eau liquide se produit dès lors que la phase liquide constitue un milieu continu dans le matériau. À partir de la teneur en eau correspondant à ce seuil critique, le

transport de vapeur diminue progressivement avec l'augmentation de la teneur en eau du matériau jusqu'à disparaître à saturation.

Le transport liquide s'effectue selon deux modes : la diffusion de surface et la conduction capillaire. Il est toutefois difficile de différencier ces deux modes de transport qui peuvent se produire simultanément en présence de pores de différentes tailles.

Diffusion de surface

Au-delà des couches d'adsorption polymoléculaires, et avant la saturation du pore, les forces d'interaction entre la phase solide et les molécules d'eau adsorbées diminuent, permettant la mobilité de ces dernières. Il s'agit de la diffusion de surface. Les molécules d'eau sont d'autant plus mobiles que la couche d'eau adsorbée est épaisse. Philip et Vries [1957] expriment ce flux en fonction de la teneur en eau, w [kg/m³] :

$$\overrightarrow{g_{l,diffusion}} = -D_l \overrightarrow{grad} w$$

où D_l est le coefficient de diffusion de surface [m²/s].

Conduction capillaire

À l'échelle du pore, lorsque l'hygrométrie augmente, le transport d'humidité est dominé par la conduction capillaire, phénomène au cours duquel des ponts liquides se forment. L'eau liquide est alors en équilibre avec l'air ambiant. Ce mode de transport est mathématiquement retranscrit à l'interface liquide-air au niveau du ménisque par la loi de Darcy :

$$\overrightarrow{g_{l,conduction}} = -\delta_{p,l} \overrightarrow{grad} P_c$$

avec $\delta_{p,l}$, la perméabilité liquide sous gradient de pression capillaire [kg/(m.s.Pa)] et P_c , la pression capillaire [Pa].

2.2.6. Perméabilité à la vapeur d'eau

La perméabilité à la vapeur d'eau caractérise la facilité qu'a l'eau à traverser un matériau soumis à un gradient de pression de vapeur, une fois le régime permanent atteint. Le coefficient de perméabilité à la vapeur d'un matériau permet de caractériser ses propriétés d'étanchéité/fuite vis-à-vis d'un fluide. C'est la quantité de gaz transmise à travers une surface par unité de temps, de pression et d'épaisseur.

Cette grandeur peut être déterminée, dans le cas de produits pour le bâtiment et dans des conditions isothermes, selon une méthode basée sur des essais en coupelle (**Figure 1.9**) et spécifiée par la norme NF EN ISO 12572 [AFNOR 2016].

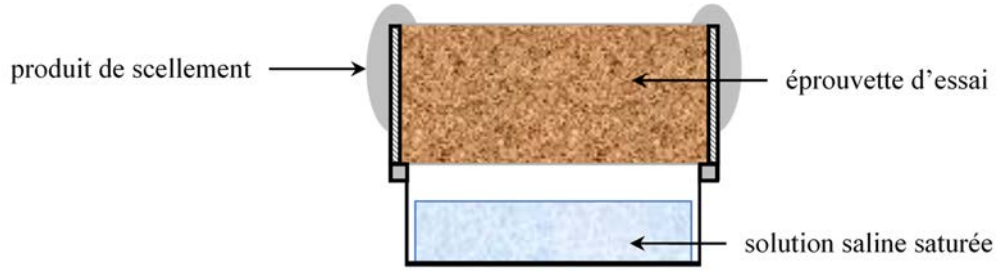


Figure 1.9. Schéma de montage d'une coupelle [Vololonirina et Perrin 2016].

Les modes dominants de transport de l'humidité lors de cet essai varient selon les conditions de mesure. À faibles hygrométries, la perméabilité apparente fournit des indications sur le transport par diffusion de vapeur. Lorsque les niveaux d'humidité sont élevés, les pores se remplissent d'eau et accroissent le transport liquide tout en diminuant le transport vapeur. Deux modes de transport coexistent alors : la diffusion en phase vapeur et l'écoulement liquide.

Sous un gradient monodimensionnel de pression de vapeur, la densité de flux de vapeur, g [kg/(m².s)], s'écrit :

$$g = \frac{G}{A} = \frac{\Delta P_v}{Z}$$

où G est la variation massique dans le temps d'une coupelle [kg/s], A la surface exposée de l'échantillon [m²], ΔP_v la différence de pression entre les deux ambiances [Pa] et Z la résistance apparente à la diffusion de vapeur [m².s.Pa/kg]. Cette résistance tient compte de celles de surface, du matériau et de la lame d'air située entre la base de l'éprouvette et la solution saline saturée. Pour les essais de matériaux très perméables, la résistance de cette lame d'air n'est pas négligeable. La perméabilité à la vapeur d'eau du matériau, δ_p [kg/(m.s.Pa)], s'écrit alors :

$$\delta_p = \frac{d}{\frac{\Delta P_v}{g} - \frac{d_a}{\delta_{p,a}}} \Delta P_v$$

où d et d_a sont les épaisseurs du matériau et de la lame d'air [m] et $\delta_{p,a}$ est la perméabilité de l'air à la vapeur d'eau [kg/(m.s.Pa)] définie par la formule de Schirmer ($\delta_{p,a}=1,96 \cdot 10^{-10}$ kg/(m.s.Pa) à 25 °C et à pression atmosphérique normale).

Une attention particulière doit être portée aux conditions d'essai (choix de la vitesse d'air à la surface de la coupelle notamment) et à leur cohérence avec les calculs effectués (effet d'un bord masqué d'une éprouvette sur la densité de flux de vapeur d'eau, par exemple). La validité de la méthode de détermination de la perméabilité à la vapeur des matériaux hautement poreux telle qu'établie dans la norme est questionnée par [Vololonirina et Perrin 2016]. Ces travaux visent à évaluer l'influence de l'épaisseur et de la superficie de l'échantillon ainsi que de la lame d'air située à l'intérieur de la coupelle entre la solution et l'échantillon. Les résultats de cette étude tendent à montrer que la vitesse de l'air impacte fortement la valeur mesurée de la perméabilité

et que l'influence de la résistance convective au-dessus du matériau varie largement avec la vitesse de l'air ; pour les matériaux très perméables, elle peut être du même ordre de grandeur que la résistance du matériau lui-même. De plus, l'expression de la résistance de la lame d'air proposée par la norme NF EN ISO 12572 [AFNOR 2016] ne permettrait pas de l'évaluer de manière précise.

2.2.7. Atténuation des variations hygriques ambiantes

L'aptitude des milieux poreux à capter, stocker et transporter l'humidité leur permet d'interagir avec l'environnement. Employés dans la construction, ces matériaux sont capables d'échanger de l'humidité avec l'air ambiant par adsorption ou désorption. Ils peuvent ainsi modérer les variations diurnes d'humidité relative intérieure : c'est l'effet tampon hygrique. La capacité tampon hygrique (Moisture Buffer Value ou MBV) traduit le comportement dynamique du matériau qui participe au confort hygrique du bâtiment.

Bien qu'il existe des normes pour cet essai [Japanese Standards Association 2002 ; ISO 2008], elles ne sont que peu appliquées. Au contraire, le protocole standardisé proposé par le projet NORDTEST [Rode *et al.* 2005] est plus largement mis en œuvre pour évaluer cette capacité à atténuer les variations hygriques. Dans le cadre de ce projet, un programme d'essais inter-laboratoires a été réalisé sur neuf matériaux de construction conventionnels. Ces derniers sont soumis à des variations d'humidité imposées : 8 heures à une hygrométrie élevée (HR_{haute}) puis 16 heures dans des conditions d'humidité plus faible (HR_{basse}). Les changements d'ambiance se traduisent par une perte ou un gain de masse de l'échantillon (Δm). Le suivi massique des éprouvettes de matériau permet, une fois le critère de stabilisation atteint, de déterminer la valeur tampon hygrique [$\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{ HR})$] :

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \cdot (HR_{haute} - HR_{basse})}$$

où A est la surface exposée de l'éprouvette [m^2].

L'étude de Rode *et al.* [2005] a permis l'obtention de résultats initiaux et conduit à la définition d'une classification des capacités tampon hygriques allant de "négligeable" à "excellent" (Figure 1.10).

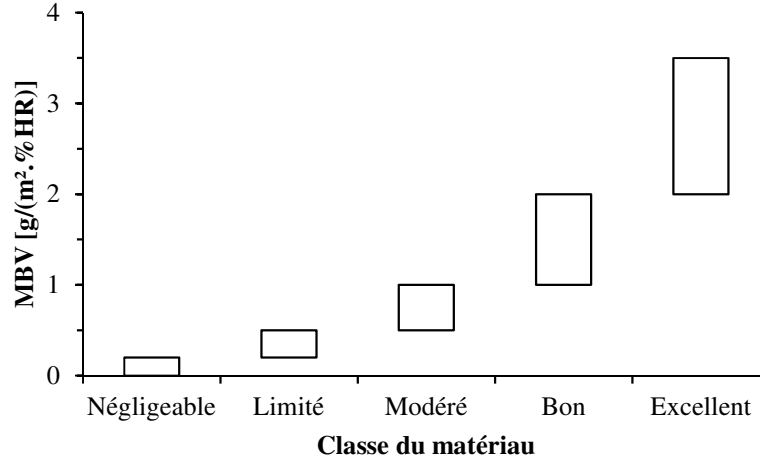


Figure 1.10. Classification du comportement d'un matériau de construction selon sa capacité tampon hygrique [Rode *et al.* 2005].

2.3. Transfert de la chaleur

La chaleur circule sous l'influence d'un gradient de température, des corps les plus chauds vers les corps les plus froids. Dans un milieu poreux humide tel que les matériaux à base de granulats lignocellulosiques, le modèle de conduction thermique seul s'est avéré insuffisant pour décrire le fonctionnement thermique [Samri 2008], mettant ainsi en évidence la nécessité de prendre en compte les transferts couplés de masse et de chaleur. Les mécanismes concernés sont complexes et interviennent simultanément ou de manière consécutive :

- transfert de chaleur par conduction dans la phase solide, la phase liquide et/ou la phase gazeuse ;
- transfert de chaleur par convection dans les pores ;
- rayonnement entre les parois des pores ;
- transfert de chaleur par évaporation-condensation de l'eau ;
- transfert de chaleur par diffusion de vapeur d'eau sous l'effet d'un gradient de pression.

2.3.1. Conduction

Le transfert par conduction existe dans tous les corps, solides ou fluides. Il est dû à la propagation de l'agitation thermique moléculaire de proche en proche et à la transmission par les porteurs de charges. Le phénomène est décrit par la loi de Fourier :

$$\overrightarrow{q_{cond}} = -\lambda \overrightarrow{gradT}$$

où q_{cond} est la densité de flux de chaleur transmise par conduction [W/m²], λ la conductivité thermique du matériau [W/(m.K)] et T la température [K].

Cette grandeur intrinsèque est la caractéristique thermique la plus déterminée pour les matériaux de construction [Nozahic 2012]. Elle dépend essentiellement des constituants, de la microstructure et de la masse volumique du matériau, la présence d'air immobile limitant ce mode de transfert [Samri 2008].

Expérimentalement, la méthode du fil chaud consiste en l'application d'un échelon de flux de chaleur constant au matériau par le biais d'une sonde à chocs placée entre deux échantillons identiques (**Figure 1.11**). Le fil résistif de la sonde produit localement un faible échauffement thermique du matériau et mesure l'élévation de température au cours du temps en régime quasi-établi. La conductivité thermique est ensuite calculée à partir de l'équation de la chaleur, pour un problème monodimensionnel et pour un milieu isotrope, homogène sans génération d'énergie interne au système, avec λ constant :

$$\frac{\lambda}{\rho c_p} \operatorname{div}(\overrightarrow{\operatorname{grad}} T) = \frac{\partial T}{\partial t} \text{ (équation de Poisson)}$$

où ρ est la masse volumique du matériau considéré [kg/m^3] et c_p la capacité thermique [$\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$].

Plusieurs modèles de prédiction de la conductivité thermique de bétons végétaux ont été établis par homogénéisation autocohérente. L'utilisation de modèles à inclusion bi et tri-composite permet d'accéder directement à une estimation des grandeurs thermiques du matériau hétérogène à partir des caractéristiques de chaque constituant [Collet 2004 ; Cérézo 2005].

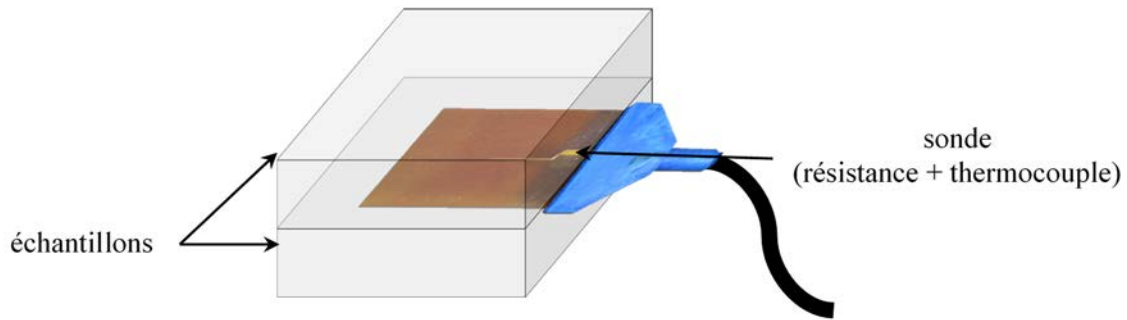


Figure 1.11. Dispositif de mesure de la conductivité thermique par la méthode du fil chaud.

2.3.2. Convection

Le transfert de chaleur par convection est induit par un transport de matière. Ce mode de transfert se produit donc au sein d'un fluide, ou entre un fluide et un corps solide, et est lié au mouvement de ce dernier. La convection peut être naturelle (phénomène spontané initié par un gradient de température) ou forcée (mouvement du fluide imposé par une source extérieure, pompe ou ventilateur). Le transfert convectif ($\sum_i w_i v_i \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} e_i$) correspond aux transferts de chaleur sensible pour chaque fluide en présence :

$$\sum_i w_i v_i \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} e_i = g_{a,advection} \cdot c_{p,a} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} T + (g_{v,advection} + g_{v,diffusion}) \cdot c_{p,v} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} T + g_{l,diffusion} \cdot c_{p,l} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} T$$

où $g_{a,advection}$ et $g_{v,advection}$ sont les densités de flux d'air et de vapeur transportés par advection [$\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$], $g_{v,diffusion}$ et $g_{l,diffusion}$ sont les densités de flux de vapeur et d'eau liquide transportés par diffusion [$\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$], $c_{p,a}$, $c_{p,v}$ et $c_{p,l}$ sont les capacités thermiques de l'air, de la vapeur et de l'eau liquide [$\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$].

2.3.3. Rayonnement

Les transferts par rayonnement thermique trouvent quant à eux leur origine dans l'émission de rayonnement électromagnétique par un corps chaud. Le transfert radiatif s'opère entre deux corps, sans aucun contact entre eux, par déplacement d'ondes dans l'espace. Il ne nécessite pas de support matériel et peut donc se produire dans le vide. Dans un milieu poreux, le transfert radiatif s'opère entre les parois des pores. Dans le cas des bétons végétaux, le transfert radiatif est la plupart du temps négligé.

2.3.4. Changement d'état

Le changement d'état d'un corps pur est caractérisé par la transformation, à température constante, d'une phase liquide en une phase solide ou inversement. Cette réaction réversible s'accompagne d'une consommation (fusion) ou d'une restitution (solidification) d'énergie : la chaleur latente de changement de phase. Suivant le sens du changement d'état (fusion ou solidification), l'énergie est fournie ou extraite par une source externe. Le terme source S dépend du flux de vapeur totale :

$$S = L_v \operatorname{div} \vec{g}_v$$

avec L_v , la chaleur latente de vaporisation [J/kg].

3. Bétons végétaux

3.1. Formulation et mise en œuvre

Valorisé pour la première fois comme granulat pour la réalisation de bétons dans les années 1990, le chanvre est l'agroressource de référence pour la formulation d'agrobéton. La filière chanvre s'est depuis structurée et développée sous l'impulsion de l'association *Construire en Chanvre*, fondée par des professionnels persuadés de l'avenir de ce matériau dans le secteur de la construction et à l'origine de la rédaction de règles professionnelles.

L'existence, en France, de ces *Règles professionnelles d'exécution d'ouvrage en béton de chanvre* [Construire en chanvre 2007] décrivant la mise en œuvre des matériaux et produits à base de chanvre dans les constructions, permet un meilleur contrôle des performances des bétons de chanvre et favorise leur assurabilité. De ce fait, c'est avec ce matériau que sont effectuées la plupart des réalisations depuis une quinzaine d'années.

Précurseur dans le domaine, le chanvre ne constitue toutefois pas l'agroressource la plus largement disponible sur le territoire français [Laborel-Préneron *et al.* 2017a]. La diversification de la biomasse exploitée comme granulat est, de ce fait, une thématique de recherche émergente.

La grande variabilité des formulations (nature des matières premières et dosages) permet aux agrobétons d'être utilisés pour réaliser différentes parois dans un bâtiment (mur, toiture, dalle) ou d'être employés comme mortier en enduit. Les performances hygrothermiques et mécaniques visées diffèrent donc logiquement selon les applications.

Dans le respect des règles professionnelles, plusieurs formulations de béton de chanvre sont définies en fonction de son utilisation (**Tableau 1.5**). La formulation mur est plus fortement dosée en liant que le béton employé comme matériau d'isolation en toiture. Elle présente une plus forte masse volumique apparente et une plus faible valeur de conductivité thermique.

Application	Ratio massique granulat/liant	Ratio massique eau/liant	Ratio massique liant/sable
enduit	0,27	2,05	-
mur	0,59	1,59	-
sol	0,47	1,82	-
toit	1,18	2,05	3,03

Tableau 1.5. Exemples de dosages de bétons de chanvre selon l'application visée (extraits de [Seng 2018] se référant aux règles professionnelles d'exécution d'ouvrage en béton de chanvre [Construire en chanvre 2007]).

Les bétons végétaux peuvent être coffrés, projetés ou mis en œuvre sous forme d'éléments préfabriqués (**Figure 1.12**). Selon la technique employée, le béton doit satisfaire à un certain niveau de plasticité à l'état frais et répondre à des contraintes de temps de prise. Un compactage peut également lui être appliqué. Le dosage en eau et la présence d'adjuvants sont alors ajustés pour garantir une rhéologie du produit frais conforme aux modes de mise en œuvre et de malaxage retenus.



Figure 1.12. Fabrication et mise en œuvre de béton de chanvre : (a.) préfabrication de blocs à l'aide d'un malaxeur et d'une presse à blocs, (b.) mélange sec réalisé au malaxeur puis appliqué par projection (ajout d'eau dans la lance) [Collet *et al.* 2013].

Les agrobétons sont donc produits à partir d'un mélange de liant minéral, de granulats végétaux et d'eau introduits dans des proportions optimales au regard de la technique de mise en œuvre, des performances attendues et selon les propriétés intrinsèques des matières premières.

3.2. Caractéristiques des agroressources

De par la structure de la tige de la plante dont ils sont issus, les granulats végétaux sont très poreux et ont donc une faible masse volumique apparente. Contrairement aux granulats minéraux, ils sont déformables et ne jouent pas le rôle de squelette rigide dans les bétons. Ils ont une forte affinité avec l'eau, sous forme liquide et vapeur, ce qui leur confère une capacité d'absorption et d'adsorption en eau importante. Enfin, les particules végétales peuvent, dans certains cas, perturber les réactions d'hydratation des liants. Il convient donc de les caractériser afin de maîtriser la qualité des composites qu'ils constituent.

3.2.1. Structure poreuse

Du fait de la présence de nombreux capillaires permettant de subvenir aux besoins physiologiques de la plante, les particules végétales présentent une forte porosité intrinsèque. Cette porosité intra-particulaire peut être influencée par de multiples facteurs : variété cultivée, conditions de culture, densité du semis, niveau de maturation de la plante, transformation (influençant le niveau d'écrasement particulaire), etc. [Nozahic 2012].

Les observations réalisées au Microscope Électronique à Balayage (MEB), par microscopie confocale ou par photomicrographie ont permis de mettre en évidence la structure poreuse des granulats végétaux (**Figure 1.13**).

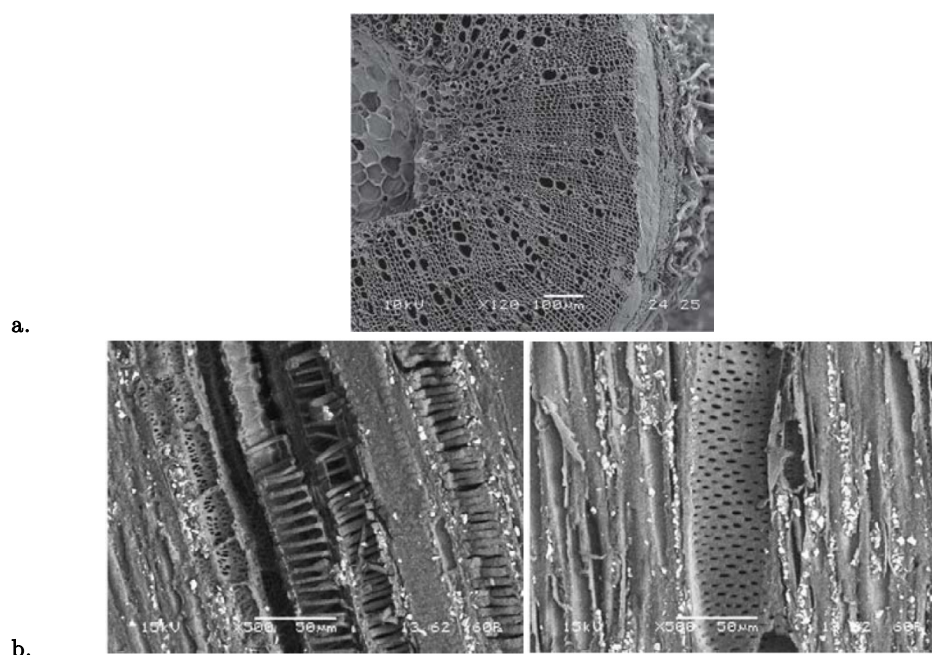


Figure 1.13. Observations au MEB de particules de chanvre ; (a.) coupe transversale (x75) [Jiang *et al.* 2018] ; (b.) section longitudinale (x500) [Magniont *et al.* 2011].

Les agroressources sont constituées de capillaires permettant à la sève de circuler des racines aux parties aériennes de la plante. Ces vaisseaux ont un diamètre de quelques dizaines de microns (**Tableau 1.6**).

Référence	Agroressource	Diamètres des vaisseaux [μm]
[Bouasker <i>et al.</i> 2014]	paille d'orge	7-20
	paille de blé	
[Brouard 2018]	écorce de tournesol	10
	moelle de tournesol	>100
	paille de colza	>100
[Cérézo 2005]	chènevotte	10-40
[Chabannes 2016]	chènevotte	0,2-0,6 ; 10-30
	balle de riz	50-300
[Chamoin 2013]	chènevotte	10-50
[Jiang <i>et al.</i> 2018]	chènevotte	50-80
[Laborel-Préneron <i>et al.</i> 2017a]	paille d'orge	2-100
	rafle de maïs	20-80
	chènevotte	5-40
[Lawrence <i>et al.</i> 2012]	chènevotte	10-50
[Magniont <i>et al.</i> 2012]	chènevotte	2-60
	moelle de tournesol	> 100
[Nozahic 2012]	chènevotte	10-50
	tige de tournesol	5-50
[Pennec <i>et al.</i> 2013]	moelle de tournesol	80
[Rahim <i>et al.</i> 2015]	anas de lin	15
[Rahim <i>et al.</i> 2015, 2016b]	chènevotte	10-40
[Rahim <i>et al.</i> 2016b]	paille de colza	10-30

Tableau 1.6. Diamètres des principaux capillaires présents dans les granulats végétaux.

Les pores sont séparés par des parois cellulaires dont l'épaisseur varie selon la matière végétale considérée : de 0,5 à 4 μm pour la chènevotte, de l'ordre de 2 μm pour la paille d'orge et allant jusqu'à 45 μm dans le cas de la rafle de maïs [Nozahic *et al.* 2012 ; Laborel-Préneron *et al.* 2017a ; Jiang *et al.* 2018]. L'exploration de la structure poreuse de particules de chanvre et d'écorce de tournesol a montré que certains de ces capillaires étaient connectés entre eux par des orifices dans la paroi, des ponctuations inférieures à 1 μm de diamètre selon Chabannes [2016], Jiang *et al.* [2018], Lawrence *et al.* [2012] et Magniont *et al.* [2012] et de l'ordre de 2-5 μm d'après Nozahic [2012].

Les tailles et géométries des vaisseaux varient également fortement en fonction de la partie de la plante considérée [Jiang *et al.* 2018]. Les pores des particules d'écorce sont tubulaires, les cellules étant orientées longitudinalement ; la structure est donc anisotrope [Cérézo 2005 ; Nozahic 2012 ; Magniont *et al.* 2012 ; Dubois *et al.* 2014 ; Laborel-Préneron *et al.* 2017a]. Au

contraire, les moelles présentent une structure poreuse alvéolaire, avec des diamètres supérieurs à 100 μm [Magniont *et al.* 2012 ; Pennec *et al.* 2013 ; Brouard 2018].

3.2.2. Masse volumique

L'arrangement imparfait des granulats végétaux, naturellement poreux, est à l'origine d'une porosité intergranulaire. Selon la géométrie, les dimensions des particules et le tassement, la quantité de vides entre les agroressources est plus ou moins importante. La porosité totale de l'assemblage granulaire en vrac s'élève à plus de 80 % [Nguyen 2010 ; Nozahic 2012 ; Pennec *et al.* 2013 ; Glé 2014].

Les particules végétales, dont la porosité est à la fois intra et inter-particulaire, sont légères comparativement aux granulats minéraux (**Tableau 1.7**). Ainsi, les particules végétales intégrées à une matrice minérale permettent d'abaisser la masse volumique des matériaux de construction.

Référence	Agroressource	Porosité totale [%]	Porosité inter-granulaire [%]	Porosité intra-granulaire [%]	Masse volumique apparente d'une particule [kg/m³]	Masse volumique en vrac [kg/m³]	Masse volumique de solide [kg/m³]
[Bouasker <i>et al.</i> 2014]	paille d'orge	96-97	-	-	-	25-33	865-871
	paille de blé	94	-	-	-	47	870
[Bourdot <i>et al.</i> 2017]	chènevotte	-	-	89,3-91,3	-	110-135	1266-1271
[Brouard 2018]	écorce de tournesol	88,53	-	-	-	129,3 ± 1,4	-
	moelle de tournesol	98,87	-	-	-	15,9 ± 0,3	-
	paille de colza	94,06	-	-	-	64,9 ± 0,9	-
[Cérézo 2005]	chènevotte	-	59,4	78,4	320	130	-
[Chabannes <i>et al.</i> 2015]	chènevotte			-	-	103 ± 3,5	-
	tournesol			-	-	92,5 ± 2,3	-
[Chabannes 2015]	balle de riz	-	-	34,3 (ouverte)	453	103,2 ± 5,4	780
	chènevotte	-	-	82,5 (ouverte)	256	103,5 ± 4	1465
[Chabriac <i>et al.</i> 2016]	chènevotte	-	66,2	61,5	394	133	1020
	écorce de tournesol	-	62,5	53,3	448	168	960
	moelle de tournesol	-	76,3	95,8	144	34	3400
	anas de lin	-	82,6	45,3	663	115	1120
	paille d'orge	-	78,1	54,3	526	115	1150
[Chamoin 2013]	chènevotte	90,6-92,5	-	-	250	100-130	1335-1390
[Glé 2014]	chènevotte (tassée)	80-95	-	-	-	80-110	803-1260
	chènevotte (non tassée)		-	-	-	120-160	803-1260
[Jiang <i>et al.</i> 2018]	chènevotte	-	-	76,67 ± 2,03 (ouverte) 0,46 ± 0,18 (fermée)	-	-	947-1454
[Lenormand <i>et al.</i> 2014]	chènevotte	-	-	-	106 ± 7	-	-
	anas de lin	-	-	-	113 ± 3	-	-
	écorce tournesol	-	-	-	135 ± 3	-	-
	paille de colza	-	-	-	78 ± 1	-	-
[Magniont 2010]	chènevotte (tassée)	-	49	-	320	164.5	-
	chènevotte (non tassée)	-	58	-	-	134.8	-
	moelle de tournesol	-	43	-	20	20	-
[Nguyen <i>et al.</i> 2009]	chènevotte pure	92,98	59,90	82,50	256.41	102.83	1465
	chènevotte fibrée	96,18	78,60	82,17	256.41	54.86	1438
[Nozahic 2012]	chènevotte	83 ± 2,7	-	-	256 ± 40	114,2 ± 2,3	1540
	tournesol	87,6	-	-	191	97,2 ± 1,0	1540
	écorce de tournesol	80,3 ± 2,6	-	-	296 ± 38	-	-
	moelle de tournesol	98,7 ± 0,3	-	-	20,1 ± 4,8	-	-
[Pennec <i>et al.</i> 2013]	moelle de tournesol	97	-	-	-	-	-
[Rahim <i>et al.</i> 2015]	lin	-	-	90,1 ± 0,5	-	90 ± 5	1270 ± 55
[Rahim <i>et al.</i> 2015, 2016b]	chènevotte	-	-	89,0 ± 0,5	-	125 ± 9	1259 ± 21
[Rahim <i>et al.</i> 2016b]	paille d'orge	-	-	92,9 ± 0,7	-	125 ± 5	1140 ± 32
[Viel <i>et al.</i> 2018]	chènevotte	92,87 ± 0,75	-	-	-	-	-
	anas de lin	92,06 ± 1,40	-	-	-	-	-
	paille de colza	94,33 ± 0,50	-	-	-	-	-
	paille de blé	97,20 ± 0,90	-	-	-	-	-
	rafle de maïs	72,05	-	-	-	-	-

Tableau 1.7. Porosités (totale, inter et intra-granulaires) et masses volumiques (apparentes et réelles) de granulats végétaux.

3.2.3. Conductivité thermique

La forte porosité des matériaux impacte grandement leur capacité à conduire la chaleur. Une fois la matière sèche, les vaisseaux des particules végétales enferment de l'air. La structure et l'air enfermé forment un matériau léger et lui confèrent des propriétés d'isolation thermique (**Tableau 1.8**). Les granulats les plus poreux emprisonnent la plus grande quantité d'air et sont ainsi plus isolants.

Référence	Agroressource	Masse volumique apparente [kg/m ³]	Conductivité thermique [W/(m.K)]
[Bourdot <i>et al.</i> 2017]	chènevotte	110-135	0,048
[Brouard 2018]	écorce de tournesol	129,3 ± 1,4	0,053 ± 0,002
	moelle de tournesol	15,9 ± 0,3	0,036 ± 0,001
	paille de colza	64,9 ± 0,9	0,043 ± 0,001
[Cérézo 2005]	chènevotte	110-155	0,048-0,058
[Chabannes <i>et al.</i> 2015]	chènevotte	103 ± 3,5	0,055 ± 0,001
	tournesol	92,5 ± 2,3	0,050 ± 0,002
[Dinh 2014]	chènevotte	112,0 ± 0,2	0,058 ± 0,0004
[Laborel-Préneron <i>et al.</i> 2017a]	chènevotte	153 ± 2	0,051 ± 0,002
	paille d'orge	57 ± 1	0,044 ± 0,001
	rafle de maïs	497 ± 14	0,096 ± 0,001
[Lenormand <i>et al.</i> 2014]	chènevotte	106 ± 7	0,064 ± 0,008
	anas de lin	113 ± 3	0,068 ± 0,006
	écorce tournesol	135 ± 3	0,070 ± 0,003
	paille de colza	78 ± 1	0,067 ± 0,004
[Magniont <i>et al.</i> 2012]	chènevotte	134,8	0,055
	moelle de tournesol	20	0,051
[Yarbrough <i>et al.</i> 2005]	balle de riz	139-168	0,046-0,057

Tableau 1.8. Conductivité thermique de granulats végétaux.

Globalement, les conductivités thermiques des granulats en vrac sont de l'ordre de 0,04-0,07 W/(m.K). Les valeurs diffèrent selon la nature et la morphologie de l'agroressource considérée qui définissent les porosités inter et intraparticulaires. Les conditions d'essai (méthode, température et humidité) influencent la valeur mesurée de manière non négligeable.

3.2.4. Comportement vis-à-vis de l'eau

Les particules végétales ont une sensibilité à l'eau marquée en raison de leur important réseau de pores connectés. Les isothermes d'adsorption rendent compte de leur comportement vis-à-vis de la vapeur d'eau présente dans l'air en quantité variable selon l'hygrométrie ambiante (Figure 1.14).

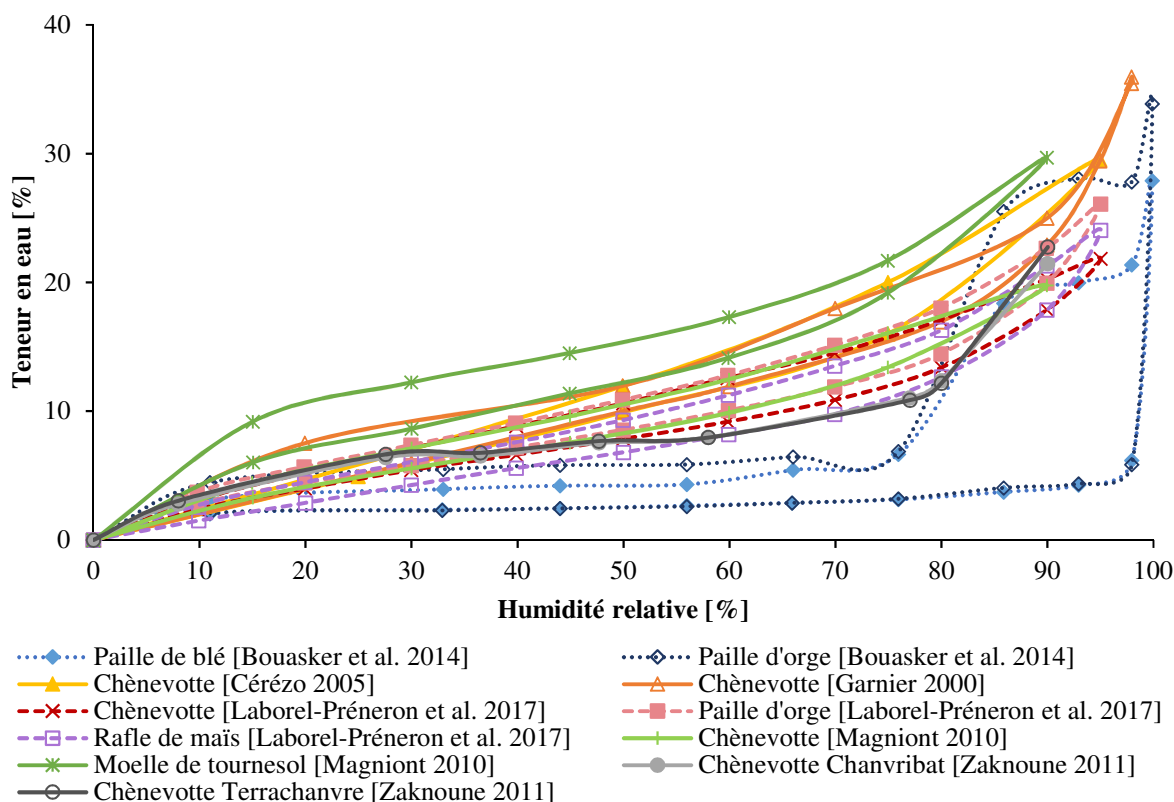


Figure 1.14. Isothermes de sorption de granulats végétaux.
[Cérézo 2005 ; Samri 2008 ; Magniont 2010 ; Zaknoune 2011 ; Bouasker *et al.* 2014 ; Laborel-Préneron *et al.* 2017a]

Les isothermes de sorption mettent en évidence la forte capacité de captage et de stockage de l'humidité des matières végétales. Les courbes d'adsorption ont une allure similaire : elles correspondent à une sigmoïde de type II selon la classification IUPAC, comportement caractéristique des matériaux cellulosiques et lignocellulosiques [Palumbo 2015].

Pour des humidités relatives courantes dans le bâtiment, les particules végétales ont une teneur en eau massique élevée : aux alentours de 50 % HR, la plupart des agroressources ont capté entre 8 et 12 % de leur masse sèche (ce n'est pas le cas des pailles de Bouasker *et al.* [2014] qui se situent aux alentours de 2,5-4,5 %). Ces valeurs relativement importantes sont à prendre en compte dans l'interprétation des résultats de conductivité thermique, l'eau étant un excellent conducteur de chaleur.

Aux plus hautes hygrométries, les matériaux adsorbent une plus grande quantité d'humidité pour dépasser 20 % à 90 % HR. Ce phénomène est expliqué par la condensation capillaire et renseigne sur la porosité des granulats.

En désorption, le comportement hygrique des agroressources diffère de la phase de sorption : les matériaux présentent une hystérésis. Cette hystérésis, particulièrement marquée pour les pailles de blé et d'orge de Bouasker *et al.* [2014], est couramment expliquée par l'effet bouteille d'encre (vidange incomplète des pores en forme de bouteille d'encre) et une différence de mouillabilité en adsorption et en désorption [Collet 2004].

La sensibilité des particules à l'eau liquide est évaluée par mesure de leur capacité d'absorption. Après 48 heures d'immersion dans l'eau, les agroressources ont absorbé une masse d'eau 1,4 à 6,8 fois supérieure à leur masse sèche (**Figure 1.15**).

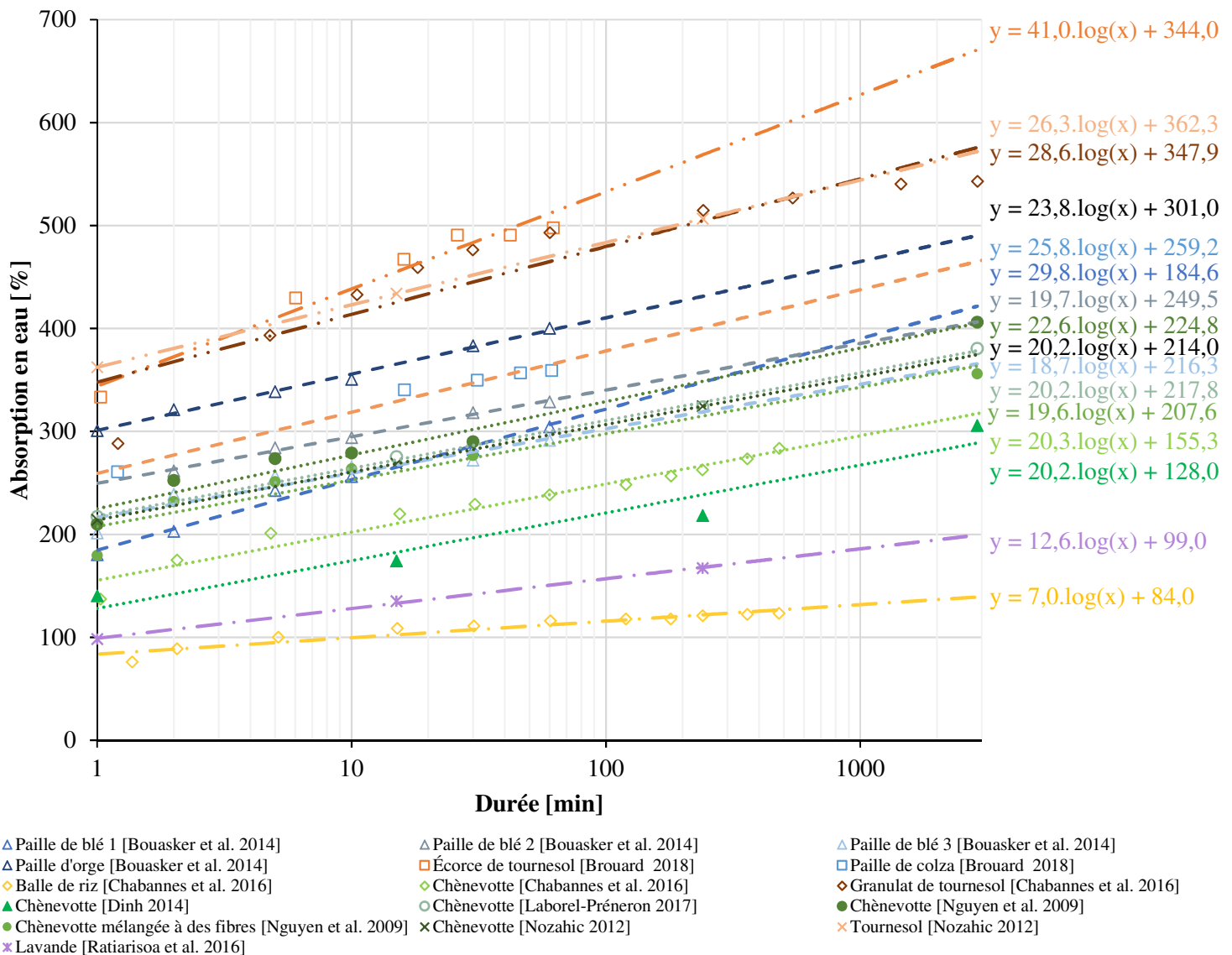


Figure 1.15. Capacités d'absorption de granulats végétaux en eau.

[Nguyen *et al.* 2009 ; Nozahic 2012 ; Dinh 2014 ; Bouasker *et al.* 2014 ; Chabannes *et al.* 2014, 2015 ; Ratiarisoa *et al.* 2016 ; Laborel-Préneron 2017 ; Brouard 2018]

La capacité de rétention d'eau dépend de la structure du réseau poreux et, par conséquent, de la nature de l'agroressource. Par ailleurs, la taille des particules affecte l'absorption initiale des agroressources par modification de leur surface spécifique [Ben Rhouma 2017]. La cinétique d'absorption des particules végétales est modélisée par Nozahic [2012]. L'auteur a mis en évidence une dépendance en logarithme du temps du phénomène d'absorption des particules.

$$W(t) = C_A \cdot \log(t) + W_0$$

où W_0 est la capacité d'absorption initiale à la surface de l'agroressource [%] et C_A est le coefficient d'absorption en eau [%/min]. Ce modèle met en évidence une capacité d'absorption

initiale des agroressources variable selon leur nature. Les chènevottes ont un coefficient d'absorption semblable (20 %/min), supérieur à celui de la lavande (proche de 13 %/min) et de la balle de riz (7 %/min), légèrement inférieur à celui des pailles (jusqu'à 30 %/min) mais nettement en-deçà de celui des granulats de tournesol de Nozahic [2012] (environ 60 %/min).

Cette propriété hydrophile des granulats végétaux conditionne l'utilisation de liants hydrauliques. Le fort potentiel d'absorption engendre un surdosage en eau de gâchage pour la réalisation d'agrobétons et induit par conséquence un temps de séchage important difficilement compatible avec les cadences de construction actuelles.

Par ailleurs, lorsque l'agroressource est immergée dans l'eau, les molécules faiblement liées à ses parois se dissolvent. Lors de la fabrication du béton, ces composés extractibles se mélangent à l'eau de gâchage nécessaire notamment à l'hydratation du liant minéral, ce qui peut affecter sa prise et son durcissement. Ces hydrosolubles dépendent de la nature des végétaux et réagissent comme des retardateurs de prise, d'où leurs impacts néfastes sur les performances (mécaniques notamment) du béton de chanvre [Diquélou *et al.* 2015, 2016 ; Ratiarisoa *et al.* 2016 ; Bourdot *et al.* 2018]. Une attention particulière doit donc être portée aux interactions chimiques potentielles entre les granulats et la matrice minérale.

3.3. Caractéristiques des matrices liantes

Dans les bétons végétaux, les liants permettent la transformation d'un mélange granulaire sans cohésion en un corps solide. Ils augmentent la rigidité et donc la résistance mécanique du composite.

Un liant doit répondre à trois exigences principales [Nguyen 2010] :

- permettre un malaxage aisé par un enrobage parfait des différents constituants ;
- assurer un comportement à l'état frais permettant une mise en œuvre correcte dans la structure ;
- garantir, après séchage, les performances mécaniques essentielles du matériau.

Le choix du liant prend également en compte les propriétés recherchées du produit fini et peut intégrer des considérations économiques et environnementales [Dinh 2014].

Les liants à base de chaux notamment, sont largement employés pour la confection de bétons végétaux. La chaux aérienne s'emploie seule ou en association à de la chaux hydraulique et des pouzzolanes (dans des proportions moindres), les additions pouzzolaniques favorisant notamment un durcissement de la pâte à cœur plus rapide [Nguyen 2010].

3.3.1. Production des liants

Chaux

La chaux est un produit naturel obtenu par calcination et décarbonatation de roches calcaires. Selon la nature du calcaire utilisé, la cuisson permet la fabrication de plusieurs types de chaux :

- la chaux aérienne, provenant de calcaire pur (plus de 95 % de CaCO_3) ;
- la chaux magnésienne, provenant d'un mélange de calcaire et de carbonate de magnésium ;
- la chaux hydraulique, provenant d'un calcaire argileux (4 à 16 % Al_2O_3 , 1 à 8 % de Fe_2O_3).

La calcination du carbonate de calcium (CaCO_3), constituant principal du calcaire, à des températures supérieures à $900\text{ }^\circ\text{C}$ permet de former la chaux vive (CaO) et émet du gaz carbonique.



L'oxyde de calcium (CaO) (ou chaux vive) réagit avec l'eau par le processus d'extinction pour former de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)_2), aussi appelé chaux éteinte. Cette réaction est exothermique et peut atteindre $60\text{-}70\text{ }^\circ\text{C}$.



La prise de la chaux aérienne s'effectue par carbonatation, c'est-à-dire par absorption du dioxyde de carbone de l'air ambiant. L'hydroxyde de calcium fixe le CO_2 contenu dans l'acide carbonique formé par la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone de l'air. La réaction de carbonatation nécessite donc la présence d'eau et peut prendre plusieurs années. Après un an de cure à $20 \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ et $60 \pm 10\text{ \% HR}$, les analyses par diffraction aux rayons X et thermogravimétrie réalisées sur des mortiers de chaux aérienne par Lanas et Alvarez-Galindo [2003] ont mis en évidence la présence d'une certaine quantité de portlandite non carbonatée, attestant d'une carbonatation incomplète.



Les chaux se distinguent, au-delà de la nature du calcaire utilisé, par leur mode de réaction en présence d'eau. Les chaux aériennes durcissent lentement à l'air par carbonatation. Les chaux hydrauliques renferment, outre le Ca(OH)_2 , des composés anhydres de type silicates et aluminates de calcium, comme pour les ciments Portland. Ces liants suivent une réaction hydraulique rapide et, dans un second temps, une réaction de carbonatation plus lente au contact de l'air.

La chaux présente de nombreuses qualités. Les mortiers à base de chaux sont souples et maniables, perméables à l'air et imperméables à l'eau liquide, bon isolant thermique et phonique, ils favorisent les échanges hydriques, ont un excellent comportement au feu et adhèrent facilement à différents supports [Collet 2004]. Toutefois, les chaux (aériennes notamment) ont un temps de prise très long et leurs résistances mécaniques sont faibles [Amziane et Arnaud 2013]. La résistance en compression de mortiers de chaux aérienne après 1 mois excède ainsi rarement 1 MPa mais peut atteindre jusqu'à 5 MPa après 1 an de cure à $20 \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ et $60 \pm 10\text{ \% HR}$ [Lanas et Alvarez-Galindo 2003]. Comparativement aux chaux aériennes, les chaux hydrauliques ont une meilleure résistance mécanique à court terme.

D'un point de vue environnemental, l'extraction et le concassage de la roche mère sont sources de poussières et de bruit. La production de chaux hydraulique naturelle induit, tout comme celle du ciment, une émission de CO_2 importante liée, d'une part, à la consommation de combustibles fossiles pour la calcination du cru et, d'autre part, à la réaction de décarbonatation des matières

premières. La plus faible température de calcination de la chaux hydraulique par rapport à celle du ciment (1 450 °C) permet une réduction des émissions liées au procédé de chauffage tandis que les émissions de CO₂ dues à la réaction de décarbonatation de la chaux sont supérieures ou égales.

Contrairement à la chaux aérienne pour laquelle, théoriquement, tout le dioxyde de carbone émis lors de la décarbonatation est consommé de nouveau pour la prise et le durcissement du liant, la chaux hydraulique ne se carbonate pas.

Pouzzolanes

Les pouzzolanes sont des matériaux silicieux ou silicoalumineux. Par elles-mêmes, elles ne possèdent aucune valeur liante mais, sous forme de poudre et en présence d'eau, la silice et l'alumine des pouzzolanes réagissent avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂ ou C-H selon la notation utilisée en chimie de ciments) contenu dans la chaux. Cette réaction, dite pouzzolanique, conduit à la précipitation d'une grande variété de silicates de calcium hydratés (C-S-H), d'aluminates de calcium hydratés (C-A-H) et de silico-aluminates de calcium hydratés (C-A-S-H). Les appellations C-S-H, C-A-H et C-A-S-H font référence à des familles de phases solides qui constituent le liant dont les compositions chimiques dépendent de la stoechiométrie entre le calcium, le silicium, l'aluminium et l'eau.

Les pouzzolanes peuvent être naturelles (pouzzolanes volcaniques, sédimentaires ou d'altération [Pichon 1994]) ou artificielles (cendres volantes de centrale thermique, fumées de silice, métakaolin, etc.).

Le processus de fabrication des pouzzolanes artificielles ou d'activation thermique des pouzzolanes naturelles est émetteur de dioxyde de carbone mais reste moins impactant que la production de ciment ou de chaux. Le métakaolin est obtenu par broyage et calcination de kaolin à des températures comprises entre 650 °C et 800 °C. Ce composé est constitué principalement de particules d'alumine (Al₂O₃) et de silice amorphes (SiO₂) avec un rapport massique moyen SiO₂/Al₂O₃ de 1,2. La calcination entraîne la déshydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale de la kaolinite. Le mécanisme chimique de conversion du kaolin en métakaolin engendre uniquement l'émission de vapeur d'eau. Le CO₂ émis provient donc exclusivement de la combustion du gaz nécessaire à la calcination, inférieure aux besoins énergétiques de la production du ciment Portland ou de la chaux. En tant que sous-produits industriels, les cendres volantes et les laitiers de haut fourneau ont un impact environnemental considéré comme très faible, voire nul. Ainsi, seuls le transport vers le lieu d'utilisation et, le cas échéant, le broyage sont à prendre en compte.

La réaction pouzzolanique dans les liants de chaux permet une augmentation importante des résistances mécaniques de la matrice sans trop affecter ses propriétés thermiques ou sa perméabilité à la vapeur d'eau [Amziane et Arnaud 2013].

3.3.2. Propriétés physiques

Les observations réalisées au MEB ont permis d'apprécier l'hétérogénéité de la porosité des liants. Les matrices étudiées présentent deux familles de pores : les pores des cristaux issus des réactions d'hydratation ou de carbonatation des liants et les vides entre ces cristaux, les capillaires [Sahu *et al.* 2004 ; Arandigoyen *et al.* 2005 ; Nguyen 2010]. Ces derniers sont le résultat de l'évaporation d'eau résiduelle.

Des travaux comparatifs menés sur des pâtes de liant (obtenues uniquement par hydratation des liants) ou des mortiers et enduits (incorporant du sable en plus de l'eau et du liant) ont permis de mettre en évidence les différentes structures poreuses des liants minéraux (Tableau 1.9).

Référence	Matériau	Porosité ouverte [%]
[Arandigoyen <i>et al.</i> 2005]	pâte de chaux aérienne (E/C=0,8)	51,8-53,7
	pâte de chaux aérienne (E/C=1,3)	62,6-66,0
[Arandigoyen <i>et al.</i> 2006]	pâte de chaux aérienne non carbonatée	63,9-69,4
	pâte de chaux aérienne carbonatée	49,9-58,8
	pâte 80 % de chaux - 20 % ciment non carbonatée	53,5-60,3
	pâte 80 % de chaux - 20 % ciment carbonatée	40,6-51,4
	pâte 50 % chaux - 50 % ciment non carbonatée	46,4-55,2
	pâte 50 % chaux - 50 % ciment carbonatée	31,9-42,6
[Arandigoyen et Alvarez 2006]	pâte de chaux aérienne pure	50-65
	pâte de ciment pure	22-30
[Baroghel-Bouny 1994]	pâte de ciment (E/L=0,5)	25-30
[Černý <i>et al.</i> 2006]	enduit chaux hydraulique	34,2
	enduit chaux-pouzzolane (métakaolin)	45,3
	enduit chaux-pouzzolane (brique broyée)	33,5
	enduit chaux-pouzzolane (verre émaillé broyé)	32,0
[Lanas et Alvarez-Galindo 2003]	mortiers de chaux aérienne	16,51-30,63
[Magniont 2010]	mélange chaux-pouzzolane	49,7
	mélange chaux-pouzzolane adjuvanté	49,8
	chaux hydraulique	50,6
	liant commercial (T70)	53,0
[Maravelaki-Kalaitzaki <i>et al.</i> 2005]	mortier de réparation	26,23
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012a]	mortier de chaux	34,6
	mortiers chaux-métakaolin	35,7
	mortiers chaux-pouzzolane	33,3-35,5
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012b]	mortier de chaux	34,5
	mortiers chaux-métakaolin	33,2
	mortiers chaux-pouzzolane	29,8-31,8

Tableau 1.9. Valeurs de porosité ouverte de mortiers et pâtes de liant.

Les résultats soulignent ainsi la faible porosité du ciment comparée à d'autres matrices minérales. Il ressort également que les chaux aériennes ont une porosité ouverte élevée et que celle des chaux hydrauliques est intermédiaire entre celles des chaux aériennes et des ciments Portland [Amziane et Arnaud 2013]. Selon Chabannes [2015], les écarts de porosité entre chaux aérienne et chaux hydraulique sont dus à la quantité de capillaires fortement interconnectées : le diamètre moyen des pores est bien plus faible pour les mortiers de chaux hydraulique. De plus, le mélange de chaux avec de la pouzzolane permet d'abaisser les valeurs de porosité ouverte lorsque les particules de pouzzolane sont suffisamment fines. Les formulations employant du métakaolin (dont les particules sont plus grossières) ont une porosité comparable à celle des mortiers de chaux [Vejmelková *et al.* 2012a].

En termes de répartitions porales, les distributions des pâtes et mortiers de chaux et liants pouzzolaniques ont des allures comparables (**Figure 1.16**). Quelle que soit la matrice étudiée, les pores ont des diamètres généralement compris entre 0,1 μm et 1 μm [Maravelaki-Kalaitzaki *et al.* 2005 ; Arandigoyen et Alvarez 2006] et présentent un pic principal aux alentours de 0,5-1 μm [Maravelaki-Kalaitzaki *et al.* 2005 ; Vejmeková *et al.* 2012b]. Les pores les plus petits ($\sim 0,1 \mu\text{m}$) correspondent aux hydrates tandis que ceux de plus grandes dimensions ($\sim 1 \mu\text{m}$) sont relatifs aux capillaires. Les pâtes ont une gamme de pores étroite, à l'exception de quelques bulles d'air créées au moment de la préparation qui tendent à augmenter la part de gros pores [Lanas et Alvarez-Galindo 2003 ; Arandigoyen *et al.* 2005].

Les pâtes de ciment durcies présentent, quant à elles, une porosité très resserrée en un pic entre 0,01 et 0,02 μm correspondant également aux hydrates. Les distributions poreuses, obtenues par Baroghel-Bouny [1994] et réalisées sur des pâtes de ciment durcies par porosimétrie à mercure, ne présentent pratiquement pas de porosité pour des tailles de pores supérieures.

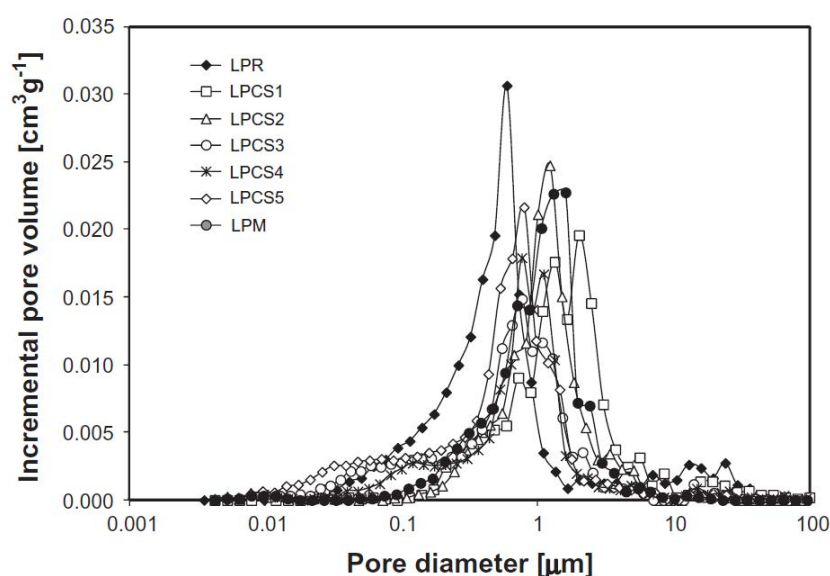


Figure 1.16. Distributions des pores de mortiers de chaux avec additions pouzzolaniques selon leur diamètre [Vejmelková *et al.* 2012b].

Les distributions porales dépendent fortement de la composition des pâtes et mortiers. La nature du liant, d'abord, intervient dans la définition de la structure poreuse de la matrice. La substitution d'une partie du ciment par du métakaolin permet de réduire la taille des pores de la pâte : la réaction pouzzolanique consomme le $\text{Ca}(\text{OH})_2$, qui constitue la phase la moins dense de la pâte de ciment, pour former des hydrates plus denses et plus stables [Khatib et Wild 1996]. En considérant une pâte de chaux, la substitution par du ciment participe à la création d'une structure poreuse plus complexe d'hydrates. La microstructure modifiée présente alors de nouveaux pores de diamètres inférieurs à $0,05\ \mu\text{m}$. La quantité de pores compris entre $0,3$ et $0,8\ \mu\text{m}$, caractéristiques de la chaux, est par ailleurs réduite [Arandigoyen et Alvarez 2006].

La masse d'eau introduite par rapport à la masse de liant employée est un paramètre majeur dans la définition de la porosité. En effet, le rapport Eau/Liant gouverne l'espacement initial des grains de liant. Pour des rapports E/L élevés, l'eau est en excès par rapport au liant : les grains sont initialement plus éloignés. Une grande partie de cette eau ne servira pas à l'hydratation du liant. Lors du séchage, cette quantité excédentaire s'évapore, formant ainsi des capillaires plus gros [Sahu *et al.* 2004]. Ces pores capillaires sont fortement connectés. Leur diamètre moyen ainsi que la porosité totale croissent proportionnellement avec la quantité d'eau, introduite en excès [Lanas et Alvarez-Galindo 2003 ; Arandigoyen *et al.* 2005]. Les distributions porales sont alors translatées vers les pores de plus grandes dimensions tout en conservant la même allure (Figure 1.17).

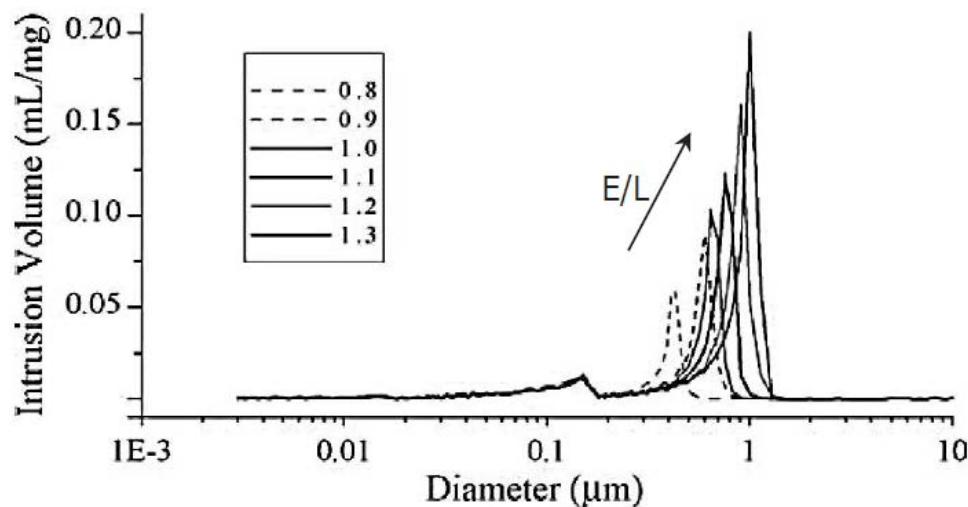


Figure 1.17. Distribution porale de pâtes de chaux aériennes avec substitution cimentaire en fonction du rapport E/L [Arandigoyen *et al.* 2006].

Enfin, le durcissement par carbonatation est également susceptible d'altérer la porosité des chaux. Pour toutes les pâtes de chaux aérienne avec substitution cimentaire caractérisées par Arandigoyen *et al.* [2006], l'effet de la carbonatation est évident : la porosité totale diminue d'environ 10 % et les pores de plus petite dimension disparaissent.

3.3.3. Propriétés hygrothermiques

Conductivité thermique

Les pâtes de liant et mortiers ont un faible pouvoir isolant, leur conductivité thermique étant comprise entre 0,1 et 0,7 W/(m.K) (Tableau 1.10).

Référence	Matériau	Masse volumique à l'état sec [kg/m ³]	Conductivité thermique à l'état sec [W/(m.K)]
[Cérézo 2005]	chaux aérienne formulée (T70)	1075	0,240
[Černý <i>et al.</i> 2006]	enduit chaux hydraulique	1660	0,73
	enduit chaux-pouzzolane (métakaolin)	1320	0,40
	enduit chaux-pouzzolane (brique broyée)	1670	0,69
	enduit chaux-pouzzolane (verre émaillé broyé)	1740	0,56
[Dinh 2014]	liant commercial (70 % chaux aérienne, 30 % liant hydraulique et pouzzolanique)	1303 ± 1,7	0,352 ± 0,035
	liant pouzzolanique (NHL)	1303 ± 3,4	0,223 ± 0,003
	liant pouzzolanique (chaux éteinte)	1290 ± 2,2	0,267 ± 0,010
[Gourlay et Arnaud 2010]	chaux aérienne	843	0,12
	chaux hydraulique	1013	0,15
	ciment	1166	0,13
[Magniont 2010]	mélange chaux-pouzzolane	1198	0,264
	mélange chaux-pouzzolane adjuvanté	1187	0,269
	chaux hydraulique	1231	0,294
	liant commercial (T70)	1075	0,240
[Nguyen 2010]	chaux hydraulique (NHL2 - E/L=0,5)	1200	0,363
	chaux hydraulique (NHL3.5Z - E/L=0,5)		0,370
	chaux aérienne formulée (Tradical PF70 - E/L=0,5)		0,373
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012a]	mortier de chaux	1726	0,836
	mortiers chaux-métakaolin	1716	0,706
	mortiers chaux-pouzzolane	1660-1689	0,747-0,751
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012b]	mortier de chaux	1745	0,780
	mortiers chaux-métakaolin	1767	0,842
	mortiers chaux-pouzzolane	1719-1783	0,802-0,939

Tableau 1.10. Conductivités thermiques de liants à l'état sec.

La conductivité thermique sèche des mortiers de chaux aérienne est du même ordre de grandeur que celle des mortiers de chaux hydraulique [Amziane et Arnaud 2013]. L'addition de pouzzolane aux liants permet d'abaisser les conductivités des liants de chaux et sont également plus faibles que les valeurs trouvées dans la littérature pour le ciment Portland [Černý *et al.* 2006 ; Dinh 2014].

Isothermes de sorption

Relativement peu d'études ont porté sur l'évaluation des propriétés hygriques de pâtes de liant minéral. Černý *et al.* [2006] se sont intéressés aux capacités de sorption des mortiers de chaux hydraulique avec addition pouzzolannique (référéncés P1, P2 et P3) et sans (S) (Figure 1.18).

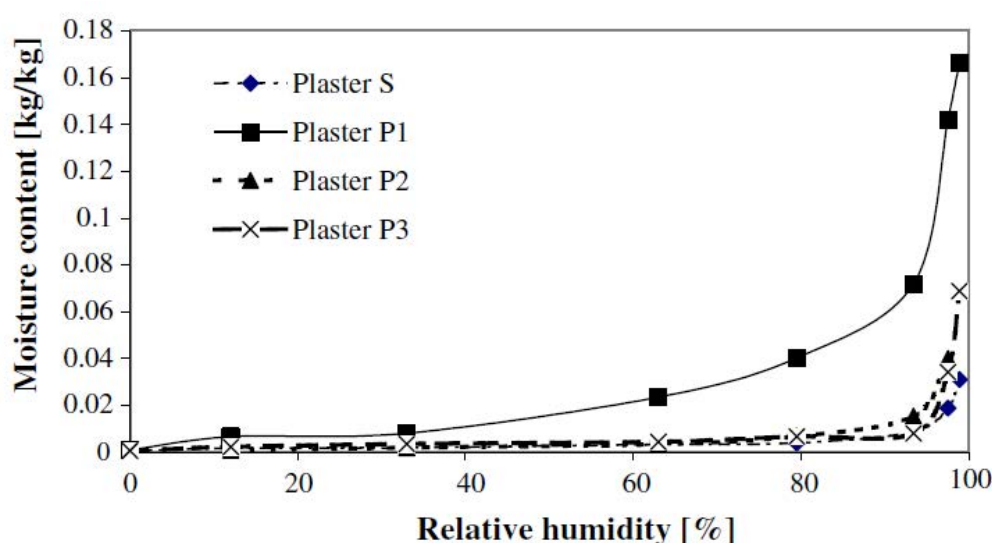


Figure 1.18. Isothermes de sorption d'enduits de chaux avec et sans addition pouzzolannique [Černý *et al.* 2006].

Les auteurs ont ainsi mis en évidence le fait que, des quatre enduits testés, trois présentent un comportement d'adsorption similaire. Les additions pouzzolanniques semblent accroître légèrement les capacités de stockage d'humidité au sein des mélanges à base de chaux. Lorsque la pouzzolane est sous la forme de métakaolin (P1), le matériau présente un comportement hygroscopique nettement supérieur aux autres formulations. En effet, la présence de particules issues du broyage de briques et/ou de verre affine le réseau de pores capillaires mais ne modifie pas significativement les échanges hygriques. Au contraire, le métakaolin provoque la contraction de la taille des pores de la pâte et la formation d'hydrates plus denses. La condensation capillaire est ainsi favorisée et la capacité d'adsorption élevée aux moyennes et hautes hygrométries.

Perméabilité à la vapeur

Les propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau des pâtes de ciment sont très faibles comme le soulignent Amziane et Arnaud [2013]. Dans le cas de l'association du ciment à des particules végétales pour la formulation de matériau participant à l'atténuation des variations hygriques ambiantes, cette faible perméabilité à la vapeur constitue un inconvénient.

Le **Tableau 1.11** regroupe quelques valeurs caractéristiques de la perméabilité à la vapeur de liants à base de chaux et de mélanges chaux-pouzzolane. Les chaux aériennes apparaissent comme plus perméables que les chaux hydrauliques. De plus, les mortiers de chaux présentent un comportement plus perméable à la vapeur d'eau que le ciment [Vejmelková *et al.* 2012a]. La présence de métakaolin dans les enduits à base de chaux abaisse légèrement la perméabilité à la vapeur du liant (hausse du facteur de résistance à la diffusion de 20 % environ). Pourtant, les autres enduits étudiés par Černý *et al.* [2006], mélangeant de la pouzzolane à de la chaux, voient leur facteur de résistance divisé par deux par rapport à la matrice de chaux pure. Les microstructures induites par les différentes natures de pouzzolane employées jouent donc un rôle déterminant dans les propriétés de transport d'humidité des liants.

La diffusion puis l'évacuation de la vapeur d'eau vers l'extérieur du matériau permettent de limiter la condensation à cœur comme cela peut être le cas des mortiers de ciment qui sont 10 fois moins perméables que les mortiers de chaux [Amziane et Arnaud 2013].

Référence	Matériau	μ [-]
[Černý <i>et al.</i> 2006]	enduit chaux hydraulique	15
	enduit chaux-pouzzolane (métakaolin)	18
	enduit chaux-pouzzolane (brique broyée)	8,3
	enduit chaux-pouzzolane (verre émaillé broyé)	9,4
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012a]	mortier de chaux	14,05
	mortier chaux-métakaolin	16,1
	mortier chaux-pouzzolane	19,83-22,71
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012b]	mortier de chaux	12,2
	mortiers chaux-métakaolin	16,3
	mortiers chaux-pouzzolane	15,8-57,3

Tableau 1.11. Facteurs de résistance de diffusion à la vapeur d'eau en coupelle sèche (0-50 %) pour des mortiers de chaux avec et sans addition pouzzolanique.

3.3.4. Performances mécaniques

À l'état durci, c'est le liant qui assure principalement la résistance des matériaux. Selon leur composition, les performances obtenues seront plus ou moins élevées (**Tableau 1.12**).

Référence	Liant	Résistance en compression [MPa]		Resistance en flexion [MPa]	
		28 jours	90 jours	28 jours	90 jours
[Černý <i>et al.</i> 2006]	enduit chaux hydraulique	1,11	-	0,32	-
	enduit chaux-pouzzolane (métakaolin)	2,36	-	0,53	-
	enduit chaux-pouzzolane (brique broyée)	4,06	-	0,58	-
	enduit chaux-pouzzolane (verre émaillé broyé)	3,21	-	0,56	-
[Dinh 2014]	liant commercial (70 % chaux aérienne, 30 % liant hydraulique et pouzzolanique)	16,91	18,04	3,65	4,84
	liant pouzzolanique (NHL)	20,28	21,80	4,70	5,50
	liant pouzzolanique (chaux éteinte)	30,40	30,41	5,48	5,77
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012a]	mortier de chaux	0,9	0,9	0,2	0,5
	mortier chaux-métakaolin	4,74	5,83	1,4	1,29
	mortier chaux-pouzzolane	2,9-4,7	3,4-6,3	0,8-1,4	0,8-1,3
[Vejmelková <i>et al.</i> 2012b]	mortier de chaux	1,1	-	0,4	-
	mortiers chaux-métakaolin	6,7	-	1,9	-
	mortiers chaux-pouzzolane	2,2-15,7	-	0,7-3,1	-

Tableau 1.12. Résistances mécaniques de liants disponibles dans la littérature.

Ainsi, les matériaux à base de ciment présentent une meilleure résistance en compression que les matériaux à base de chaux [de Bruijn *et al.* 2009 ; Silva *et al.* 2015]. Les chaux hydrauliques ont, par ailleurs, une meilleure tenue mécanique que les chaux aériennes [Amziane et Arnaud 2013 ; Silva *et al.* 2014]. Ce résultat est néanmoins contradictoire aux travaux de Nguyen [2010] qui tendent à montrer que, plus la proportion de chaux hydraulique est importante, plus la résistance en compression diminue par rapport à un mortier à base de chaux aérienne. Nguyen [2010] note également que la matrice liante possède un comportement d'autant plus fragile que sa résistance en compression est élevée (**Figure 1.19**).

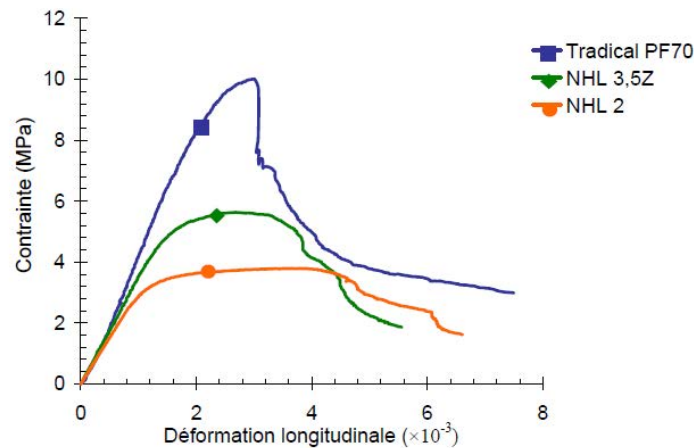


Figure 1.19. Comportement en compression à 28 jours des liants étudiés par [Nguyen 2010].

Les performances à l'état durci des matériaux incorporant des composés pouzzolaniques sont améliorées par rapport à celles de ciment seul ou de chaux seule [Khatib et Hibbert 2005 ; Černý *et al.* 2006 ; Vejmelková *et al.* 2012a ; Amziane et Arnaud 2013]. Sur les mortiers de chaux hydraulique, Černý *et al.* [2006], tout comme Chabannes [2015] et Vejmelková *et al.* [2012a], constatent une nette amélioration des performances mécaniques des mortiers employant de la pouzzolane : ils sont près de deux fois plus résistants en flexion que le mortier de chaux seule et entre deux et quatre fois plus résistants en compression. Cet effet ne serait toutefois visible qu'à partir d'un certain niveau de durcissement, à partir de 28 jours [Černý *et al.* 2006]. Les pouzzolanes ont un effet densificateur, et notamment le métakaolin, qui permet d'augmenter la compacité du mélange, d'accélérer les mécanismes d'hydratation et, par réaction pouzzolanique, de former des C-S-H/C-A-H/C-A-S-H supplémentaires, générateurs de résistance [Khatib et Wild 1996 ; Khatib et Hibbert 2005 ; Černý *et al.* 2006]. L'ajout de composés pouzzolaniques reste le moyen le plus efficace et le plus étudié pour améliorer nettement les résistances des mortiers de chaux aérienne à court ou moyen terme : il influe sur la réactivité de la chaux et, par conséquent, sur le développement de sa résistance. Un mélange de 20 % de métakaolin par rapport à la masse de chaux semble être optimal pour augmenter la résistance en compression des pâtes et mortiers sans compromettre leur perméabilité à la vapeur d'eau [Arizzi et Cultrone 2012 ; Vejmelková *et al.* 2012b].

Les essais réalisés sur les différentes compositions de liant indiquent bien que les résistances en flexion et en compression évoluent avec le rapport E/L [Lanas et Alvarez-Galindo 2003 ; Nguyen 2010]. À teneur en liant constante, l'introduction d'eau en excès favorise la création de pores dans la matrice, abaissant ainsi la densité des matériaux et donc leurs résistances.

En raison du processus de durcissement du liant, les résistances mécaniques augmentent généralement avec le temps. Les essais en flexion et en compression réalisés sur des mortiers de chaux aérienne ont ainsi montré un gain important de résistance des matériaux à base de chaux aérienne entre 28 et 365 jours de cure. Durant cette période, la résistance en compression est au minimum multipliée par trois [Lanas et Alvarez-Galindo 2003]. Au contraire, les ciments Portland voient leurs résistances évoluer rapidement avec le temps puisque 40 % de la résistance finale est

obtenue dès 2 jours et 70 % dès 7 jours [Amziane et Arnaud 2013]. Néanmoins, le temps de cure n'a pas qu'un effet bénéfique sur les performances mécaniques des mortiers. Pour des mortiers de chaux-métakaolin, l'apparition de microfissures tend notamment à abaisser la résistance des liants [Dinh 2014].

Les conditions de cure, et d'humidité relative notamment, sont également particulièrement impactantes sur le développement de la résistance mécanique. Ce constat est d'autant plus vrai que l'indice d'hydraulicité du liant est élevé [Chabannes 2015]. Pour une chaux hydraulique, la compétition entre le processus de carbonatation, favorisé à faible hygrométrie, et les réactions d'hydratation, considérées comme optimales dans des humidités relatives supérieures à 90 %, complexifie l'optimisation des conditions de cure.

3.4. Propriétés d'usage des agrobétons

La forte porosité des particules biosourcées, qui constitue une des caractéristiques essentielles des bétons végétaux, impacte directement les performances des agrobétons. Leurs propriétés d'usage sont effectivement directement liées à la porosité multi-échelle des matériaux composites.

3.4.1. Caractéristiques physiques

La **Figure 1.20** et la **Figure 1.21** indiquent la répartition des valeurs de masses volumiques et porosités, obtenues pour des agrobétons et disponibles dans la littérature.

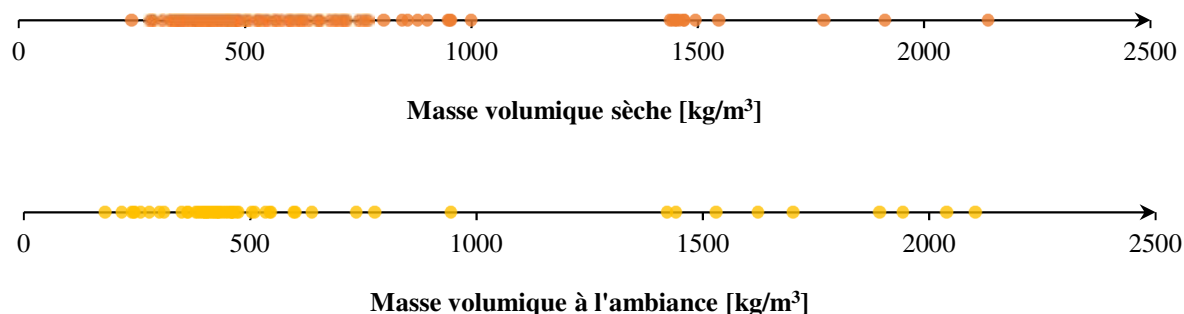


Figure 1.20. Résultats de masses volumiques (à l'état sec et stabilisé avec l'ambiance) disponibles dans la littérature pour des bétons végétaux.

[Collet 2004 ; Bederina *et al.* 2007 ; Evrard 2008 ; Samri 2008 ; Collet *et al.* 2008 ; Elfordy *et al.* 2008 ; Gourlay et Arnaud 2010 ; Magniont 2010 ; Nguyen *et al.* 2010 ; Glé *et al.* 2011 ; Arnaud et Gourlay 2012a ; Colinart *et al.* 2012 ; Collet et Pretot 2012 ; Aigbomian et Fan 2013 ; Collet *et al.* 2013 ; Taoukil *et al.* 2013 ; Strandberg-de Bruijn et Johansson 2014 ; Collet et Pretot 2014a ; Walker et Pavía 2014 ; Chabannes *et al.* 2014 ; Rahim *et al.* 2015, 2016b ; Mazhoud *et al.* 2016 ; Haba *et al.* 2017 ; Pantawee *et al.* 2017 ; Seng *et al.* 2019a ; Ahmad et Chen 2020]

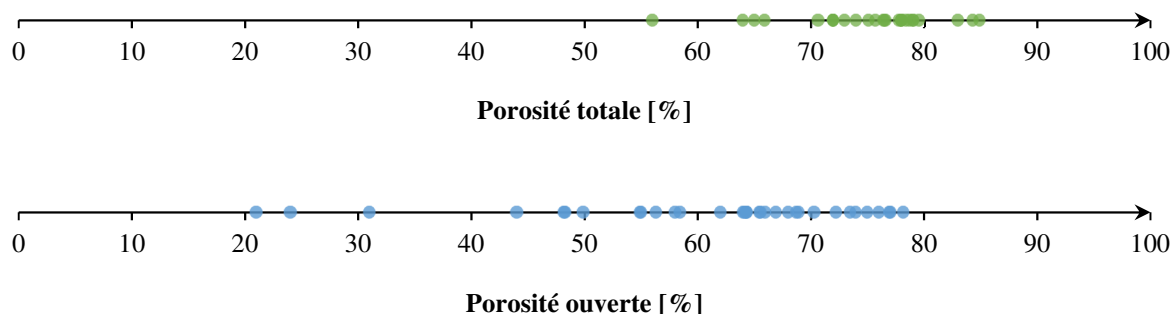


Figure 1.21. Résultats de porosités (totale et accessible) disponibles dans la littérature pour des bétons végétaux. [Collet 2004 ; Evrard 2008 ; Collet *et al.* 2008 ; Magniont 2010 ; Glé *et al.* 2011 ; Collet *et al.* 2013 ; Taoukil *et al.* 2013 ; Chabannes *et al.* 2014 ; Rahim *et al.* 2015, 2016b ; Mazhoud *et al.* 2016 ; Haba *et al.* 2017 ; Seng *et al.* 2019a]

Les agrobétons sont des matériaux légers dont la masse volumique est généralement comprise entre 300 et 700 kg/m³. Ces composites sont hautement poreux, avec une proportion volumique de vides de l'ordre de 60 à 80 %. Des valeurs plus élevées de masse volumique et plus faible de porosité sont toutefois obtenues pour les composites à base de particules de bois [Bederina *et al.* 2007 ; Aigbomian et Fan 2013 ; Taoukil *et al.* 2013].

Comme indiqué précédemment, les bétons végétaux ont une porosité multi-échelle (**Figure 1.22**). Ils sont constitués de pores intrinsèques à la fois aux particules et à la matrice liante [Glé *et al.* 2011 ; Collet *et al.* 2013]. À ces micro et mésopores, vient s'ajouter une porosité due à l'arrangement plus ou moins compact des constituants pouvant atteindre des dimensions millimétriques [Bederina *et al.* 2007 ; Collet *et al.* 2008 ; Walker et Pavía 2014].

Ce sont des matériaux essentiellement macroporeux et leur réseau poral est à plus de 80 % ouvert [Collet 2004 ; Collet *et al.* 2013 ; Haba *et al.* 2017 ; Mazhoud *et al.* 2016, 2016 ; Rahim *et al.* 2015].

La porosité, la morphologie des pores et leur connectivité dépendent fortement de la formulation, de la géométrie des particules végétales et du procédé de mise en œuvre.

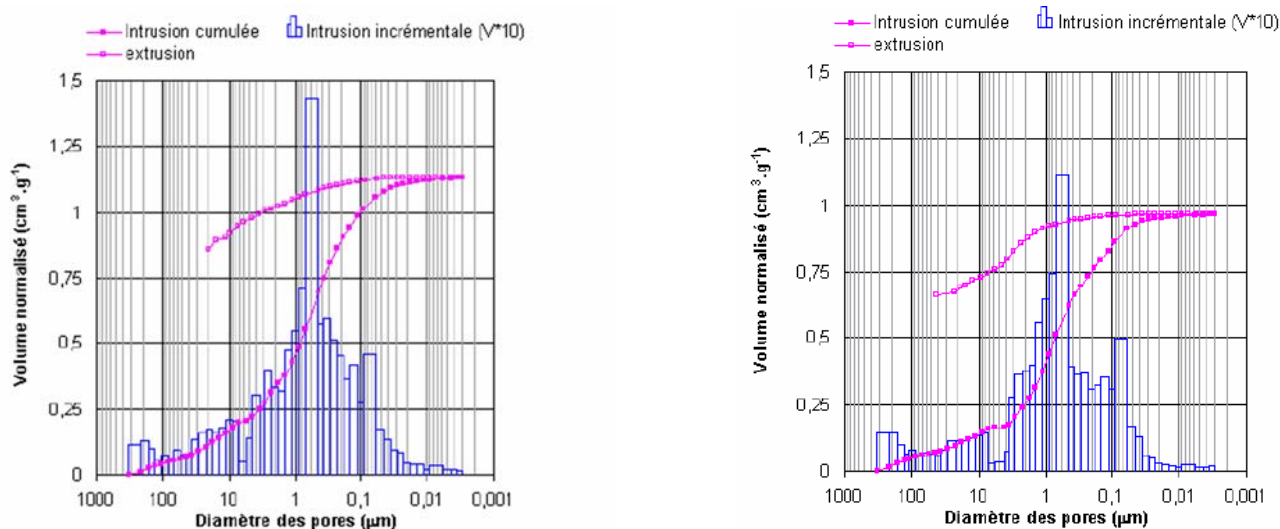


Figure 1.22. Distribution porale volumétrique de deux bétons de chanvre [Collet 2004].

La faible densité des granulats végétaux permet d'alléger les matériaux composites : la masse volumique diminue tandis que la teneur en agroressources dans le matériau augmente [Bederina *et al.* 2007 ; Evrard 2008 ; Colinart *et al.* 2012 ; Shea *et al.* 2012 ; Collet et Pretot 2014a]. Ce ratio liant/granulats modifie la macroporosité des bétons, les matériaux fortement dosés en liant ayant une macroporosité plus faible. Chabannes *et al.* [2014] démontrent ainsi que la part relative de macropores d'un béton est divisée par 10 lorsque ce ratio passe de 1,5 à 2,5. Cela se traduit par une diminution de porosité totale : de 65 à 56 % pour les bétons de balle de riz et de 83 à 74 % pour les bétons de chanvre.

Par ailleurs, la nature et la géométrie des agroressources employées impactent la légèreté des bétons. Des écarts modérés de densité sont ainsi observables pour des bétons d'anas de lin et de chanvre, respectivement $598 \pm 4 \text{ kg/m}^3$ et $478 \pm 7 \text{ kg/m}^3$ [Rahim *et al.* 2015].

Ces résultats peuvent s'expliquer par la porosité intrinsèque des agroressources en présence. C'est l'argument avancé par Chabannes *et al.* [2014] pour expliquer la plus forte porosité des bétons de chanvre comparée aux composites à base de balle de riz.

La morphologie ou la dimension des particules jouent également un rôle dans l'arrangement granulaire plus ou moins compact des composites. Les particules les plus grandes limitent le compactage au sein de l'agrobéton, conduisant à la formation d'une plus grande quantité de vides. Les particules végétales les plus petites produisent ainsi les composites les plus denses [Aigbomian et Fan 2013 ; Ahmad et Chen 2020].

Bien qu'elle soit un paramètre moins impactant que la granulométrie des particules végétales, la nature du liant affecte la densité des agrobétons [Gourlay et Arnaud 2010 ; Aigbomian et Fan 2013 ; Ahmad et Chen 2020]. L'introduction des agroressources dans la matrice liante n'impacte quasiment pas la porosité intrinsèque des granulats végétaux, bien que l'enrobage des granulats puisse obstruer une partie de leurs pores [Ledhem 1997 ; Glé *et al.* 2011]. Au contraire, la nature du liant affecte la microporosité des bétons végétaux, en grande partie définie par le type et la quantité d'hydrates [Walker et Pavía 2014].

Enfin, la compacité d'un matériau, et donc sa densité, dépend du procédé de mise en œuvre employé [Evrard 2008 ; Elfordy *et al.* 2008 ; Collet *et al.* 2013 ; Collet et Pretot 2014a]. Les arrangements granulaires les plus lâches conduisent à des matériaux plus légers. Pour les bétons projetés, Elfordy *et al.* [2008] mettent en évidence l'impact de la distance de projection sur la masse volumique d'un béton de chanvre. Les travaux de Nguyen *et al.* [2010] se focalisent sur l'effet du compactage qui conduit à une masse volumique du matériau plus élevée.

Les vides dans le matériau et leur connectivité confèrent des propriétés respirantes à la paroi permettant la transmission de vapeur d'eau de l'intérieur vers l'extérieur [Haba *et al.* 2017].

3.4.2. Performances hygrothermiques

Isothermes de sorption

Différentes études réalisées sur les bétons végétaux démontrent l'importance des propriétés de stockage de l'humidité ambiante de ces matériaux, supérieures à celles de matériaux de construction conventionnels (**Figure 1.23**).

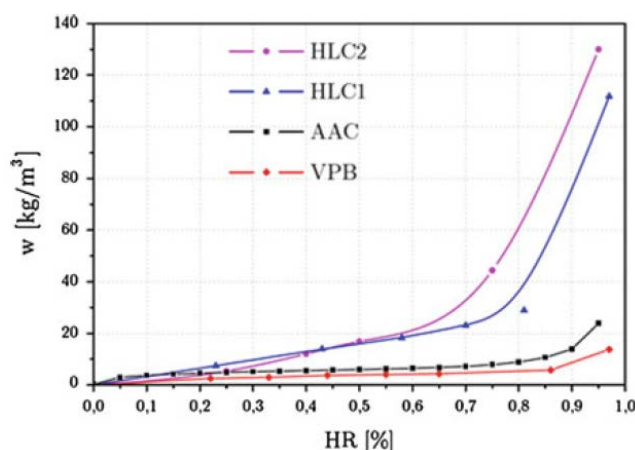


Figure 1.23. Isothermes d'adsorption de matériaux de construction : HLC béton chaux-chanvre, AAC béton cellulaire durci en autoclave, VPB brique perforée verticalement [Amziane et Collet 2017].

Les agrobétons soumis à une hygrométrie croissante présentent tous un comportement d'adsorption similaire (**Figure 1.24**) [Collet 2004 ; de Bruijn et Johansson 2013 ; Rahim *et al.* 2015, 2016b ; Ahmad et Chen 2020], bien que leurs niveaux de teneurs en eau soient très variables selon les formulations.

Aux faibles et moyennes hygrométries, le taux de gain massique des échantillons est modéré. Un point d'inflexion est détectable aux alentours de 40 % HR [Collet 2004]. Ce point correspond à la transition d'une fixation de l'humidité monomoléculaire à une fixation polymoléculaire [Haba *et al.* 2017].

Aux humidités relatives les plus élevées (i.e. au-delà de 80 % HR), la teneur en eau augmente plus rapidement et devient même asymptotique à partir de 95 % HR [Collet 2004]. Dans certains cas, elle atteint près de 45 % à 97 % HR [Chamoin 2013]. La fixation d'humidité par le matériau n'est plus due à de l'adsorption pure : la condensation capillaire apparaît [Cérézo 2005]. Ce phénomène est favorisé dans les pores de plus faibles diamètres et permet le captage et le stockage d'une plus grande quantité d'humidité. La dispersion des résultats est particulièrement marquée dans ce domaine [Collet *et al.* 2008].

Cette allure d'isothermes de sorption correspond à des sigmoïdes de classe II ou des courbes de classe III selon la classification IUPAC [Sing 1985]. C'est un comportement caractéristique de milieux macroporeux [Collet 2004 ; Collet *et al.* 2008, 2013 ; Rahim *et al.* 2015 ; Mazhoud *et al.* 2016 ; Haba *et al.* 2017 ; Ahmad et Chen 2020].

Les isothermes de sorption des composites biosourcés présentent une hystérésis qui s'étend jusqu'aux hygrométries les plus faibles [Collet *et al.* 2008 ; Chamoin 2013 ; Collet *et al.* 2013 ; Rahim *et al.* 2015, 2016b ; Fabbri et McGregor 2017] avec des branches de sorption et de désorption parallèles sur un large domaine d'humidité relative [Collet *et al.* 2008, 2013 ; Chamoin

2013]. Selon la classification IUPAC, ces hystérésis sont de type H3 ou H4 [Collet *et al.* 2008]. Ce phénomène d'hystérésis marqué s'explique généralement par la présence d'eau piégée (bouteille d'encre, eau liée chimiquement, etc.) [Collet 2004 ; Collet *et al.* 2008, 2013 ; Rahim *et al.* 2015]. La carbonatation durant l'essai de sorption peut également expliquer en partie la présence d'eau résiduelle en désorption [Rahim *et al.* 2015].

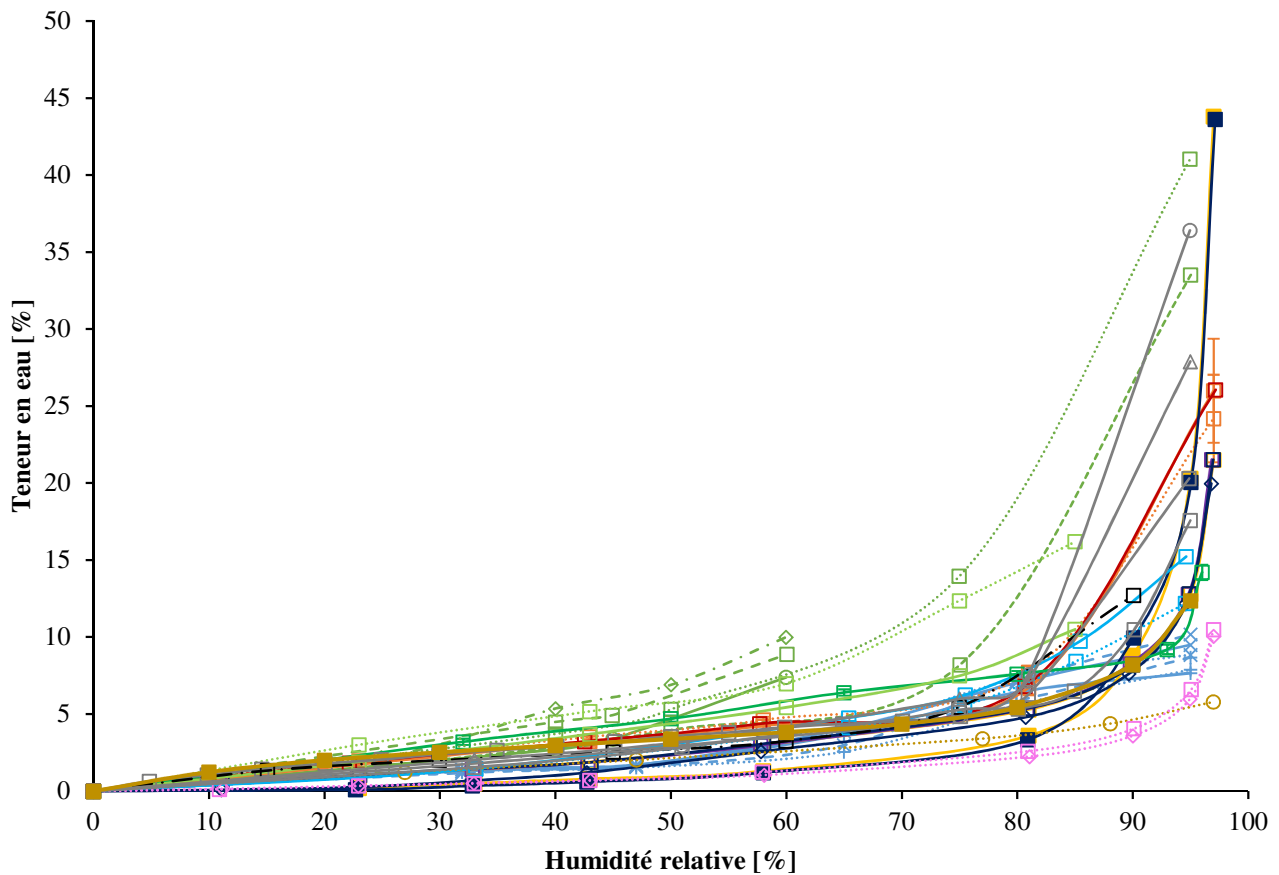
Les capacités d'adsorption des matériaux de construction sont donc en lien direct avec la morphologie et la connectivité de leurs pores. Ainsi, les composites ayant une porosité ouverte importante présentent une évolution de la teneur en eau avec l'humidité relative plus marquée que les autres [Chamoin 2013]. De plus, les pores de petites dimensions sont favorables à la condensation capillaire et les bétons ayant le plus grand nombre de petits pores connectés montrent une capacité d'adsorption aux très hautes humidités plus élevée que les autres composites [Rahim *et al.* 2015, 2016b].

Le comportement hygroscopique des agrobétons est principalement dicté par le dosage en pâte de liant [Cérézo 2005 ; Collet *et al.* 2013 ; Magniont 2010]. La présence d'un liant abaisse effectivement la capacité d'adsorption des particules végétales seules. L'hystérésis est également plus importante en présence d'un liant [Collet *et al.* 2013]. Cérézo [2005] a montré que la masse d'eau adsorbée par le composite est approximativement égale à la somme de la masse d'eau adsorbée par la pâte de liant pure et par les particules végétales seules. Le dosage massique en liant étant prépondérant par rapport aux particules végétales, le comportement hygroscopique du composite est donc principalement déterminé par celui du liant. Les matériaux formulés à partir des mêmes liants et du même ratio liant/granulats présentent logiquement un comportement semblable.

Au contraire, la nature de la matrice minérale impacte faiblement les capacités de stockage de l'humidité des composites aux faibles et moyennes humidités relatives. Dans le domaine de la condensation capillaire, son effet est toutefois plus marqué [Chamoin 2013].

L'impact de la méthode de caractérisation sur les mesures de capacité de sorption des agrobétons a fait l'objet de quelques travaux de recherche. Ainsi, Seng *et al.* [2019b] ont mis en évidence la plus faible dispersion des mesures réalisées avec la méthode courante des solutions salines saturées comparativement à la méthode du DVS. En effet, cette dernière est réalisée sur des échantillons de petites dimensions et est, de ce fait, plus sensible à leur représentativité. Ce phénomène est d'autant plus visible que l'humidité relative est élevée : pour une hygrométrie supérieure à 70 % HR, Seng *et al.* [2019b] ont un coefficient de variation compris entre 18 et 38 %.

La mesure DVS conduit, par ailleurs, à des capacités de sorption supérieures à celles des solutions salines saturées sur toute la gamme des humidités ambiantes testées. Des résultats comparables ont été rapportés sur des matériaux de nature différente (briques de terre et particules végétales) [Cagnon *et al.* 2014 ; Laborel-Préneron 2017]. La phase de séchage préalable à l'essai automatisé du DVS permet une meilleure maîtrise des conditions d'essai. De ce fait, la masse sèche initiale, plus faible au DVS qu'avec les solutions salines saturées, est susceptible d'expliquer les teneurs en eau plus élevées au cours de l'essai du DVS [Seng *et al.* 2019b].



- | | |
|--|--|
| x..... Béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (grandes particules) [Ahmad et Chen 2020] | - - -x- - - Béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (petites particules) [Ahmad et Chen 2020] |
| - - -x- - - Béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (poudre) [Ahmad et Chen 2020] |+..... Béton ciment Portland - tige de maïs (grandes particules) [Ahmad et Chen 2020] |
| - - -+ - - - Béton ciment Portland - tige de maïs (petites particules) [Ahmad et Chen 2020] | - - -+ - - - Béton ciment Portland - tige de maïs (poudre) [Ahmad et Chen 2020] |
| Béton chaux - chanvre (mur) [Cérézo 2005] | - - - Béton chaux - chanvre (dalle) [Cérézo 2005] |
| - - - Béton chaux - chanvre (toit) [Cérézo 2005] | - - - Béton chaux - chanvre (10%) [Cérézo 2005] |
| - - - Béton chaux - chanvre (12%) [Cérézo 2005] | - - - Béton projeté chaux - chanvre [Chamoïn 2013] |
| - - - Béton en blocs préfabriqués chaux - chanvre [Chamoïn 2013] | Béton chaux - chanvre A [Collet 2004] |
| - - - Béton chaux - chanvre B [Collet 2004] | - - - Béton chaux - chanvre [Collet et al. 2008] |
| - - - Béton projeté chaux - chanvre [Collet et Prétot 2012] | - - - Béton en blocs préfabriqués chaux - chanvre [Collet et al. 2013] |
| - - - Béton projeté chaux - chanvre [Collet et al. 2013] | - - - Béton moulé chaux - chanvre [Collet et al. 2013] |
| Béton chaux - chanvre A [de Bruijn et Johansson 2013] | - - - Béton chaux - chanvre B [de Bruijn et Johansson 2013] |
| - - - Béton chaux - chanvre (mur) [Evrard 2008] | Béton liant commercial - chanvre [Fabbri et McGregor 2017] |
| - - - Béton chaux - chanvre [Fabbri et McGregor 2017] | Béton liant cimentaire - palmier dattier [Haba et al. 2017] |
| - - - Béton chaux - chanvre [Latif et al. 2015] | - - - Béton liant pouzzolanique - chanvre [Magniont 2010] |
| Enduit chaux - chanvre (Chanvribat) [Mazhoud et al. 2016] | Enduit chaux - chanvre (Tradichanvre) [Mazhoud et al. 2016] |
| - - - Béton chaux - anas de lin [Rahim et al. 2015] | - - - Béton chaux - chanvre [Rahim et al. 2015, 2016] |
| - - - Béton chaux - paille de colza [Rahim et al. 2016] | - - - Béton en blocs préfabriqués chaux - chanvre [Seng et al. 2019] |

Figure 1.24. Isothermes de sorption de plusieurs agrobétons disponibles dans la littérature.

Perméabilité à la vapeur d'eau

La structure poreuse des bétons végétaux leur confère une haute perméabilité à la vapeur ; les réseaux poreux les plus ouverts et interconnectés favorisent le transport d'humidité [Rahim *et al.* 2016b].

Cette capacité d'étanchéité ou de fuite du matériau est également exprimée par le facteur de résistance à la vapeur d'eau. Cette grandeur exprime la résistance à la vapeur d'eau du matériau testé par rapport à celle d'une couche d'air stationnaire de même épaisseur à la même température. Le facteur de résistance est compris, pour des bétons de maïs, de chanvre, de lin ou de colza, entre 4 et 16 (**Figure 1.25**) tandis qu'il est de 10 pour le béton cellulaire, égal à 15 pour le béton de copeaux de bois et atteint 130 pour le béton conventionnel [Amziane et Collet 2017].

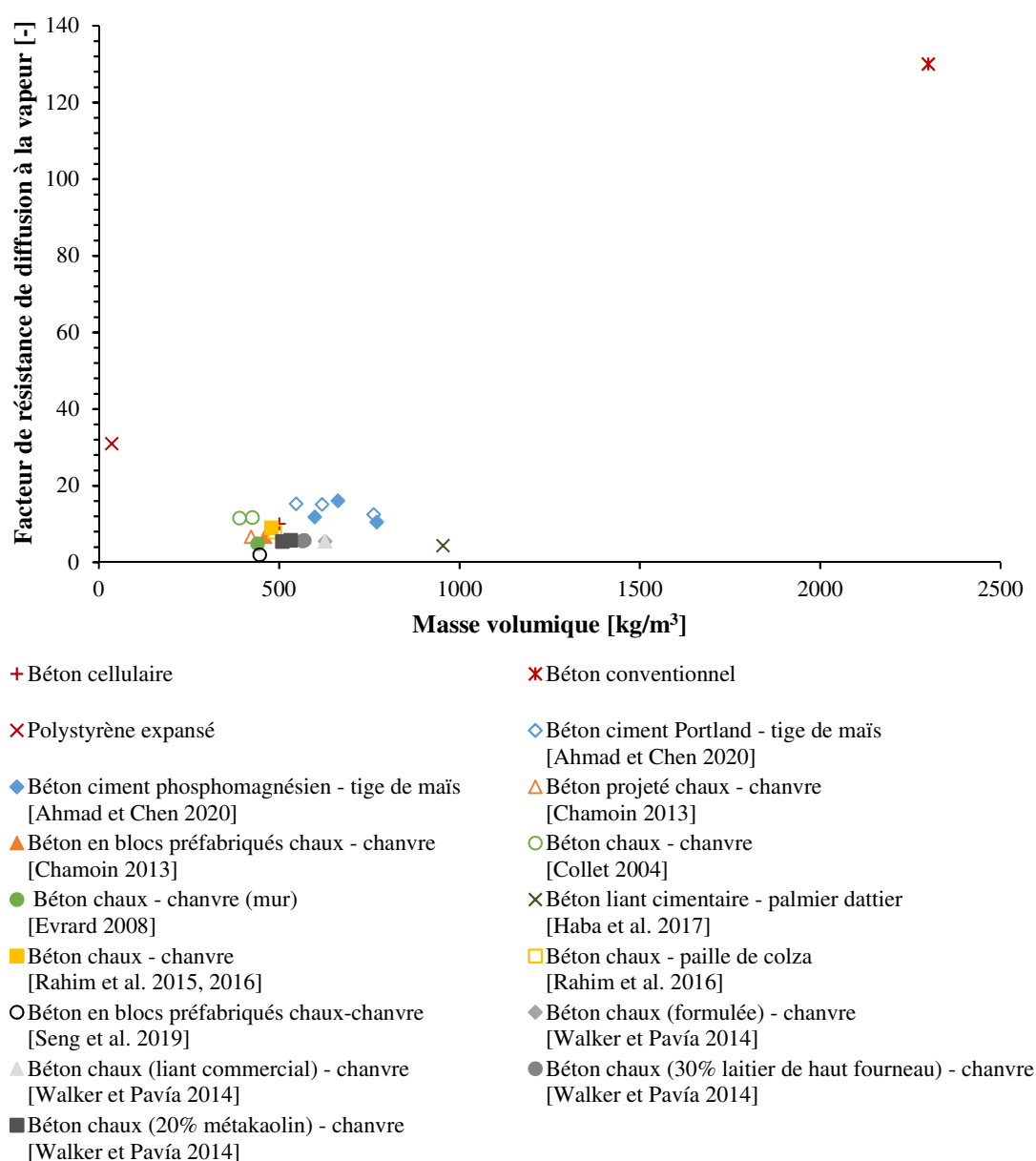


Figure 1.25. Facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau de bétons végétaux et de matériaux de construction conventionnels en coupelle sèche.

L'effet de la nature du liant sur la perméabilité à la vapeur des bétons végétaux n'est pas évident ; les résultats disponibles dans la littérature se contredisent. Contrairement à Grelat [Tran Le 2010] qui affirme que la nature du liant impacte fortement la perméabilité à la vapeur des bétons de chanvre (facteurs de résistances compris entre 2,6 et 12,9), Chamoin [2013] ainsi que Walker et Pavía [2014] ne constatent aucun effet significatif de la microporosité des liants hydrauliques sur les propriétés de perméabilité à la vapeur des composites. Selon Walker et Pavía [2014], l'écart d'hydraulicité entre les liants de l'étude pourrait expliquer l'incapacité des auteurs à conclure sur le rôle de la nature du liant. La macroporosité inter-granulaire a une influence plus marquée sur la perméabilité à la vapeur d'eau que les micropores du liant [Amziane et Collet 2017].

En ce qui concerne la nature des granulats, dans les travaux de Chamoin [2013], les bétons de chanvre ont des perméabilités à la vapeur similaires, que la chènevotte soit fibrée ou défibrée. Néanmoins, pour des hygrométries élevées, les particules fibrées tendent à abaisser les valeurs de perméabilité à la vapeur par rapport à celles défibrées.

La détermination de cette grandeur dépend fortement des conditions de mesure. Seng *et al.* [2019b] et Vololonirina et Perrin [2016] ont notamment évalué l'influence de différents paramètres expérimentaux sur l'évaluation de la perméabilité apparente à la vapeur d'eau.

Ainsi, les valeurs de perméabilité à la vapeur augmentent notamment avec les humidités relatives imposées [Evrard 2008 ; Collet *et al.* 2013 ; Mazhoud *et al.* 2016 ; Seng *et al.* 2019b]. Cette hausse est due à une modification des modes de transport, passant d'un transport en phase vapeur à un transport liquide microscopique de l'eau remplissant les pores (condensation capillaire). Ce comportement souligne l'efficacité du flux liquide microscopique par condensation capillaire dans les pores ouverts [Collet *et al.* 2013]. La perméabilité apparente à la vapeur est, de ce fait, plus élevée avec la méthode de la coupelle humide, qu'avec celle de la coupelle sèche [Seng *et al.* 2019b].

L'évolution de la perméabilité à la vapeur en fonction de l'hygrométrie se fait selon une loi puissance [Chamoin 2013] : $\pi = A + B \varphi^c$. Aux faibles et moyennes hygrométries, la perméabilité à la vapeur est constante (transport sous forme vapeur uniquement), puis augmente avec la mise en place du transport liquide (Figure 1.26).

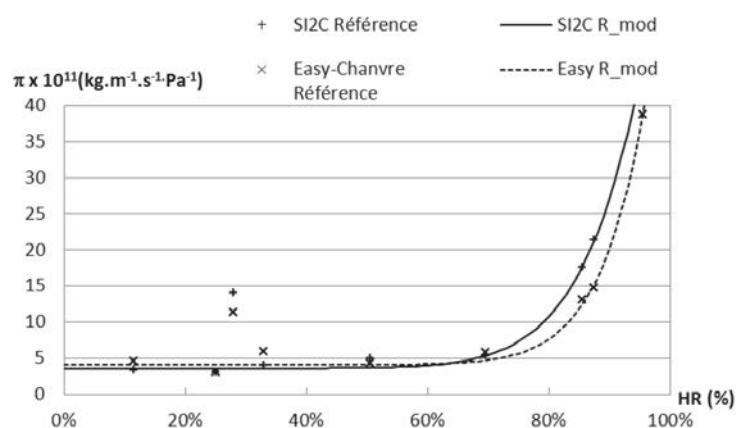


Figure 1.26. Perméabilité à la vapeur pour deux bétons de chanvre (valeurs expérimentales et modèle) en fonction de l'hygrométrie [Chamoin 2013].

D'autre part, selon la vitesse de l'air à la surface supérieure de la coupelle, une résistance supplémentaire au transfert de vapeur d'eau est susceptible d'être induite. Cette dernière conduit alors à une réduction de la perméabilité apparente à la vapeur d'eau [Vololonirina et Perrin 2016 ; Seng *et al.* 2019b].

L'évaluation des perméabilités apparentes à la vapeur d'eau pour différentes épaisseurs d'échantillons met en évidence l'effet des résistances de l'air et des interfaces (à l'intérieur, comme à l'extérieur, de la coupelle) ainsi que la nécessité de les prendre en compte pour une détermination précise de la perméabilité à la vapeur d'eau des matériaux poreux [Seng *et al.* 2019b]. Enfin, Seng *et al.* [2019b] soulignent la variabilité des résultats induite par la méthode de calcul appliquée.

De ces éléments, il ressort la nécessité d'organiser une campagne inter-laboratoire pour valider un protocole expérimental fiable adapté aux matériaux biosourcés très perméables et fortement hygroscopiques. Ce travail collaboratif est en cours dans le cadre du TC RILEM 275- HDB : Hygrothermal behaviour and Durability of Bio-aggregate based building materials.

Capacité tampon hygrique

Les études précédemment menées s'accordent à dire que les bétons végétaux ont une très bonne capacité tampon hygrique (**Tableau 1.13**). Leurs valeurs sont généralement supérieures à $2 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{ HR})$ [Evrard 2008 ; Collet et Pretot 2012 ; Collet *et al.* 2013 ; Rahim *et al.* 2015 ; Latif *et al.* 2015a ; Rahim *et al.* 2016b ; Ratiarisoa *et al.* 2016]. Ces composites sont ainsi considérés comme de bons, voire d'excellents, régulateurs hydriques selon la classification du projet NORDTEST [Rode *et al.* 2005]. Ils ont, par ailleurs, des valeurs de capacité tampon hygrique 2 à 5 fois supérieures [Rode *et al.* 2005 ; Evrard 2008] aux matériaux de génie civil conventionnels (**Figure 1.27**).

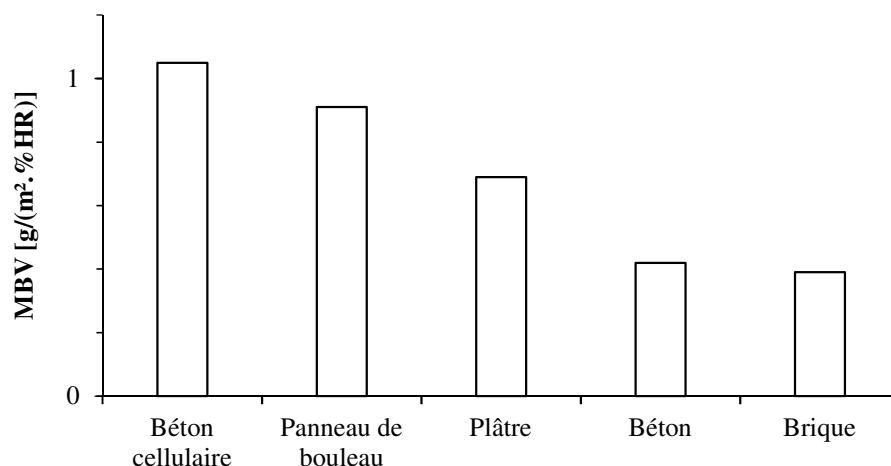


Figure 1.27. Capacités tampon hygrique de matériaux de construction [Rode *et al.* 2005].

Référence	Formulation	MBV [g/(m ² .% HR)]
[Collet et Pretot 2012]	béton chaux - chanvre	2,15 ± 0,06
[Collet <i>et al.</i> 2013]	béton en blocs préfabriqués chaux - chanvre	1,94
	béton projeté chaux - chanvre	2,15
	béton moulé chaux - chanvre	2,14
[Evrard 2008]	béton chaux-chanvre (valeur mesurée)	1,42
	béton chaux-chanvre (valeur estimée par simulation)	2,63
[Latif <i>et al.</i> 2015a]	béton chaux-chanvre	3,47
[Mazhoud <i>et al.</i> 2016]	enduit chaux - chanvre	1,23-1,64
[Palumbo <i>et al.</i> 2016a]	béton chaux - chanvre	3,3
[Rahim <i>et al.</i> 2015]	béton chaux - anas de lin	2,89 (idéal)
		2,27
[Rahim <i>et al.</i> 2015, 2016b]	béton chaux - chanvre	2,66 (idéal)
		2,02
[Rahim <i>et al.</i> 2016b]	béton chaux - paille de colza	2.92 (idéal)
		2,59
[Ratiarisoa <i>et al.</i> 2016]	béton liant pouzzolanique - lavande (non traitée)	3,85
	béton liant pouzzolanique - lavande (traitée)	3,5

Tableau 1.13. Capacités tampon hygrique de bétons végétaux mesurées expérimentalement et estimées par simulation numérique.

Ces résultats sont cohérents avec les capacités de stockage et de transport de l'humidité mises en évidence par isothermes de sorption et perméabilité à la vapeur d'eau. En effet, le MBV est proportionnel à l'effusivité hygrique, grandeur définie par la pente de la courbe de sorption dans la gamme d'humidité concernée par l'essai de MBV et la perméabilité à la vapeur du matériau testé [Rode *et al.* 2005].

Le calcul théorique ($MBV_{\text{idéal}}$) pourrait donc permettre d'estimer convenablement les résultats expérimentaux (MBV_{pratical}). Selon McGregor *et al.* [2014a] qui étudient les blocs de terre compressée, les écarts susceptibles d'être constatés dans la littérature scientifique sont dus à la résistance de la lame d'air à la surface de l'échantillon, dont l'effet, pourtant significatif sur des matériaux perméables, est négligé par le calcul.

De la même manière que pour les propriétés hygriques évaluées sous sollicitations statiques, la composition et la mise en œuvre impactent la capacité de régulateur hydrique des agrobétons [Collet *et al.* 2013]. Bien que Collet et Prétot [2012] et Amziane et Collet [2017] estiment que la composition de la matrice minérale n'a un impact que très limité sur le MBV, les bétons formulés à partir d'un liant pouzzolanique et de granulats de lavande par Ratiarisoa *et al.* [2016] présentent un bien meilleur comportement hygrique que les bétons chaux - chanvre. Ce résultat pourrait en partie s'expliquer par la nature des matières premières employées.

Les travaux réalisés sur la capacité tampon hygrique sont basés sur des adaptations du protocole défini par le projet NORDTEST. Ces ajustements des conditions d'essai (température, vitesse d'air, respect des critères de stabilisation, etc.) sont susceptibles d'impacter significativement les résultats [Evrard 2008 ; Latif *et al.* 2015a ; Ratiarisoa *et al.* 2016]. L'analyse comparative des performances des matériaux est de ce fait plus compliquée.

Les valeurs trouvées par Latif *et al.* [2015a] surpassent les capacités tampons hygriques disponibles dans le reste de la littérature pour les bétons chaux - chanvre. Cet écart est en partie imputable aux vitesses d'air appliquées en surface des échantillons : elles sont supérieures aux recommandations du NORDTEST ; le transfert de masse est donc favorisé.

Par ailleurs, la valeur expérimentale obtenue par Evrard [2008] pour un béton chaux - chanvre est en-deçà des MBV généralement mesurés pour ce type de matériau. Ce résultat peut s'expliquer par une épaisseur de l'échantillon testé (1,75 cm) inférieure à la profondeur de pénétration estimée par Collet et Pretot [2012] (de l'ordre de 6 cm).

Une campagne inter-laboratoire organisée dans le cadre des travaux du TC RILEM 275-HDB devrait ainsi répondre à ces questions et proposer un protocole expérimental adapté à ce type de matériau.

De par leur capacité d'atténuation des variations hygriques ambiantes, les agrobétons participent à l'amélioration du confort hygrothermique et à la réduction des besoins énergétiques du bâtiment [Tran Le 2010].

Conductivité thermique

De nombreux auteurs ont mis en évidence la forte dépendance du pouvoir isolant des bétons végétaux envers leur densité [Cérézo 2005 ; Magniont 2010 ; Collet et Pretot 2014a ; Chabannes *et al.* 2014]. Comme le démontre [Cérézo 2005], la conductivité (λ) est reliée à la masse volumique (ρ) d'un agrobéton par une relation quasi-linéaire (**Figure 1.28**) :

$$\lambda = 0,0002 \rho + 0,0194$$

Cette formule prédit de manière tout à fait satisfaisante les propriétés des matériaux de densité comprise entre 300 et 520 kg/m³ ; au-delà le modèle diffère.

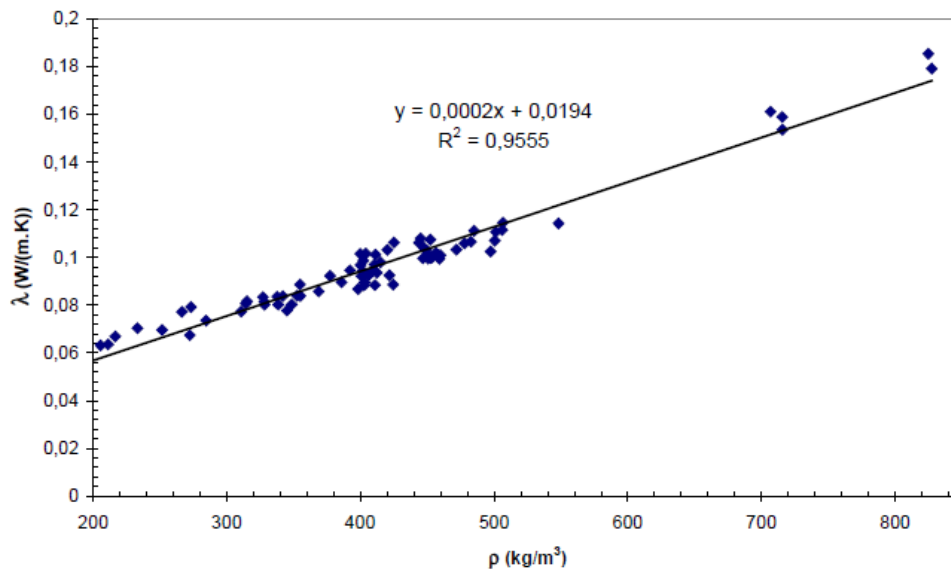


Figure 1.28. Dépendance quasi-linéaire de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique du béton [Cérézo 2005].

Les agrobétons ont une conductivité thermique d'environ 0,06-0,3 W/(m.K) pour des masses volumiques allant de 200 à 900 kg/m³ (**Figure 1.29**). Leur conductivité est équivalente à celle de matériaux de construction ayant une masse volumique similaire [Amziane et Arnaud 2013]. Les bétons légers sont, de ce fait, de bons, mais pas d'excellents, isolants thermiques.

Comme indiqué précédemment, la masse volumique des bétons est notamment impactée par les phases de formulation et de production. Ainsi, la nature du liant et des granulats, les ratios granulat/liant et eau/liant créent une porosité propre au composite, une densité spécifique susceptible d'affecter le pouvoir isolant du matériau.

Vis-à-vis de l'influence de la nature du liant, les résultats de la littérature sont contradictoires. L'étude de différents liants minéraux par Walker et Pavía [2014] et Nguyen [2010] n'a pas permis de mettre en évidence un impact significatif du liant sur le pouvoir isolant de l'agrobéton, les conductivités thermiques des pâtes de liant étant sensiblement égales pour des masses volumiques comparables. Au contraire, Gourlay *et al.* [2017] tout comme Stefanidou *et al.* [2010] ont pu observer des différences de performances thermiques entre les formulations. Selon Gourlay et Arnaud [2010], les formulations de bétons de chanvre à base de ciment sont plus isolantes que celles à base de chaux. À l'inverse, Stefanidou *et al.* [2010] trouvent des valeurs de conductivité plus faibles pour les composites de chaux que pour ceux de ciment. De plus, l'étude tend à montrer que l'addition de pouzzolane dans un liant de chaux abaisse la valeur de la conductivité thermique des matériaux.

La porosité des granulats végétaux dépend quant à elle de leur nature, espèce, origine, conditions de culture, traitement (partie du végétal retenue, granulométrie, etc.). La conductivité thermique des agrobétons est donc susceptible d'être affectée par les caractéristiques du végétal utilisé [Nguyen 2010 ; Stevulova *et al.* 2013 ; Agoua *et al.* 2013 ; Chabannes *et al.* 2014]. Pour sa part, Magniont [2010] ne note pas d'influence significative de la nature des granulats. Que ce soit

pour les composites à base de chènevotte ou ceux de moelle de tournesol, la densité suffit à prédire les propriétés d'isolation thermique des bétons. Enfin, quelques travaux ont étudié l'impact de la masse d'agroressources introduites pour un mètre cube de béton durci sur le pouvoir isolant des composites : plus le dosage en granulats est important, plus le matériau est léger et plus la valeur de la conductivité thermique est faible [Bouguerra *et al.* 1999 ; Agoua *et al.* 2013 ; de Bruijn et Johansson 2013 ; Taoukil *et al.* 2013 ; Collet et Pretot 2014a].

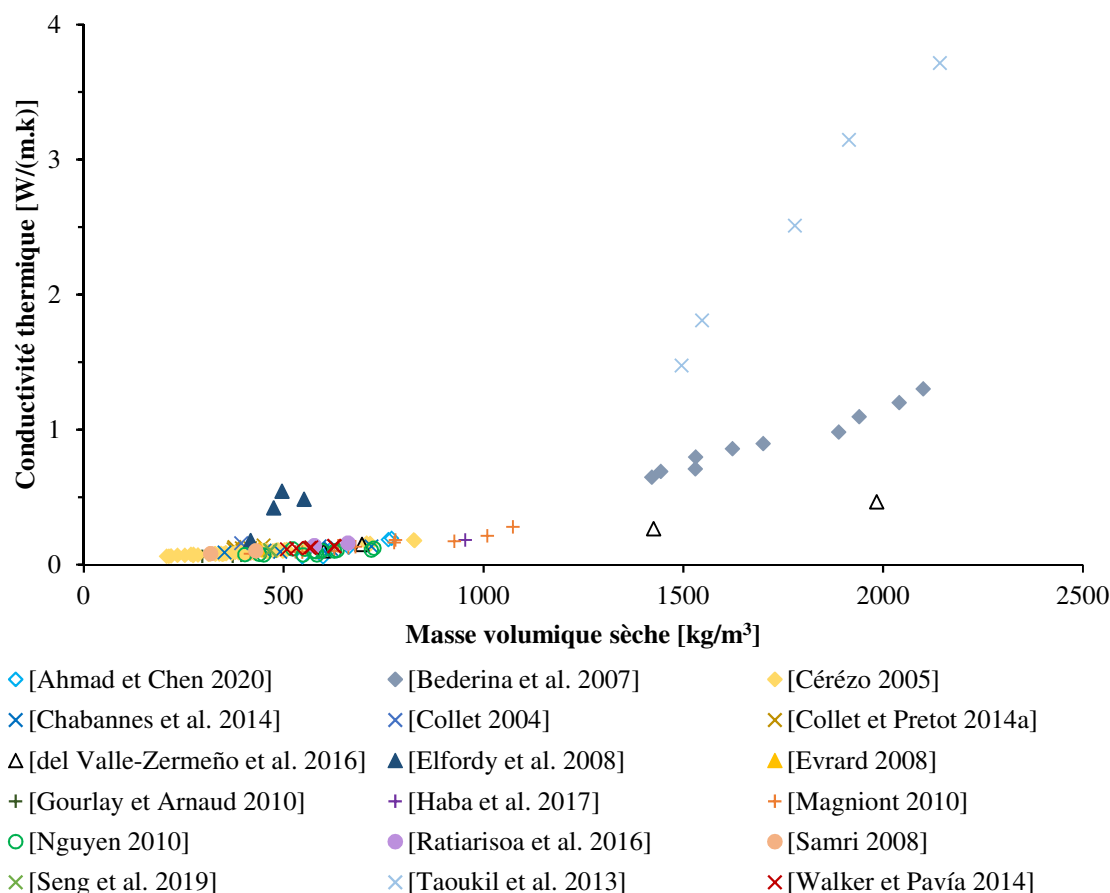


Figure 1.29. Conductivités thermiques de bétons légers à l'état sec.

Les conditions d'essai ont également un effet non négligeable sur la valeur de la conductivité thermique mesurée. La forte sensibilité à l'humidité relative des particules biosourcées altère le pouvoir isolant des matériaux composites. Ces derniers subissent une variation importante de conductivité thermique en fonction des conditions d'humidité ambiante : la conductivité croît avec la teneur en eau [Bouguerra *et al.* 1999 ; Collet 2004 ; Magniont 2010 ; Amziane et Arnaud 2013 ; Taoukil *et al.* 2013 ; Chabannes *et al.* 2014 ; Mazhoud *et al.* 2016 ; Seng *et al.* 2019a]. Cette sensible augmentation se justifie par la condensation d'eau liquide dans les pores en milieu humide, l'eau conduisant facilement la chaleur.

Par ailleurs, la température d'essai influe sur l'évaluation du pouvoir isolant des agrobétons. Plusieurs auteurs ont ainsi montré l'accroissement linéaire de la conductivité thermique des matériaux avec la température fixée lors de l'essai [Rahim *et al.* 2016a ; Haba *et al.* 2017 ; Seng *et al.* 2019a].

Les agrobétons étant des matériaux anisotropes, le sens de mesure est à prendre en compte. Nguyen *et al.* [2010] ont ainsi montré que la conductivité thermique mesurée dans le sens perpendiculaire à la direction de compactage est en moyenne 50 % plus élevée que les valeurs mesurées dans la direction de compactage en raison de l'orientation des particules qui conduit à la stratification du matériau. Cette anisotropie devrait donc être davantage prise en compte dans les mesures de conductivité thermique et pour l'orientation, dans les constructions, des éléments préfabriqués qui sont souvent compactés.

Enfin, la méthode de mesure employée est également susceptible d'affecter les résultats de conductivités thermiques. La plaque chaude gardée (mesure en régime permanent) et le fil chaud (en régime transitoire) sont les principales méthodes employées pour l'évaluation de la conductivité thermique des bétons végétaux. Dans leurs travaux sur les bétons de chanvre, Seng *et al.* [2019a] constatent un écart de conductivités thermiques de 9 % : la méthode de mesure par plaque chaude gardée conduit à une valeur de conductivité inférieure à celle du fil chaud. Toutefois, en rassemblant les résultats de plusieurs auteurs, aucune tendance générale concernant l'impact de la méthode sur la mesure de conductivité thermique n'est mise en évidence [Seng *et al.* 2019a].

3.4.3. Performances mécaniques

De par la capacité élevée des granulats végétaux à se déformer, les bétons légers ont un comportement mécanique atypique comparativement aux matériaux de construction conventionnels (**Figure 1.30**). Plusieurs auteurs se sont attachés à décrire ce comportement défini comme élastoplastique [Cérézo 2005 ; Nguyen 2010 ; Dinh *et al.* 2012 ; Amziane et Arnaud 2013].

Contrairement aux bétons conventionnels, les granulats végétaux ne jouent pas le rôle de squelette solide dans un béton léger. C'est la matrice liante qui assure la cohésion du matériau et produit le squelette rigide : sous une contrainte en compression, le liant reprend la majorité des efforts. Il se déforme fortement, d'abord suivant un comportement élastique (zone I) puis, sous l'effet de la contrainte croissante, le matériau fissure et la courbe s'infléchit jusqu'à atteindre un maximum de contrainte (zone II) ; le comportement est non linéaire en déformation.

Après le pic, le liant n'assure progressivement plus aucun rôle mécanique (zone III) : il est complètement détérioré. Les particules végétales, qui se sont jusqu'alors écrasées pour s'adapter au comportement du liant compte tenu de la forte adhésion particules-liant, reprennent la majorité des efforts. Le module de rigidité des agroressources étant bien plus faible que celui du liant, la contrainte du matériau est globalement bien plus faible : la courbe décroît (zone IV).

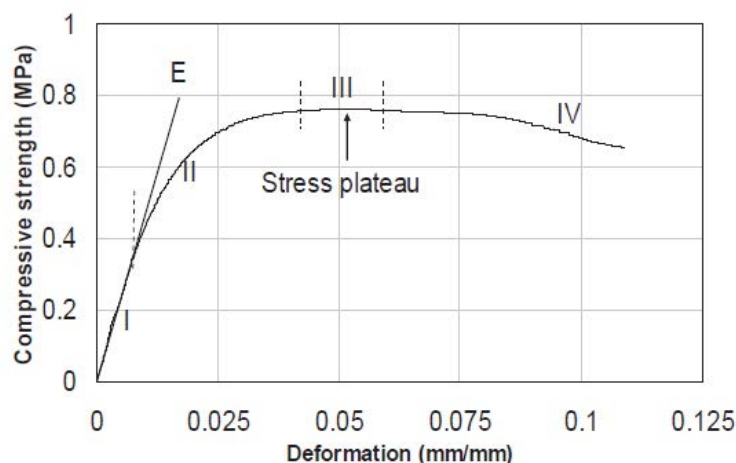


Figure 1.30. Évolution du comportement mécanique d'un béton de chanvre soumis à une contrainte en compression croissante [Dinh *et al.* 2012].

Les formulations faiblement dosées en liant font cependant exception (**Figure 1.31**) : la courbe ne présente pas de pic de contrainte même pour des déformations élevées. L'allure de la courbe pré-pic est similaire à celle des autres matériaux biosourcés avec un comportement élastoplastique jusqu'à s'infléchir (seuil de déformation aux alentours de 15 % pour les bétons de chanvre selon Cérézo [2005]). Au-delà de cette limite, la courbe recommence à augmenter et son allure est identique à celle d'un empilement de particules végétales avec une augmentation de la pente. Les particules s'écrasent et entraînent une rigidification du matériau. Une fois que la prise du liant est suffisante le matériau se comporte comme les autres formulations de béton de chanvre.

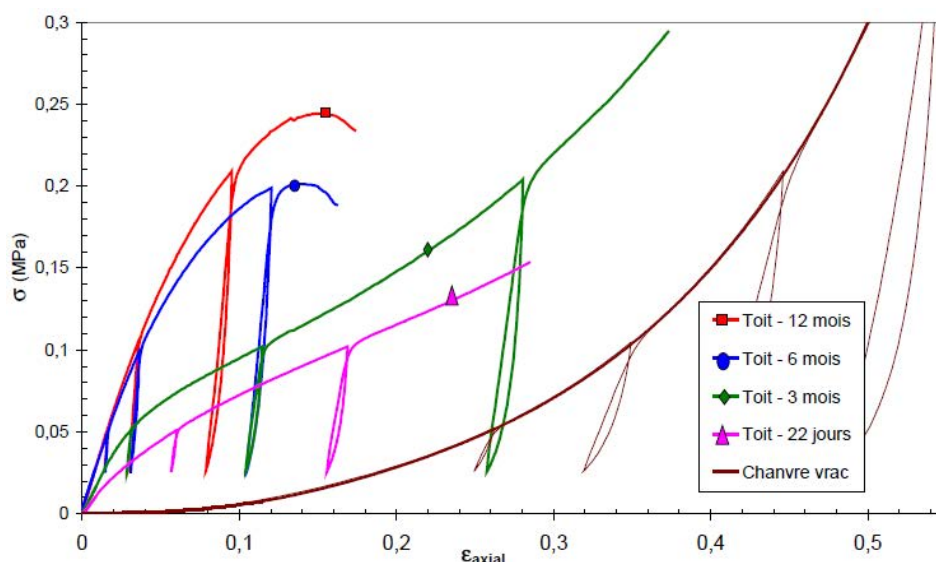


Figure 1.31. Évolution en fonction du temps des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ pour la formulation à faible dosage en liant (toit) [Cérézo 2005].

Comme le mettent en évidence les résultats disponibles dans la littérature (**Tableau 1.14**), la compressibilité élevée des bétons végétaux ne leur confère pas une capacité suffisante pour assurer une fonction porteuse. L'application de ces matériaux est donc limitée au remplissage d'une ossature porteuse, en bois par exemple.

Référence	Matériaux	Module d'Young [MPa]	Résistance en compression [MPa]
[Ahmad et Chen 2020]	béton ciment Portland - tige de maïs (grandes particules)	-	0,45
	béton ciment Portland - tige de maïs (petites particules)	-	0,83
	béton ciment Portland - tige de maïs (poudre)	-	0,87
	béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (grandes particules)	-	1,80
	béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (petites particules)	-	2,15
	béton ciment phosphomagnésien - tige de maïs (poudre)	-	1,63
[Aigbomian et Fan 2013]	béton chaux - copeaux de bois/papier	-	0,06-0,80
[Arnaud et Gourlay 2012a]	béton chaux aérienne formulée - chanvre	< 11	0,18-0,31
	béton chaux hydraulique (NHL 2) - chanvre	5-24	0,10-0,22
	béton chaux hydraulique (NHL 3.5) - chanvre	< 9	< 0,11
	béton chaux hydraulique (NHL 3.5Z) - chanvre	< 36	< 0,31
[Cérézo 2005]	béton chaux aérienne - chanvre (faible dosage en liant)	1-3	0,25
	béton chaux aérienne - chanvre (dosage en liant intermédiaire)	-	0,4-0,8
	béton chaux aérienne - chanvre (fort dosage en liant)	100-160	1,15
[Chabannes <i>et al.</i> 2014]	béton chaux - chanvre	16	0,33 ± 0,03
	béton chaux - balle de riz	28	0,48 ± 0,02
[de Bruijn <i>et al.</i> 2009]	béton chaux formulée - chanvre	12,65-28,01	0,15-0,83
	béton ciment - chanvre	49,40 ± 12,20	0,55 ± 0,09
[del Valle-Zermeño <i>et al.</i> 2016]	béton ciment phosphomagnésien - chanvre (8 %)	3,9-5,5	7,8-12,4
	béton ciment phosphomagnésien - chanvre (12 %)	1,2-2,1	2,3-5,1
	béton ciment phosphomagnésien - chanvre (16 %)	0,7-2,3	0,45-1,1
	béton ciment phosphomagnésien - chanvre (20 %)	0,3-0,4	0,2-0,7
[Elfordy <i>et al.</i> 2008]	béton projeté chaux - chanvre	4-35	0,180-0,800
[Taoukil <i>et al.</i> 2013]	béton ciment - copeaux de bois	-	7-27

Tableau 1.14. Résistances en compression maximales et modules d'Young de bétons légers.

Les granulats n'apportant aucune résistance mécanique, la nature et la quantité de liant employé constituent des paramètres déterminants dans les performances mécaniques des agrobétons. Le rôle du liant sur l'intensité et la position du pic de contrainte a été mis en évidence par Arnaud et Gourlay [2012] ainsi que par Cérézo [2005] en évaluant les performances de composites pour différents dosages en liant (**Figure 1.32**).

Le maximum de contrainte est d'autant plus marqué et élevé, et les déformations faibles, que le matériau est dosé en liant [Cérézo 2005 ; Magniont 2010 ; Nguyen *et al.* 2010 ; Arnaud et Gourlay 2012a ; Shea *et al.* 2012 ; Amziane et Arnaud 2013]. Son comportement se rapproche alors de celui de la pâte de liant seule. Dans ce cas, il imite également le comportement fragile des pâtes de liant tandis que les formulations les plus riches en agroressources sont hautement déformables et présentent par conséquent un comportement ductile (présence d'un plateau).

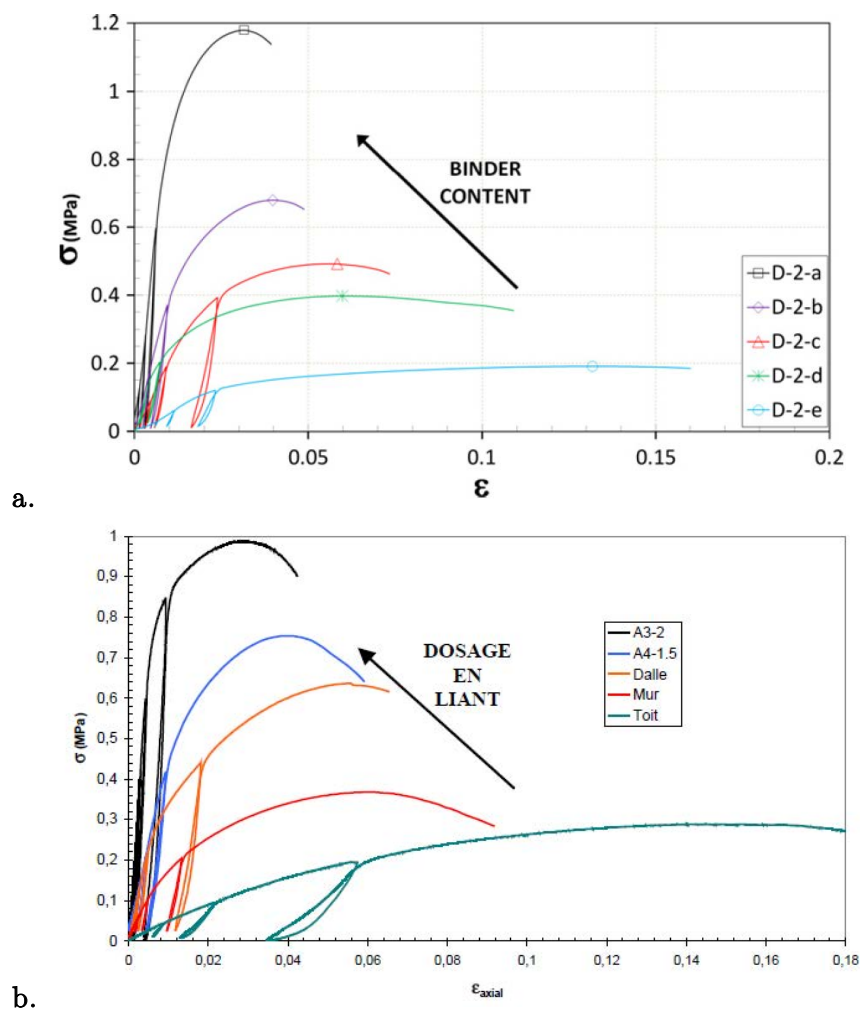


Figure 1.32. Essais de compression cycliques pour différentes formulations de béton de chanvre
(a.) [Arnaud et Gourlay 2012a], (b.) [Cérézo 2005].

Tout comme pour les pâtes de liant, la contrainte maximale et le module d'Young des agrobétons augmentent avec le temps, au fur et à mesure de la prise. Le gain en résistance est principal dans les premiers mois de cure et poursuit son évolution jusqu'à 1 an après la formulation [Magniont *et al.* 2012 ; Walker et Pavia 2014]. Au jeune âge, les hydrates ne forment pas un réseau connecté. Le comportement est ductile à cause de la présence des granulats

déformables. Avec le temps, les hydrates se connectent entre eux et créent une matrice continue dans laquelle les efforts sont transmis. Le comportement est alors de moins en moins ductile et se rapproche progressivement de celui du liant. Pour une échéance fixée, les résistances mécaniques de matériaux distincts par la nature du liant employé diffèrent en partie en raison du niveau de prise : selon les réactions de prise associées et la porosité des matériaux, les liants ont des cinétiques de durcissement différentes [Amziane et Arnaud 2013]. Černý *et al.* [2006] montrent ainsi que la présence de pouzzolane permet, par la formation de silicates et d'aluminates de calcium hydratés, une nette amélioration des résistances mécaniques à court ou moyen terme.

Les particules végétales, de par leur géométrie, leur orientation, leur capacité d'absorption et leur affinité avec la matrice liante, modulent le comportement en compression des bétons légers.

En effet, Ahmad et Chen [2020] et Arnaud et Gourlay [2012] ont montré que les particules de plus petites dimensions favorisent l'enrobage et les arrangements granulaires compacts. Les performances mécaniques sont ainsi plus élevées. Toutefois, introduites sous forme de poudre, la surface spécifique des agroressources est trop importante et la quantité de liant insuffisante pour couvrir et lier convenablement tous les granulats [Ahmad et Chen 2020]. De plus, le réseau poreux étant réduit, le dioxyde de carbone se diffuse plus lentement dans le béton, ralentissant le durcissement.

L'élongation des particules joue également sur leur orientation préférentielle lorsque soumises au compactage et sur l'anisotropie des performances mécaniques des composites. Chabannes *et al.* [2014] expliquent ainsi les écarts de contraintes maximales entre les bétons à base de balle de riz (orientation aléatoire) et ceux formulés à partir de chènevotte (orientation préférentielle dans la direction perpendiculaire à celle de compactage).

Les particules végétales ont généralement un besoin en eau élevé qui oblige à incorporer une quantité d'eau largement en excès au moment du malaxage. Il en résulte la formation, à l'état durci, d'une matrice poreuse dont les résistances mécaniques sont limitées [Magniont 2010].

Enfin, comme évoqué précédemment, des travaux ont permis de mettre en évidence les interactions fortes entre les particules végétales et les réactions de prise des liants [Walker *et al.* 2014 ; Chabannes *et al.* 2014 ; Diquélou *et al.* 2015 ; Ratiarisoa *et al.* 2016 ; Pantawee *et al.* 2017 ; Bourdot *et al.* 2018 ; Ahmad et Chen 2020]. Les études ont montré l'existence d'interactions chimiques entre les particules végétales et le liant : des composés chimiques des agroressources, les extractibles, sont solubilisés et leur présence altère le processus de prise. Au-delà des retards de prise, les bétons obtenus présentent des performances moindres.

3.5. Structures enduites

Les bétons végétaux sont rarement laissés à l'état brut dans un bâtiment. Un enduit peut être appliqué de chaque côté de la paroi afin de correspondre aux exigences esthétiques. D'autres caractéristiques performantielles peuvent également être visées. En intérieur, les bétons végétaux sont revêtus d'un enduit perméable et hygroscopique pour permettre les transferts de vapeur au sein du mur. Des enduits imperméables sont appliqués en extérieur pour garantir la protection de la paroi (soleil, UV, pluie, etc.) [Lelievre *et al.* 2014 ; Colinart *et al.* 2016].

Plusieurs auteurs se sont intéressés aux impacts générés par la présence d'un enduit sur le comportement hygrothermique d'une paroi en béton de chanvre. Trois types d'enduits ont principalement été étudiés : enduit conventionnel, enduit chaux-chanvre et enduit sable-chaux. L'effet d'un enduit en terre a également été investigué par Labat *et al.* [2016]. Des approches numériques et/ou expérimentales ont notamment permis d'évaluer l'impact de l'épaisseur et de la formulation (**Tableau 1.15**).

Référence	Nature de l'étude sur les complexes bicouche	Données matériaux
[Aït Oumeziane 2013]	simulations numériques	[WUFI [s. d.] ; Collet 2004]
[Aït Ouméziane <i>et al.</i> 2012]	simulations numériques	[Collet 2004 ; Collet <i>et al.</i> 2008 ; Chamoin 2013]
[Bart <i>et al.</i> 2014]	mesures expérimentales simulations numériques	[WUFI [s. d.] ; Bart <i>et al.</i> 2014]
[Colinart <i>et al.</i> 2016]	mesures expérimentales simulations numériques	[Colinart <i>et al.</i> 2016]
[Collet et Pretot 2014b]	mesures expérimentales	-
[Evrard 2008]	simulations numériques	[WUFI [s. d.] ; Evrard 2008]
[Labat <i>et al.</i> 2016]	mesures expérimentales simulations numériques	[Labat <i>et al.</i> 2016]
[Latif <i>et al.</i> 2015b]	mesures expérimentales	-
[Lelievre <i>et al.</i> 2014]	mesures expérimentales simulations numériques	[Lelievre <i>et al.</i> 2014]
[Maalouf <i>et al.</i> 2014]	simulations numériques	[WUFI [s. d.] ; Collet 2004]
[Samri 2008]	mesures expérimentales simulations numériques	[Samri 2008]
[Tran Le <i>et al.</i> 2010]	simulations numériques	[WUFI [s. d.] ; Collet 2004]

Tableau 1.15. Récapitulatif des travaux réalisés sur des complexes bétons végétaux/enduits.

3.5.1. Impact environnemental

La présence d'un revêtement sur une paroi n'est pas sans conséquence sur l'impact environnemental d'un mur. Dans le cas d'une paroi en béton de chanvre, Pretot *et al.* [2014] ont mis en évidence la participation relative d'un enduit intérieur de 1 cm d'épaisseur à la consommation totale en eau (6 %), au besoin en énergie primaire (2 %) et à la pollution de l'air (2 %), tout au long du cycle de vie du mur.

La matrice liante est encore une fois la matière première la plus énergivore et polluante. La nature et la quantité de liant sont donc des éléments clés dans l'évaluation de l'impact environnemental associé à une paroi. Les enduits considérés dans l'étude de Pretot *et al.* [2014] sont à base de chaux (chaux-chanvre ou sable-chaux). La production de chaux requiert une quantité importante d'énergie, nécessite une consommation d'eau importante (pour l'extinction de la chaux vive) et émet du dioxyde de carbone. Les formulations à plus faible teneur en chaux sont donc moins néfastes pour l'environnement : l'impact environnemental de l'enduit chaux-

chanvre est plus important que celui de sable-chaux, le premier étant plus dosé en chaux que le second [Pretot *et al.* 2014]. Par ailleurs, une quantité importante d'eau est nécessaire pour atteindre la consistance appropriée à l'application d'un enduit. L'ACV réalisée par Pretot *et al.* [2014] tient également compte du renouvellement de l'enduit dont l'impact est relativement faible.

3.5.2. Effet d'un enduit sur les propriétés hygriques d'une paroi en béton végétal

Les propriétés physiques des enduits étudiés sont différentes de celles des parois en béton végétal qu'ils recouvrent (**Tableau 1.16**). Le béton de chanvre est notamment plus poreux que les enduits. Il présente donc une plus faible valeur de densité, de conductivité thermique, de facteur de résistance à la vapeur d'eau et un comportement hygroscopique plus important [Colinart *et al.* 2016].

Matériau	ρ [kg/m ³]	c_p [J/(kg.K)]	λ [W/(m.K)]	μ_{sec} [-]
Béton de chanvre	450	1000	0,1	5
Enduit chaux-chanvre	930	1000	0,2	10
Enduit sable-chaux	1650	830	0,4	16

Tableau 1.16. Propriétés hygrothermiques principales du béton de chanvre projeté et des enduits de chaux caractérisés par [Colinart *et al.* 2016].

L'enduit ne met pas fin au phénomène de sorption/désorption ou d'évaporation/condensation qui permettent le stockage et le transfert de l'humidité au sein du béton végétal [Collet et Pretot 2014a]. Il préserve les propriétés respirantes des murs en béton de chanvre [Aït Ouméziane *et al.* 2012].

La cinétique d'adsorption de l'humidité est cependant modifiée : le niveau d'humidité enregistré dans l'agrobéton est plus faible lorsque le matériau est enduit à la chaux [Aït Ouméziane *et al.* 2012 ; Bart *et al.* 2014 ; Colinart *et al.* 2016].

L'enduit impacte également le transfert de vapeur d'eau à travers le mur, le phénomène de diffusion étant retardé [Bart *et al.* 2014 ; Collet et Pretot 2014b]. À la résistance à la vapeur du matériau support vient s'ajouter celle de l'enduit ; elle diminue la pression de vapeur à travers le mur.

Les potentiels de stockage et de transfert étant altérés par la présence d'un enduit, la capacité tampon hygrique d'une structure bicouche est susceptible de diminuer. Colinart *et al.* [2016], Maalouf *et al.* [2014] et Tran Le *et al.* [2010] ont montré que la mise en œuvre d'un matériau moins hygroscopique à la surface d'une paroi en béton végétal abaisse les échanges de vapeur entre le mur et l'ambiance à l'intérieur de la pièce. L'aptitude de la paroi à atténuer les variations ambiantes d'humidité relative est ainsi diminuée : la différence d'hygrométrie ambiante est de 5-8 %, entre une pièce avec des parois en béton de chanvre brut et une pièce avec des parois enduites (**Figure 1.33**) [Tran Le *et al.* 2010 ; Maalouf *et al.* 2014].

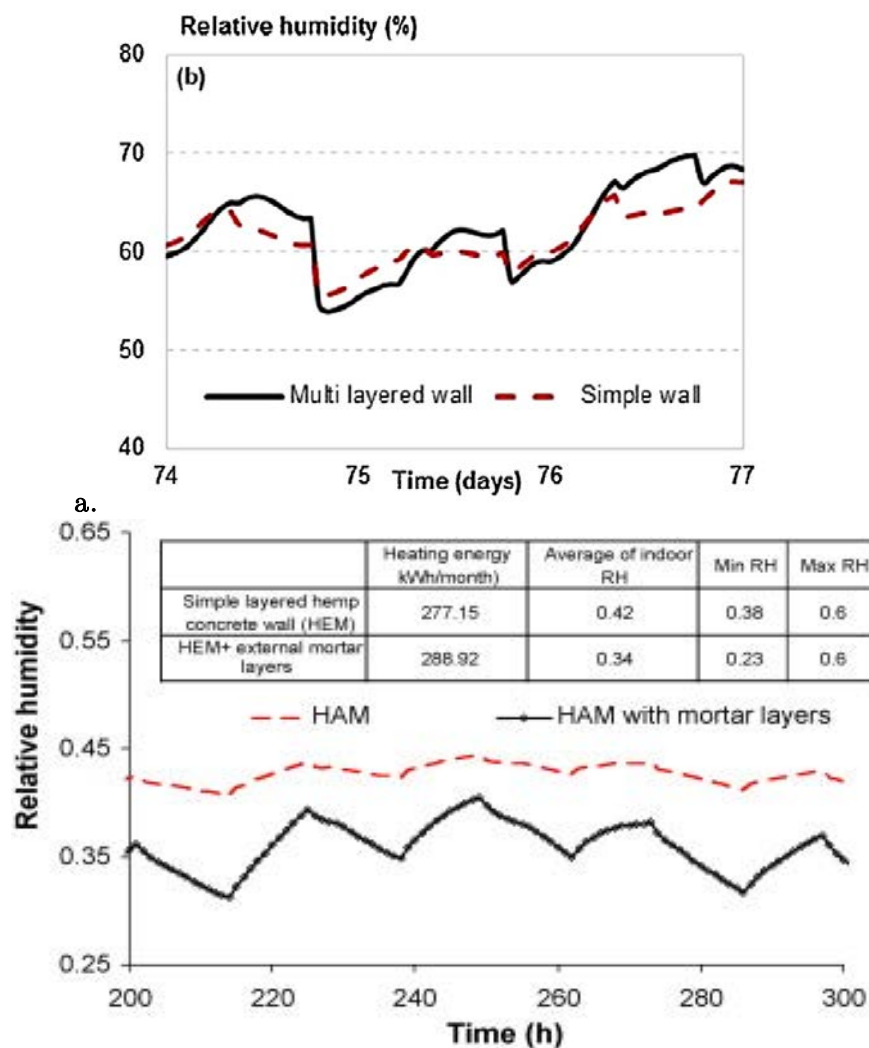


Figure 1.33. Humidités relatives ambiantes pour une paroi brute et enduite de béton de chanvre selon (a.) [Maalouf *et al.* 2014] et (b.) [Tran Le *et al.* 2010].

Les travaux de Latif *et al.* [2015b] nuancent toutefois ce constat. Selon les auteurs, l'ajout d'un enduit chaux de 18 mm ne réduit pas significativement la valeur de MBV du béton chaux-chanvre. L'enduit ne compromet pas la capacité hydrique de la paroi biosourcée qui reste excellente. Les simulations numériques de Evrard et De Herde [2010] sur un béton de chanvre étudié par Evrard [2008] semblent également aller dans ce sens (**Tableau 1.17**).

Référence	MBV paroi brute [g/(m ² .% HR)]	MBV paroi enduite [g/(m ² .% HR)]	Écart de MBV en présence d'un enduit par rapport à la paroi brute [%]
[Colinart <i>et al.</i> 2016]	1,9	1,2	-37
[Collet et Prétot 2012]	2,14	1,08 sable-chaux 1,82 chaux-chanvre	-50 -15
[Evrard 2008 ; Evrard et De Herde 2010]	2,15	2,11	-2
[Latif <i>et al.</i> 2015b]	3,47	3,21	-7

Tableau 1.17. Effet d'un enduit sur la valeur de capacité tampon hygrique d'une paroi en béton de chanvre.

3.5.3. Effet d'un enduit sur les propriétés thermiques d'une paroi en béton végétal

D'un point de vue thermique, le comportement d'une paroi en béton de chanvre soumise à un gradient de température est modifié en présence d'un enduit (**Figure 1.34**).

La réponse du mur est légèrement retardée par rapport à une paroi brute [Colinart *et al.* 2013]. Elle suit toutefois globalement la même évolution temporelle et spatiale que le matériau support. Ce faible écart de comportement s'explique par l'épaisseur de l'enduit (quelques centimètres seulement) et sa faible résistance thermique [Colinart *et al.* 2013].

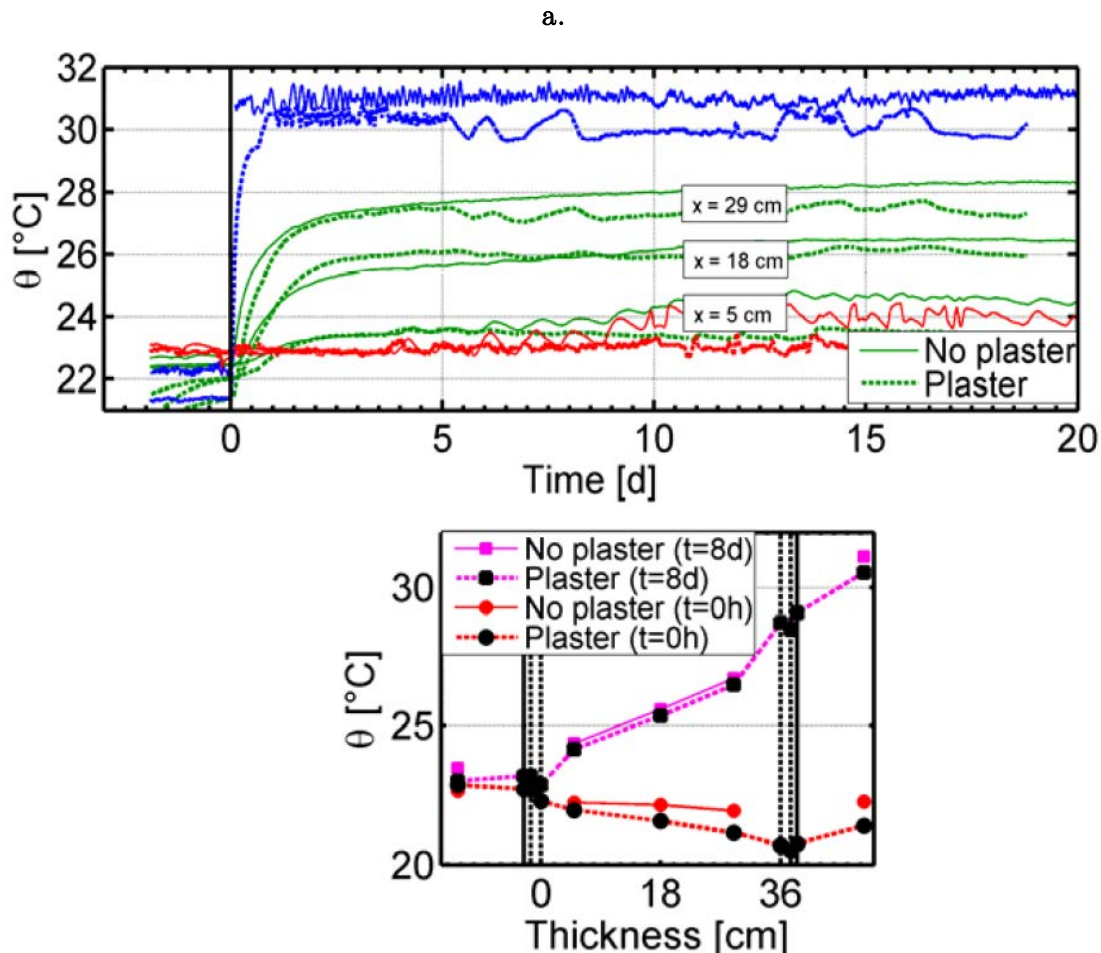


Figure 1.34. Résultats expérimentaux pour une paroi en béton de chanvre brute (lignes) et enduite (pointillés) soumise à un gradient de température et d'humidité. La réponse temporelle (**a.**) et spatiale (**b.**) en température est représentée [Colinart *et al.* 2013].

D'autre part, l'enduit chaux-chanvre est plus lourd que le béton de chanvre. Les variations de températures ambiantes sont donc légèrement atténuées ($-0,4$ °C d'amplitude en moyenne selon [Maalouf *et al.* 2014]).

3.5.4. Influence de l'épaisseur et de la formulation de l'enduit sur le comportement hygrique d'une paroi bicouche

Le type et l'épaisseur d'enduit ont été identifiés comme des paramètres clés dans la préservation des propriétés hygriques des bétons de chanvre [Bart *et al.* 2014]. Ils conditionnent activement le transport et le stockage d'humidité au sein du béton de chanvre. Afin de ne pas compromettre les transferts thermohydriques et mettre à défaut les capacités régulatrices des agrobétons, une attention particulière doit être portée à la définition de ces paramètres [Aït Ouméziane 2013].

Influence de l'épaisseur

L'épaisseur de l'enduit joue un rôle fondamental dans la capacité de la paroi à capter, transférer et stocker l'humidité. L'enduit étant plus résistant à diffuser la vapeur d'eau que les agrobétons, augmenter son épaisseur induit une baisse de la teneur en eau dans le béton de chanvre (**Figure 1.35**) [Aït Ouméziane *et al.* 2012 ; Bart *et al.* 2014]. Aït Ouméziane *et al.* [2012] ont ainsi montré qu'à 8 cm de la surface de la paroi, un enduit de chaux de 5 cm abaissait l'humidité à 45 % contre 47 % pour un enduit de 3 cm.

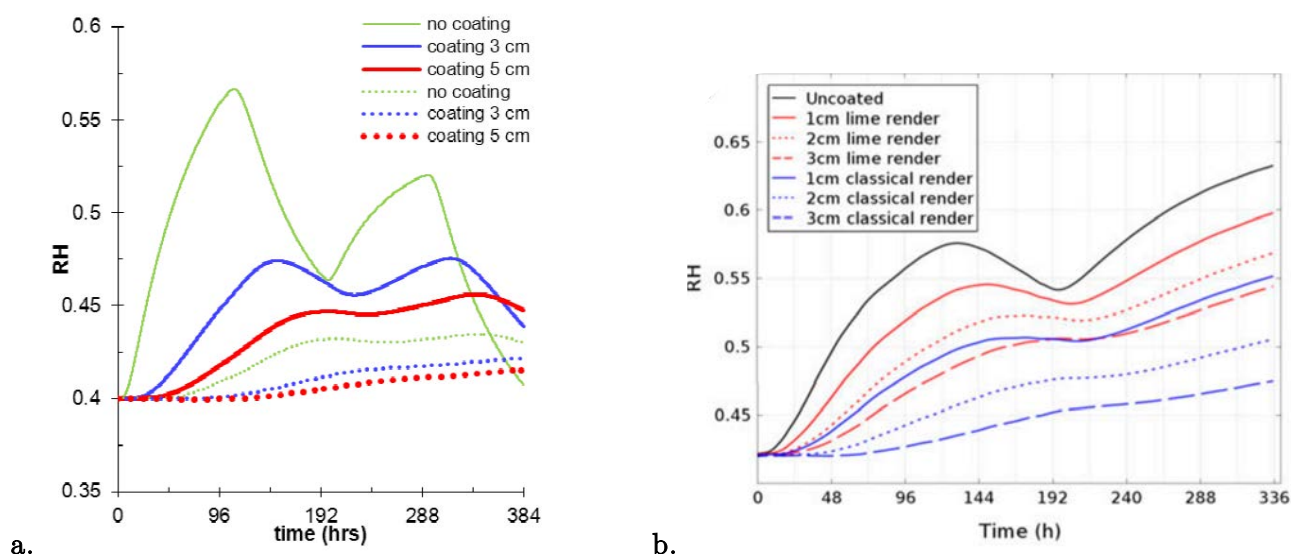


Figure 1.35. Humidités relatives enregistrées dans le béton de chanvre (a.) à 8 cm (traits pleins) et 22 cm (pointillés) de la surface par [Aït Ouméziane *et al.* 2012] et (b.) à 22 cm de la surface par [Bart *et al.* 2014].

En considérant une paroi multicouche dans son ensemble, Bart *et al.* [2014] mettent en évidence le fait que l'accumulation de l'humidité dans la structure est plus importante lorsque l'enduit de chaux est épais. Pour un mur revêtu d'un enduit classique, l'effet de l'épaisseur du revêtement n'est pas si évident. La quantité totale d'eau est la même dans la paroi, pour des épaisseurs de 1 à 3 cm [Bart *et al.* 2014]. La répartition de l'eau dans les couches de la paroi est néanmoins affectée par l'épaisseur de l'enduit (**Figure 1.36**) : pour une formulation d'enduit donnée, la hausse de l'épaisseur abaisse la quantité d'eau dans le béton de chanvre. L'enduit participe donc largement au captage et au stockage de l'humidité ambiante.

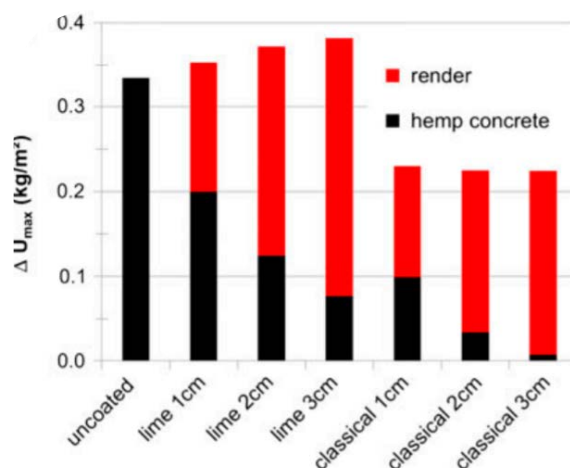


Figure 1.36. Teneurs en eau accumulées dans la paroi en phase de sorption [Bart *et al.* 2014].

Bart *et al.* [2014] et Labat *et al.* [2016] ont mis en évidence l'existence d'une épaisseur critique au-delà de laquelle ni l'épaisseur d'enduit ni la nature du support d'application ne jouent un rôle dans la capacité d'atténuation des variations hygriques intérieures.

Pour Labat *et al.* [2016], cette épaisseur correspond à la profondeur de pénétration, c'est-à-dire la profondeur à laquelle les variations d'humidité ne représentent pas plus de 1 % des variations présentes à la surface du matériau. De leur côté, Bart *et al.* [2014] définissent une épaisseur tampon active. Il s'agit de l'épaisseur du mur qui participe au stockage de 80 % de l'humidité totale de la paroi au bout de 96 h.

Ces épaisseurs critiques dépendent de la nature de l'enduit mis en œuvre. Pour les enduits de chaux, l'épaisseur de la couche tampon active de la paroi diminue linéairement avec l'augmentation de l'épaisseur d'enduit, jusqu'à ce qu'elle soit égale à l'épaisseur d'enduit appliqué. Pour une formulation conventionnelle, le processus d'atténuation des variations hygriques se produit quasi-exclusivement dans la couche d'enduit au-delà de 1 cm d'épaisseur. Dans le cas d'un enduit à la chaux, le béton de chanvre est impliqué dans la capacité tampon de la paroi tant que l'enduit est plus fin que 3 cm [Bart *et al.* 2014].

En considérant trois assemblages de mur enduits (mur conventionnel, terre-paille et béton de chanvre), Labat *et al.* [2016] montrent que le support n'a aucun effet significatif sur l'atténuation des variations hygriques dès lors que l'épaisseur de l'enduit appliqué à sa surface est supérieure à la profondeur de pénétration. Ainsi, les simulations numériques de Labat *et al.* [2016] indiquent que, pour un enduit à la chaux, au-delà de 10 mm l'écart, d'amplitude de l'hygrométrie ambiante entre les trois assemblages de mur est inférieur à 1 %. Il convient de noter que ces résultats sont entièrement dépendant des propriétés conférées aux matériaux (i.e. des données d'entrée employées).

Influence de la formulation

Du fait de leur plus forte porosité et plus faible densité, les enduits chaux-chanvre garantissent une meilleure conductivité thermique que les enduits conventionnels et les chaux-plâtre [Aït Oumeziane 2013 ; Colinart *et al.* 2016].

Les caractéristiques physiques des enduits confèrent également une plus faible hygroscopicité et perméabilité aux formulations sable-chaux qu'aux enduits chaux-chanvre [Aït Oumeziane 2013 ; Colinart *et al.* 2016]. De la même manière, les enduits conventionnels sont moins hygroscopiques que ceux à base de chaux [Aït Oumeziane 2013 ; Bart *et al.* 2014]. Ainsi, l'enduit chaux-chanvre ne limite que très peu le transport d'humidité d'une paroi en béton de chanvre. L'atténuation des variations hygriques est également plus prononcée à l'intérieur de la paroi en béton de chanvre pour des enduits de plus forte résistance à la vapeur d'eau (**Figure 1.37**) [Bart *et al.* 2014].

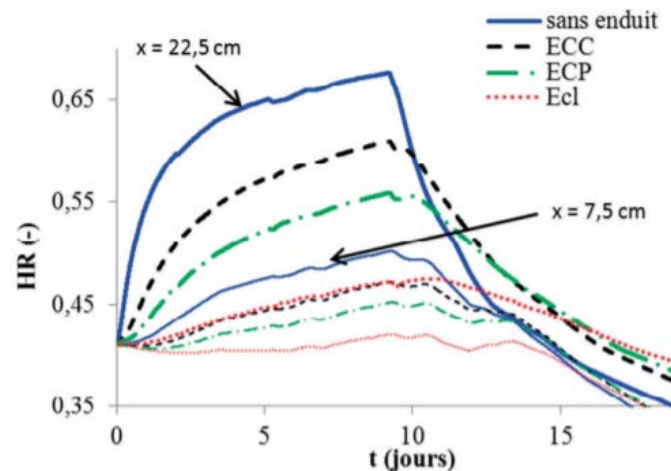


Figure 1.37. Distributions d'humidité relative à 7,5 cm (traits fins) et 22,5 cm (traits gras) pour quatre assemblages différents : béton de chanvre sans enduit, avec un enduit chaux-chanvre (ECC) ; avec un enduit chaux-plâtre (ECP) et avec un enduit conventionnel (Ecl) [Aït Oumeziane 2013].

D'un point de vue dynamique, Aït Oumeziane [2013] note tout d'abord qu'un enduit conventionnel déphase légèrement les cinétiques de sorption de l'agrobéton. En termes de capacité tampon hygrique, la valeur du MBV d'un béton de chanvre est plus ou moins réduite selon l'enduit appliqué [Collet et Pretot 2012]. Le MBV diminue quasiment de moitié lorsqu'un enduit chaux-sable recouvre un béton de chanvre. Pour les enduits chaux-chanvre, la valeur de MBV est réduite dans une moindre mesure. Ces écarts de comportement s'expliquent par la nature de la structure poreuse des matériaux, fermée dans le premier cas, ouverte dans le second.

Parmi les différents enduits appliqués et caractérisés, Labat *et al.* [2016] montrent que les plus faibles amplitudes d'hygrométrie ambiante sont obtenues pour les parois recouvertes d'un enduit terre (amplitude de 9 % contre 12 à 15 % pour des enduits de chaux). L'amplitude d'humidité relative intérieure semble de ce fait pouvoir être gérée efficacement avec un enduit fin de terre. Les revêtements en terre présentent ainsi les meilleures performances en termes de capacité tampon hygrique, de confort et de consommation énergétique [Liuzzi *et al.* 2013 ; Labat *et al.* 2016]. Cette formulation d'enduit apparaît comme prometteuse et devrait donc être privilégiée pour le parement de parois en béton végétal.

4. Enduits terre crue

La terre crue est un des matériaux de construction les plus anciens au monde. Cette technique constructive est apparue pour la première fois il y a 9 000-10 000 ans avec le développement de l'agriculture et des bâtiments sédentaires [Jaquin 2012]. La terre a été utilisée à travers le monde pendant des milliers d'années, comme en témoignent la Grande Muraille de Chine, la ville de Shibam au Yémen ou encore le patrimoine français (composé à 15 % en terre porteuse).

Ce matériau a finalement été abandonné en Europe au cours des XIX^{ème} et XX^{ème} siècles, plus particulièrement au sortir de la Seconde Guerre mondiale, au profit de matériaux nécessitant moins de main-d'œuvre.

Aujourd'hui, la sauvegarde du patrimoine, d'une part, et la pertinence de l'emploi des ressources en matériaux, savoirs et savoir-faire localement disponibles, d'autre part, imposent de reconsidérer le matériau terre comme une alternative économique, écologique et performante. La terre comme matériau de construction offre une grande souplesse d'adaptation aux exigences contemporaines.

4.1. Matériau terre

4.1.1. Origine de la matière première

Les sols sont des matériaux meubles issus de l'altération profonde des roches de la croûte terrestre. Au contact de l'atmosphère et sous l'influence de processus physiques (variations climatiques), chimiques (réactions en présence d'eau et d'oxygène) et biologiques (interactions avec les racines des plantes et actions de micro-organismes), la roche-mère se dégrade aboutissant à la formation d'une couche géologique superficielle [Minke 2006 ; Ouedraogo 2019]. Cette dernière se décline en plusieurs horizons pédologiques.

Pour la construction, les professionnels utilisent avant tout une terre minérale, appauvrie en matières organiques, principalement présente sous les premières couches de sol [ARESO *et al.* 2018].

Conscients des enjeux économiques et environnementaux, de plus en plus d'acteurs de la construction cherchent à valoriser les terres d'excavation de chantiers. C'est le cas notamment de la Société du Grand Paris qui a mis en place des missions d'assistance à maîtrise d'ouvrage dédiées à la gestion et à la valorisation des 40 à 43 millions de tonnes de déblais engagés par la construction du Grand Paris Express

Par ailleurs, les fines de lavage présentent un fort potentiel de valorisation dans le secteur de la construction en terre. Les fines de lavage sont, au même titre que les morts-terrains (terres végétales liées au décapage du site d'exploitation) des sous-produits de la fabrication de granulats en carrière. Lors du minage et du concassage des granulats, des particules fines se déposent sur les roches. Ces particules excédentaires sont récupérées lors du lavage des granulats, étape nécessaire pour répondre aux spécifications sur la propreté des matériaux. Lors du lavage des granulats, l'eau impropre est récupérée, traitée par décantation pour extraire la portion de

matière minérale et rejetée dans le milieu naturel. Les particules fines ainsi obtenues présentent une grande variabilité de leurs propriétés physique, chimique et minéralogique.

Les boues de lavage sont donc stockées dans des bassins de décantation et faiblement valorisées [Flament 2013]. Pourtant, les caractéristiques de ces fines s'apparentent à celle d'un sol fin, d'une terre. Au même titre, plusieurs études ont ainsi employé cette ressource pour le développement de matériaux de construction [Flament 2013 ; Rojat *et al.* 2016 ; Alhaik 2017 ; Mazhoud *et al.* 2017 ; Laborel-Préneron *et al.* 2017b, 2018 ; Giroudon *et al.* 2019 ; Ouedraogo *et al.* 2020].

4.1.2. Composition

Le sol est une matière divisée, faite de grains ; c'est un mélange complexe, dans des proportions variables, de granulats minéraux plus ou moins grossiers (cailloux, graviers, sables, limons et argiles) [Voïnovitch 1971]. La classification granulométrique communément adoptée est présentée par la **Figure 1.38**.

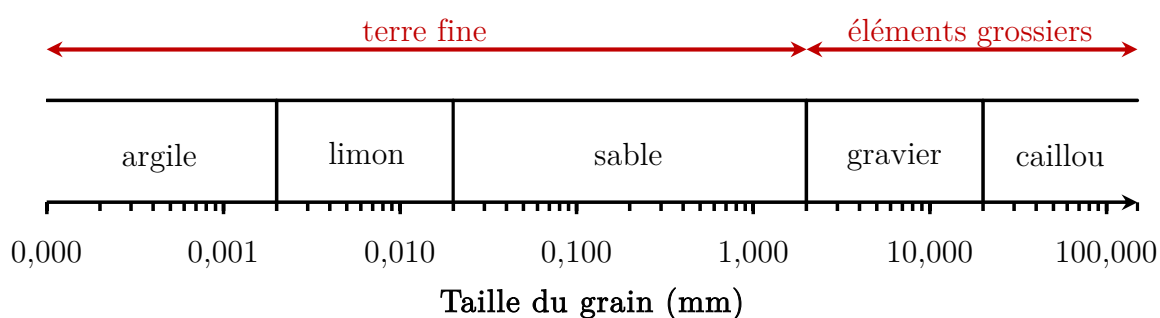


Figure 1.38. Classification granulométrique.

Les particules les plus fines de la terre, les argiles, se différencient des autres grains par leur taille et leur forme. Dans leur définition granulométrique, les argiles correspondent à la fraction de sol inférieure à 2 μm . Elles contiennent généralement un mélange d'argiles au sens minéralogique (phyllosilicates hydratés), d'oxydes de fer, d'aluminium et de silicium [Anger 2011].

Les argiles minéralogiques sont des phyllosilicates c'est-à-dire des silicates cristallisés sous forme de feuillets : les unités structurales tétraédriques, SiO_4 , sont enchaînées dans un espace à deux dimensions et constituent des couches structurales tétra et octaédriques dont l'association forme le feuillet [Voïnovitch 1971].

D'une variété à l'autre, la structure cristalline est différente et la présence en faible ou grande quantité de défauts conduit à des densités de charge surfacique très différentes selon le type d'argile considéré. Ces feuillets vont alors se structurer dans l'espace de manière très diverse et adopter des comportements variés en fonction de l'état de dispersion ou d'agrégation des feuillets [Anger 2011].

Il existe cinq grands groupes structuraux d'argiles définis par leur mode d'association des couches structurales, d'une part, et par le degré d'occupation des sites de la couche octaédrique, d'autre part. Le **Tableau 1.18** présente les caractéristiques de cinq argiles courantes :

- la formule chimique ;

- l'épaisseur réelle du feuillet, variable suivant les modes d'empilement, suffisant à elle seule à déterminer le nombre et la nature des couches structurales constitutives ;
- le schéma structural des minéraux ;
- la couche concernée par la substitution de cations constitutifs de certains sites du réseau par d'autres, de valence plus faible ;
- les équidistances entre feuillets qui peuvent varier par interposition de molécules d'eau ou d'ions échangeables, traduisant la capacité expansive des argiles ;
- la capacité d'échange cationique (CEC), mesurant la faculté d'une argile à retenir et échanger des cations.

À la grande finesse des argiles sont associées des propriétés colloïdales : au contact de l'eau, la fraction fine de la terre présente un comportement semblable à celui des colles. Des ponts capillaires sont induits par la rencontre des grains, de l'eau et de l'air. En minimisant sa surface de contact avec l'air et en maximisant celle avec les grains d'argile, l'eau rapproche les feuillets et les maintient proches. La petitesse des particules d'argile leur confère des masses insignifiantes ; ce sont alors les propriétés de surface qui sont prépondérantes. Le nombre de ponts capillaires qui se forment entre les argiles d'une terre est ainsi plus important et la résistance de ces ponts capillaires additionnés dépasse amplement celle des autres grains.

La fraction argileuse joue ainsi le rôle de matrice liante : elle enrobe les grains de taille supérieure et les tient ensemble assurant la cohésion entre les différents grains de sable et de limon [Stazi *et al.* 2016]. Le sable et les limons constituent la charge du composite : ils apportent la rigidité au matériau [Anger 2011]. Afin d'obtenir un squelette granulaire compact et résistant, des particules de limon et de sable peuvent être introduites au mélange [Stazi *et al.* 2016].

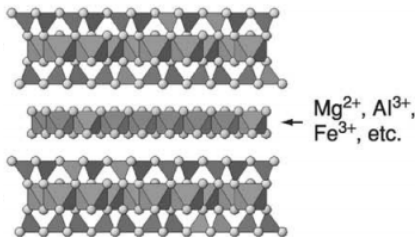
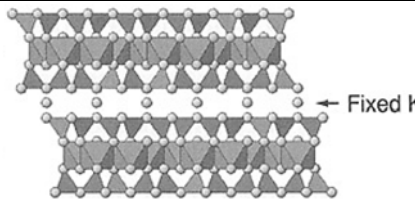
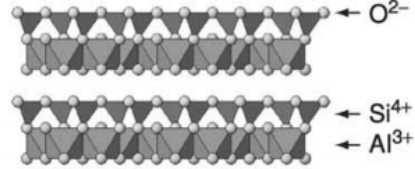
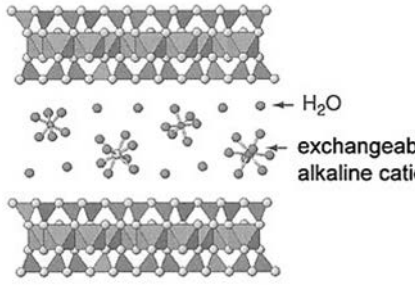
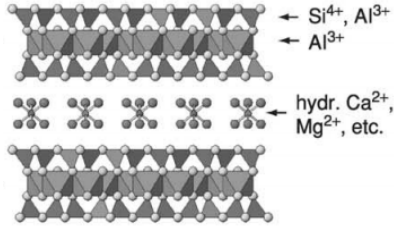
Minéral argileux	Formule générale	Épaisseur réelle du feuillet [Å]	Schéma structural des minéraux	Substitution	Équidistance	CEC [cmol ⁺ /kg]
Chlorite	$(\text{Mg}_{2,5}\text{Al}_{0,5}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ $(\text{Mg}_{2,5}\text{Al}_{0,5})(\text{OH})_6$	14 (2/1/1)		sans	chlorite vraie : stable	10-40
					chlorite gonflante : variable	
Illite	$\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$	10 (2/1)		couche tétraédrique	stable	10-40
Kaolinite	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	7 (1/1)		sans	stable	3-18
Montmorillonite	$(\text{Al}_{1,7}\text{Mg}_{0,2})\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ $\text{Na}_{0,3}(\text{H}_2\text{O})_x$	10 (2/1)		couche octaédrique	variable	60-150
Vermiculite	$\text{Mg}_3(\text{Si}_{3,4}\text{Al}_{0,6})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ $\text{Mg}_{0,3}(\text{H}_2\text{O})_x$	10 (2/1)		couches tétraédrique ou octaédrique	variable	100-215

Tableau 1.18. Caractéristiques de cinq minéraux argileux courants [Voïnovitch 1971 ; Schulze 2005 ; Huggett 2015 ; Adams *et al.* 2016].

4.2. Construire en terre

4.2.1. Intérêts environnementaux et sociaux

La terre est un matériau plébiscité par un nombre croissant d'acteurs de la construction au regard de son cycle de vie notamment [Venkatarama Reddy et Jagadish 2003 ; Shukla *et al.* 2009 ; Praseeda *et al.* 2014 ; Melià *et al.* 2014 ; Christoforou *et al.* 2016 ; Arrigoni *et al.* 2017 ; Fernandes *et al.* 2019].

Tout comme les agroressources, la terre est une matière première disponible localement, potentiellement issue des activités de terrassement et de fondation. La production des matériaux pouvant être réalisée directement sur chantier, les distances de transport pour l'acheminement des matériaux des sites d'extraction aux sites de production sont minimisées.

La transformation de la matière en matériau repose sur des traitements simples et ne nécessite, de ce fait, que très peu d'eau et d'énergie. Les matières premières sont uniquement extraites, tamisées et mélangées à température ambiante par opposition au ciment ou à la chaux qui requièrent une élévation de température importante (jusqu'à 1450 °C pour la production de clinker) : son énergie grise est minime.

Les techniques de la construction en terre sont peu, voire pas du tout, mécanisées. Cette démarche de sobriété est en parfaite cohérence avec une progression du savoir-faire et de l'emploi localisés.

Durant toute la phase d'exploitation du bâtiment, la réversibilité des matériaux en terre crue rend les réparations et reprises aisées. De plus, les qualités de modération des variations hygrothermiques de la terre crue permettent une réduction des consommations énergétiques ainsi qu'une amélioration du confort et de la santé des occupants (capacité tampon hygrique, acoustique, qualité de l'air intérieur).

En fin de vie, le matériau terre (non-stabilisé par un liant minéral faisant prise par réaction d'hydratation ou de carbonatation) est recyclable. Contrairement au ciment et à la chaux, l'argile ne subit pas de transformation chimique lors du processus de séchage. Les liaisons d'un matériau terre sont donc réversibles ; les terres peuvent être humidifiées et retravaillées indéfiniment. Elles peuvent également retourner à la terre. La quantité de déchets générée par ce mode de construction est ainsi très limitée.

4.2.2. Techniques de construction

Selon sa granulométrie et son état hydrique, la terre peut être mise en œuvre dans une construction selon plusieurs techniques (**Figure 1.39**). Le pisé, la bauge ou encore la terre coulée permettent de construire des murs monolithiques porteurs. D'autre part, des murs peuvent être montés à partir de petits éléments, des briques formées ou moulées, maçonnées à l'aide d'un mortier de terre (adobes, briques de terre comprimées ou extrudées). La terre crue est également employée pour des techniques de remplissage. Non porteuse, elle est alors associée à une ossature porteuse en bois. Le torchis et la terre allégée en sont deux techniques.

En plus de ces éléments de structure et de remplissage, la terre crue est utilisable comme matériau de finition, pour donner à une paroi brute (maçonnée, en paille, en béton végétal ou autre) une surface plane et uniforme. Outre l'aspect esthétique, des caractéristiques performantielles telles que la protection au feu, l'étanchéité à l'air, ou encore l'atténuation des variations hygriques peuvent être visées.

L'absence de liant à prise hydraulique, les modes de séchage dus à la présence des argiles et, pour les enduits fibrés, l'anisotropie issue de l'orientation des fibres à la mise en œuvre rendent inadaptés les protocoles d'essai conventionnels [Rojat *et al.* 2014]. En dehors des caractéristiques d'adhérence et de fissuration, peu d'auteurs s'interrogent sur le comportement hygrothermique et mécanique des enduits à base de terre. Ce rôle de parement qui lui est dévolu et qui n'implique pas nécessairement des performances élevées, est responsable du faible intérêt des chercheurs pour les propriétés d'usage des enduits à base de terre. Cet état de fait est également à l'origine du faible nombre de textes normatifs ou règlementaires sur le sujet.

En France, un guide de bonnes pratiques pour la construction en terre crue a été publié en 2018 [ARESO *et al.* 2018]. Rédigé par la confédération nationale de la construction en terre crue (fédération des associations de professionnels de la terre crue) sur commande de la Direction de l'Habitat, de l'Urbanisme et des Paysages du Ministère de la Transition écologique et solidaire pour soutenir le développement de la filière, ce texte donne un cadre aux techniques de construction les plus courantes dont les enduits font partie. Il cible la qualité à atteindre dans une construction en terre crue sans décrire les moyens techniques pour atteindre ces performances. Les règles professionnelles donnent par ailleurs des solutions techniques à appliquer pour mener à bien un chantier. Deux règles professionnelles existent en 2020 : une sur les enduits sur supports composés de terre crue [FFB *et al.* 2012], l'autre sur les enduits appliqués sur les bottes de paille [RFCP 2018].

À ce jour, aucune norme européenne ou française n'encadre la caractérisation d'enduits à base de terre. À l'étranger, une norme allemande permet la caractérisation complète d'enduits prêts à l'emploi à base de terre [DIN 2013]. Cette norme s'appuie essentiellement sur les protocoles associés aux enduits conventionnels (EN NF 1015 [AFNOR 1999]), à base de liants hydrauliques avec certaines adaptations pour tenir compte des spécificités des enduits à base de terre. En l'absence d'autre document normatif, elle sert donc de référence pour la caractérisation à l'état frais comme durci d'enduits à base de terre pour de nombreux auteurs.



Figure 1.39. Techniques de construction en terre : (a.) pisé, (b.) blocs de terre comprimés, (c.) adobe, (d.) terre coulée [Van Damme et Houben 2017].

4.3. Formulation et mise en œuvre

4.3.1. Formulation

Un enduit en terre crue est composé d'une terre fine argileuse. Comme indiqué précédemment, l'argile contenue dans la terre joue le rôle de liant. Seule, elle assure la cohésion entre les grains qui forment, eux, le squelette. Toutefois, un enduit trop argileux a tendance à fissurer et à se décoller du support alors qu'un enduit peu argileux est moins résistant à l'abrasion [Schroeder

2016]. Une juste proportion de chacun des constituants doit donc être trouvée. Au besoin, sont ainsi ajoutés du sable, qui limite les variations dimensionnelles du matériau au cours du séchage, ou des fibres, qui arment l'enduit, pour réduire les risques de fissuration.

La consistance d'un sol fin varie considérablement avec sa teneur en eau. Sec, le matériau se comporte comme un arrangement de grains solides, sans aucune cohésion entre eux. En ajoutant de l'eau, les propriétés colloïdales des argiles sont activées : l'eau permet, par la formation de ponts capillaires, de rapprocher les grains de la terre et de les maintenir proches. Les ponts capillaires sont induits par la rencontre des grains, de l'eau et de l'air. Cet état plastique permet de travailler la terre et de satisfaire aux exigences d'ouvrabilité à l'état frais. Pour des teneurs en eau élevées, la terre se comporte comme un liquide. La quantité d'air dans le matériau est insuffisante pour former des ponts capillaires ; les grains sont noyés dans l'eau et se décollent les uns des autres. L'état hydrique de la terre est donc à prendre en compte dans la définition de la technique de mise en œuvre (**Tableau 1.19**).

Sec	Humide	Plastique	Visqueux	Liquide
se découpe, se creuse, se pulvérise	se compacte par à-coups, se comprime lentement	se façonne, se moule, se démoule	s'enduit	se coule, se projette, se pompe

Tableau 1.19. États hydriques de la terre [ARESO *et al.* 2018].

À la différence des enduits courants, l'enduit en terre a comme unique liant les argiles. La cohésion et le durcissement du liant se produisent par séchage uniquement. Le séchage consiste en l'évacuation de l'eau libre du matériau. Sans prise chimique, le durcissement est réversible. Les cinétiques de séchage des matériaux terre sont fortement dépendantes des conditions de cure et des caractéristiques du mortier frais : support d'application, température, humidité relative, vitesse d'air, nature et proportion des argiles, addition ou stabilisation, état hydrique initial et épaisseur de l'enduit.

4.3.2. Mise en œuvre

L'enduit peut être appliqué en une ou plusieurs couches, d'une épaisseur déterminée, selon le support d'application et les fonctions visées [ARESO *et al.* 2018].

Un enduit monocouche, défini comme un enduit de finition, est appliqué sur une surface rugueuse et doit suivre la planéité du support sans variation d'épaisseur.

Dans le cas d'un enduit multicouche, la première épaisseur de mortier, le gobetis, est appliquée en couche mince pour régulariser la porosité du support et assurer l'accrochage des couches ultérieures de l'enduit. Le corps d'enduit est ensuite appliqué sur la couche d'accroche. Cette couche répond aux caractéristiques géométriques exigées pour l'enduit fini : planéité, aplomb, épaisseur, rectitude des arrêtes, arrondis, etc. L'état final de surface du corps d'enduit doit permettre une accroche suffisante de la troisième et dernière couche, la couche de finition.

La bonne tenue d'un enduit repose par ailleurs sur le choix et une préparation adaptée du support [ARESO *et al.* 2018]. Les enduits en terre crue s'emploient principalement sur des supports composés de terre crue (architecture vernaculaire principalement) ou en paille. La compatibilité d'un enduit avec son support d'application peut être estimée sur la base des valeurs de module d'Young de chacun des composants [Hamard *et al.* 2013]. Si la différence entre les modules d'élasticité de chacun des matériaux est trop importante, les contraintes induites par une surcharge, des variations de température ou d'humidité sont susceptibles d'engendrer des déformations différentielles entre l'enduit et le mur, conduisant à la dégradation de la paroi.

Ce type de revêtement s'applique par voie humide, à l'état visqueux. Cet état permet une application aisée à la main, à la taloche, à la truelle ou encore à la lisseuse. Il peut être mis en œuvre par projection mécanique. Pour satisfaire aux exigences de mise en œuvre, l'état hydrique du matériau doit donc être ajusté.

Aucune réglementation européenne n'existant à ce jour sur les mortiers d'enduits en terre crue, de nombreux auteurs s'appuient sur la norme allemande DIN 18947 [DIN 2013] pour fixer la teneur en eau adaptée à la mise en œuvre des mortiers terre. Cette dernière, conforme aux exigences des mortiers de maçonnerie [AFNOR 1999], recommande une consistance de 175 ± 5 mm à l'essai d'étalement. À cette mesure de consistance, correspond une teneur en eau généralement comprise entre 15 et 25 % d'eau (**Tableau 1.20**). Les valeurs de la littérature prêtent parfois à confusion dans la mesure où elles ne traduisent pas systématiquement la teneur en eau réellement présente dans le mortier à l'état frais mais seulement de la quantité d'eau apportée aux matériaux déjà humides. Ces propriétés à l'état frais ainsi que la cinétique de séchage influent sur les propriétés définitives de l'enduit qui ne sont atteintes qu'une fois le mortier posé et durci.

Référence	Teneur en eau [% massique]	Consistance [mm]
[Delinière <i>et al.</i> 2014]	16,8-20,5	160 - 185
[Emiroğlu <i>et al.</i> 2015]	35	-
[Fabbri <i>et al.</i> 2017]	24-30	-
[Faria <i>et al.</i> 2016]	$20,1 \pm 0,1$	$178,8 \pm 2,5$
	$19,4 \pm 0,3$	$182,3 \pm 2,5$
[Gomes <i>et al.</i> 2018]	-	159-177
[Hamard <i>et al.</i> 2013]	20-27	-
[Lima <i>et al.</i> 2016]	11,6-13,3	162,3 - 173,2
[Lima <i>et al.</i> 2019]	12,8-21,3	165,2-173,2
[Lima et Faria 2016]	12,8-16,7	162,8 - 174,6
[Randazzo <i>et al.</i> 2016]	20-25	-
[Santos <i>et al.</i> 2017]	-	151,5 - 192,5
[Santos <i>et al.</i> 2019]	$20,1 \pm 0,1$	$178,8 \pm 2,8$

Tableau 1.20. Caractéristiques des mortiers à l'état frais.

4.4. Caractéristiques physiques

Les enduits en terre, au même titre que les bétons végétaux, sont des milieux poreux insaturés. Leur porosité ouverte est généralement comprise entre 25 et 40 % (**Tableau 1.21**).

Référence	Porosité ouverte [%]
[Faria <i>et al.</i> 2016]	30-31
[Gomes <i>et al.</i> 2018]	26-38
[Liuzzi <i>et al.</i> 2018]	38-44
[Röhlen et Ziegert 2011] cité par [Santos <i>et al.</i> 2019]	20-30
[Randazzo <i>et al.</i> 2016]	24,8-34,1
[Santos <i>et al.</i> 2019]	30-34
[Santos <i>et al.</i> 2017]	28,6-40,0

Tableau 1.21. Résultats de porosité ouverte pour des enduits à base de terre disponibles dans la littérature.

Dans la gamme de pores explorés (**Figure 1.40**), les enduits appliqués sur une paroi présentent une famille principale de diamètres compris entre 40 et 100 μm [Faria *et al.* 2016 ; Santos *et al.* 2017, 2019 ; Gomes *et al.* 2018].

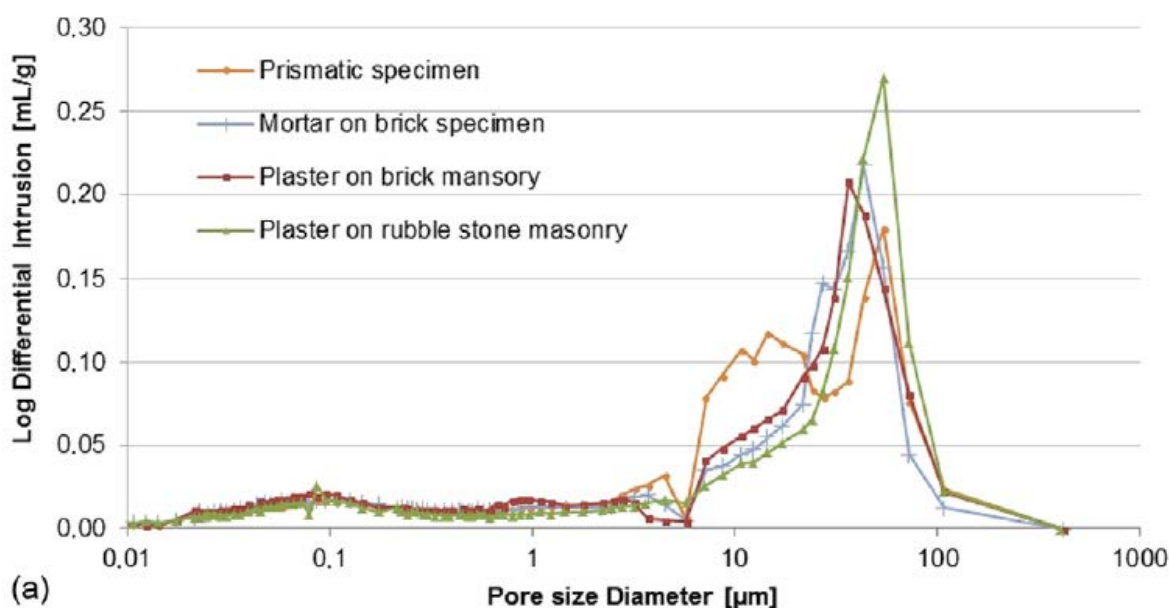


Figure 1.40. Distribution porale d'enduits en terre [Santos *et al.* 2019].

La formulation des mortiers est en partie responsable de la porosité du matériau. La nature des argiles en présence est susceptible de conduire à la formation d'une quantité plus ou moins importante de pores de grandes dimensions selon leur pouvoir gonflant. De plus, dans les enduits fortement dosés en argile, l'apparition de microfissures est favorisée. La valeur de la porosité ouverte a ainsi tendance à augmenter [Randazzo *et al.* 2016]. En présence de fibres, la microstructure des enduits terre est modifiée : l'addition de fibres accroît la porosité des

matériaux [Randazzo *et al.* 2016 ; Santos *et al.* 2017]. Santos *et al.* [2017] expliquent cet écart par la capacité d'absorption des fibres végétales. Les fibres absorbent l'eau de gâchage et gonflent. Au séchage, elles reprennent leur volume initial [Sen et Reddy 2011]. Pour leur part, Randazzo *et al.* [2016] estiment que la porosité ouverte des matériaux est accrue en raison du bouleversement de l'organisation des grains. Ce sont principalement les pores de diamètres 0,002-0,05 μm qui sont impactés. Toutefois, la présence de fibres dans les formulations les plus riches en argiles permet de restreindre l'apparition de microfissures qui auraient eu tendance à augmenter la porosité ; la porosité peut donc être réduite en présence de fibres pour les mélanges les plus argileux [Randazzo *et al.* 2016].

La technique de mise en œuvre du matériau participe également à la définition de sa microstructure : bien que le support d'application ne présente pas une capacité d'absorption élevée en eau, il modifie la cinétique de séchage de l'enduit. De ce fait, dans le cas d'échantillons prismatiques, Santos *et al.* [2019] mettent en évidence la présence d'une seconde famille de pores aux alentours de 14 μm absente lorsque l'enduit est appliqué sur une paroi. Ce résultat est conforme aux observations de Faria *et al.* [2016]. Les deux études ont ainsi montré que l'application du mortier sur un support augmente la quantité de pores de grandes dimensions tandis que celle des petits pores est réduite.

Enfin, Santos *et al.* [2019] et Faria *et al.* [2016] s'accordent à dire que les conditions de cure des enduits (extérieur et en laboratoire) n'ont qu'un effet limité sur leur porosité.

Les masses volumiques apparentes sèches obtenues pour des enduits terre sont dans la gamme 1600 - 1900 kg/m^3 [Ashour et Wu 2010 ; Delinière *et al.* 2014 ; Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2016, 2019 ; Palumbo *et al.* 2016b ; Santos *et al.* 2017, 2019 ; Fabbri *et al.* 2017 ; Liuzzi *et al.* 2018 ; Gomes *et al.* 2018].

Le rôle des argiles dans la définition de la masse volumique n'est pas clairement identifié. La nature minéralogique n'impacte pas distinctement les résultats de densité [Lima *et al.* 2019] : les mortiers à base de kaolinite (argile stable) ou de montmorillonite (argile gonflante) ont des valeurs de masse volumique comparables, légèrement inférieures à celles des mortiers d'illite. L'effet de la teneur en argile n'est pas non plus évident. Alors que Lima *et al.* [2016] observent une légère tendance à la hausse de densité apparente lorsque la quantité de passant à 2 μm est accrue, Gomes *et al.* [2018] notent l'effet inverse.

Au contraire, les additions de particules végétales ont un effet marqué : leur présence abaisse la masse volumique des enduits terre [Lima et Faria 2016 ; Laborel-Préneron *et al.* 2016 ; Santos *et al.* 2017 ; Liuzzi *et al.* 2018 ; Gomes *et al.* 2018]. En effet, les agroressources ont une densité plus faible que le liant argileux. Dans le mortier, elles occupent un volume qui n'est de fait plus occupé par la matrice liante : la densité des enduits est donc logiquement abaissée.

4.5. Propriétés hygrothermiques

4.5.1. Isothermes de sorption

Les enduits de terre présentent des capacités de sorption particulièrement élevées [Lima et Faria 2016 ; Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2016, 2019] dépassant même parfois les exigences de la classe de matériaux la plus haute de la norme allemande [DIN 2013].

Les travaux réalisés sur des enduits montrent clairement que les capacités d'adsorption et de désorption des mortiers en terre sont guidées par les argiles. La diminution de la teneur en argile des enduits, par l'augmentation de la quantité de sable introduite, engendre une baisse des propriétés hygroscopiques des matériaux [Lima *et al.* 2016]. La corrélation entre ces deux paramètres suit une relation linéaire.

Par ailleurs, les argiles se distinguent par leur affinité avec les molécules d'eau et leur surface spécifique. Les résultats de Lima *et al.* [2019] et McGregor *et al.* [2014b] soulignent la forte hygroscopicité des argiles de type montmorillonites, la bentonite, les faibles capacités de sorption de la kaolinite et le comportement intermédiaire de l'illite (**Figure 1.41**). Les auteurs constatent également un phénomène d'hystérésis plus marqué pour les argiles les plus hygroscopiques.

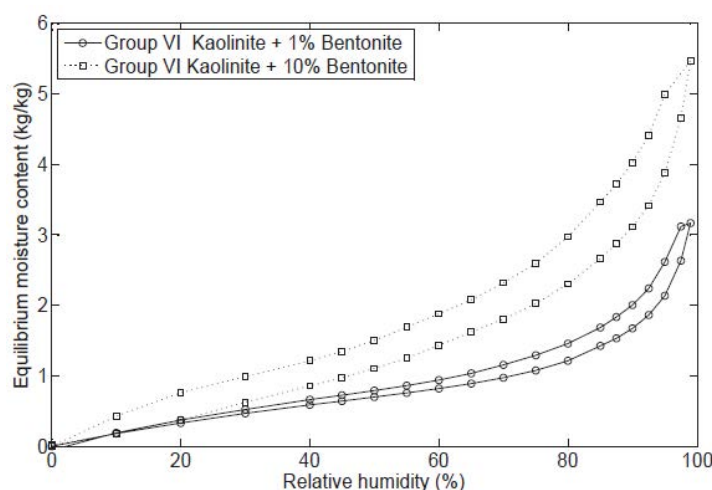


Figure 1.41. Isothermes de sorption d'un sol avec une teneur en bentonite variable [McGregor *et al.* 2014b].

La présence de particules végétales tend à montrer une amélioration des performances hygriques des enduits terre. Alors que Lima et Faria [2016] ne constatent aucun effet évident, Ashour *et al.* [2011], Liuzzi *et al.* [2018], Maddison *et al.* [2009] et Randazzo *et al.* [2016] observent un accroissement de la capacité de sorption des matériaux avec la quantité de fibres incorporées. Les particules semblent, en effet, être capables d'adsorber une plus grande quantité d'humidité que les particules de sol [Randazzo *et al.* 2016]. Le dosage en particules végétales n'a cependant un effet marqué qu'aux plus hautes humidités relatives, dans le domaine de la condensation capillaire [Liuzzi *et al.* 2018]. De plus, le résultat est cohérent avec les valeurs de porosités ouvertes : l'addition d'agroressources favorise le développement du réseau poreux, lieu du stockage de l'humidité. McGregor *et al.* [2014b] mettent en évidence l'impact de la masse volumique, et donc de la porosité, sur les capacités de sorption des enduits terre (**Figure 1.42**).

Les matériaux les plus poreux (i.e. les moins denses) ont un comportement légèrement plus hygroscopique. Plus particulièrement, la modification de la structure porale favorise la condensation capillaire et donc un accroissement marqué de la capacité d'adsorption au-delà de 80 % HR.

La capacité d'adsorption dépend ainsi fortement de l'humidité ambiante, mais aussi, dans une moindre mesure, de la température. Ashour *et al.* [2011] ont ainsi montré que l'hygroscopicité d'un matériau diminue lorsque la température ambiante augmente.

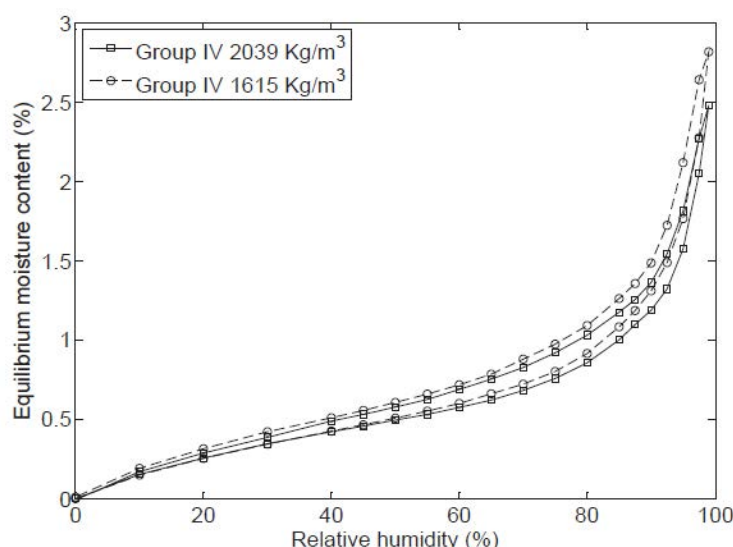


Figure 1.42. Effet de la masse volumique apparente sur les isothermes de sorption [McGregor *et al.* 2014b].

4.5.2. Perméabilité à la vapeur d'eau

Relativement peu d'études ont évalué la perméabilité à la vapeur d'enduits terre. Il ressort des quelques travaux menés que les enduits terre ont un facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau compris entre 4 et 15 pour des essais en coupelle humide et de l'ordre de 22 à 25 en coupelle sèche d'après Liuzzi *et al.* [2018] (**Tableau 1.22**).

Référence	$\mu_{\text{coupelle sèche}} [-]$	$\mu_{\text{coupelle humide}} [-]$	Conditions [% HR]
[Palumbo <i>et al.</i> 2016b]	-	4,3-7,7	50/94
[McGregor <i>et al.</i> 2014b]	-	6,1-13,0	50/94
[Liuzzi <i>et al.</i> 2018]	22,1-25,0	12,5-15,1	12/50 50/93
[Faria <i>et al.</i> 2016]	-	$8,0 \pm 0,3$	40/80
[Minke 2006]	-	8	-
[Stazi <i>et al.</i> 2016]	-	8-10	50/93

Tableau 1.22. Facteurs de résistance de diffusion à la vapeur d'eau obtenus pour des enduits en terre.

Les propriétés d'étanchéité/fuite des matériaux terre dépendent de leur masse volumique et de la quantité d'eau de gâchage employée pour la préparation des échantillons [McGregor *et*

al. 2014b]. En effet, ces paramètres participent à la définition de la structure poreuse de l'enduit (quantité totale de vides, morphologie des pores et tortuosité), lieu des transports d'humidité.

La perméabilité est légèrement plus importante pour des enduits avec additions végétales [Palumbo *et al.* 2016b]. Ce résultat est cohérent avec les propriétés des matières premières : le facteur de résistance des particules végétales seules ($\mu \approx 3 - 4$) est plus faible que celui des mortiers non adjuvantés ($\mu > 6$).

Enfin, Palumbo *et al.* [2016b] constatent une grande dispersion des résultats obtenus. Les auteurs mettent notamment en cause les procédés de mise en œuvre, responsables d'une disparité entre les échantillons.

4.5.3. Capacité tampon hygrique

Les enduits en terre se comportent comme de bons, voire d'excellents tampons hygriques selon la classification du projet NORDTEST [Rode *et al.* 2005]. Leurs valeurs de MBV sont comprises entre 1,1 et 3,7 g/(m².% HR) [McGregor *et al.* 2014b ; Palumbo *et al.* 2016b ; Liuzzi *et al.* 2018].

La masse volumique, la stabilisation ou encore la méthode de malaxage n'ont qu'un effet limité sur la capacité de stockage et de transport de l'humidité des enduits terre comparativement à la nature des terres [McGregor *et al.* 2014b].

McGregor *et al.* [2014b] et Palumbo *et al.* [2016b] estiment que la nature des terres (minéralogie et granulométrie) joue un rôle majeur sur le MBV. Les matériaux à base de kaolinite ont une capacité tampon hygrique limitée par rapport à des enduits formulés à partir d'argiles aux fortes propriétés de sorption [Palumbo *et al.* 2016b].

Par ailleurs, la présence de fibres tend à augmenter les propriétés de transport d'humidité des enduits selon Liuzzi *et al.* [2018] et Palumbo *et al.* [2016b]. Bien que les capacités d'adsorption en eau pour les mortiers avec et sans addition végétale soient comparables à l'équilibre, la cinétique de sorption de ces deux types de matériaux diffère. Palumbo *et al.* [2016b] notent que l'équilibre d'adsorption des matériaux avec addition de particules végétales est atteint plus rapidement que pour des mortiers non fibrés (à épaisseur égale). La profondeur de pénétration des mortiers fibrés est plus grande ; de ce fait, les enduits fibrés sont plus réactifs aux changements d'humidités relatives, ce qui les rend particulièrement performants pour amortir les variations hygriques ambiantes sur le court terme.

Ces résultats sont en opposition avec les travaux de [Laborel-Préneron *et al.* 2018] sur des briques de terre : les valeurs de MBV estimées à partir des mesures d'isothermes de sorption et de perméabilité à la vapeur d'eau décroissent lorsque 6 % de particules végétales sont ajoutés. Ce résultat est justifié par l'impact de la chènevotte, de la paille d'orge et de la rafle de maïs sur les propriétés de perméabilité à la vapeur des matériaux terre. Comme l'explique [Laborel-Préneron *et al.* 2018], ces additions sont susceptibles de réduire la connectivité des pores capillaires, abaissant alors les capacités de transport de l'humidité.

4.5.4. Conductivité thermique

En ce qui concerne ses propriétés thermiques, la terre crue n'est pas considérée comme un isolant. Sa conductivité varie entre 0,4 et 1,3 W/(m.K) [Ashour *et al.* 2010 ; Lima et Faria 2016 ; Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2016 ; Santos *et al.* 2017 ; Gomes *et al.* 2018]. Elle est comparable à celle de la terre cuite qui s'établit aux alentours de 0,9 W/(m².K) et inférieure à celle des liants dont le durcissement est dû à une réaction hydraulique ou de carbonatation, de l'ordre de 1,3 W/(m.K) [Faria *et al.* 2016].

De nombreux auteurs soulignent l'influence de la masse volumique sur les pouvoirs isolants d'un enduit terre [Lima et Faria 2016 ; Laborel-Préneron *et al.* 2016 ; Palumbo *et al.* 2016b ; Santos *et al.* 2017 ; Liuzzi *et al.* 2018]. Le lien entre ces deux grandeurs est représenté sur la **Figure 1.43**.

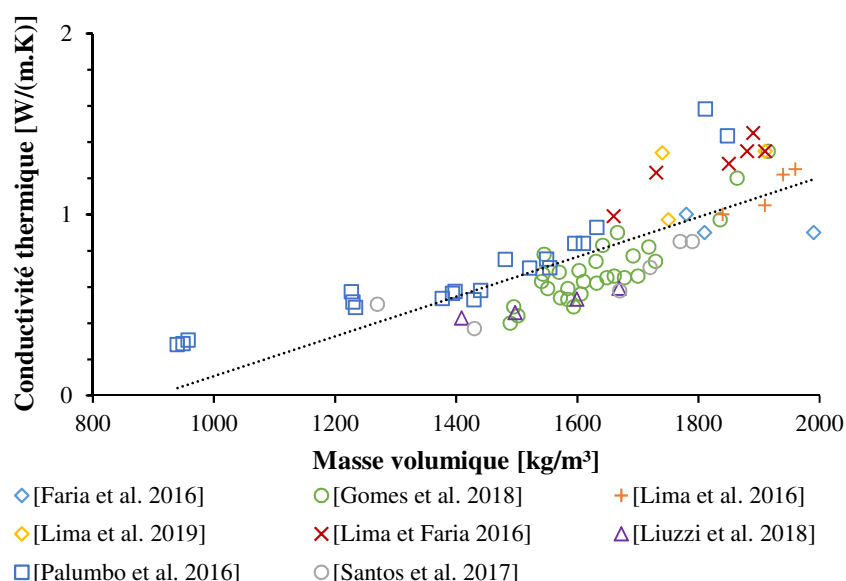


Figure 1.43. Lien entre masse volumique et conductivité thermique à partir de résultats disponibles dans la littérature.

Toutefois, comme le montre la **Figure 1.43**, la masse volumique seule ne suffit pas à expliquer les performances thermiques d'un matériau. Des écarts significatifs de conductivité thermique sont mesurés pour des matériaux de densités comparables. La nature minéralogique des terres, la présence d'agroressources et leur nature (granulat ou fibre, espèce employée, etc.), la stabilisation par un liant minéral à prise par réaction d'hydratation ou de carbonatation, la technique de mise en œuvre ou encore la méthode de mesure ont un effet sur les valeurs de conductivité thermique mesurées.

La conductivité thermique a ainsi tendance à augmenter avec la quantité d'argile [Lima et Faria 2016 ; Gomes *et al.* 2018] ; les matériaux les plus argileux sont moins isolants que les enduits sableux. L'effet de la nature minéralogique des argiles est, par ailleurs, mis en évidence par Lima *et al.* [2019] et Randazzo *et al.* [2016]. À densités comparables, le mortier de montmorillonite a un pouvoir isolant plus grand que les terres à base d'illite et de kaolinite [Lima *et al.* 2019]. Selon Randazzo *et al.* [2016], la conductivité thermique de matériaux issus de la

dégradation de roche dépend de leur composition minéralogique, plus spécifiquement des conductivités thermiques élémentaires des composants. Néanmoins, comme l'indiquent Ashour *et al.* [2010], la teneur et la nature des argiles ont un impact limité sur la conductivité thermique comparativement à la teneur en particules végétales.

Tous les auteurs s'accordent à dire que la présence de fibres ou de granulats d'origine végétale permet d'abaisser les valeurs de conductivité des enduits en terre [Ashour *et al.* 2010 ; Lima et Faria 2016 ; Palumbo *et al.* 2016b ; Santos *et al.* 2017 ; Liuzzi *et al.* 2018 ; Gomes *et al.* 2018]. Ce résultat est principalement expliqué par l'augmentation de la porosité et la baisse de la masse volumique des mortiers.

Enfin, les conditions d'essai affectent les valeurs de conductivité mesurées. Notamment, une hausse de la température est responsable d'une baisse de conductivité de 4 à 15 % pour un passage de 100 à 200 °C [Randazzo *et al.* 2016]. De la même manière que pour les bétons végétaux, l'humidité influe également sur les mesures.

La terre crue possède une forte masse volumique, dépassant les 1500 kg/m³. Cette densité importante permet à la terre d'apporter une bonne inertie thermique à un bâtiment. Cette inertie est notamment quantifiée par la diffusivité thermique, qui rend compte de la vitesse de transmission de la chaleur par conduction dans un matériau. Les valeurs de diffusivité thermique de la terre crue (de l'ordre de 4.10⁻⁷ m²/s) sont trois fois plus faibles que celles d'un béton classique (~ 12.10⁻⁷ m²/s) ; les matériaux terre assurent, de ce fait, une meilleure isolation thermique [Meukam *et al.* 2003 ; Goodhew et Griffiths 2005].

4.6. Comportement mécanique

Les enduits ne participent généralement pas à la tenue mécanique de la paroi. Toutefois, dans un certain nombre de cas, tels que pour la construction en paille porteuse, l'enduit peut assurer un rôle mécanique, ce qui rend nécessaire une connaissance plus approfondie de ses propriétés [Rojat *et al.* 2014 ; Delinière *et al.* 2014].

La caractérisation mécanique des enduits à base de terre crue est alors généralement réalisée, conformément à la réglementation allemande [DIN 2013], par la mesure du retrait ainsi que des résistances en flexion, en compression et au cisaillement des enduits. Les propriétés mécaniques des enduits de terre crue sont classées par la norme conformément au **Tableau 1.23**.

Classe de résistance	Résistance en compression [MPa]	Résistance en flexion [MPa]	Résistance au cisaillement [MPa]
S-I	≥ 1,0	≥ 0,3	≥ 0,05
S-II	≥ 1,5	≥ 0,7	≥ 0,10

Tableau 1.23. Classes de résistances des enduits en terre crue [DIN 2013].

4.6.1. Retrait

Lorsqu'il sèche un matériau poreux perd de son volume et se contracte. Cette propriété des sols argileux peut engendrer des dégâts. Lorsque cette contraction est empêchée (par la présence

d'un support d'application dans le cas d'un enduit), des contraintes de traction se développent à l'intérieur du matériau, pouvant causer des fissures. La prise en compte du retrait de l'enduit au séchage est donc fondamentale pour garantir un rendu satisfaisant, aussi bien d'un point de vue esthétique que pour la durabilité de la paroi.

Le retrait au séchage est un phénomène complexe dans les sols. Son ampleur varie selon le dosage et l'activité des argiles, la surface spécifique des minéraux, la granulométrie du sol, la quantité d'eau et sa teneur en cation (i.e. ion qui porte une ou plusieurs charges électriques positives) ainsi que les conditions de séchage [Delinière *et al.* 2014 ; Emiroğlu *et al.* 2015].

Dans la littérature, des valeurs de retrait libre linéaire sont ainsi disponibles et attestent d'une capacité de contraction des enduits inférieure à 5 % [Ashour et Wu 2010 ; Rojat *et al.* 2014 ; Delinière *et al.* 2014 ; Lima et Faria 2016 ; Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2016, 2019 ; Santos *et al.* 2019].

L'impact de la nature des argiles a été investiguée par Delinière *et al.* [2014], Emiroğlu *et al.* [2015], Hamard *et al.* [2013], Lima *et al.* [2016], Lima et Faria [2016] et Santos *et al.* [2019]. Les auteurs ont ainsi mis en évidence les faibles valeurs de retrait des mortiers pour lesquels l'illite est l'argile principale. Ce résultat est cohérent avec le faible pouvoir gonflant de cette argile. Néanmoins, les résultats obtenus par Delinière *et al.* [2014] ne sont pas conformes aux spécificités des argiles : alors que la montmorillonite est connue pour ses propriétés gonflantes et son fort retrait, ce sont les enduits à base de kaolinite (comportement stable) qui présentent le retrait le plus marqué.

Le dosage en argile des enduits a un effet plus évident et prépondérant face à la nature minéralogique des terres [Hamard *et al.* 2013 ; Delinière *et al.* 2014] : le retrait des matériaux diminue avec la teneur en argile [Ashour et Wu 2010 ; Hamard *et al.* 2013 ; Rojat *et al.* 2014 ; Emiroğlu *et al.* 2015 ; Stazi *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2016]. Dégraisser une terre avec du sable permet donc de réduire son retrait au séchage.

Par ailleurs, l'addition de fibres a un effet mitigé sur le retrait au séchage des matériaux terre. Certains auteurs constatent une diminution évidente du retrait linéaire par ajout de particules végétales [Ashour et Wu 2010 ; Hamard *et al.* 2013 ; Lima et Faria 2016 ; Laborel-Préneron *et al.* 2016]. Ces dernières s'opposent aux déformations lors du séchage et limitent de ce fait la contraction des mortiers [Laborel-Préneron *et al.* 2016]. De plus, le renforcement des enduits par des agroressources permet de retarder le séchage. Les particules relâchent l'humidité plus lentement que les autres constituants des mortiers [Gomes *et al.* 2018]. Les premières étapes de dessiccation ayant un effet majeur sur le retrait, ce dernier est alors restreint [Delinière *et al.* 2014]. Au contraire, d'autres auteurs observent l'effet inverse. L'augmentation de l'eau de gâchage nécessaire pour atteindre un niveau de consistance satisfaisant des enduits fibrés explique ce résultat [Lima et Faria 2016 ; Laborel-Préneron *et al.* 2016].

La nature des particules végétales et leur morphologie entrent également en compte dans la définition de la capacité des agroressources à limiter le retrait des enduits. Ainsi, alors qu'Hamard *et al.* [2013] arrivent à limiter le retrait de leurs enduits par ajout de fibres de sisal, ils ne parviennent pas à obtenir un comportement mécanique satisfaisant par addition de particules de chanvre. Par ailleurs, les particules végétales sont préférentiellement incorporées sous forme de

fibres dans les enduits ; plus les fibres sont longues, plus l'adhérence fibre/mortier est forte [Laborel-Préneron *et al.* 2016].

Les conditions de cure [Ashour et Wu 2010], la géométrie des éprouvettes (épaisseur, élancement) [Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2019] ainsi que la nature du retrait libre considéré (linéaire ou volumique) [Gomes *et al.* 2018] sont autant de paramètres susceptibles d'impacter l'évaluation et la contraction de l'enduit à base de terre.

Le retrait libre ne représente toutefois qu'une valeur indicative, qui n'est utile que pour comparer des formulations entre elles et ne peut être considéré comme une grandeur caractéristique du matériau mis en œuvre sur site. La contraction des éprouvettes parallélépipédiques est plus marquée que pour les échantillons appliqués sur un support ; les premiers sont plus épais et plus élancés que les derniers [Hamard *et al.* 2013]. Sur chantier, les conditions d'accrochage sur le support sont susceptibles de modifier sensiblement ce paramètre. Le retrait est alors contraint par le support, empêchant à son voisinage immédiat la contraction du matériau alors qu'il reste libre en surface. Le mortier fissure ou se décolle du support si la contraction est trop importante. Le processus de séchage est également modifié : les cinétiques entre les deux faces de l'enduit (face au contact de la paroi et celle à l'air libre) diffèrent.

Une évaluation du comportement au séchage du matériau mis en œuvre dans les conditions réelles est donc indispensable. Les résultats ainsi obtenus confirment les observations faites pour les mesures de retrait linéaire.

La présence de fibres permet ainsi à Hamard *et al.* [2013] de restreindre la fissuration. Pour leur part, Emiroğlu *et al.* [2015] et Stazi *et al.* [2016] constatent les dégâts causés par un accroissement de la teneur en argile des enduits. Lorsque les enduits de Stazi *et al.* [2016] ne possèdent que 6-8 % d'argile, aucun défaut n'est constaté ; à 10 %, ils fissurent ; entre 13 et 16 % les mortiers fissurent et/ou se décollent du support ; à 20 % d'argile, ils se détachent entièrement.

L'effet de la nature minéralogique est également constaté par Lima *et al.* [2019] : l'apparition de fissures est fréquente pour les argiles de type montmorillonite, rare pour ceux d'illite et absente pour la kaolinite. Ces résultats sont cohérents avec les propriétés gonflantes des argiles minéralogiques.

4.6.2. Résistance en flexion et en compression

La résistance en flexion permet de caractériser le comportement d'un enduit lors de la contraction empêchée des mortiers pouvant causer leur fissuration [Delinière *et al.* 2014]. En ce qui concerne les essais de résistance en compression, la mesure ne présente selon Delinière *et al.* [2014] aucun intérêt étant donnée l'application visée.

La classe de résistance des matériaux varie d'un auteur à l'autre (**Tableau 1.24**) : certains enduits ne satisfont pas aux exigences minimales de la classe S-I de la norme allemande [Lima et Faria 2016, 2016 ; Faria *et al.* 2016 ; Lima *et al.* 2019] tandis que d'autres atteignent la classe S-I en flexion et S-II en compression [Delinière *et al.* 2014].

Référence	Résistance en flexion [MPa]	Résistance en compression [MPa]
[Delinière <i>et al.</i> 2014]	0,49-0,69	1,3-2,1
[Faria <i>et al.</i> 2016]	0,3 ± 0,0	1,1 ± 0,1
[Lima <i>et al.</i> 2016]	0,22-0,27	0,53-0,99
[Lima <i>et al.</i> 2019]	0,18-0,25	0,45-0,88
[Lima et Faria 2016]	0,20-0,31	0,55-1,02
[Rojat <i>et al.</i> 2014]	0,326-0,779	0,278-1,156
[Santos <i>et al.</i> 2017]	0,03-0,24	0,20-0,56

Tableau 1.24. Résistances en flexion et en compression d'enduits terre.

L'effet de la teneur en argile granulométrique sur les résistances en flexion et en compression est souligné par les travaux de Delinière *et al.* [2014], Emiroğlu *et al.* [2015] et Lima *et al.* [2016]. Ils ont ainsi démontré que les mortiers les moins argileux présentent les résistances les plus faibles et que ces dernières augmentent avec le dosage en argile granulométrique.

Concernant la nature minéralogique des terres, les résultats de la littérature sont contradictoires. Alors que Delinière *et al.* [2014] ne constatent aucune différence significative de comportement entre les mortiers riches en illite, ceux à base de montmorillonite ou de chlorite, Lima *et al.* [2019] obtiennent des valeurs de résistances en flexion et en compression bien plus importantes pour les mortiers d'illite que pour ceux de kaolinite ou de montmorillonite qui présentent quant à eux des résultats comparables.

Par ailleurs, Santos *et al.* [2017] mettent en évidence l'influence de la compacité des matériaux, de la structure poreuse sur leurs performances mécaniques : les milieux poreux, présentant des valeurs de porosité élevées et une quantité importante de pores de grands diamètres, ont des performances mécaniques amoindries. La teneur en eau du mortier à l'état frais participe, comme explicité précédemment, à la définition de la porosité de l'enduit. Des teneurs en eau importante abaissent donc les valeurs de résistance des matériaux terre [Emiroğlu *et al.* 2015].

Tout comme pour le retrait, l'introduction de particules végétales aux enduits à base de terre n'a pas un effet évident. L'ajout de fibres permet un accroissement des performances en flexion et en compression des enduits dès lors que l'augmentation du besoin en eau reste limitée. L'addition de fibres de laine de typha à des mortiers de terre améliore les performances des enduits à la fois en compression (11-15 %) et en flexion (13-22 %), à densités comparables [Lima et Faria 2016]. Si une quantité trop importante de particules végétales est introduite, la résistance des matériaux est alors altérée par l'augmentation de leur porosité [Santos *et al.* 2017]. L'ajout de paille d'avoine abaisse ainsi de 9 à 21 % la résistance en flexion et de 24 à 38 % la résistance en compression des enduits à base de terre [Lima et Faria 2016].

Enfin, l'humidité ambiante lors de l'essai est susceptible d'affecter les valeurs mesurées [Emiroğlu *et al.* 2015]. Les humidités les plus élevées lors des essais conduisent à une réduction plus marquée des performances en compression ; l'effet est d'autant plus visible que les matériaux ont une teneur en argile importante.

4.6.3. Résistance au cisaillement

Une des propriétés mécaniques les plus importantes des enduits est la résistance au cisaillement. Cet essai a pour but de tester l'adhérence entre un enduit et son support d'application pour s'assurer qu'il n'y ait pas de décollement.

Les mortiers ainsi testés présentent des performances variables (**Tableau 1.25**), n'atteignant pas la classe de résistance S-I dans certains cas [Delinière *et al.* 2014 ; Lima, Faria, et Silva 2019], tandis que d'autres satisfont la classe S-I [Lima et Faria 2016 ; Lima *et al.* 2016, 2019], voire S-II [Lima et Faria 2016 ; Faria *et al.* 2016].

Référence	Résistance au cisaillement [MPa]
[Delinière <i>et al.</i> 2014]	0,06-0,140
[Faria <i>et al.</i> 2016]	0,15 ± 0,03
[Hamard <i>et al.</i> 2013]	0,035-0,047
[Lima <i>et al.</i> 2016]	0,07
[Lima <i>et al.</i> 2019]	0,02-0,07
[Lima et Faria 2016]	0,07-0,11
[Stazi <i>et al.</i> 2016]	0,012-0,24

Tableau 1.25. Résistance au cisaillement d'enduits à base de terre.

Différents paramètres tels que la nature des argiles, la granulométrie, la teneur en eau, le type de support d'application et l'état de surface affectent le lien entre le support et l'enduit [Stazi *et al.* 2016].

Toutefois, les résultats de résistance au cisaillement ne suivent pas les tendances observées pour les autres propriétés des mortiers : les performances des enduits sont assez proches malgré des formulations variables [Delinière *et al.* 2014 ; Lima *et al.* 2016]. En effet, l'adhérence des mortiers semble dépendre principalement du support d'application de l'enduit et de son état de surface [Delinière *et al.* 2014 ; Stazi *et al.* 2016]. De ce fait, des hétérogénéités dans la préparation du support engendrent une forte dispersion des résultats de résistance au cisaillement [Delinière *et al.* 2014 ; Stazi *et al.* 2016].

L'évaluation de l'adhérence des enduits à une paroi en fonction de leur teneur en argile granulométrique a montré l'existence d'un optimum [Hamard *et al.* 2013 ; Stazi *et al.* 2016]. Hamard *et al.* [2013] constatent ainsi que l'augmentation de 0 à 6 % de la teneur en passant à 2 µm engendre un accroissement de la résistance au cisaillement des mortiers sur des parois à base de terre. Au-delà de 6 %, l'adhérence est altérée. De la même manière, Stazi *et al.* [2016] détectent un optimum aux alentours de 16 % d'argile granulométrique : en-deçà de cette valeur limite, l'argile permet de consolider le matériau et ainsi de le rendre plus résistant au cisaillement ; au-delà, la tenue mécanique est amoindrie. L'existence de cet optimum d'adhérence est cohérente avec les résultats de retrait et de résistance en flexion. Une augmentation de la teneur en argile granulométrique renforce l'enduit jusqu'à ce que l'effet du retrait devienne prédominant et abaisse la résistance au cisaillement.

La nature des argiles principales semble également impacter la tenue de l'enduit sur son support sans qu'aucun lien ne puisse être clairement établi entre les propriétés des argiles et le

comportement des enduits. Les mortiers d'illite présentent ainsi une adhérence nettement supérieure aux enduits de kaolinite et de montmorillonite [Lima *et al.* 2019].

De plus, le renforcement des enduits de terre par des fibres végétales ne permet pas d'améliorer nettement la résistance au cisaillement des matériaux. L'adhérence des mortiers fibrés est comparable à celle des enduits non renforcés. Une légère tendance laisse cependant penser que l'addition de fibres améliore le contact entre l'enduit et la paroi [Hamard *et al.* 2013 ; Lima et Faria 2016 ; Stazi *et al.* 2016].

4.7. Ajduvantation organique

Le patrimoine architectural en terre est particulièrement vulnérable aux phénomènes d'érosion liés principalement aux pluies et aux vents. Pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux terre ou réduire leur sensibilité à l'eau, de nombreux auteurs ont recours à la stabilisation par des liants minéraux ou encore le renforcement par addition de particules végétales.

Les liants minéraux à prise hydraulique ou aérienne ont prouvé leur efficacité pour la stabilisation des terres. Toutefois, pour répondre aux enjeux de développement de matériaux de construction sains, écologiques et durables leur utilisation doit être restreinte.

L'étude des pratiques traditionnelles et du patrimoine vernaculaire à travers le monde permet de mettre en évidence le potentiel d'une grande variété de biopolymères pour la stabilisation des matériaux en terre. Ces liants organiques, d'origine animale ou végétale, constitueraient donc des alternatives prometteuses aux liants minéraux polluants pour étendre les domaines d'application des matériaux à base de terre crue.

4.7.1. Origine des biopolymères

À travers le monde, de nombreux constructeurs ont su exploiter les ressources locales et organiques, d'origine animale ou végétale, pour apporter de meilleures performances aux matériaux terre et étendre leur domaine d'application [Fontaine et Anger 2013]. L'étude des traditions de construction en terre à travers le monde montre ainsi qu'une grande variété d'adjuvants organiques sont ajoutés aux matériaux. Ces biopolymères peuvent être regroupés en quatre catégories selon leurs possibles interactions avec la terre : les polysaccharides, les lipides, les protéines et les autres molécules complexes [Fontaine et Anger 2013].

Les polysaccharides sont de longues chaînes carbonées qui peuvent participer à la structuration du matériau (cellulose ou chitine, présents dans les bouses et crottins, les végétaux fermentés, les papiers washi, les jus végétaux gélatineux, les eaux gluantes, les algues...) ou au stockage de l'énergie (amidon ou glycogène présents dans les farines de blé, les féculs de pomme de terre, les résidus de distillation du manioc et de maïs fermentés, les gommcs naturelles...).

Les lipides constituent la matière grasse des êtres vivants. Ce sont des molécules hydrophobes insolubles dans l'eau en raison de la présence de longues chaînes hydrocarbonnées d'acides gras ou de dérivés. Les huiles, les cires et les beurres appartiennent à cette catégorie d'adjuvants.

Les protéines sont composées de plusieurs chaînes d'acides aminés. Elles sont amphiphiles, c'est-à-dire qu'elles comportent une partie hydrophile et une partie hydrophobe (insoluble dans

l'eau). Ce sont, de ce fait, de très bons tensio-actifs. Il existe deux classes de protéines : les protéines globulaires (caséine, albumine...) et les protéines fibreuses (collagène notamment).

Enfin, les tanins et les résines composent la dernière catégorie d'adjuvants. Les tanins forment un groupe de molécules très répandu dans le règne végétal. Ces molécules, solubles dans l'eau, sont constituées de polyphénols de structure plus ou moins complexes suivant leur masse molaire. Les résines sont complexes du point de vue de leur composition chimique qui varie suivant le sol, le climat, l'altitude, l'exposition au vent et au soleil, l'âge et la santé de l'arbre, la période et les conditions de récolte, etc.

Le **Tableau 1.26** recense différents adjuvants d'origine naturelle employés pour la construction en terre.

Référence	Adjuvants étudiés
[Achenza et Fenu 2007]	résidus de tomates et de betterave
[Aguilar <i>et al.</i> 2016]	chitosane
[Alhaik 2017]	amidon
[Camões <i>et al.</i> 2012]	huile de cuisson usagée
[Chang <i>et al.</i> 2015]	gomme Xanthan
[Corrêa <i>et al.</i> 2015]	salive de termites synthétique
[Eires <i>et al.</i> 2017]	huile de cuisson usagée
[Galán-Marín <i>et al.</i> 2010, 2013]	alginate
[Mileto <i>et al.</i> 2012]	caséine, gluten
[Millogo <i>et al.</i> 2016]	bouse de vache (poudre sèche)
[Minke 2006]	amidon, caséine, cellulose, huile de lin, lactosérum
[Nakamatsu <i>et al.</i> 2017]	carageenan
[Ngowi 1997]	bouse de vache
[Ouedraogo 2019]	amidon de blé, farine de maïs cireux, acide alginique, agar agar, caséine, ovalbumine, gluten acide tanique
[Perrot <i>et al.</i> 2018]	alginate
[Pineda-Piñón <i>et al.</i> 2007]	dodecylamine cationique, tensio-actif anionique
[Pinel <i>et al.</i> 2017]	alginate
[Silva <i>et al.</i> 2010]	glucose issu de nid d'hirondelles
[Sorgho <i>et al.</i> 2014]	tanin
[Vilane 2010]	bouse de vache, mélasse
[Yalley et Manu 2013]	bouse de vache

Tableau 1.26. Liants organiques employés dans la littérature pour la stabilisation de matériaux de construction en terre crue.

4.7.2. Interactions argiles/adjuvants

Les interactions dans un milieu colloïdal sont régies par différents mécanismes [Fontaine et Anger 2013] :

- les interactions électrostatiques (attractives ou répulsives) ;

- les forces attractives de type Van Der Waals ;
- les forces osmotiques ;
- les forces d'origine entropique.

Selon l'équilibre des forces en présence et les caractéristiques du solvant, les colloïdes en suspension peuvent se trouver dans un état coagulé (floculé) ou dispersé. Les propriétés rhéologiques des mortiers dépendent alors de l'état du liant argileux au moment de la mise en œuvre. Les macromolécules des adjuvants organiques ont un effet sur la consistance du mortier frais. Trois types de comportement sont identifiés et sont susceptibles d'expliquer les modes d'interaction en jeu avec la fraction argileuse :

- les molécules faiblement chargées et longues, plutôt rigides agissent par floculation par ponts, en reliant plusieurs particules minérales : les macromolécules s'accrochent à plusieurs particules d'argile, créant un réseau ;
- les molécules plus fortement chargées, très souples ou courtes, agissent par neutralisation de charge et recouvrement total de la surface. Ce phénomène conduit à la répulsion ou à l'attraction des particules suivant les conditions de force ionique et de pH : ces stabilisants peuvent donc aussi bien floculer que disperser les argiles selon les conditions du milieu ;
- les molécules plus petites, amphiphiles, jouent le rôle de dispersant (répulsion stérique ou chélation des ions métalliques) si les conditions de pH et force ionique sont adéquates.

Pendant le séchage, les interactions entre les macromolécules et la fraction argileuse sont renforcées. Le potentiel stabilisant des adjuvants organiques est donc fortement dépendant des conditions de sel et de pH des milieux.

4.7.3. Effet sur l'ouvrabilité, les performances mécaniques et la durabilité

Dans la plupart des cas, la stabilisation des matériaux terre par des biopolymères organiques est couplée à l'effet de fibres végétales, de liants minéraux ou de dispersants. L'identification de l'effet propre aux liants organiques est donc rendue difficile.

Plusieurs auteurs constatent l'effet fluidifiant de biopolymères. L'ajout de chitosane [Aguilar *et al.* 2016], d'amidon [Alhaik 2017], d'alginate [Pinel *et al.* 2017], de tanin [Sorgho *et al.* 2014] ou encore de bouse de vache [Vilane 2010] a permis d'améliorer l'ouvrabilité des matériaux terre à l'état frais. Pinel *et al.* [2017] notent également qu'augmenter la concentration en alginate agit favorablement sur l'ouvrabilité de la terre.

L'effet de la stabilisation organique a principalement été évalué selon des critères de performances mécaniques, de résistances en flexion et en compression. Ainsi, l'incorporation de chitosane, d'amidon, de dodecylamine cationique (agent tensio-actif), d'huile de cuisson usagée, de tanin ou encore d'ovalbumine semble accroître la résistance de la terre [Pineda-Piñón *et al.* 2007 ; Camões *et al.* 2012 ; Sorgho *et al.* 2014 ; Aguilar *et al.* 2016 ; Eires *et al.* 2017 ; Alhaik 2017 ; Ouedraogo 2019]. Les polysaccharides extraits d'algues rouges ont permis d'augmenter de 85 % la résistance en compression des matériaux stabilisés et de 52 % en flexion, par rapport à un matériau non stabilisé [Nakamatsu *et al.* 2017]. La bouse de vache apparaît également comme un stabilisant intéressant. Utilisée comme adjuvant à de la terre, elle modifie la microstructure

des matériaux, tendant à les rendre plus homogènes. Les terres sont alors moins poreuses. De plus, la cohésion entre les particules de sol est renforcée : ces matériaux stabilisés présentent donc une meilleure résistance en flexion et en compression [Ngowi 1997 ; Vilane 2010 ; Yalley et Manu 2013 ; Millogo *et al.* 2016]. A priori, l'alginate présente un potentiel fort pour l'amélioration des performances mécaniques des matériaux à base de terre par renforcement des liaisons entre les particules. La résistance en compression des sols est doublée par l'ajout de 3 % d'alginate et triplée lorsque 5 % sont introduits [Perrot *et al.* 2018]. L'alginate permet aussi d'augmenter la résistance au jeune âge des formulations [Pinel *et al.* 2017]. Incorporée jusqu'à atteindre 4 % de la masse de liant, l'ovalbumine augmente la résistance en compression des terres stabilisées, (passant de 3-6 MPa à 12-13 MPa) ainsi que la valeur du module d'élasticité (de 200-215 à 510-525 MPa). Ce stabilisant organique agit sur les performances mécaniques plus efficacement que les liants minéraux cimentaires et de chaux éteinte [Ouedraogo 2019].

Enfin, la sensibilité à l'eau des matériaux à base de terre s'est vue diminuée par le développement d'un caractère hydrophobe. En effet, les macromolécules amphiphiles des stabilisants, tels que les huiles (de cuisson ou de lin), l'amidon de blé, la caséine, l'ovalbumine, le dodecylamine cationique, la bouse de vache ou le tanin, forment des groupes hydrophobes entourant les particules. La résistance à l'érosion est ainsi améliorée et les capacités d'absorption à l'eau des matériaux réduites. Ouedraogo [2019] a ainsi mis en évidence la capacité de l'ovalbumine à réduire la sensibilité à l'eau de briques en terre crue : après 2 heures d'immersion dans l'eau, les briques de terre présentaient toujours des valeurs de résistance en compression supérieures à 2 MPa.

4.7.4. Effet sur les performances hygrothermiques des mortiers

Peu de travaux sur la stabilisation de matériaux terre par des liants organiques ont porté sur leurs propriétés hygroscopiques. Seuls Ouedraogo [2019] et Pinel [2017] ont déterminé l'effet de l'ovalbumine et d'alginate respectivement sur les performances hygrothermiques de briques de terre comprimée et de terre coulée. Ainsi, les performances hygroscopiques des briques de terre comprimée stabilisées par de l'ovalbumine sont altérées. L'incorporation de 2 à 4 % d'ovalbumine engendre une baisse de 30 à 50 % des capacités d'atténuation des variations hygriques des matériaux. Au contraire, l'ajout d'alginate permet une amélioration des performances hygroscopiques du sol. La capacité tampon hygrique augmente avec l'ajout de l'alginate et passe de 0,9 g/(m².% HR) pour le sol non stabilisé à 1,2 g/(m².% HR) pour les mélanges avec 1 % d'alginate et d'agents régulateurs.

Par ailleurs, les travaux de Ouedraogo [2019] ne mettent pas en évidence une différence significative de conductivité thermique entre les mélanges stabilisés et les sols non traités. Dans les travaux de Pinel [2017], la conductivité thermique diminue légèrement et passe de 1,9 W/(m.K) pour le sol non stabilisé (masse volumique comprise entre 2,06 et 2,11 g/cm³) à 1,4 W/(m.K) pour le mélange avec 1 % d'alginate et d'agent régulateurs (masse volumique de l'ordre de 2,04 à 2,06 g/cm³).

5. Synthèse et présentation de la problématique de thèse

Secteur clé dans la lutte contre le réchauffement climatique et dans la transition énergétique, le Génie Civil doit s'engager dans la réduction de son impact environnemental. Ainsi, dans une nouvelle démarche de conception du bâti, le choix des matériaux de construction est un paramètre déterminant. L'utilisation de matériaux premiers et biosourcés permet, entre autres, de répondre efficacement à ces enjeux environnementaux. Le développement de matériaux de construction à partir de ce type de matières premières participe à la préservation des ressources naturelles et à la diminution des consommations de matières premières d'origine fossile par la valorisation de déchets ou co-produits renouvelables ainsi qu'à la limitation des émissions de gaz à effet de serre et à la création de nouvelles filières économiques.

Les matières premières biosourcées, pour la plupart sous-produits des activités agricoles, peuvent notamment être valorisées dans un bâtiment sous la forme de granulats pour la formulation de bétons végétaux. Les agroressources sont alors associées à un liant minéral.

Les agrobétons ainsi formulés se distinguent des bétons conventionnels notamment par leur porosité : ils sont constitués de plusieurs familles de vides dont la taille varie de quelques nanomètres à quelques millimètres selon l'origine de la porosité. Ce réseau poreux ouvert est le siège de multiples phénomènes de transport de l'humidité et de transfert de chaleur.

Différentes études réalisées sur les bétons végétaux démontrent ainsi l'importance des propriétés de stockage et de transport de l'humidité ambiante de ces matériaux, supérieures à celles de matériaux de construction conventionnels. De plus, les agrobétons présentent des conductivités thermiques assez faibles pour envisager son utilisation en isolation répartie (pour laquelle l'élément de remplissage joue lui-même le rôle d'isolant).

Rarement laissés à l'état brut dans un bâtiment, les agrobétons sont recouverts d'un enduit susceptible d'altérer les performances hygrothermiques de la paroi. Les mesures expérimentales et les simulations numériques réalisées sur des bétons de chanvre soulignent la capacité, plus élevée pour les enduits en terre crue que ceux à base de chaux, à atténuer les variations hygriques ambiantes. La fraction argileuse contenue dans la terre est fortement hygroscopique, contribuant essentiellement à la capacité des enduits en terre à atténuer les variations ambiantes d'humidité relative. Cette capacité est considérée comme bonne, voire excellente, selon la classification établie par le projet NORDTEST.

Par ailleurs, la fraction argileuse joue le rôle de liant dans l'enduit, assurant la cohésion entre les différents grains qui constituent le squelette granulaire. Cette propriété colloïdale est susceptible de s'accompagner de variations volumiques importantes lors du passage de l'état frais à l'état durci, pouvant entraîner des dégâts : un retrait lorsque la contraction du matériau n'est pas empêchée, des fissures lorsqu'elle est contrainte. Dans le cas d'un enduit, les contraintes de traction se développant à l'intérieur du matériau peuvent conduire à son décollement du support. La prise en compte du retrait de l'enduit au séchage, de sa fissuration et de son adhérence au support d'application est donc fondamentale pour garantir un rendu satisfaisant, aussi bien d'un point de vue esthétique que pour la durabilité de la paroi.

Pour améliorer les performances des matériaux terre et étendre leur domaine d'application, de nombreux constructeurs ont su exploiter des ressources locales et organiques. L'étude d'adjuvants organiques et de leurs possibles interactions avec les éléments argileux souligne le potentiel de ces biopolymères pour la stabilisation de matériaux en terre. Ces derniers s'utilisent en substitution de liants hydrauliques ou pouzzolaniques, fortement impactants sur l'environnement.

Le bilan de connaissances dressé dans ce premier chapitre a notamment permis de justifier l'intérêt pour le développement d'une paroi bicouche bio et géosourcée pour assurer le confort hygrothermique des usagers. Un même matériau ne pouvant présenter à la fois des performances hygriques, thermiques et mécaniques optimisées, il apparaît comme solution de dissocier les fonctions hygrothermiques visées, en deux couches distinctes. Dans la solution constructive proposée, chaque couche répond ainsi à des objectifs performantiels spécifiques, résumés sur la **Figure 1.44** :

- le béton végétal apporte la dimension isolante à la paroi. Utilisé comme matériau de remplissage d'une structure porteuse, ses performances thermiques doivent être optimisées sans compromettre les capacités autoportantes du matériau. En effet, un dosage en liant minimal doit être défini pour permettre au matériau d'être manipulé, mis en œuvre et autoporteur, tout en maximisant ses performances d'isolation thermique et sa capacité à transporter l'humidité. Ce travail d'optimisation fait l'objet du deuxième chapitre de cette thèse ;
- l'enduit en terre contribue à l'atténuation des variations hygriques ambiantes. La fraction argileuse contenue dans la terre confère au matériau une capacité importante à capter l'humidité de l'air environnant. Elle est également responsable des propriétés colloïdales des sols qui peuvent s'accompagner de variations volumiques marquées. Ces dernières sont notamment susceptibles de causer une fissuration de l'enduit. La juste formulation d'un enduit doit donc être définie afin de maximiser la capacité tampon hygrique du matériau tout en garantissant l'absence de fissuration au séchage. Des adjuvants organiques sont employés dans ce but. Ce travail de recherche est exposé dans le troisième chapitre de cette thèse.

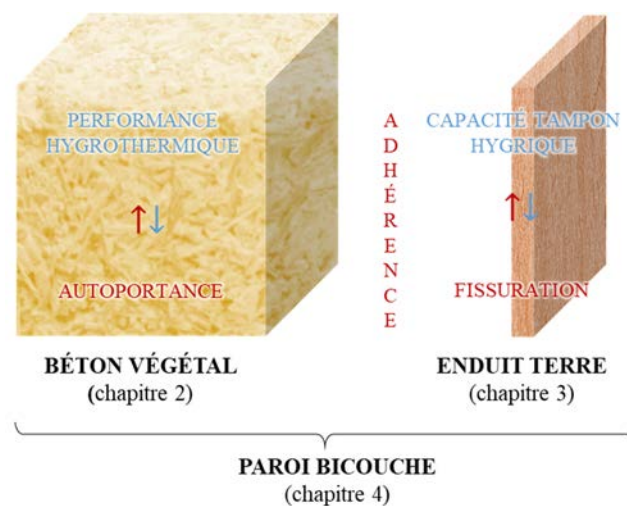


Figure 1.44. Présentation schématique des objectifs du projet de thèse.

Dans la suite du manuscrit, chacune des couches de la paroi est considérée et optimisée individuellement au regard des performances recherchées (chapitres 2 et 3, respectivement pour le béton végétal et l'enduit en terre). Ces dernières sont synthétisées dans le **Tableau 1.27**. Dans une dernière phase de travail (chapitre 4), les formulations optimisées pour chacune des couches de la paroi sont associées afin de constituer une solution constructive aux performances d'atténuation des variations hygriques élevées. La structure développée doit également maintenir des performances mécaniques compatibles avec son usage et notamment garantir une adhérence suffisante entre l'enduit et la paroi en béton végétal. Une étude numérique, réalisée à partir d'un modèle existant et s'appuyant sur les données expérimentales associées aux propriétés de chacun des matériaux, est menée afin de prédire les performances hygriques du complexe constructif. Pour conforter ces résultats, la capacité tampon hygrique du matériau bicouche est mesurée expérimentalement.

	Performances mécaniques	Conductivité thermique	Capacité tampon hygrique
Isolation répartie en béton végétal	- autoportance	$\approx 0,1 \text{ W/(m.K)}$	$> 2 \text{ g/(m}^2.\% \text{ HR)}$
Enduit terre crue	- consistance à l'état frais = $175 \pm 5 \text{ mm}$ - absence de fissures de retrait au séchage - résistance au cisaillement $> 11 \text{ kPa}$	-	-
Paroi bicouche	- absence de fissures de retrait au séchage - adhérence enduit/support $> 11 \text{ kPa}$	-	$> 2 \text{ g/(m}^2.\% \text{ HR)}$

Tableau 1.27. Performances minimales à satisfaire par chaque couche et par la paroi bicouche dans son ensemble.

6. Références

- ACHENZA M. et FENU L., 2007, « On Earth Stabilization with Natural Polymers for Earth Masonry Construction », *Materials and Structures*, vol. 39, n° 1 : 21-27.
- ADAMS J.M., HOOPER J.J., et GIL A., 2016, « Clays », in *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, Elsevier : B9780128035818023000.
- ADEME, 2017, *La filière des produits biosourcés*, <https://www.ademe.fr/expertises/produire-autrement/produits-biosourcés/quoi-parler-t/filiere-produits-biosourcés> (consulté le 11 mai 2020).
- AFNOR, 1999, *Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie, NF EN 1015-3*, <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=aDFKM8th9aw1> (consulté le 24 octobre 2018).
- AGOUA Eusèbe, ALLOGNON-HOUESSOU Elisabeth, ADJOVI Edmond, et TOGBEDJI Bovis, 2013, « Thermal conductivity of composites made of wastes of wood and expanded polystyrene », *Construction and Building Materials*, vol. 41 : 557-562.
- AGUILAR Rafael, NAKAMATSU Javier, RAMÍREZ Eduardo, ELGEGREN Mariela, AYARZA Jorge, KIM Suyeon, PANDO Miguel A., et ORTEGA-SAN-MARTIN Luis, 2016, « The potential use of chitosan as a biopolymer additive for enhanced mechanical properties and water resistance of earthen construction », *Construction and Building Materials*, vol. 114 : 625-637.
- AHMAD Muhammad Riaz et CHEN Bing, 2020, « Influence of type of binder and size of plant aggregate on the hygrothermal properties of bio-concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 251 : 118981.

- AIGBOMIAN Eboziegbe Patrick et FAN Mizi, 2013, « Development of Wood-Crete building materials from sawdust and waste paper », *Construction and Building Materials*, vol. 40 : 361-366.
- AÏT OUMEZIANE Yacine, 2013, *Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre*, INSA de Rennes, 354 p. NNT : 2013ISAR0007, tel-00871004.
- AÏT OUMÉZIANE Yacine, MOISSETTE Sophie, BART Marjorie, et LANOS Christophe, 2012, « Effect of coating on the hygric performance of a hemp concrete wall », in *5th IBPC*, Kyoto, Japan : 109-116.
- ALHAIK Ghaith, 2017, *Influence de l'amidon sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et multiphysiques de formulations terre-paille*, Université d'Artois - Faculté des Sciences Appliquées de Béthunes, Béthunes, 269 p.
- ALLAIN Eric, HOURS Amandine, BONNARD Philippe, et MIHRI Tarek, 2016, *Les enjeux de la valorisation de la biomasse non sylvicole en matériaux biosourcés*, Les études de FranceAgriMer.
- AMZIANE Sofiane et ARNAUD Laurent, 2013, *Les bétons de granulats d'origine végétale : Application au béton de chanvre*, Lavoisier.
- AMZIANE Sofiane et COLLET Florence, 2017, *Bio-aggregates Based Building Materials*, Dordrecht, Springer Netherlands.
- ANGER Romain, 2011, *Approche granulaire et colloïdale du matériau terre pour la construction*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 240 p.
- ARANDIGOYEN M. et ALVAREZ J. I., 2006, « Blended pastes of cement and lime: Pore structure and capillary porosity », *Applied Surface Science*, vol. 252, n° 23 : 8077-8085.
- ARANDIGOYEN M., BERNAL J. L. Pérez, LÓPEZ M. A. Bello, et ALVAREZ J. I., 2005, « Lime-pastes with different kneading water: Pore structure and capillary porosity », *Applied Surface Science*, vol. 252, n° 5 : 1449-1459.
- ARANDIGOYEN M., BICER-SIMSIR B., ALVAREZ J. I., et LANGE D. A., 2006, « Variation of microstructure with carbonation in lime and blended pastes », *Applied Surface Science*, vol. 252, n° 20 : 7562-7571.
- ARESO, ARPE NORMANDIE, AS TERRE, ATOUTERRE, CAPEB, COLLECTIF TERREUX ARMORICAINS, FFB, FEDERATION DES SCOP DU BTP, MAISONS PAYSANNES DE FRANCE, RÉSEAU ÉCOBATIR, et TERA, 2018, *Guide de bonnes pratiques de la construction en terre crue*, Construction terre crue.
- ARIZZI A. et CULTRONE G., 2012, « Aerial lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study », *Construction and Building Materials*, vol. 31 : 135-143.
- ARNAUD Laurent et GOURLAY Etienne, 2012, « Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 28, n° 1 : 50-56.
- ARRIGONI Alessandro, BECKETT Christopher, CIANCIO Daniela, et DOTELLI Giovanni, 2017, « Life cycle analysis of environmental impact vs. durability of stabilised rammed earth », *Construction and Building Materials*, vol. 142 : 128-136.
- ASHOUR Taha, GEORG Heiko, et WU Wei, 2011, « An experimental investigation on equilibrium moisture content of earth plaster with natural reinforcement fibres for straw bale buildings », *Applied Thermal Engineering*, vol. 31, n° 2 : 293-303.
- ASHOUR Taha, WIELAND Hansjörg, GEORG Heiko, BOCKISCH Franz-Josef, et WU Wei, 2010, « The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings », *Materials & Design*, vol. 31, n° 10 : 4676-4685.
- ASHOUR Taha et WU Wei, 2010, « An experimental study on shrinkage of earth plaster with natural fibres for straw bale buildings », *International Journal of Sustainable Engineering*, vol. 3, n° 4 : 299-304.
- BAROGHEL-BOUNY Véronique, 1994, *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*, PhD Thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

- BART Marjorie, MOISSETTE Sophie, AIT OUMEZIANE Yacine, et LANOS Christophe, 2014, « Transient hygrothermal modelling of coated hemp-concrete walls », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 18, n° 8 : 927-944.
- BEDERINA M., MARMORET L., MEZREB K., KHENFER M. M., BALI A., et QUÉNEUDEC M., 2007, « Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: Experimental study and modelling », *Construction and Building Materials*, vol. 21, n° 3 : 662-668.
- BEN RHOUMA Ahmed, 2017, *Développement et caractérisation de matériaux composites biosourcés de construction à faible impact environnemental à base de tige de maïs*, Rapport de stage - Master 2, Université de Pau et des Pays de l'Adour / Université Toulouse III – Paul Sabatier (LMDC, LCA), Tarbes, 43 p.
- BOUASKER Marwen, BELAYACHI Naima, HOXHA Dashnor, et AL-MUKHTAR Muzahim, 2014, « Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications », *Materials*, vol. 7, n° 4 : 3034-3048.
- BOUGUERRA A, SALLÉE H, DE BARQUIN F, DHEILLY R. M, et QUÉNEUDEC M, 1999, « Isothermal moisture properties of wood-cementitious composites », *Cement and Concrete Research*, vol. 29, n° 3 : 339-347.
- BOURDOT Alexandra, MAGNIONT Camille, LAGOUIN Méryl, LAMBARÉ Guillaume, LABONNE Laurent, et EVON Philippe, 2018, « Evaluation of the potential of alternative particles as bio-aggregates for lightweight concrete », in , Funchal, Madeira Island, Portugal : 7.
- BOURDOT Alexandra, MOUSSA Tala, GACON Alexandre, MAALOUF Chadi, VAZQUEZ Patricia, THOMACHOT-SCHNEIDER Céline, BLIARD Christophe, MERABTINE Abdelatif, LACHI Mohammed, DOUZANE Omar, KARAKY Hamzé, et POLIDORI Guillaume, 2017, « Characterization of a hemp-based agro-material: Influence of starch ratio and hemp shive size on physical, mechanical, and hygrothermal properties », *Energy and Buildings*, vol. 153 : 501-512.
- BROUARD Yoann, 2018, *Caractérisation et optimisation d'un composite biosourcé pour l'habitat*, Université de Tours, 170 p.
- DE BRUIJN Paulien Brigitte, JEPPSSON Knut-Håkan, SANDIN Kenneth, et NILSSON Christer, 2009, « Mechanical properties of lime-hemp concrete containing shives and fibres », *Biosystems Engineering*, vol. 103, n° 4 : 474-479.
- DE BRUIJN Paulien et JOHANSSON Peter, 2013, « Moisture fixation and thermal properties of lime-hemp concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 47 : 1235-1242.
- BRUNDTLAND Gro Harlem, 1987, *Report of the World Commission on Environment and Development: Our Common Future*, 300 p, <https://sustainabledevelopment.un.org/content/documents/5987our-common-future.pdf> (consulté le 30 avril 2020).
- CAGNON Hugo, AUBERT Jean-Emmanuel., COUTAND Marie, et MAGNIONT Camille, 2014, « Hygrothermal properties of earth bricks », *Energy and Buildings*, vol. 80 : 208-217.
- CAMÕES Aires, EIRES Rute, et JALALI Said, 2012, « Old materials and techniques to improve the durability of earth buildings », in *International Council on Monuments and Sites (ICOMOS) - International Committee on Vernacular Architecture (CIAV)*, Abu Dhabi, United Arab Emirates : 14.
- CEREZO Véronique, 2005, *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Lyon, 248 p.
- ČERNÝ Robert, KUNCA Aleš, TYDLITÁT Vratislav, DRCHALOVÁ Jaroslava, et ROVNANÍKOVÁ Pavla, 2006, « Effect of pozzolanic admixtures on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters », *Construction and Building Materials*, vol. 20, n° 10 : 849-857.
- CHABANNES Morgan, 2015, *Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction*, Université de Montpellier, Montpellier, France, 226 p.
- CHABANNES Morgan, BÉNÉZET Jean-Charles, CLERC Laurent, et GARCIA-DIAZ Eric, 2014, « Use of raw rice husk as natural aggregate in a lightweight insulating concrete: An innovative application », *Construction and Building Materials*, vol. 70 : 428-438.

- CHABANNES Morgan, NOZAHIC Vincent, et AMZIANE Sofiane, 2015, « Design and multi-physical properties of a new insulating concrete using sunflower stem aggregates and eco-friendly binders », *Materials and Structures*, vol. 48, n° 6 : 1815-1829.
- CHABRIAC P. A., GOURDON E., GLE P., FABBRI A., et LENORMAND H., 2016, « Agricultural by-products for building insulation: Acoustical characterization and modeling to predict micro-structural parameters », *Construction and Building Materials*, vol. 112 : 158-167.
- CHAMOIN Julien, 2013, *Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation*, INSA de Rennes.
- CHANG Ilhan, IM Jooyoung, PRASIDHI Awlia Kharis, et CHO Gye-Chun, 2015, « Effects of Xanthan gum biopolymer on soil strengthening », *Construction and Building Materials*, vol. 74 : 65-72.
- CHRISTOFOROU Elias, KYLILI Angeliki, FOKAIDES Paris A., et IOANNOU Ioannis, 2016, « Cradle to site Life Cycle Assessment (LCA) of adobe bricks », *Journal of Cleaner Production*, vol. 112 : 443-452.
- COLINART Thibaut, GLOUANNEC Patrick, et CHAUVELON Philippe, 2012, « Influence of the setting process and the formulation on the drying of hemp concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 30 : 372-380.
- COLINART Thibaut, GLOUANNEC Patrick, PIERRE Thomas, CHAUVELON Philippe, et MAGUERESSE Anthony, 2013, « Experimental Study on the Hygrothermal Behavior of a Coated Sprayed Hemp Concrete Wall », *Buildings*, vol. 3, n° 1 : 79-99.
- COLINART Thibaut, LELIEVRE Dylan, et GLOUANNEC Patrick, 2016, « Experimental and numerical analysis of the transient hygrothermal behavior of multilayered hemp concrete wall », *Energy and Buildings*, vol. 112 : 1-11.
- COLLET Florence, 2004, *Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux*, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Rennes, 253 p.
- COLLET Florence, BART Marjorie, SERRES Laurent, et MIRIEL Jacques, 2008, « Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials », *Construction and Building Materials*, vol. 22, n° 6 : 1271-1280.
- COLLET Florence, CHAMOIN Julien, PRÉTOT Sylvie, et LANOS Christophe, 2013, « Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes », *Energy and Buildings*, vol. 62 : 294-303.
- COLLET Florence et PRÉTOT Sylvie, 2012, « Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete », in *The Second International Conference on Building Energy and Environment*, Boulder, United States : 878-885.
- COLLET Florence et PRÉTOT Sylvie, 2012, « Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 36 : 58-65.
- COLLET Florence et PRÉTOT Sylvie, 2014a, « Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content », *Construction and Building Materials*, vol. 65 : 612-619.
- COLLET Florence et PRÉTOT Sylvie, 2014b, « Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall », *Building and Environment*, vol. 82 : 459-466.
- CONTEVILLE Lucie et DEN HARTIGH Cyrielle, 2009, *Les écomatériaux en France - État des lieux et enjeux dans la rénovation thermique des logements*, <https://www.amisdelaterre.org/wp-content/uploads/2013/05/rapport-atf-les-ecomateriaux-en-france-mars09-2.pdf> (consulté le 30 juin 2020) : 55.
- CONSTRUIRE EN CHANVRE, 2007, *Règles professionnelles d'exécution d'ouvrages en béton de chanvre*, SEBTP.
- CORREA Andréa Aparecida Ribeiro, MENDES Lourival Marin, BARBOSA Normando Perazzo, PROTASIO Thiago de Paula, CAMPOS Nathalia de Aguiar, et TONOLI Gustavo Henrique Denzin, 2015, « Incorporation of bamboo particles and "synthetic termite saliva" in adobes », *Construction and Building Materials*, vol. 98 : 250-256.
- DELINIÈRE Romain, AUBERT Jean- Emmanuel, ROJAT Fabrice, et GASC-BARBIER Muriel., 2014, « Physical, mineralogical and mechanical characterization of ready-mixed clay plaster », *Building and Environment*, vol. 80 : 11-17.
- DIN, 2013, *Lehmputzmörtel e begriffe, anforderungen, prüfverfahren*, DIN 18947.

DINH The Manh, 2014, *Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant*, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 211 p.

DINH The Manh, MAGNIONT Camille, COUTAND Marie, et ESCADEILLAS G, 2012, « Hemp concrete using innovative pozzolanic binder », in *First International Conference on Bio-based Building Materials*, Clermont-Ferrand, France : 265-270.

DIQUÉLOU Youen, GOURLAY Etienne, ARNAUD Laurent, et KUREK Bernard, 2015, « Impact of hemp shiv on cement setting and hardening: Influence of the extracted components from the aggregates and study of the interfaces with the inorganic matrix », *Cement and Concrete Composites*, vol. 55 : 112-121.

DIQUÉLOU Youen, GOURLAY Etienne, ARNAUD Laurent, et KUREK Bernard, 2016, « Influence of binder characteristics on the setting and hardening of hemp lightweight concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 112 : 506-517.

DONNEES ET ETUDES STATISTIQUES, 2019, *Bilan énergétique de la France en 2018 - Synthèse*, <https://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/bilan-energetique-de-la-france-en-2018-synthese> (consulté le 21 avril 2020).

DUBOIS Samuel, EVRARD Arnaud, et LEBEAU Frédéric, 2014, « Modeling the hygrothermal behavior of biobased construction materials », *Journal of Building Physics*, vol. 38, n° 3 : 191-213.

DUTREIX Nicolas, BAECHER Cédric, PIANU Barbara, MARX Isabelle, et HABASQUE Martin, 2017, *Étude sur le secteur et les filières de production des matériaux et produits bio-sourcés utilisés dans la construction*, Nomadéis, Ministère de la Transition écologique et solidaire, Ministère de la cohésion des territoires.

EIRES Rute, CAMÕES Aires, et JALALI Said, 2017, « Enhancing water resistance of earthen buildings with quicklime and oil », *Journal of Cleaner Production*, vol. 142 : 3281-3292.

ELFORDY S., LUCAS F., TANCRET F., SCUDELLER Y., et GOUDET L., 2008, « Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process », *Construction and Building Materials*, vol. 22, n° 10 : 2116-2123.

EMIROĞLU Mehmet, YALAMA Ahmet, et ERDOĞDU Yasemin, 2015, « Performance of ready-mixed clay plasters produced with different clay/sand ratios », *Applied Clay Science*, vol. 115 : 221-229.

EVRARD Arnaud et DE HERDE André, 2010, « Hygrothermal Performance of Lime-Hemp Wall Assemblies », *Journal of Building Physics*, vol. 34, n° 1 : 5-25.

EVRARD Arnaud, 2008, *Transient hygrothermal behavior of Lime-Hemp Materials*, Université catholique de Louvain, Louvain, 142 p.

FABBRI Antonin et MCGREGOR Fionn, 2017, « Impact of the determination of the sorption-desorption curves on the prediction of the hemp concrete hygrothermal behaviour », *Construction and Building Materials*, vol. 157 : 108-116.

FABBRI Antonin, MCGREGOR Fionn, COSTA Ines, et FARIA Paulina, 2017, « Effect of temperature on the sorption curves of earthen materials », *Materials and Structures*, vol. 50, n° 6.

FARIA Paulina, SANTOS Tânia, et AUBERT Jean-Emmanuel, 2016, « Experimental Characterization of an Earth Eco-Efficient Plastering Mortar », *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 28, n° 1 : 04015085.

FERNANDES Jorge, PEIXOTO Marco, MATEUS Ricardo, et GERVÁSIO Helena, 2019, « Life cycle analysis of environmental impacts of earthen materials in the Portuguese context: Rammed earth and compressed earth blocks », *Journal of Cleaner Production*, vol. 241 : 118286.

FFB, RESEAU ECOBATIR, FEDERATION DES SCOPBTP, et ÉCOLE NATIONALES DES TRAVAUX PUBLICS DE L'ÉTAT, 2012, « Règles professionnelles pour la mise en oeuvre des enduits sur supports composés de terre crue », *Recherche et développement métier*.

FLAMENT Cédric, 2013, *Valorisation des fines de lavages de granulats: application à la construction en terre crue*, Université d'Artois - Faculté des Sciences Appliquées de Béthunes, 244 p.

FONTAINE Laetitia et ANGER Romain, 2013, *Projet PaTerre+. Interactions argiles/biopolymères: patrimoine architectural en terre et stabilisants naturels d'origine animale et végétale. Rapport final*, Programme National de

Recherche sur la Connaissance et la Conservation des matériaux du patrimoine culturel-Ministère de la Culture et de la Communication.

GALÁN-MARÍN C., RIVERA-GÓMEZ C., et BRADLEY F., 2013, *Ultrasonic, Molecular and Mechanical Testing Diagnostics in Natural Fibre Reinforced, Polymer-Stabilized Earth Blocks*, <https://www.hindawi.com/journals/ijps/2013/130582/> (consulté le 15 juillet 2020).

GALÁN-MARÍN C., RIVERA-GÓMEZ C., et PETRIC J., 2010, « Clay-based composite stabilized with natural polymer and fibre », *Construction and Building Materials*, vol. 24, n° 8 : 1462-1468.

GIROUDON Marie, LABOREL-PRÉNERON Aurélie, AUBERT Jean-Emmanuel, et MAGNIONT Camille, 2019, « Comparison of barley and lavender straws as bioaggregates in earth bricks », *Construction and Building Materials*, vol. 202 : 254-265.

GLÉ P., GOURDON E., et ARNAUD L., 2011, « Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several scales of porosity », *Applied Acoustics*, vol. 72, n° 5 : 249-259.

GLE Philippe, 2014, *Acoustique des Matériaux du Bâtiment à base de Fibres et Particules Végétales - Outils de Caractérisation, Modélisation et Optimisation*, INSA de Lyon, Lyon.

GOMES Maria Idália, FARIA Paulina, et GONÇALVES Teresa Diaz, 2018, « Earth-based mortars for repair and protection of rammed earth walls. Stabilization with mineral binders and fibers », *Journal of Cleaner Production*, vol. 172 : 2401-2414.

GOODHEW Steven et GRIFFITHS Richard, 2005, « Sustainable earth walls to meet the building regulations », *Energy and Buildings*, vol. 37, n° 5 : 451-459.

GOURLAY Etienne et ARNAUD Laurent, 2010, « Comportement hygrothermique des murs de béton de chanvre », in *Actes du congrès SFT*, Le Touquet, France : 7.

GOURLAY Etienne, GLÉ Philippe, MARCEAU Sandrine, FOY Cédric, et MOSCARDELLI Sandrine, 2017, « Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 139 : 513-523.

HABA Bourhaneddine, AGOUDJIL Boudjemaa, BOUDENNE Abderrahim, et BENZARTI Karim, 2017, « Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 154 : 963-971.

HAMARD Erwan, MOREL Jean-Claude, SALGADO Fernanda, MARCOM Alain, et MEUNIER Nicolas, 2013, « A procedure to assess the suitability of plaster to protect vernacular earthen architecture », *Journal of Cultural Heritage*, vol. 14, n° 2 : 109-115.

HUGGETT J.M., 2015, « Clay Minerals », in *Reference Module in Earth Systems and Environmental Sciences*, Elsevier : B9780124095489096000.

ISO, 2006, *Management environnemental - Analyse du cycle de vie - Principes et cadre*, EN ISO 14040.

ISO, 2008, *Hygrothermal performance of building materials and products - Determination of moisture adsorption/desorption properties in response to humidity variation*, ISO 24343.

JAPANESE STANDARDS ASSOCIATION, 2002, *Test method of adsorption/desorption efficiency for building materials to regulate an indoor humidity - Part 1: Response method of humidity*.

JAQUIN P., 2012, « History of earth building techniques », in *Modern Earth Buildings*, Elsevier : 307-323.

JIANG Y., LAWRENCE M., ANSELL M. P., et HUSSAIN A., 2018, « Cell wall microstructure, pore size distribution and absolute density of hemp shiv », *Royal Society Open Science*, vol. 5, n° 4 : 171945.

KHATIB J. M. et HIBBERT J. J., 2005, « Selected engineering properties of concrete incorporating slag and metakaolin », *Construction and Building Materials*, vol. 19, n° 6 : 460-472.

KHATIB J. M. et WILD S., 1996, « Pore size distribution of metakaolin paste », *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n° 10 : 1545-1553.

- KÜNZEL Hartwig M., 1995, *Simultaneous heat and moisture transport in building components: one- and two-dimensional calculation using simple parameters*, Stuttgart, IRB-Verl.
- LABAT Matthieu, MAGNIONT Camille, OUDHOF Nicolaas, et AUBERT Jean-Emmanuel, 2016, « From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential », *Building and Environment*, vol. 97 : 69-81.
- LABOREL-PRÉNERON A., AUBERT J. E., MAGNIONT C., TRIBOUT C., et BERTRON A., 2016, « Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review », *Construction and Building Materials*, vol. 111 : 719-734.
- LABOREL-PRÉNERON A., MAGNIONT C., et AUBERT J-E., 2018, « Hygrothermal properties of unfired earth bricks: Effect of barley straw, hemp shiv and corn cob addition », *Energy and Buildings*, vol. 178 : 265-278.
- LABOREL-PRÉNERON Aurélie, 2017, *Formulation and characterization of unfired clay bricks with plant aggregates*, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- LABOREL-PRÉNERON Aurélie, MAGNIONT Camille, et AUBERT Jean-Emmanuel, 2017a, « Characterization of Barley Straw, Hemp Shiv and Corn Cob as Resources for Bioaggregate Based Building Materials », *Waste and Biomass Valorization*.
- LABOREL-PRÉNERON Aurélie, AUBERT Jean-Emmanuel, MAGNIONT Camille, MAILLARD Pascal, et POIRIER Catherine, 2017b, « Effect of Plant Aggregates on Mechanical Properties of Earth Bricks », *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 29, n° 12 : 04017244.
- LANAS J et ALVAREZ-GALINDO José I, 2003, « Masonry repair lime-based mortars: factors affecting the mechanical behavior », *Cement and Concrete Research*, vol. 33, n° 11 : 1867-1876.
- LATIF Eshrar, CIUPALA Mihaela Anca, TUCKER Simon, WIJESEKERA Devapriya Chitral, et NEWPORT Darryl John, 2015a, « Hygrothermal performance of wood-hemp insulation in timber frame wall panels with and without a vapour barrier », *Building and Environment*, vol. 92 : 122-134.
- LATIF Eshrar, LAWRENCE Mike, SHEA Andy, et WALKER Pete, 2015b, « Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime », *Building and Environment*, vol. 93 : 199-209.
- LAWRENCE Mike, FODDE Enrico, PAINE Kevin, et WALKER Pete, 2012, « Hygrothermal performance of an experimental hemp-lime building », in *Key Engineering Materials*, Trans Tech Publ : 413-421.
- LEBERT Alexandra, LASVAUX Sébastien, GRANNEC Francis, NIBEL Sylviane, ACHIM Fanny, SCHIOPU Nicoleta, et CHEVALIER Jacques, 2014, « Capitalisation des résultats de l'expérimentation HQE Performances », http://www.hqegbc.org/wp-content/uploads/2015/09/2013-10-Synthese_HQE_Perf_2012-2013_VF.pdf (consulté le 4 mai 2020).
- LECOMPTE Thibaut, 2019, « Matériaux bio-sourcés pour le bâtiment et stockage temporaire de carbone », *Ref: TIP540WEB - « La construction responsable »*.
- LEDHEM Ali, 1997, *Contribution à l'étude d'un béton de bois: mise au point d'un procédé de minimisation des variations dimensionnelles d'un composite argile-ciment-bois*, These de doctorat, Lyon, INSA.
- LELIEVRE D., COLINART T., et GLOUANNEC P., 2014, « Hygrothermal behavior of bio-based building materials including hysteresis effects: Experimental and numerical analyses », *Energy and Buildings*, vol. 84 : 617-627.
- LENORMAND Hélène, MAHIEU Angélique, LEBLANC Nathalie, et VIVET Alexandre, 2014, « Nouvelles agroressources pour panneaux de particules 100% biosourcés », in *Conférence Matériaux 2014 - Colloque Ecomatériau*, Montpellier, France : 11.
- LIMA José et FARIA Paulina, 2016, « Eco-Efficient Earthen Plasters: The Influence of the Addition of Natural Fibers », in Raul Figueiro et Sohel Rana (dir.), *Natural Fibres: Advances in Science and Technology Towards Industrial Applications*, Dordrecht, Springer Netherlands : 315-327.
- LIMA José, FARIA Paulina, et SANTOS SILVA António, 2016, « Earthen Plasters Based on Illitic Soils from Barrocal Region of Algarve: Contributions for Building Performance and Sustainability », *Key Engineering Materials*, vol. 678 : 64-77.

- LIMA José, FARIA Paulina, et SILVA António Santos, 2019, « *Earth-based plasters: the influence of clay mineralogy* », in *5th Historic Mortars Conference HMC2019*, Pamplona, Spain : 21-35.
- LIUZZI S., HALL M. R., STEFANIZZI P., et CASEY S. P., 2013, « Hygrothermal behaviour and relative humidity buffering of unfired and hydrated lime-stabilised clay composites in a Mediterranean climate », *Building and Environment*, vol. 61 : 82-92.
- LIUZZI Stefania, RUBINO Chiara, STEFANIZZI Pietro, PETRELLA Andrea, BOGHETICH Adriano, CASAVOLA Caterina, et PAPPALETTERA Giovanni, 2018, « Hygrothermal properties of clayey plasters with olive fibers », *Construction and Building Materials*, vol. 158 : 24-32.
- MAALOUF C., LE A.D. Tran, UMURIGIRWA S.B., LACHI M., et DOUZANE O., 2014, « Study of hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope under summer conditions in France », *Energy and Buildings*, vol. 77 : 48-57.
- MADDISON Martin, MAURING Tõnu, KIRSIMÄE Kalle, et MANDER Ülo, 2009, « The humidity buffer capacity of clay-sand plaster filled with phytomass from treatment wetlands », *Building and Environment*, vol. 44, n° 9 : 1864-1868.
- MAGNIONT Camille, 2010, *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources*, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- MAGNIONT Camille, ESCADEILLAS Gilles, COUTAND Marie, et OMS-MULTON Claire, 2012, « Use of plant aggregates in building ecomaterials », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 16, n° sup1 : s17-s33.
- MAGNIONT Camille, ESCADEILLAS Gilles, OMS-MULTON Claire, et COUTAND Marie, 2011, « Valorisation de granulats végétaux pour la formulation d'écomatériaux de construction », in *XXIXème Rencontres Universitaires de Génie Civil*, Tlemcen : 11.
- MARAVELAKI-KALAITZAKI P., BAKOLAS A., KARATASIOS I., et KILIKOGLU V., 2005, « Hydraulic lime mortars for the restoration of historic masonry in Crete », *Cement and Concrete Research*, vol. 35, n° 8 : 1577-1586.
- MAZHOUD Brahim, COLLET Florence, PRETOT Sylvie, et CHAMOIN Julien, 2016, « Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters », *Building and Environment*, vol. 96 : 206-216.
- MAZHOUD Brahim, COLLET Florence, PRETOT Sylvie, et LANOS Christophe, 2017, « Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites », *Construction and Building Materials*, vol. 155 : 1126-1137.
- MCGREGOR Fionn, HEATH Andrew, FODDE Enrico, et SHEA Andy, 2014a, « Conditions affecting the moisture buffering measurement performed on compressed earth blocks », *Building and Environment*, vol. 75 : 11-18.
- MCGREGOR Fionn, HEATH Andrew, SHEA Andrew, et LAWRENCE Mike, 2014b, « The moisture buffering capacity of unfired clay masonry », *Building and Environment*, vol. 82 : 599-607.
- MELIÀ Paco, RUGGIERI Gianluca, SABBADINI Sergio, et DOTELLI Giovanni, 2014, « Environmental impacts of natural and conventional building materials: a case study on earth plasters », *Journal of Cleaner Production*, vol. 80 : 179-186.
- MEUKAM P., NOUMOWE A., JANNOT Y., et DUVAL R., 2003, « Caractérisation thermophysique et mécanique de briques de terre stabilisées en vue de l'isolation thermique de bâtiment », *Materials and Structures*, vol. 36, n° 7 : 453-460.
- MILETO C, VEGAS F, et CRISTINI V, 2012, *Rammed Earth Conservation*, C. Mileto, F. Vegas&V. Cristini.
- MILLOGO Younoussa, AUBERT Jean-Emmanuel, SÉRÉ Ahmed Douani, FABBRI Antonin, et MOREL Jean-Claude, 2016, « Earth blocks stabilized by cow-dung », *Materials and Structures*, vol. 49, n° 11 : 4583-4594.
- MINKE Gernot, 2006, *Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture*, Birkhäuser – Publishers for Architecture Basel · Berlin · Boston.
- MOREAU Sylvain, 2019, *Bilan énergétique de la France pour 2017*, Commissariat général au développement durable, Service de la donnée et des études statistiques, Ministère de la transition écologique et solidaire.
- NAKAMATSU Javier, KIM Suyeon, AYARZA Jorge, RAMÍREZ Eduardo, ELGEGREN Mariela, et AGUILAR Rafael, 2017, « Eco-friendly modification of earthen construction with carrageenan: Water durability and mechanical assessment », *Construction and Building Materials*, vol. 139 : 193-202.

- NGOWI Alfred B., 1997, « Improving the traditional earth construction: a case study of Botswana », *Construction and Building Materials*, vol. 11, n° 1 : 1-7.
- NGUYEN Tai Thu, 2010, *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud.
- NGUYEN Tai Thu, PICANDET Vincent, CARRE Patrick, LECOMPTE Thibaut, AMZIANE Sofiane, et BALEY Christophe, 2010, « Effect of compaction on mechanical and thermal properties of hemp concrete », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 14, n° 5 : 545-560.
- NGUYEN Tai Thu, PICANDET Vincent, AMZIANE Sofiane, et BALEY Christophe, 2009, « Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 13 : 1039-1050.
- NOZAHIC V., AMZIANE S., TORRENT G., SAIDI K., et DE BAYNAST H., 2012, « Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder », *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, n° 2 : 231-241.
- NOZAHIC Vincent, 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 chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux*, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- OUEDRAOGO Kouka Amed Jérémy, 2019, *Stabilisation de matériaux de construction durables et écologiques à base de terre crue par des liants organiques et/ou minéraux à faibles impacts environnementaux*, Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), Toulouse, 168 p.
- OUEDRAOGO Kouka Amed Jeremy, AUBERT Jean-Emmanuel, TRIBOUT Christelle, et ESCADEILLAS Gilles, 2020, « Is stabilization of earth bricks using low cement or lime contents relevant? », *Construction and Building Materials*, vol. 236 : 117578.
- PACHAURI R. K., MAYER Leo, et INTERGOVERNMENTAL PANEL ON CLIMATE CHANGE (dir.), 2015, *Climate change 2014: synthesis report*, Geneva, Switzerland, Intergovernmental Panel on Climate Change.
- PALUMBO M., LACASTA A. M., HOLCROFT N., SHEA A., et WALKER P., 2016a, « Determination of hygrothermal parameters of experimental and commercial bio-based insulation materials », *Construction and Building Materials*, vol. 124 : 269-275.
- PALUMBO M., MCGREGOR F., HEATH A., et WALKER P., 2016b, « The influence of two crop by-products on the hygrothermal properties of earth plasters », *Building and Environment*, vol. 105 : 245-252.
- PALUMBO Mariana, 2015, *Contribution to the development of new bio-based thermal insulation materials made from vegetal pith and natural binders: hygrothermal performance, fire reaction and mould growth resistance*, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 210 p.
- PANTAWEE Saksith, SINSIRI Theerawat, JATURAPITAKKUL Chai, et CHINDAPRASIRT Prinya, 2017, « Utilization of hemp concrete using hemp shiv as coarse aggregate with aluminium sulfate $[Al_2(SO_4)_3]$ and hydrated lime $[Ca(OH)_2]$ treatment », *Construction and Building Materials*, vol. 156 : 435-442.
- PENNEC F., ALZINA A., TESSIER-DOYEN N., NAÏT-ALI B., MATI-BAOUCHE N., DE BAYNAST H., et SMITH D. S., 2013, « A combined finite-discrete element method for calculating the effective thermal conductivity of bio-aggregates based materials », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 60 : 274-283.
- PERROT A., RANGEARD D., MENASRIA F., et GUIHÉNEUF S., 2018, « Strategies for optimizing the mechanical strengths of raw earth-based mortars », *Construction and Building Materials*, vol. 167 : 496-504.
- PEUHKURI Ruut Hannele, 2003, *Moisture Dynamics in Building Envelopes*, Technical University of Denmark.
- PHILIP J. R. et VRIES D. A. De, 1957, « Moisture movement in porous materials under temperature gradients », *Eos, Transactions American Geophysical Union*, vol. 38, n° 2 : 222-232.
- PICHON Herve, 1994, *Le système « "pouzzolanes naturelles-chaux-eau" » à 38 et 100°C: relations entre la réactivité chimique, les phases néoformées et les conséquences physico-mécaniques (application aux matériaux volcaniques du Massif Central français)*, Université Joseph Fournier - Grenoble I, 234 p.

- PINEDA-PINÓN Jorge, VEGA-DURÁN J. T., MANZANO-RAMÍREZ A., PÉREZ-ROBLES J. F., BALMORI-RAMÍREZ H, et HERNÁNDEZ-LANDAUVERDE M. A., 2007, « Enhancement of mechanical and hydrophobic properties of Adobes for Building Industry by the addition of polymeric agents », *Building and Environment*, vol. 42, n° 2 : 877-883.
- PINEL A., JORAND Y., OLAGNON C., CHARLOT A., et FLEURY E., 2017, « Towards poured earth construction mimicking cement solidification: demonstration of feasibility via a biosourced polymer », *Materials and Structures*, vol. 50, n° 5.
- PINEL Alban, 2017, *Transition liquide-solide dans des dispersions d'argiles contrôlée par un biopolymère : Application à la construction en terre*, Université de Lyon, 235 p.
- PRASEEDA K. I., MANI Monto, et REDDY B. V. Venkatarama, 2014, « Assessing Impact of Material Transition and Thermal Comfort Models on Embodied and Operational Energy in Vernacular Dwellings (India) », *Energy Procedia*, vol. 54 : 342-351.
- PRETOT Sylvie, COLLET Florence, et GARNIER Charles, 2014, « Life cycle assessment of a hemp concrete wall: Impact of thickness and coating », *Building and Environment*, vol. 72 : 223-231.
- RAHIM M., DOUZANE O., TRAN LE A. D., et LANGLET T., 2016a, « Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials », *Construction and Building Materials*, vol. 111 : 119-127.
- RAHIM M., DOUZANE O., TRAN LE A. D., PROMIS G., LAIDOUZI B., CRIGNY A., DUPRE B., et LANGLET T., 2015, « Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity », *Energy and Buildings*, vol. 88 : 91-99.
- RAHIM M., DOUZANE O., TRAN LE A. D., PROMIS G., et LANGLET T., 2016b, « Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 102 : 679-687.
- RANDAZZO L., MONTANA G., HEIN A., CASTIGLIA A., RODONÒ G., et DONATO D. I., 2016, « Moisture absorption, thermal conductivity and noise mitigation of clay based plasters: The influence of mineralogical and textural characteristics », *Applied Clay Science*, vol. 132-133 : 498-507.
- RATIAISOA Rijaniaina Valéry, MAGNIONT Camille, GINESTET Stéphane, OMS Claire, et ESCADEILLAS Gilles, 2016, « Assessment of distilled lavender stalks as bioaggregate for building materials: Hygrothermal properties, mechanical performance and chemical interactions with mineral pozzolanic binder », *Construction and Building Materials*, vol. 124, n° Supplement C : 801-815.
- RFCP, 2018, *Règles professionnelles de construction en paille*, Le Moniteur.
- RODE Carsten, PEUHKURI Ruut Hannele, MORTENSEN Lone Hedegaard, HANSEN Kurt Kielsgaard, TIME Berit, GUSTAVSEN Arild, OJANEN Tuomo, AHONEN Jarkko, SVENNBERG Kaisa, et ARFVIDSSON Jesper, 2005, *Moisture buffering of building materials*, Department of Civil Engineering Technical University of Denmark.
- RÖHLEN Ulrich et ZIEGERT Christof, 2011, *Earth Building Practice: Planning - Design - Building*, Beuth Verlag.
- ROJAT Fabrice, OLIVIER Myriam, MESBAH Mahmoud Ali, et MILLON Didier, 2014, « Caractérisation mécanique des enduits en terre crue fibrée », in *écobat Sciences et Techniques* : 16.
- ROJAT Fabrice, CARNUS Bernard, XIAO Bing-Feng, et FAN Wen, 2016, *Essais mécaniques sur enduits de terre crue fibrée. Méthodes d'essai et caractérisation de plusieurs formulations.*, CEREMA, ENTPE.
- SAHU S., BADGER S., THAULOW N., et LEE R. J., 2004, « Determination of water-cement ratio of hardened concrete by scanning electron microscopy », *Cement and Concrete Composites*, vol. 26, n° 8 : 987-992.
- SAMRI Driss, 2008, *Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 285 p.
- SANTOS Tânia, FARIA Paulina, et SILVA Vítor, 2019, « Can an earth plaster be efficient when applied on different masonries? », *Journal of Building Engineering*, vol. 23 : 314-323.
- SANTOS Tânia, NUNES Lina, et FARIA Paulina, 2017, « Production of eco-efficient earth-based plasters: Influence of composition on physical performance and bio-susceptibility », *Journal of Cleaner Production*, vol. 167 : 55-67.
- SCHROEDER Horst, 2016, *Sustainable Building with Earth*, Cham, Springer International Publishing.

- SCHULZE D.G., 2005, « CLAY MINERALS », in *Encyclopedia of Soils in the Environment*, Elsevier : 246-254.
- SCRIBE Chrystel, 2019, *Bilan 2016 de la production de déchets en France*, Commissariat général au développement durable, Service de la donnée et des études statistiques, Ministère de la Transition écologique et solidaire.
- SEN Tara et REDDY H N Jagannatha, 2011, « Application of Sisal, Bamboo, Coir and Jute Natural Composites in Structural Upgradation », *International Journal of Innovation*, vol. 2, n° 3 : 6.
- SENG Billy, 2018, *Etude expérimentale et numérique du comportement hygrothermique de blocs préfabriqués en béton de chanvre*, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, Toulouse, 240 p.
- SENG Billy, MAGNIONT Camille, et LORENTE Sylvie, 2019a, « Characterization of a precast hemp concrete. Part I: Physical and thermal properties », *Journal of Building Engineering*, vol. 24 : 100540.
- SENG Billy, MAGNIONT Camille, et LORENTE Sylvie, 2019b, « Characterization of a precast hemp concrete block. Part II: Hygric properties », *Journal of Building Engineering*, vol. 24 : 100579.
- SHEA Andy, LAWRENCE Mike, et WALKER Pete, 2012, « Hygrothermal performance of an experimental hemp-lime building », *Construction and Building Materials*, vol. 36 : 270-275.
- SHUKLA Ashish, TIWARI G. N., et SODHA M. S., 2009, « Embodied energy analysis of adobe house », *Renewable Energy*, vol. 34, n° 3 : 755-761.
- SILVA B. A., FERREIRA PINTO A. P., et GOMES A., 2015, « Natural hydraulic lime versus cement for blended lime mortars for restoration works », *Construction and Building Materials*, vol. 94 : 346-360.
- SILVA B. A., FERREIRA PINTO A. P., et GOMES Augusto, 2014, « Influence of natural hydraulic lime content on the properties of aerial lime-based mortars », *Construction and Building Materials*, vol. 72 : 208-218.
- SILVA B, CORREIA J, NUNES F, TAVARES P, VARUM H, et PINTO J, 2010, « *Bird Nest Construction - Lessons for Building with Earth* », vol. 6, n° 2 : 10.
- 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 and Applied Chemistry*, vol. 57, n° 4 : 603-619.
- SORGHIO B., ZERBO L., KEITA I., DEMBELE C., PLEA M., SOL V., GOMINA M., et BLANCHART P., 2014, « Strength and creep behavior of geomaterials for building with tannin addition », *Materials and Structures*, vol. 47, n° 6 : 937-946.
- STAZI Francesca, NACCI Andrea, TITTARELLI Francesca, PASQUALINI Erio, et MUNAFÒ Placido, 2016, « An experimental study on earth plasters for earthen building protection: The effects of different admixtures and surface treatments », *Journal of Cultural Heritage*, vol. 17 : 27-41.
- STEFANIDOU Maria, ASSAEL Marc, ANTONIADIS Konstantinos, et MATZIAROGLOU Gregory, 2010, « Thermal Conductivity of Building Materials Employed in the Preservation of Traditional Structures », *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, n° 4-5 : 844-851.
- STEVULOVA Nadezda, KIDALOVA Lucia, CIGASOVA Julia, JUNAK Jozef, SICAKOVA Alena, et TERPAKOVA Eva, 2013, « Lightweight Composites Containing Hemp Hurds », *Procedia Engineering*, vol. 65 : 69-74.
- STRANDBERG-DE BRUIJN Paulien et JOHANSSON Peter, 2014, « Moisture transport properties of lime-hemp concrete determined over the complete moisture range », *Biosystems Engineering*, vol. 122 : 31-41.
- TAOUKIL Driss, EL BOUARDI Abdelmajid, SICK Friedrich, MIMET Abdelaziz, EZBAKHE Hassan, et AJZOUL Taib, 2013, « Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood-concrete composite », *Construction and Building Materials*, vol. 48 : 104-115.
- THE INTERNATIONAL ENERGY AGENCY, 2017, *World energy balances and statistics – Data services*, <https://www.iea.org/subscribe-to-data-services/world-energy-balances-and-statistics> (consulté le 30 avril 2020).
- TRAN LE A. D., MAALOUF C., MAI T. H., WURTZ E., et COLLET F., 2010, « Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope », *Energy and Buildings*, vol. 42, n° 10 : 1797-1806.

- TRAN LE Anh Dung, 2010, *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (sous titre : simulation numérique et approche expérimentale)*, Université de Reims Champagne-Ardenne, Reims, 220 p.
- DEL VALLE-ZERMEÑO R., AUBERT J. E., LABOREL-PRÉNERON A., FORMOSA J., et CHIMENOS J. M., 2016, « Preliminary study of the mechanical and hygrothermal properties of hemp-magnesium phosphate cements », *Construction and Building Materials*, vol. 105 : 62-68.
- VAN DAMME Henri et HOUBEN Hugo, 2017, « Earth concrete. Stabilization revisited », *Cement and Concrete Research*.
- VEJMEKOVÁ Eva, KEPPERT Martin, ROVNANÍKOVÁ Pavla, KERŠNER Zbyněk, et ČERNÝ Robert, 2012a, « Application of burnt clay shale as pozzolan addition to lime mortar », *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, n° 4 : 486-492.
- VEJMEKOVÁ Eva, KEPPERT Martin, ROVNANÍKOVÁ Pavla, KERŠNER Zbyněk, et ČERNÝ Robert, 2012b, « Properties of lime composites containing a new type of pozzolana for the improvement of strength and durability », *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, n° 8 : 3534-3540.
- VENKATARAMA REDDY B. V et JAGADISH K. S., 2003, « Embodied energy of common and alternative building materials and technologies », *Energy and Buildings*, vol. 35, n° 2 : 129-137.
- VIEL Marie, COLLET Florence, et LANOS Christophe, 2018, « Chemical and multi-physical characterization of agro-resources' by-product as a possible raw building material », *Industrial Crops and Products*, vol. 120 : 214-237.
- VILANE B. R. T., 2010, « Assessment of stabilisation of adobes by confined compression tests », *biosystems engineering*, n° 106 : 551-558.
- VOĚNOVITCH I. A., 1971, *L'analyse minéralogique des sols argileux*, Eyrolles.
- VOLOLONIRINA Oly et PERRIN Bernard, 2016, « Inquiries into the measurement of vapour permeability of permeable materials », *Construction and Building Materials*, vol. 102 : 338-348.
- WALKER R. et PAVIA S., 2014, « Influence of the Type of Binder on the Properties of Lime-Hemp Concrete », in Carmen Llinares-Millán, Igor Fernández-Plazaola, Francisco Hidalgo-Delgado, María Montserrat Martínez-Valenzuela, Francisco Javier Medina-Ramón, Inmaculada Oliver-Faubel, Isabel Rodríguez-Abad, Andrea Salandin, Rafael Sánchez-Grandia, et Isabel Tort-Ausina (dir.), *Construction and Building Research*, Dordrecht, Springer Netherlands : 505-514.
- WALKER R. et PAVIA S., 2014, « Moisture transfer and thermal properties of hemp-lime concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 64, n° Supplement C : 270-276.
- WALKER R., PAVIA S., et MITCHELL R., 2014, « Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 61 : 340-348.
- WUFI, [s. d.], *Wärme und Feuchte instationär*, <https://wufi.de/en/> (consulté le 3 octobre 2020).
- YALLEY Peter Paa-Kofi et MANU Dorothy, 2013, « Strength and Durability Properties of Cow Dung Stabilised Earth Brick », *Civil and Environmental Research* : 10.
- YARBROUGH David W., WILKES Kenneth E., OLIVIER Paul A., GRAVES Ronald S., et VOHRA Arun, 2005, « Apparent thermal conductivity data and related information for rice Hulls and crushed pecan shells », *Thermal Conductivity*, vol. 27 : 222-230.
- ZAKNOUNE Atika, 2011, *Etude du comportement thermohydrrique de matériaux « chanvre-chaux » lors de la phase de séchage – Estimation par technique inverse des propriétés hydriques*, Université de Bretagne Sud, 161 p.

Chapitre 2.

Isolation répartie en béton végétal

Préambule

Comme souligné dans le chapitre précédent, les bétons végétaux sont des matériaux au comportement hygrothermique spécifique. Du fait de la présence d'un réseau poreux ouvert et des tailles de pores multi-échelles, ils présentent une très importante capacité à échanger de la vapeur d'eau avec l'air environnant. Leurs bonnes performances isolantes sont également assurées par le fort volume d'air qu'ils renferment. Toutefois, la grande porosité des matériaux, associée à la déformabilité des granulats et aux éventuelles interactions entre particules et liant, ne permet pas toujours d'atteindre des niveaux de performances mécaniques compatibles avec une utilisation des agrobétons sous forme de blocs autoporteurs.

L'objectif principal de cette partie porte sur la définition d'une formulation performante en termes d'atténuation des variations hygriques, présentant des conductivités thermiques assez faibles pour envisager une utilisation en isolation répartie et garantissant des propriétés d'autoportance.

Pour ce faire, trois formulations sont étudiées. Dans une démarche visant à diversifier la ressource végétale utilisée pour la réalisation des agrobétons, l'emploi de matériaux locaux est favorisé : le maïs et le tournesol. Avec près de 2,9 millions ha cultivés, soit 10 millions de tonnes de tiges disponibles chaque année, le maïs est la deuxième céréale la plus cultivée en France. Le tournesol représente, quant à lui, 614 000 ha cultivés, soit près de 230 000 tonnes de résidus agricoles produits par an [GNIS 2017 ; Laborel-Préneron *et al.* 2017a]. Les bétons caractérisés incorporent ces particules d'écorce dans une matrice soit de chaux formulée, soit pouzzolanique.

Considérés comme multifonctionnels, les bétons végétaux sont évalués selon leurs performances hygriques, thermiques et mécaniques. Ces dernières sont appréciées au regard de la microstructure des matériaux composites mais aussi des caractéristiques propres à la nature des matières premières employées.

La quantification des vides et la qualification de la morphologie des capillaires des végétaux sont notamment réalisées par la tomographie à rayons X. Cette méthode est également employée pour l'exploration de la microstructure des bétons végétaux et l'étude de l'arrangement granulaire dans les agrobétons.

Ce travail a été publié dans *Construction and Building Materials* en octobre 2019.

Article A. Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes

Published in *Construction and Building Materials*, Volume 222, 20 October 2019, Pages 852-871, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.004>.

Méryl LAGOUIN¹, Camille MAGNIONT¹, Pascale SÉNÉCHAL², Peter MOONEN^{2,3}, Jean-Emmanuel AUBERT¹, Aurélie LABOREL-PRÉNERON¹

¹ LMDC, Université de Toulouse, INSA, UPS, France

² CNRS/Univ Pau & Pays Adour/E2S UPPA, DMEX-IPRA, UMS3360, France

³ CNRS/Total/Univ Pau & Pays Adour/E2S UPPA, LFCR-IPRA, UMR5150, France

HIGHLIGHTS.

- Pore structure of bio-based materials is investigated combining WIP, MIP and X-ray CT;
- X-ray CT is a promising tool for the exploration of inner porosity of plant particles;
- Hygrothermal properties and compressive strength are measured on bio-based concretes;
- Types of binder and aggregate impact the use performances of vegetal concretes.

ABSTRACT. Bio-aggregate based building materials offer promising perspectives thanks to their low environmental impact and interesting hygrothermal behaviour. In this paper, different formulations of bio-aggregate concrete are proposed and analysed. We focus on two types of locally available bio-aggregates, namely maize and sunflower bark chips, and two types of binder matrices, based on respectively metakaolin and lime. The study specifically focuses on the pore structure of the composite material, as this quantity has a decisive impact on the insulating properties (thermal conductivity), the hygric behaviour (sorption isotherms, water vapour permeability and moisture buffer value) as well as on the mechanical performance (compressive strength). The results underline the impact of the constituents' porosity on the complex porous structure of the bio-concrete and the influence of porosity on its performance. The findings demonstrate that metakaolin and sunflower are high-potential raw materials for the design of a bio-aggregate based concrete.

KEYWORDS: bio-based materials; porosity; X-ray tomography; sorption isotherm; water vapour permeability; moisture buffer value; thermal conductivity; compressive strength.

1. Introduction

Growing ecological and environmental awareness has driven efforts from all sectors to reduce their global environmental footprint. The building industry is particularly concerned since buildings are responsible for approximately 40% of energy consumption and 36% of greenhouse gas emissions in the European Union [1]. This sector is the largest consumer of energy and non-renewable raw materials and the largest producer of waste in France [2]–[4]. Consumption of resources, such as energy and raw materials, as well as greenhouse gas and pollutant emissions underlie the main impacts of buildings on the environment.

These observations have contributed to the rapid expansion of innovative and sustainable materials. Plant-based building materials are some of them. They are obtained from the processing of agricultural by-products, such as hemp, and have considerable environmental benefits. First, bio-aggregates are derived from an abundant, renewable vegetal resource which is also a carbon sequestration material as agricultural products have the property of capturing carbon dioxide from the atmosphere during their growth and storing it in their organisms. Besides, the use of plant particles in building materials helps to economize valuable natural resources thanks to agricultural waste recovery [5].

Associated with a mineral binder to bind the particles together, plant aggregates enable the design of bio-aggregate-based concrete. These lightweight vegetal concretes are hygroscopic materials. Thus, they have the capacity to store moisture from or release it into the ambient air and, hence, to moderate daily or seasonal humidity variations and sudden step changes of the indoor environment [6]. Their low thermal conductivity enables them to reduce heat diffusion, and thus winter heat losses, and protect from summer heat waves [7]. Thanks to their ability to manage water vapour transfer and to regulate heat flows, vegetal concretes ensure high indoor environmental quality and contribute to energy saving [8], while limiting the environmental impacts of building materials.

Hemp concrete has been the most commonly investigated bio-aggregate based material in recent years. However, hemp is not widely produced in France and little is available in the south-west of the country. To minimize transport distances and thus lower carbon emissions, the raw material has to be locally available. Hence, it appeared necessary to seek other potential agricultural by-products, produced in greater quantities. The potential of several agricultural wastes has been studied, such as sunflower stem [9], lavender stalk [10], barley straw and corn cob [11], flax, rape, corn and wheat [12].

Some authors have explored the complex porous structure of bio-composites, mostly of hemp concrete. With a total porosity ranging from 60 to 80%, these materials are defined as highly porous [13]–[21]. The pore shape and connection structure (open and closed) depend on the formulation and manufacturing methods, among other things. This can partly explain the variability of porosity values. The open porosity value, close to the total porosity, reflects the high interconnection of the wide range of pore sizes [13], [16], [17], [19].

The (open) pore size distribution of hemp concrete seems to be tri-modal [13], [14], [16]–[19], [22], [23] and comprises the intra-binder microporosity (about 1 μm width), the mesoscopic porosity of hemp shives (around 10 μm) and the macroscopic porosity between shives in the binder ($> 1 \text{ mm}$).

Despite its straightforward definition, porosity cannot be easily quantified since the pore sizes span a wide range (from a few nanometers to millimeters or larger). There is no single technique that adequately covers this wide range of scales, which might explain the huge variability of porosity values found in literature for vegetal concrete. Image analysis, physisorption, gas pycnometry and mercury porosimetry are commonly used methods but all have limitations, such as the detection threshold. In addition, the porosity can be modified or changed by a variety of processes during its measurement. These include deformation, hydrothermal alteration and the production of secondary or fracture porosity [8].

The high porosity and the microstructure of bio-aggregates are fundamental to their physical properties. Typically, they have a low density and a complex pore structure. This has two main consequences. First, low density is associated with low strength, but also with low thermal conductivity. Secondly, the complex nature of the porosity results in a material that is able to adsorb moisture and humidity readily. It thus has an exceptionally high moisture buffering capacity [7], [10], [14], [17], [24], [25], a characteristic that is of great interest for building materials because it tends to stabilize the internal environment of a building, thereby resulting in much healthier indoor conditions.

The open and interconnected pores are also placed where heat and mass transfer and moisture storage take place. From a hygric point of view, varying the composition (nature of binder and aggregates) can modify the capacity of concretes to hold water in their capillaries, especially at the highest humidities, where capillary condensation occurs [17], [19], [20], [26], [27]. Chamoin [19] and Collet *et al.* [17] state that capillary condensation is found in the skin of the cell walls of particles and in the inter-particle pores of the binder (pores of width from 0.005 to 0.040 μm). It is shown by Rahim *et al.* [20], [26] that the sorption isotherm patterns of vegetal concretes with different types of bio-aggregates are similar for low and medium hygrometry (due to the similar microstructure). For a relative humidity higher than 80%, the smaller pore size in rape straw and flax shives (compared to hemp) promotes capillary condensation. It results in higher moisture adsorption values: 160 kg/m^3 of moisture content compared to 95 kg/m^3 for hemp lime concrete at 95% RH. Furthermore, the effect of the type of binder on the capillary action of hemp concrete is demonstrated. In particular, according to Walker and Pavía [27], referring to Evrard [2003] as well as their own results, increasing the hydraulicity of the binder reduces capillary absorption. As reported by these authors, it is likely that hydrates reduce capillary action by filling pores. This is similar to the behaviour of cement-lime pastes: the porosity decreases greatly with increasing amounts of cement in the paste while the complexity of the microstructure increases. Thus, the capillary coefficient drops with increasing cement content due to the hydration [28].

In addition, the type of bio-aggregate affects the water vapour permeability. According to Rahim *et al.* [20], [26], the water vapour permeability of hemp concrete is evaluated as being

slightly smaller than that of flax and rape straw concretes. Ratiarisoa *et al.* [10] reveal the lower vapour resistance of composites made with lavender stalks in comparison with other bio-aggregate based building materials (straw-clay, wood and hemp concretes) that have lower densities. Such results could be linked with the morphology of the particles. The long, elongated, porous particles could facilitate water vapour transfer through the specimen in comparison with rounder aggregates embedded in a continuous mineral matrix [10]. The impact of the binder type on permeability is less evident. Some results in the literature indicate that the nature of the binder matrix does not impact the vapour resistance of composites [19], [27]; the large inter-particle spaces between hemp particles (macropores) have a greater contribution to permeability than the micropores (which are influenced by the hydraulicity of the binder) do. Grelat [2005], however, observed that the permeability of composites depends on the nature of binder. Testing four types of binder, he showed that the binder strongly influenced the permeability of hemp concrete.

Differences between experimental protocols for hygric characterisation under dynamic conditions must affect the evaluation of the moisture buffering capacity. The higher temperature or air velocity can increase the water transfer in the porosity for highly permeable and capillary materials [10], [29]. Therefore, results available in the literature do not allow concluding on the overriding influence of a specific pore size range; the effects of binder matrix and aggregate natures cannot be properly assessed. Studying this aspect is one of the objectives of the present work. However, there is general agreement that the moisture buffer capacity of bio-aggregate-based building materials is high and classified as good or excellent according to the NORDTEST project [10], [20], [26], [30], [31].

Furthermore, the thermal conductivity of bio-aggregate based building materials is strongly dependent on density. The increase in porosity decreases the density of the composite and consequently its thermal conductivity [32]. Thus, among other things, the characteristics of the binder and the particles used in the formulation significantly affect the thermal conductivity of vegetal concrete. Amziane and Collet [8] and Ratiarisoa *et al.* [10] have summed up the considerable impact of the kind, origin, species, and processing of bio-aggregates on thermal conductivity. According to Walker and Pavía [27], the binder type does not have a statistically significant impact on either thermal conductivity or specific heat capacity. On the contrary, Stefanidou *et al.* [33] have highlighted the dependence of thermal conductivity on binder type. Their assessment suggests that lime binder is less conductive than cement and that the addition of pozzolanic materials reduces the thermal conductivity in comparison with pure lime.

As far as mechanical behaviour is concerned, the nature of both binder and bio-aggregates, as well as the bio-aggregate to binder ratio, strongly impact the composite strength [10], [19], [34]. In particular, chemical interactions can occur between lignocellulosic particles and a mineral binder, leading to poor mechanical performance. More generally, these interactions can disturb the setting and hardening of mineral binders, modify the properties of the composite and influence the durability of the material [10], [35], [36].

The present article aims to evaluate the potential of maize and sunflower bark particles as a raw material in the design bio-aggregate based concrete. This study focuses on assessing the

impact of both the aggregate-type and the binder-type on the hygric, thermal and mechanical properties of plant-based building materials. To do this, several characterisation methods are used and compared. The first part of the article considers the properties of the raw materials: plant aggregates and binder pastes. The second part of the study is dedicated to the assessment of bio-aggregate-based concrete performance concerning porosity, compressive strength, thermal conductivity and hygric properties (sorption isotherms, water vapour permeability and moisture buffer value). The results are linked with those of raw material tests. This last part discusses the impact of the porosity of the constituents on the porosity of composites as well as the correlation between porosity and performance levels of composites during their use.

2. Materials and methods

2.1. Materials

2.1.1. Plant aggregates

For the last 15 years, hemp has been considered as the reference agricultural resource for an application in vegetal concrete. Although France ranked first among hemp producing countries in 2013, hemp has never been amongst the most widely available agricultural bio-products in the country (about 16 000 ha of hemp was cultivated in 2017 [37]). Hence, it has become necessary to consider other possible sources of bio-aggregate available locally in greater quantities.

This study considers two different types agricultural by-products that are strong potential candidates to serve as aggregates in bio-aggregate based concrete: maize and sunflower bark chips. Unlike hemp, maize and sunflower are widely available in the south-west of France. The former is the second most cultivated cereal in France, with about 2.9 million hectares cultivated in 2016 to produce around 10 million tons of corn stalk per year; the latter is grown for its seeds, which provide vegetable oil, with about 614 000 ha cultivated nationwide, that is to say 230 000 tons of sunflower by-products available each year [11], [38].

The materials used here were obtained after harvesting, grinding and mechanical separation. In fields located in the Hautes-Pyrénées (France), stalks are harvested and leaves are pulled off manually. After a drying step, stalks are ground in a hammer mill equipped with a 32 mm diameter grid. In a final separation phase, a tilted conveyor belt and a blowing system are used to separate the pith from the bark, the two main layers of the stem from the centre to the outside of its cross section (**Figure 2.1**). Pith is collected for the production of insulated panels [39]. The bark particles are then sieved using a 1 mm grid.

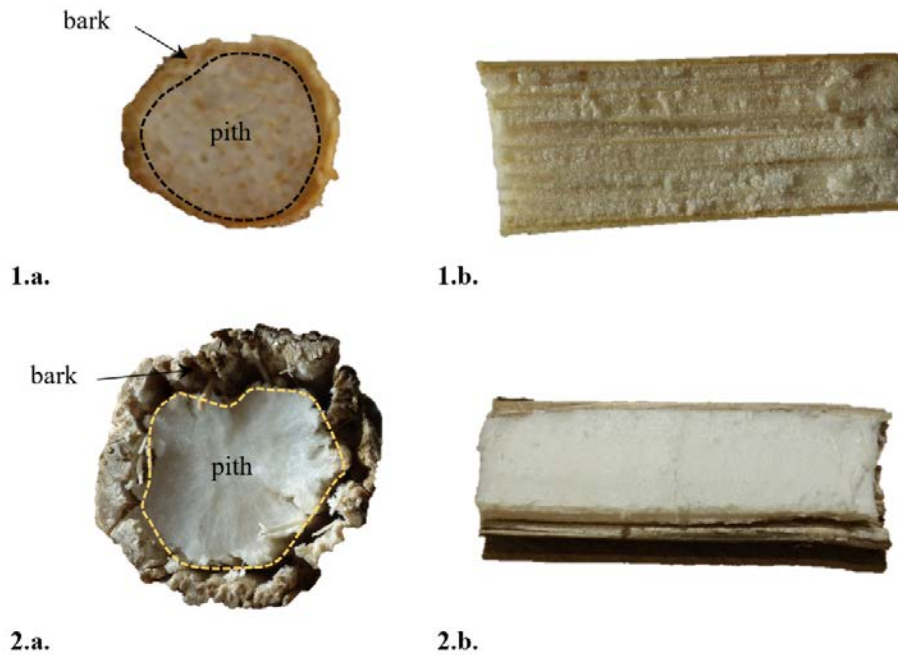


Figure 2.1. Structure of maize (1.) and sunflower (2.) stem: photo of cross-section (a.); longitudinal section (b.).

2.1.2. Mineral binders

One of the main aims of this paper is to evaluate the impact of the nature of the binder on the hygric and mechanical performance of bio-aggregate-based concrete. Two different types of binder are considered: metakaolin-based pozzolanic binder and lime-based preformulated binder.

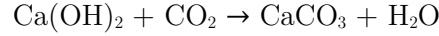
Metakaolin-based pozzolanic binder

The metakaolin used for this study was produced by flash calcination of kaolinite at 700°C. Metakaolin is a pozzolanic admixture mainly composed of quartz, silicon and oxides of aluminium, with an amorphous silico-aluminate mineralogical form. Like all pozzolanic materials, in the presence of water, metakaolin reacts with calcium hydroxide to form binding material. Thus, to formulate the binder, local metakaolin was combined with a commercial slaked lime in proportions determined to optimise binding properties [40]. Finally, to improve the performance of the composite at early age, potassium sulfate was added (2.9% of the binder weight). K_2SO_4 is a chemical activator that encourages ettringite formation and accelerates the pozzolanic reaction [40]. Moreover, a super-plasticizer was introduced into water (1.65% of the water weight) to improve mortar workability.

Lime-based preformulated binder

Air lime is obtained from pure limestone. Its calcination at about 900°C produces quicklime according to a reaction that also produces carbon dioxide. Then, quicklime becomes slaked lime by hydration.

The hardening of lime-based mortar is based on the chemical reaction of carbonation. During this process, the carbon dioxide from the ambient air reacts with calcium hydroxide (lime) to form insoluble calcium carbonate:



The hardening of air lime via this reaction is a mechanism with a net uptake of CO_2 .

In this study, the lime-based preformulated binder used was a commercial binder designed for hemp concrete applications. According to the manufacturer's information, it contains 80% of slaked lime and 20% of hydraulic binder. Thus, this formulation combines hydraulic and air setting of lime-based mortar.

2.1.3. Design, manufacturing and properties of composites

This study investigates three bio-aggregate-based building materials having various formulations: two sunflower-concretes that differ by their binder and one maize-concrete made with the metakaolin-based pozzolanic binder.

Table 2.1 gives the mix proportions of the binder pastes while **Table 2.2** summarizes the mix proportioning of the concretes studied: Lime-Sunflower (LS), Metakaolin-Sunflower (MS) and Metakaolin-Maize (MM).

Material	Binder [kg]	Water [kg]	W/ B
Lime-based preformulated binder	1067	587	0.55
Metakaolin-based pozzolanic binder	889	489	0.55

Table 2.1. Mix proportioning of binder pastes for the production of one cubic metre of paste.

Material	Binder [kg]	Aggregate [kg]	Water [kg]	W/ B	A/ B
LS	374.3	161.9	390.4	1.11	0.43
MS	374.3	161.9	371.7	0.99	0.43
MM	374.3	161.9	288.8	0.83	0.43

Table 2.2. Mix design to produce one cubic metre of the bio-aggregate-based concretes studied.

Mix proportions of water were adjusted according to not only the water requirement of each binder to provide similar workability but also the aggregate water absorption capacity.

A procedure of blending adapted from the standardized one (EN 196-1) was applied to the binder pastes:

- 1 minute of mixing at 140 rpm;
- 30 seconds of mixing at 285 rpm;
- 30 seconds of cleaning out the bowl;
- 1 minute of rest;
- 1 minute of mixing at 285 rpm.

As far as bio-aggregate based concretes were concerned, the following method was employed:

- the bark was put in the mixer and water was then added for pre-wetting;
- the blend was mixed for 2 minutes;

- anhydrous components were then introduced and mixing water was added (with the superplasticiser if used). The blend was mixed until a homogeneous mixture was obtained;
- finally, the mould was filled by 3 layers, each compacted by vibration.

All concrete specimens were manufactured in cylindrical moulds 11 cm in diameter and 22 cm in length, while binder pastes were cast in 15 cm x 15 cm x 5 cm³ moulds.

Binder pastes were demoulded 48 hours after pouring. Binder paste materials, except for lime-based preformulated binder paste, were placed in sealed water-vapour-tight packs and stored at laboratory temperature: the cure hence took place under endogenous conditions. Specimens were cut 28 days later.

The moulds were removed from the concrete samples in two phases. First, the mould was opened at both ends of the specimen 7 days after concrete pouring. 48 days later, the samples were completely demoulded. The specimens were stored at laboratory ambient temperature and relative humidity conditions for 28 days. When cured, the specimens were cut into smaller samples according to the test requirements. The compressive performances of concrete were evaluated 60 days after demoulding, whereas their thermohygric properties were determined at least one year later.

2.2. Methods

2.2.1. *Physical properties of plant aggregates*

The following physical plant aggregate characterisation tests are based on the protocol recommendations established by RILEM TC 236-BBM [41].

Bulk density

The bulk density was found by weighing the aggregate and measuring the corresponding volume as described below. Three specimens of each plant aggregate were tested.

A cylindrical mould (here, 12 cm in diameter and 28.3 cm high) was half-filled with bark chips before being upended ten times. To obtain a horizontal surface, it was sometimes necessary to shake the mould slightly. A cardboard disc was then placed on the surface of the sample so that the level of material could be marked on the cylinder. The bark particles were then removed from the cylinder, which was filled with water to the level of the mark. Finally, the cylinder was weighed and the bulk density of aggregate (ρ in kg/m³) was calculated from the mass (m_{bark} in kg) and the volume (V in m³) of the sample according the following equation:

$$\rho = \frac{m_{bark}}{V}$$

with $V = \frac{m_{water}}{\rho_{water}}$

where ρ_{water} is the density of water (= 1000 kg/m³).

Particle size distribution

The particle size distribution was studied in two-dimensions by means of image analysis using the freely available software ImageJ (National Institutes of Health, USA). This technique was particularly interesting as maize and sunflower bark chips are non-spherical particles. Thus, size distribution and morphology could be determined.

More than 2 000 particles were analysed, covering an area greater than 100 pixels (i.e. greater than 0.18 mm² at 600 dpi resolution) for each bio-aggregate. Particles were scanned on a black background so that the contrast was maximised for image analysis. The images were subsequently binarised after which several geometrical parameters were determined: major and minor axis lengths, area, circularity, etc. The Equivalent Area Diameter (EAD), based on a particle of circular cross section, was calculated with the following equation:

$$EAD = \sqrt{\frac{4A}{\pi}}$$

with A , the cross-sectional area of the particle [m²].

All the particle characteristics were then grouped into a single table to plot representative curves.

Water absorption of plant aggregates

Water absorption was measured by drying aggregates and then calculating their water content at a number of different immersion times. Three samples of about 30 g of bark chips were tested for each aggregate.

A synthetic permeable bag was immersed in water, to ensure complete wetting, before being placed in a salad spinner to remove water from the bag. The spinner was turned 100 times at approximately 2 rotations per second. The bag was then weighed.

After drying the specimens at 60°C for a period of time long enough for the change in mass of the sample to be less than 0.1% over 24 hours, the bark chips were cooled to ambient temperature in a desiccator. Then, they were placed in the spin-dried synthetic bag and immersed in water for a period of 1 min, 15 min, 4 hours, 24 hours or 48 hours. After each immersion time, specimens were placed in the salad spinner which was turned 100 times at approximately 2 rotations per second. They were then weighed.

For each time, the value of absorption (W in %) was calculated and the curve of water content versus logarithmic time was plotted:

$$W(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0}$$

with $m(t)$ the mass [g] of the particles at a given time and m_0 the mass of dried bark chips [g].

2.2.2. Characterisation of the porosity

The porosity of the materials was evaluated using three different methods: porosity accessible to water, mercury intrusion porosimetry and X-ray tomography. The first two techniques measure only the connected porosity of the sample.

Water immersion porosimetry

The Water Immersion Porosimetry (WIP) technique determines the total water-accessible porosity by saturating a sample with water and calculating the pore volume from the weight difference between the fully saturated and dry states [42]. To do this, samples are placed in a vacuum desiccator for 4 hours prior to being totally immersed (they must be at least 2 cm below the surface). The vacuum is maintained for 20 hours in the desiccator in order to fully saturate the samples with water.

The next step of the WIP measurement consists in weighing the saturated samples, first when they are submerged in water, then in air. A hydrostatic weighing system enables the immersed sample mass, m_{water} to be assessed. Then, samples are rapidly but carefully wiped with a wet cloth to remove surface water before the saturated weight in air (m_{air}) is measured. Both weight measurements are accurate to within ± 0.01 g.

Finally, samples are dried in an oven at $105 \pm 5^\circ\text{C}$, until their weight has stabilized. The criterion for equilibrium is that the weight of a sample is sufficiently stable for two successive daily determinations (24 hours apart) of the weight of the test specimen to agree within 0.05%. Once dried, samples are cooled in a desiccator to ambient temperature. The samples are weighed (m_{dry}) with an accuracy of 0.05 g.

Three specimens of each formulation were tested here. The apparent density, ρ_s [kg/m^3], and porosity, n [%], were determined from the same experimental sample and water density at room temperature θ [$^\circ\text{C}$], $\rho_{water,\theta}$ ($= 997.299 \text{ kg}/\text{m}^3$ at 23.6°C).

$$\rho_s = \frac{m_{dry}}{m_{air} - m_{water}} \rho_{water,\theta}$$

$$n = \frac{m_{air} - m_{dry}}{m_{air} - m_{water}} * 100$$

Mercury intrusion porosimetry

Mercury Intrusion Porosimetry (MIP) is a powerful method, which is used to explore the structure of pores larger than approximately 3 nm. It consists in applying pressure to force mercury into the voids of a porous material, as mercury does not wet most substances and will not spontaneously penetrate pores by capillary action. The mercury fills the largest pores first. As pressure increases, the filling proceeds to smaller and smaller pores.

The Young-Laplace equation relates the applied pressure to the diameter of the pore (assumed to be cylindrical) using the contact angle between the mercury and the material, and the surface tension:

$$r = \frac{2\gamma\cos\alpha}{P}$$

r , radius of pores [m];
 γ , surface tension of mercury [N/m],
 α , contact angle of mercury with the material [°],
 P , imposed pressure [Pa].

Tests were performed using an AutoPore IV 9500 (Micromeritics) mercury porosimeter, which has a measuring range of 0.0007 - 420 MPa. Common values of γ and α were used [16], [43], [44]: the mercury surface tension was 485 J/m² and the contact angle was 140°. The contact angle, α , was assumed to be constant during intrusion and extrusion. Total porosity and pore size distribution were obtained over the entire operating diameter range (from 0.4 nm to 400 µm). Before testing, samples were dried in an oven at 50°C.

Two samples of each material were tested to check that the mercury intrusion behaviour was similar for both.

X-ray tomography

X-ray tomography is a technique [45] that enables inner inspection of a scanned object in a non-destructive way at sub-micron resolution. The sample is placed between an x-ray source and a detector. During an acquisition, a conical X-ray beam illuminates the sample and a series of 2D projection images is recorded for various sample orientations. The pixel values of each of the images correspond to the intensity of the transmitted X-ray beam and depend on the attenuation of the sample material. This relationship is expressed by the well-known Beer-Lambert law:

$$I = I_0 e^{-\xi h}$$

where I_0 is the incident X-ray intensity, I is the intensity remaining after the X-ray passes through a homogeneous sample of thickness h , and ξ is the attenuation coefficient, which depends on the density and the atomic number of the sample material.

For non-homogeneous media, the product ξh is replaced by a line integral along the X-ray path, yielding:

$$I = I_0 e^{-\int_0^h \xi(x) dx}$$

The recorded dataset of 2D projection images can be converted into a three-dimensional dataset, where every voxel (the three-dimensional counterpart of a pixel) corresponds to the linear attenuation coefficient of the physical material located at the voxel position. The analysis of the 3D distribution of the linear attenuation coefficients permits pores to be distinguished from the surrounding material matrix and their geometry and location inside the sample to be determined, together with derived quantities such as porosity, pore geometry and connectivity.

In this study, two tomographs are used to conduct the tomographic acquisitions, namely a Bruker SkyScan 1172 and a Zeiss Xradia Versa 510. The large detector size of the former enabled analysing relatively large samples of vegetal concrete at different resolutions, while the optical magnification system in the latter allowed for high-resolution scans of individual maize and sunflower bark chips. Three voxel sizes were selected (19.9, 10 and 4 μm) for the vegetal concrete acquisitions, permitting to obtain information at various scales (global concrete structures, arrangement of aggregate in concrete and interfaces between binder paste, aggregate and voids). The generator was respectively operated at 30 kVp with a voxel size of 0.74 μm for the bark chips; at 40 kVp with a voxel size of 4 and 10 μm and at 70 kVp with a voxel size of 19.9 μm for the MS concrete.

2.3. Hygric properties

2.3.1. Sorption isotherms

The relation between the water content of a material and the relative humidity of the environment at constant temperature can be represented by its sorption-desorption isotherm. Two specimens of each formulation were tested.

Dynamic Vapour Sorption (DVS) is a gravimetric technique that measures the amount of water that is adsorbed by a sample at equilibrium. First, the test specimens are dried in the DVS for 3 hours at 60°C. The sorption isotherm is measured at 23°C, according to the standard EN NF ISO 12571. The amount of water adsorbed is measured at successive stages of increasing relative humidity: 0, 20, 40, 60, 80 and 95% RH. The water content is calculated from the mass of the specimen. For each step, moisture balance is considered to be reached in the specimen when the mass variation (in percentage) over the period of time (dm/dt) is less than $5 \cdot 10^{-5}\%$ /min over a ten-minute period or in a maximum time interval of 720 min for the first three steps, 1440 min for 60 and 80% RH and 2160 min for the last step.

2.3.2. Water vapour permeability

Tests were performed on three cylindrical specimens of bio-aggregate-based materials 6 cm high and 11 cm in diameter. The wet cup method was applied as specified in standard NF EN ISO 12572. Before testing, samples were stored and initially in equilibrium with air at $23 \pm 5^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ RH. The criterion for equilibrium was that the weight of the sample should have stabilized so that two successive daily determinations (24 hours apart) of the weight agreed to within 0.1% of the mass of the test specimen.

The specimen was embedded at the top of the cup to avoid contact with the saline solution (**Figure 2.2**). Samples were then sealed to the support by a mix of 60% beeswax and 40% paraffin. Finally, the whole setup was surrounded by an aluminium tape at the junction of the support and the specimen. The whole system was placed in a climatic chamber regulated at 25°C and 60% RH and ventilated so that the air velocity at the surface of each specimen was greater than 2 m/s (in practice, from 2.3 to 3.2 m/s). The relative humidity in the cup was controlled by a saturated salt solution of potassium nitrate (93.6% at 25°C) while the relative humidity around

the cup was controlled by air conditioning. The gradient of relative humidity created an outgoing flow of water vapour.

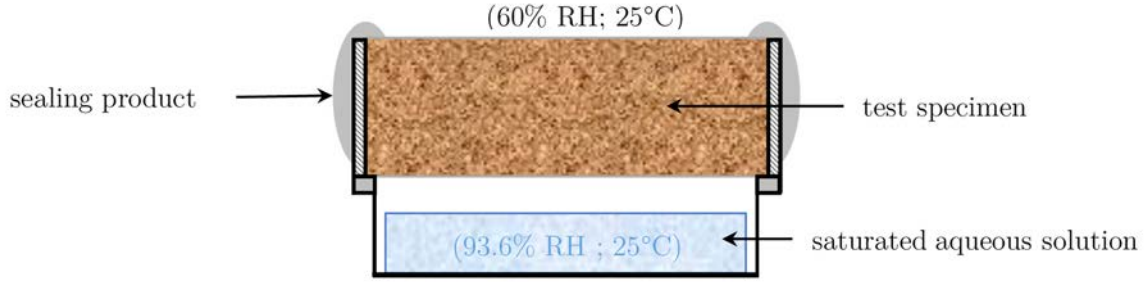


Figure 2.2. Test cup scheme adapted from [46]).

The arrangements were weighed regularly until a steady-state vapour flux was reached. The transmission rate of water vapour through the sample, G , determined by linear regression of the kinetic of mass and the water vapour permeability, δ_p , was then deduced:

$$G = \frac{\Delta m}{\Delta t} \qquad \delta_p = \frac{d}{\frac{A \cdot \Delta P_v}{G} - \frac{d_a}{\delta_{p,a}}}$$

where G is the mass flow rate [kg/s]; Δm , mass variation [kg]; t , time [s]; δ_p , water vapour permeability [kg/(m.s.Pa)]; d , thickness of the specimen [m]; d_a , thickness of the air gap [m]; A , exposed surface area [m²]; ΔP_v , vapour pressure difference [Pa].

The vapour pressure was calculated with:

$$P_v = (RH_2 - RH_1) * 610.5 * e^{\frac{17.269T}{237.3+T}}$$

where RH and RH_2 are the relative humidity inside and outside the cup, respectively [%]; T is the temperature [K] and $\delta_{p,a}$ is the water vapour permeability in air [kg/(m.s.Pa)]. The air permeability can be expressed by the Schirmer formula. At 25°C and standard atmospheric pressure, $\delta_{p,a} = 1.96 \cdot 10^{-10}$ kg/(m.s.Pa).

To be practically independent of temperature and pressure, a diffusion resistance factor μ was defined. The water vapour diffusion resistance factor corresponds to the ratio of the diffusion coefficients of water vapour in air and in the building material. Therefore, it represents the factor by which the vapour diffusion in the material is impeded, as compared to diffusion in stagnant air. For very permeable materials, such as mineral wool, the resistance factor is close to 1 whereas impermeable materials show a much higher value. For instance, polyethylene sheet resistance factor ranges from 50 000 to 320 000.

2.3.3. Moisture buffer value

The moisture buffering performance of a room is the ability of the materials in the room to moderate variations in the relative humidity. Thus, moisture buffering capacity is a hygric property by which hygroscopic materials in contact with the surrounding air adsorb and desorb

moisture to create equilibrium with the relative humidity of the surrounding space. The NORDTEST protocol is one of the methods available for determining moisture buffering capacity.

Because of the change in relative humidity, the specimens will gain or lose weight. When the moisture exchange during one cycle is reported per open surface area and per % RH variation, the result is the practical MBV [kg/(m².% RH)]:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A.(RH_{high} - RH_{low})}$$

Measurements were conducted on cylindrical specimens of bio-aggregate-based materials 6 cm high and 11 cm in diameter for each composition. The thickness of the samples was evaluated based on the notion of penetration depth. The penetration depth ($d_{p,1\%}$) is the depth where the amplitude of moisture content variations is only 1% of the variation on the material surface. The moisture penetration depth is calculated using the following relation:

$$d_{p,1\%} = 4.61 \sqrt{\frac{D_w t_p}{\pi}}$$

where D_w is the moisture diffusivity and t_p , the time period. The material thickness should be equal to or greater than the intended penetration depth.

Before testing, the test specimens were sealed on all but one side with aluminium tape. Then they were stored and initially in equilibrium with the air at $23 \pm 5^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ RH. The criterion for equilibrium was that the weight of the sample should have stabilized to an extent that that two successive daily determinations (24 hours apart) of the weight agreed to within 0.1% of the mass of the test specimen.

Two protocols based on the NORDTEST Project method were considered to evaluate the moisture buffer values of the three vegetal concretes. In both cases, the test specimens were placed in a climatic chamber, set to expose samples to a daily relative humidity cycle (8 hours at 75% RH - 16 hours at 33% RH), and their weight gains and losses were tracked with an accuracy of 0.001 g. An analytical balance with a resolution of 0.001 g, capable of weighing the test specimens was used. The temperature was kept constant at 23°C . The first protocol consisted in monitoring the weight gains and losses of specimens continuously. To that end, the tested specimen was placed in the climatic chamber, in an analytical balance permanently connected to a computer. The air velocity on the sample surface was about 0.2 ± 0.05 m/s, slightly higher than the velocity prescribed by the NORDTEST Project. The second method, consistent with the NORDTEST Project, involved manual weighing at various times of the cycle. The samples were placed in a climatic chamber so that the air velocity was about 0.1 ± 0.05 m/s and were removed from it to be weighed.

Figure 2.3 shows an example of the weight change response of one of the specimens measured when it was subjected to cycles causing the ambient humidity to vary between 33% and 75% RH for 16 and 8 hours, respectively.

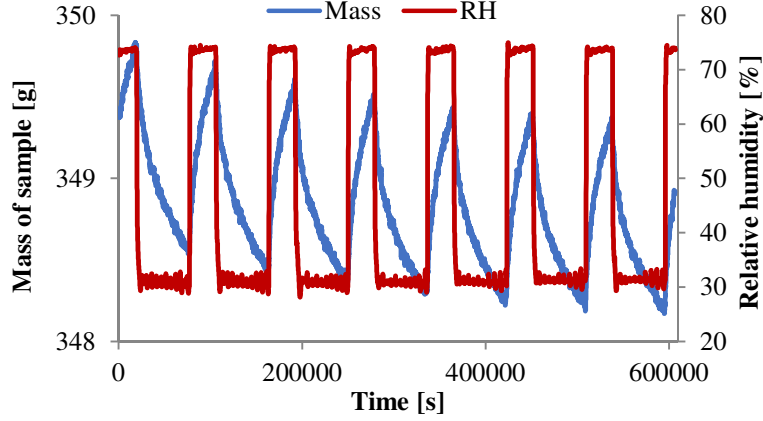


Figure 2.3. Moisture uptake and release cycles for a sample. Exposure between 33 and 75% RH.

The NORDTEST protocol determined the MBV value at steady state, i.e. when, for three consecutive cycles, the material satisfied the following conditions: change in mass, Δm [g] less than 5% between the last three cycles; and difference between weight gain and weight loss within each cycle less than 5% of Δm . In each cycle, Δm should be determined as the average between the weight gain during the moisture uptake branch of the cycle, and the weight loss during drying.

An ideal moisture buffer value (MBV_{ideal}), calculated under ideal surface transfer conditions, has been defined by [47]. It has a close relationship with the moisture effusivity (b_m), which is a parameter that can be derived purely from standard hygrothermal material properties. Thus, the theoretical or ideal MBV is given by the following equation:

$$MBV_{ideal} \approx \frac{G(t)}{\Delta RH} = 0.00568 * b_m * P_v^{sat} \sqrt{t_p}$$

where $t_p^{1/2}$ is the square root of the time period [$s^{1/2}$],

P_v^{sat} is the saturation vapour pressure [Pa]

$$b_m = \sqrt{\frac{\delta_p \cdot \rho_0 \cdot \frac{\partial u}{\partial \phi}}{P_v^{sat}}}$$

with δ_p , water vapour permeability [$kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}$]

ρ_0 , dry density of the material [kg/m^3]

$\frac{\partial u}{\partial \phi}$, hygric capacity [-].

Discrepancies existed between the measured material properties and the ideal value. The moisture effusivity is theoretically based on material properties which are determined under

steady state and equilibrium conditions. However, the buffer property is a dynamic characteristic. The measurement method (under steady state or dynamic conditions) may influence the determination of MBV. Also, differences between experimental and theoretical values may come from the transfer model, which might not fully describe the physical phenomena, or from the input data (water vapour permeability and sorption isotherm gradient), which might be flawed.

2.4. Thermal conductivity

The thermal conductivity λ was measured by a hot wire transient method. This technique consists in placing a shock probe between two pieces of material so that a power supply can be broadcast and the rise of temperature within the material may be measured.

Based on the heat conduction equation in cylindrical geometry, the thermal conductivity of the material can be obtained:

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi \cdot \lambda} (\ln(t) + K)$$

where q is the heat flow per metre [W/m] and K is a constant including the thermal diffusivity of the material. Hence, there is a proportional relationship between temperature rise ΔT and logarithmic heating time $\ln(t)$.

This transient method only allows local measurements. To overcome the question of accuracy and representativeness for heterogeneous materials such as plant concrete, thermal conductivity is defined as the average of at least ten measurements. For each formulation, the device was placed at several locations on different samples. The spread of data resulting from all measurements was lower than 7%.

The thermal conductivity was measured at room temperature ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) and a relative humidity of $50 \pm 5\%$ RH. A Neotim-FP2C hot wire apparatus was used for this study. The heat flow and heating time were chosen so that a temperature rise higher than 5°C and a correlation coefficient between experimental data and theoretical behaviour higher than 0.999 could be reached.

2.5. Compressive strength

The compressive strength tests on the specimens ($11 \times 22 \text{ cm}^2$) were performed after 60 days of curing, using a 100 kN capacity hydraulic press. Four samples were tested for each formulation. The load was applied at a constant deflection rate of 3 mm/min while the unloading was carried out at 6 mm/min. The following 4-step loading cycle was applied to samples:

- loading up to 1% of strain - unloading back to 0%;
- loading up to 2% - unloading to 0%;
- loading to 3% - unloading to 0%;
- loading to 15% for the sunflower-based material or 20% for the maize-based one - unloading to 0%.

The Young's modulus of each specimen was then calculated according to the “floating modulus” procedure from Niyigena *et al.* [48], where the modulus is considered to be the mean of the maximum values obtained at the second, third and fourth loading steps.

3. Results and discussion

3.1. Raw material properties

3.1.1. Plant aggregates

Physical properties

The grading curves of maize and sunflower bark chips, according to the three main particle dimensions (minor and major axis, equivalent diameter (EAD)), are presented and compared in **Figure 2.4.a.** The circularity histograms for the particles, drawn on **Figure 2.4.b.**, complete the shape analysis of the aggregates.

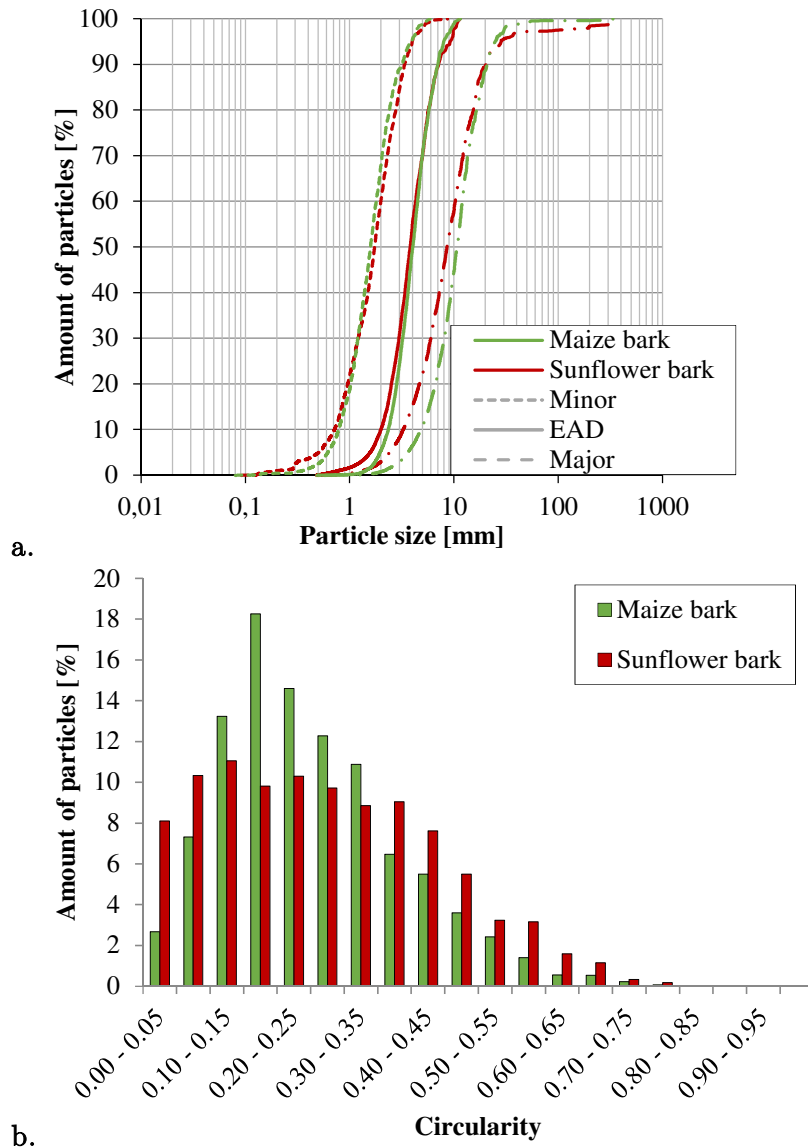


Figure 2.4. Particle size distribution (a.) and circularity (b.) of maize and sunflower bark chips.

The two aggregate grading curves show certain similarities: their particle size distributions are narrow and almost overlap. These observations are confirmed by the circularity distribution. The former reveals that maize and sunflower particles are elongated and have similar dimensions. The percentage of longer particles is slightly greater in the sunflower sample (**Figure 2.4.a.**) and the maize particles show a more elongated shape (**Figure 2.4.b.**). The shape characteristics could be adapted by changing the calibration process.

Bulk density measurements for plant aggregates were consistent with those in the literature (**Table 2.3**). The average value of the apparent density of the aggregates when loose and dry was $120.2 \pm 1.0 \text{ kg/m}^3$ $168.2 \pm 4.5 \text{ kg/m}^3$ for the sunflower particles and maize bark chips, respectively.

	This study	Literature	
Corn cob	-	450-500	[11], [49], [50]
Hemp shiv	-	110-155	[9], [11], [13], [40]
Sunflower bark chips	120.2 ± 1.0	95-170	[9], [51]–[54]
Maize bark chips	168.2 ± 4.5	-	

Table 2.3. Apparent density of plant aggregates.

The physical properties of the particles can explain the low density of the granular arrangements of maize and sunflower aggregates. The bulk density of bio-aggregates depends largely on the inter-particle porosity, which affects the compactness of the granular arrangement. It depends on the kind of material, its origin, its species and its processing (treatment, separation of woody core from fibre, particle size etc.). Thus, the greater percentage of long sunflower particles could lead to a looser granular arrangement than that found for maize bark particles.

Characterisation of the porosity

Particles can be characterized by their highly porous structure, which is used to transport the sap of the plant. Two complementary methods were used to characterize the complex pore structure of bio-aggregates:

- X-ray tomography, to visualize pore shape and pore connectivity in three dimensions (**Figure 2.5**);
- mercury intrusion porosimetry, to quantify and view the pore size distribution (**Figure 2.6**).

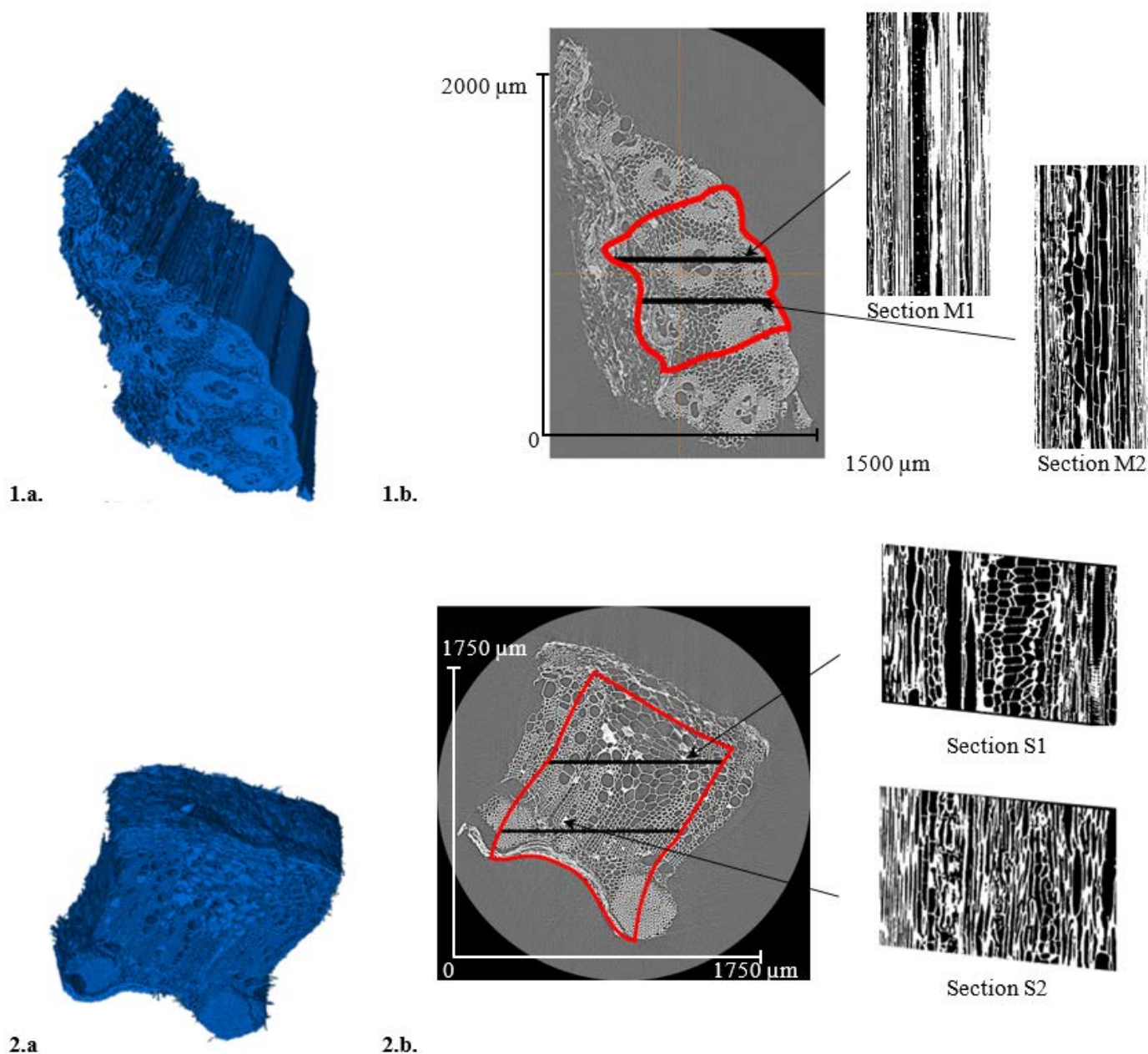


Figure 2.5. 3D tomography reconstruction (a.) and section images (b.) of maize (1.) and sunflower (2.) samples.
The red contour delimits a representative unit cell of the material.

An analysis of representative 3D unit cells of maize and sunflower bark chips revealed both a tubular and an alveolar structure. Both porosities were strongly connected. The pore structures exhibited a main family of fine sized pores and large diameter vessels interconnected throughout the structure.

Table 2.4 summarizes the average accessible porosity estimated by image analysis and the MIP method.

	Maize bark chips	Sunflower bark chips
Average accessible porosity estimated by X-ray tomography [%]	51 ± 9	58 ± 8
Average accessible porosity measured by MIP [%]	64.3 ± 0.8	75.2 ± 1.7

Table 2.4. Total aggregate porosities determined by X-ray tomography and MIP.

MIP and X-ray tomography provide coherent and complementary data: mercury intrusion porosimetry gives an indication that pores exist with sizes well below the resolution of the X-ray scan; X-ray tomography, detecting both open and closed-porosity, is a more reliable source of information for pores with equivalent diameter greater than 3 μm .

Studying the pore size distribution obtained (**Figure 2.6**) epitomizes the overlapping area of the two used techniques: both methods detect a peak in the 10-80 μm range sizes. The MIP measurement gives information that is complementary to the X-ray tomography study since it can detect smaller pores. Thus, the pore size distribution determined by MIP reveals a second range of pores, non-identifiable by image analyses. Moreover, the techniques agree on the fact that maize particles are less porous than sunflower bark chips. The results reported here are lower than values from the literature. Mostly obtained by Mercury Intrusion Porosimetry (MIP), gas pycnometry or calculation, the estimated porosity from previous studies for diverse vegetal bark and pith particles ranges from 75 to 99% [9], [20], [26], [43], [44], [53], [55], [56].

However, neither of those methods provide a perfect description of the porosity network. Those bias are responsible for the gap between the values obtained by X-ray tomography and MIP. This difference is consistent with characterisation results for bio-based carbon foam in Merle *et al.* [57]. Several causes can explain this outcome. Firstly, degradation of the particles due to the pressure applied by MIP, greater than the compressive modulus of the agricultural by-products, is possible. Porosity measurements based on MIP will then be overestimated. Secondly, MIP data are subjected to the so-called ink-bottle effect: the volume of large pores accessible only via a narrow opening is recorded as a large number of pores having the size of the opening. The ink-bottle effect thus causes a systematic bias towards small pores. Thirdly, X-ray tomography tends to underestimate the total porosity as pores smaller than the resolution (here around 3 μm) cannot be distinguished. Finally, the selected unit cell, used for the upscaling of the X-ray data, impacts the obtained porosity: given the wide range of cell sizes the porosity will be underestimated if a too low proportion of small pores is present in the unit cell.

Figure 2.6 presents the relative area distribution of pores obtained from X-ray tomography and the differential intrusion distributions from mercury intrusion porosimetry, for both maize and sunflower particles. As the samples per material show a very comparable pore size distribution for MIP method, even though there are variations in peak heights, only one pore size distribution is presented.

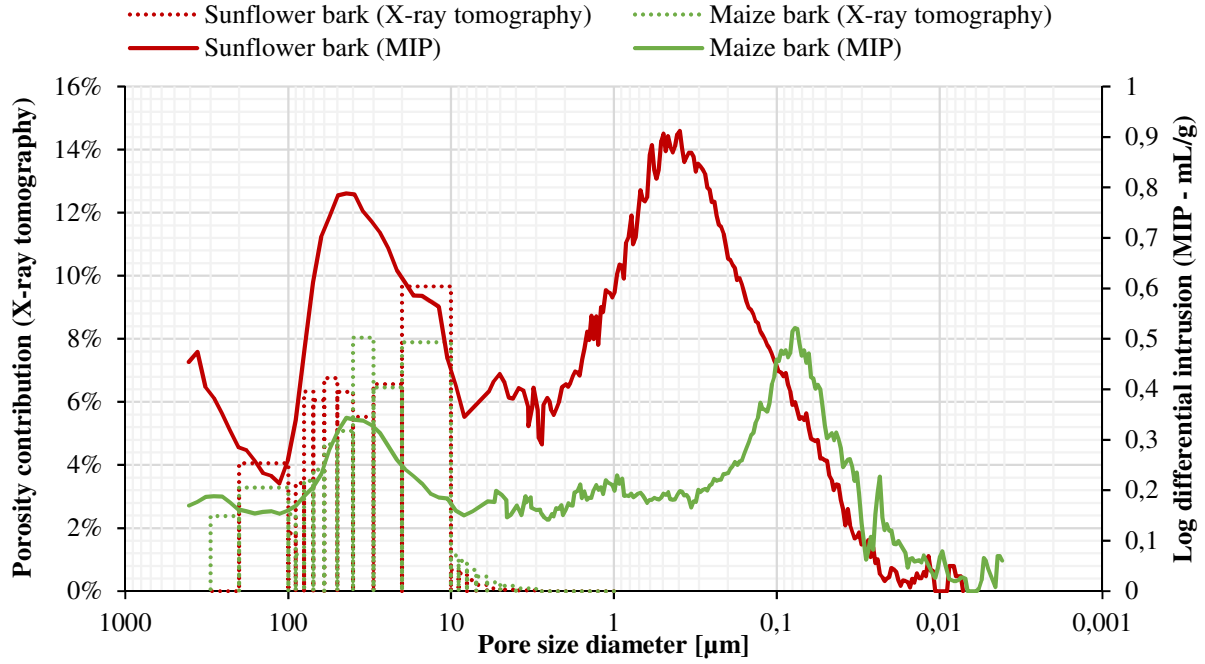


Figure 2.6. Pore size distribution of plant aggregate samples determined by X-ray tomography and mercury intrusion porosimetry.

The two plant aggregates present a wide range of pore sizes. Their differential intrusion graphs show a bimodal pore size distribution with two clearly separated peaks. The main pore radius for sunflower ranges from 0.1 μm to 1 μm while the range is about 0.07-0.1 μm for maize. The second peak is common to the two types of bark chips and is between 10 μm and 70 μm . The results above show similarity with the bimodal distribution of hemp shiv [44], [56]. These authors reported that, for hemp particles, a principal peak is located between 0.03 to 1 μm probably due to the pit membrane voids, pit apertures and other small voids between cell walls. A second peak is present in the 20-80 μm range, corresponding to the macro-voids produced by the vessels.

Moisture storage capacities

In order to evaluate the impact of the highly porous structure of maize and sunflower bark chips on their hygric behaviour, two tests were performed: water absorption and vapour sorption capacity measurements. The former is an important formulation parameter as competition may occur between the particle absorption and the matrix hydration. Hence, it can lead to greater water requirement. **Figure 2.7** presents the absorption kinetics of the two particle types evaluated for up to 48 hours.

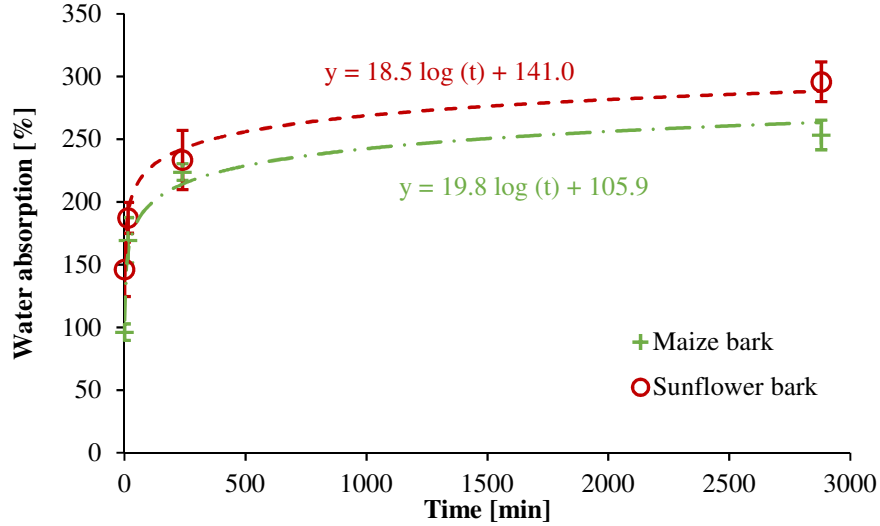


Figure 2.7. Absorption capacity of the studied plant aggregates with time.

The two plant aggregates present high water absorption capacities after 48 hours of immersion: the maize bark chips and sunflower particles have gained up to 254% and 296%, respectively, of mass of water. They demonstrate fast kinetics of absorption since, after only 4 hours of immersion, maize and sunflower particles reach respectively 79 and 88% of their 48-hour retention abilities. The retention capacity of sunflower bark chips is similar to that of hemp shiv [9], [40], [58] and significantly lower than that of lavender straw [10].

The kinetics of water absorption for plant particles is modelled in [9], where a simple time-dependent relation is established to characterize the phenomenon of absorption in the bio-aggregate particles:

$$W(t) = C_A \cdot \log(t) + W_0$$

where W_0 is the initial water absorption on the surface of the particle [kg/kg] and C_A is the coefficient of water absorption by the particle [kg/log(s)].

This modelling points out the similar absorption rate, about 19 kg/log(s), of the two plant aggregates and highlights the distinct initial water absorption of the bio-aggregates. After 1 minute of immersion, sunflower particles have retained 146% of water by mass while maize has only absorbed about 96%. Hence, maize concrete requires a lower quantity of water than sunflower composite, an observation that pleads in favour of the use of maize particles as aggregates in vegetal concrete.

Thanks to a dynamic method, the sorption isotherm up to 95% RH was determined for both bark chips (**Figure 2.8**).

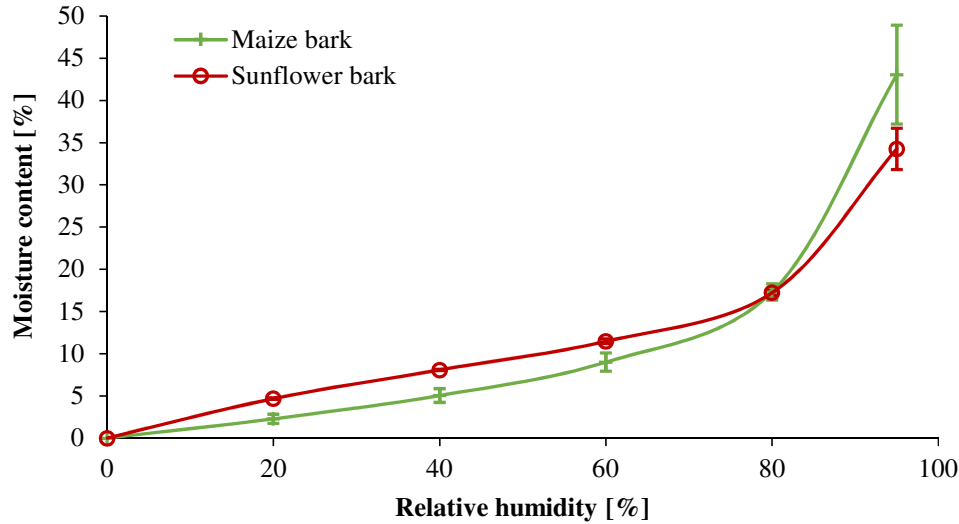


Figure 2.8. Sorption isotherms of maize and sunflower bark particles.

Like most ligno-cellulosic materials, maize and sunflower particles have high water contents [11], [51], [55]. The sorption curves of the two aggregates are type II and III sigmoidal isotherms, respectively, according to the IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) classification [59]. Those two types of isotherms are commonly obtained for bio-aggregates [11], [55].

For low to medium relative humidity, the water content shows slightly higher values for sunflower bark chips than for maize aggregate. At 40% RH, water content is about 8% for sunflower bark particles while it is only 5% for maize bark chips. In the capillary condensation domain, the rate of increase in water content is greater for maize particles than for sunflower aggregate, leading to significantly higher water content at 95% RH. The maximum water contents for the two types of bark chips are high: the sorption value of maize particle is about 43%, which is higher than that of sunflower bark chip (34%) in the capillary condensation range (above 80% RH).

The highly porous structure of maize and sunflower bark chips contributes to their water sensitivity. The greater open porosity of sunflower results in higher mixing water requirements than those of maize aggregates as well as higher water vapour adsorption capacity up to 80% RH. In the capillary condensation domain, the greater number of smaller pores in maize particles, than in sunflower bark chips, is responsible for the steeper slope of the water uptake curve. The sorption isotherm results obtained are typical for mesoporous and macroporous materials (i.e. with pores that are 2 nm in diameter or larger), which is consistent with the observations.

The addition of such aggregates to a mineral matrix could lead to an increase of the sorption capacity of the composite material.

3.1.2. Binder pastes

Physical properties

Tests performed on binder pastes showed that metakaolin and lime-based binders had similar bulk density values, respectively $1079 \pm 1 \text{ kg/m}^3$ and $1052 \pm 106 \text{ kg/m}^3$. The values were determined by means of hydrostatic weighing. A problem with the immersion of one lime-based

specimen was responsible for the higher standard deviation compared with metakaolin-based binder.

Characterisation of the porosity

To better understand the values of bulk density of matrix pastes, the porosity of each material was evaluated. **Table 2.5** presents and compares the open porosity of the two binders studied, using two methods described in Section 2.2.2: WIP and MIP.

Material	Water accessible porosity [%]	Mercury accessible porosity [%]
Metakaolin-based binder	56.2 ± 0.1	54.4 ± 0.8
Lime-based binder	54.8 ± 4.6	53.4 ± 1.8

Table 2.5. Open porosity of binder pastes estimated by WIP and MIP.

It is clear that, regardless of the method by which they are determined, lime and metakaolin-based binder pastes have porosities that are of the same order of magnitude, i.e. about 55%. These findings are in line with the bulk density values presented above and in the literature. Previous experiments have found that lime paste porosities range from 50 to 64% (according to the water to binder ratio) [13]. Nozahic [9] estimated the accessible porosity of a pozzolanic binder paste at 54%.

The results obtained from the two techniques are quite similar for both binders, porosities obtained by absorption of water being 3% higher than those obtained by MIP. Similar differences were found by other authors for cement and lime-based binder pastes [60]–[63]. On the one hand, this may be due to the fact that binder paste contains pores smaller than 0.4 nm and larger than 0.4 mm, which cannot be identified by MIP. On the other hand, WIP does not reflect the real open porosity of the material because water, a strongly polar liquid, is adsorbed by the binder gel as so-called interlayer water. Its molecules slip in between the mineral layers of the calcium silicate hydrate (C-S-H) phases, thus increasing the distances between them and forming additional porosity [61]. This phenomenon involving C-S-H, present to a limited extent in metakaolin and lime-based matrices, explains the slight discrepancy between the two total porosity estimations.

On the same grounds as above, only one pore size distribution per binder paste is presented in **Figure 2.9**.

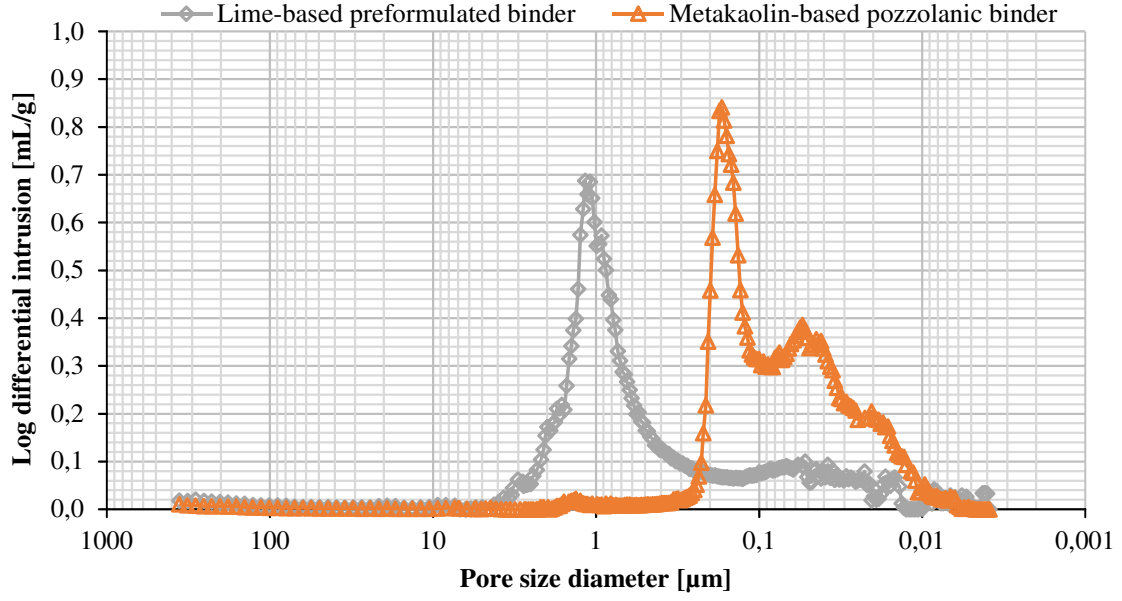


Figure 2.9. Pore size distribution of binder paste samples determined by mercury intrusion porosimetry.

The pore size distribution curves show that the pastes are very different in morphology but they both have a predominant unimodal distribution. Lime-based preformulated binder paste shows a narrow range of pores: all pores are smaller than 3 μm and most of them have a diameter around 1 μm . The results achieved are in agreement with previous works on lime-based pastes [28], [60], [64]. Regarding pozzolanic paste, the pore size distribution indicates that a majority of pores have diameters between 0.1 and 0.2 μm . A complementary porosity in the range of 0.01-0.1 μm , close to the one detected by Nunes *et al.* [64], is clearly visible.

Hygric properties

Figure 2.10 gives the sorption isotherms of the two binder pastes.

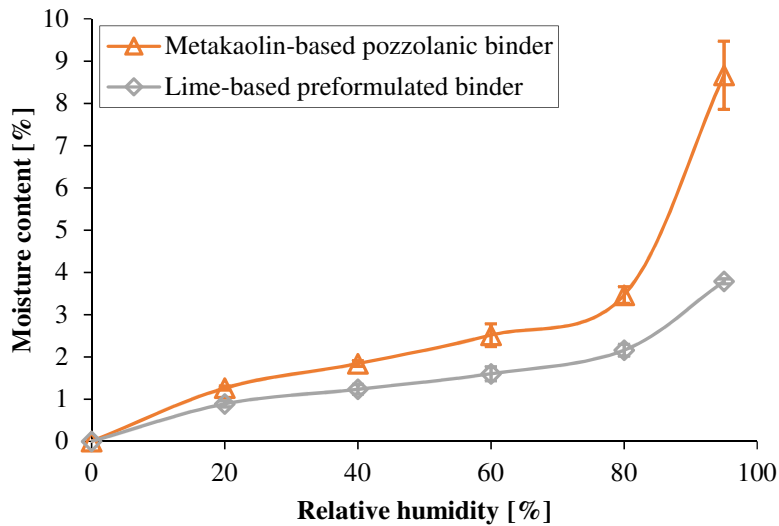


Figure 2.10. DVS water vapour sorption isotherm of the two binder pastes at 23°C.

The shape of the sorption curves corresponds to a sigmoidal isotherm, type II according to the IUPAC classification.

The pozzolanic matrix shows a higher water sorption capacity than lime-based binder paste over the entire range of relative humidity. This gap widens as the hygrometry increases, due to the fact that capillary condensation occurs sooner in the finer pores of the pozzolanic binder than in the lime-based binder porosity. The reduced pore size in metakaolin paste may induce a larger specific surface than that of the lime-based paste and increase its capacity for mono and polymolecular adsorption.

For relative humidity higher than 60%, as the specific surface area of pastes increases remarkably with pozzolanic addition to lime paste [64], [65], the water uptake is much greater for metakaolin-based binder than for lime-based matrix. At 95% RH, while the water content of metakaolin-based binder is 8.7%, for lime-based binder paste it is only 3.8%. The addition of pozzolan to lime paste significantly affects the pore size distribution: the main peak is shifted from the 0.1 - 1 μm region to 0.01 - 0.1 μm . This results in a greater water vapour sorption capacity of pozzolanic-based binder than of lime paste, especially in the capillary condensation domain. This occurs because pores within lime-based binder paste are not fully saturated at the highest relative humidities. A large part of this paste's porosity consists of large pores with diameters around 1 μm , in which it can be assumed that capillary condensation does not occur in equilibrium with 95% RH.

As the total porosities of both binder pastes are very close, continuing the relative humidity increment until equilibrium at 100% is reached can be expected to lead to similar moisture contents at the matrix saturation point. This behaviour was recorded by Garnier [2000]: at low and medium humidity ranges, the water vapour sorption capacity of lime-based pastes is low, while a strong, abrupt growth is observed for the highest relative humidity [15].

3.2. Composite performances

3.2.1. Porosity

The open porosity of bio-aggregate based building materials was measured by MIP tests. Results are presented in **Table 2.6**.

Material	Open porosity [%]
Lime-Sunflower	68.6 ± 1.7
Metakaolin-Sunflower	71.5 ± 5.3
Metakaolin-Maize	69.2 ± 0.7

Table 2.6. Open porosity of composites estimated by MIP method.

The total porosity of maize and sunflower concretes is about 70%. The formulation does not have a statistically significant impact on the measured porosity. The high porosity of vegetal concrete is consistent with values found in the literature. Several authors have explored the porous structure of bio-composite, mostly for hemp concrete, and have found porosity ranging from 60 to 80% [13]–[21], depending on the formulation and the method of determination.

Figure 2.11 shows the pore diameter distribution of maize and sunflower concretes. As mentioned previously, only one result is presented per material.

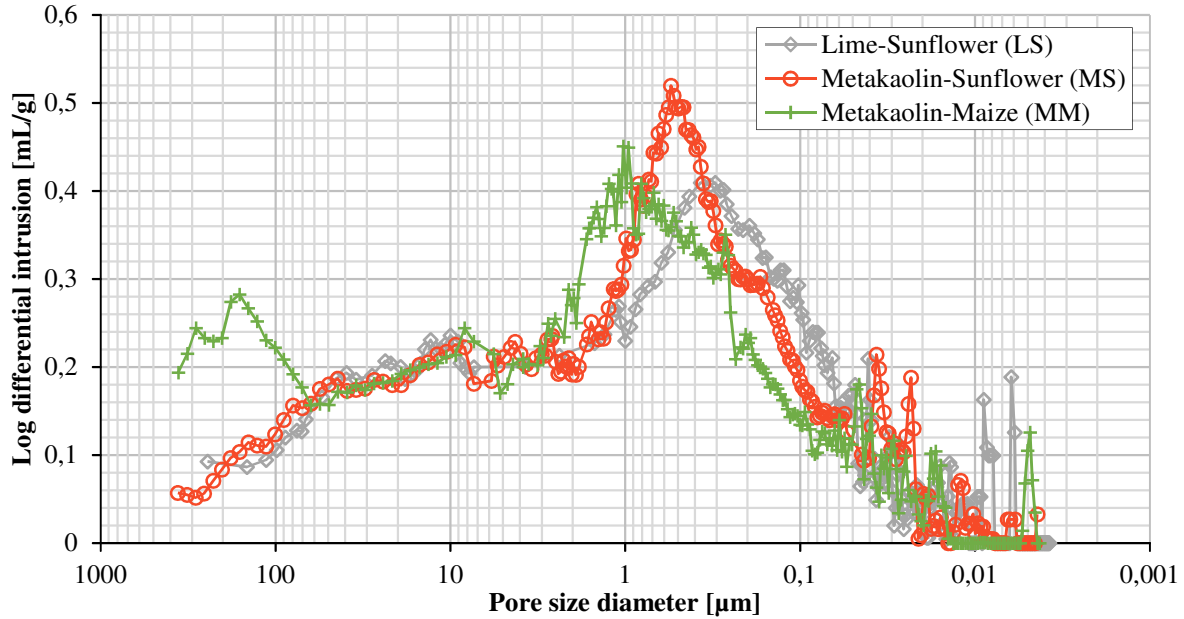


Figure 2.11. Pore size diameter distributions of the maize and sunflower concretes.

Figure 2.11 shows that, in the range explored by mercury porosimetry, the vegetal concretes have a multi-scaled porosity, which matches the conclusions of previous studies [13], [14], [16]–[19], [22], [23]. All distributions show a predominant peak between 0.1 and 1.1 μm . For the MM composite, the pore size distribution also presents a family of large pores, with a diameter greater than 60 μm . The latter pore range does not appear for the sunflower-based concretes.

Figure 2.11 also compares the influence of raw materials, both binder and bio-aggregate types, on the pore size distribution of bio-aggregate based building materials. Pore size distributions of sunflower concretes show that LS and MS curves overlap over a wide range of pore diameters. In particular, it highlights the pore size range of sunflower particles at about 0.5 μm . Some differences can be noticed in the additional porosity range (0.1 - 1 μm), where MS shows a higher peak than LS, and in the range of 0.01-0.1 μm , corresponding to the metakaolin-based matrix complementary porosity. The impact of the nature of bio-aggregates on the pozzolanic-based composite plotted on the same figure shows that the two curves are close but with some variations. On the one hand, the graph confirms that MM concrete has a greater number of pores larger than 100 μm than MS composite does. This could be due to the more elongated shape of maize particles leading to a different granular arrangement of particles. On the other hand, MS material shows a greater volume of micropores. This is consistent with the higher proportion of pores between 0.1 and 1 μm in sunflower bark chips.

The porosity within the binder paste is more difficult to detect on the pore size distributions of concretes. This might be due to the fact that the volume of binder paste capillary pores increases because of an excessive dose of water or it might be due to a sampling problem leading to binder paste around the vegetal particles being under represented. Additional porosity to that provided by raw materials in the micron-range appears in all composite distributions: there are

capillary pores attributable to the vaporization of excess water, air entrapment during mixing or the arrangement of particles.

3.2.2. Hygric behaviour

Sorption isotherms

Vegetal concretes are highly hygroscopic materials. **Figure 2.12** gives the adsorption isotherms of the three maize and sunflower concretes studied.

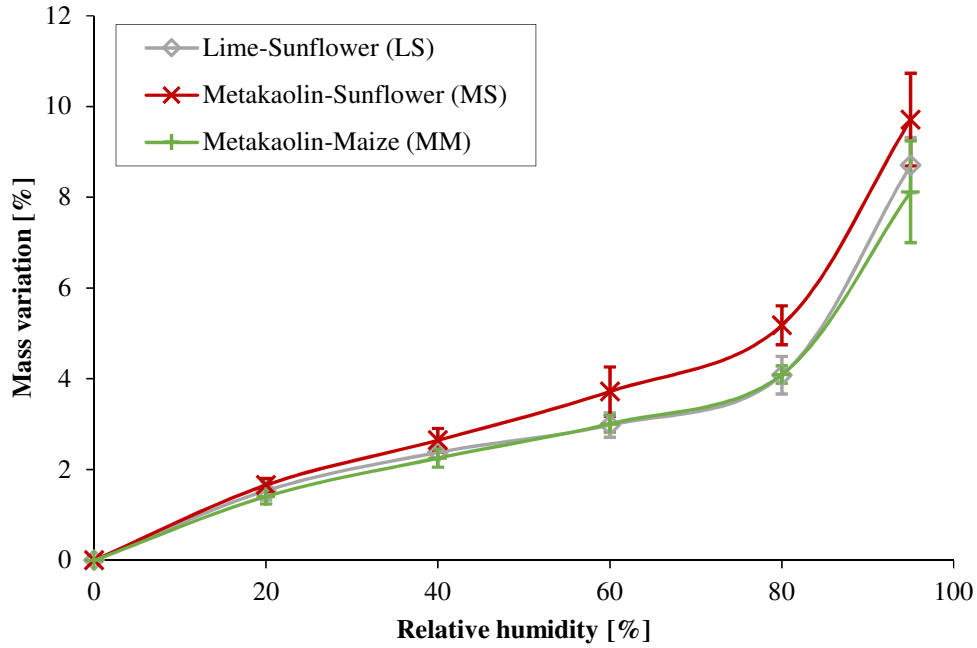


Figure 2.12. Sorption isotherms of composites.

This figure shows that the adsorption isotherms of the three materials display a similar pattern. The curves correspond to type II isotherms according to the IUPAC classification, which is in agreement with macroporous materials. Their water contents at 20, 40, 60 and 80% RH are similar to those of vegetal concretes encountered in the literature (**Figure 2.13**). In the capillary condensation domain, however, the water uptakes of LS, MS and MM composites are lower than the outcomes predicted by previous studies. This reflects a failure to achieve the equilibrium state at the highest relative humidities. Similar values to that reported in the literature should have been obtained if the test had been pursued until the saturation point was reached.

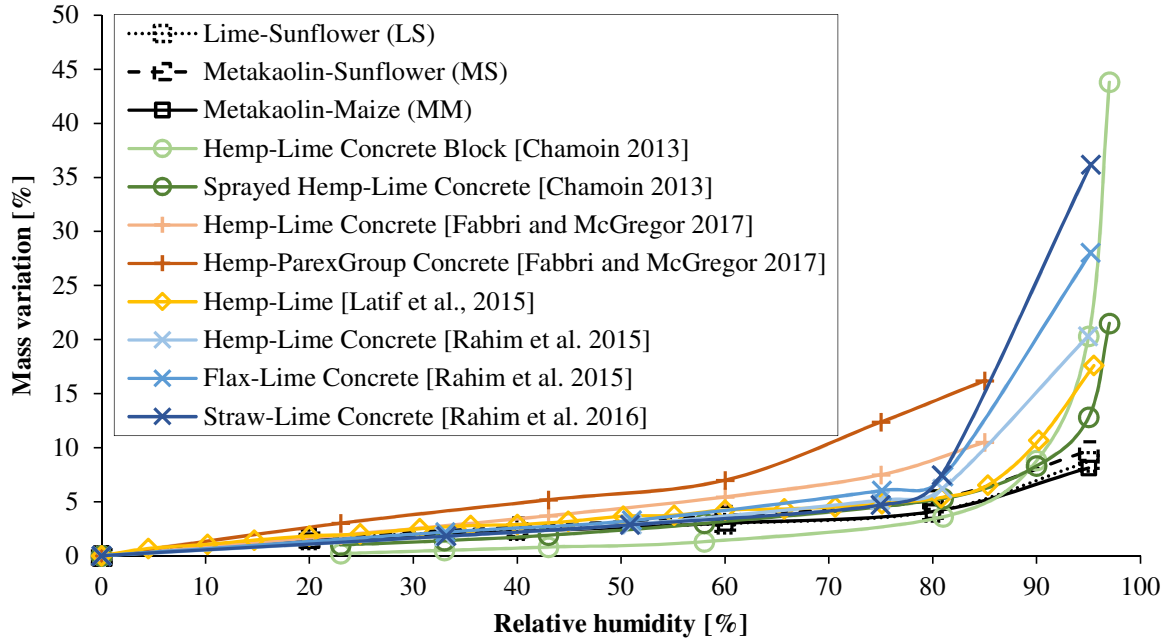


Figure 2.13. Results from literature of mass variation of vegetal concretes with the relative humidities [19], [20], [24], [26], [66].

The water content of the composites studied is of the same order of magnitude as that of the binder pastes, between two and five times smaller than bio-aggregates' water sorption capacity. Thus, studies on the sorption capacity of concretes reveal a significant impact of the binder nature on the moisture sorption potential of bio-based materials. However, the effect of plant particle types is also noticeable. In the literature, research works have recorded stronger effects of both bio-aggregates and binder types on outcomes, particularly in the capillary condensation domain [17], [19], [20], [26], [27]. These two parameters largely affect the sorption isotherm curves of vegetal concretes. In the present study, analysis of bio-aggregate based concretes brought out the impact of binder and aggregate types on their sorption isotherms over the entire range of relative humidity.

When the two binder matrices are compared, the results are consistent with the water sorption of binder pastes alone (see Section 3.1.2): lime-based materials show a lower water adsorption capacity than metakaolin-based materials. As far as metakaolin-based materials are concerned, the nature of the bio-aggregates is observed to have a noteworthy impact: MS concrete shows a higher sorption isotherm slope than MM material from 20 to 80% RH. This result is in accordance with the relative sorption capacity of the two bio-aggregates between 20% and 80% RH (see Section 3.1.1). Nevertheless, at 95% RH, the maize-based composite sorption capacity remains below that of sunflower-based composite, unlike the sorption capacity of their respective bio-aggregates. A hypothetical explanation could be that the larger pores of maize bark particles, in which capillary condensation occurs for high levels of humidity, could be filled with the binder paste in the composite. The limited effect of formulation on sorption curves is consistent with the close values of open porosity in the three composites studied.

Water vapour permeability

The average water vapour permeability and water vapour diffusion resistance factor of maize and sunflower concretes are set out in **Table 2.7**.

	Water vapour permeability, δ_p [kg/(m.s.Pa)]	Water vapour diffusion resistance factor, μ [-]
LS	$7.67 \times 10^{-11} \pm 1.66 \times 10^{-11}$	2.62 ± 0.57
MS	$1.46 \times 10^{-10} \pm 1.68 \times 10^{-11}$	1.35 ± 0.16
M M	$1.42 \times 10^{-10} \pm 2.20 \times 10^{-11}$	1.40 ± 0.20

Table 2.7. Average water vapour permeability and resistance factor of maize and sunflower concretes.

Diffusion resistance values are much lower than observed by Collet *et al.* [17], Evrard [14], Rahim *et al.* [20], [26] and Walker and Pavía [27], which range from 5 to 12 for hemp, rape straw and flax concretes.

This difference with the literature is probably attributable to experimental conditions, which could have a very large impact on the values obtained. With the cup method, Vololonirina and Perrin [46] studied the influence of different test parameters such as thickness and area of the specimen, thickness of the air gap at the lower surface of the specimen, air velocity, cup height, and hygrometry inside and outside the cup. Especially for hygroscopic materials such as bio-aggregate based building materials, the water vapour permeability is strongly linked to the local relative humidity. Thus, measurements of water vapour permeability, which are performed at different levels of relative humidity (dry-cup and wet-cup), may result in different values for one and the same material. The increase of the water vapour permeability with relative humidity was proved by Chamoin [19] and Collet *et al.* [17]: the water vapour permeability diffusion coefficient increased by a factor of seven depending on the hygrometry. This may have been due to surface diffusion and capillary condensation, which become noticeable at higher humidities.

It seems that the nature of the binder matrix significantly affects this hygric property, while the effect of aggregates is not measurable. In the present study, lime-based concrete's permeability (7.67×10^{-11} kg/(m.s.Pa)) was found to be about half that of metakaolin composites (1.42×10^{-10} - 1.46×10^{-10} kg/(m.s.Pa)). It appears that the greater volume of pores in the micron-range (0.5-1 μ m) directly impacts the permeability. In the literature, Chamoin [19] and Walker and Pavía [27] do not report a statistically significant effect of the type of binder on the water vapour permeability of hemp concrete, whereas Tran Le [67], referring to Grelat [2005], observed that a less hydraulic binder led to a higher water vapour diffusion resistance factor. From a bio-aggregate point of view, the results in this research reveal that the moisture diffusion coefficient of metakaolin-based concretes is close to 1.5×10^{-10} kg/(m.s.Pa) regardless of the particle type. Thus, the nature of the aggregate does not have a discernible effect on water vapour permeability. This finding is in line with the work of Chamoin [19] pointing out that different treatments of hemp shives (fibred or defibred) lead to similar values of permeability in hemp concrete.

Moisture buffer value

Figure 2.14 gives the moisture buffer values of vegetal concretes calculated from the last three cycles.

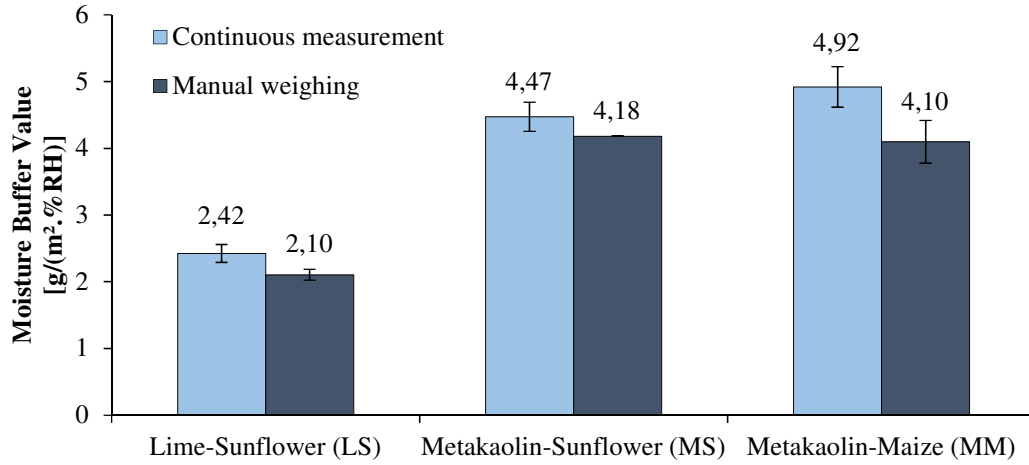


Figure 2.14. Moisture buffer values of vegetal concretes.

The values are in the range 2.10-4.92 g/(m².% RH), lime concrete (2.10-2.42 g/(m².% RH)) showing lower values than metakaolin-based concretes (4.10-4.92 g/(m².% RH)). According to the NORDTEST Project classification, the moisture buffering capacity of the three bio-aggregate based materials is excellent. Consequently, they can be considered as excellent hygric regulators that improve hygrothermal comfort.

Lime-Sunflower composite shows an MBV similar to those measured experimentally [17], [67] and analytical estimations made by Evrard [68] and Tran Le [67]. Very few references in the literature report an MBV exceeding 3 g/(m².% RH) for vegetal concrete. Ratiarisoa *et al.* [10] have studied metakaolin-based hemp and lavender concretes. The resulting values (3.5-3.85 g/(m².% RH) for composite including lavender aggregates and 3.12 g/(m².% RH) for hemp concrete) largely exceed other values found in studies for hemp concrete.

According to Tran Le [67], MBV_{ideal} is statistically 1.42 times higher than the MBV measured for an applied exposure changing sinusoidally. This seems to be verified in our case (Table 2.8).

	Practical Moisture Buffer Value [g/(m².% RH)]	Ideal Moisture Buffer Value [g/(m².% RH)]	$MBV_{ideal}/1.42$ [g/(m².% RH)]
LS	2.10-2.42	3.6	2.6
MS	4.18-4.47	5.7	4.0
M M	4.10-4.92	5.1	3.6

Table 2.8. Practical and ideal moisture buffer values.

The hygric regulator capacities of concretes are consistent with the results obtained previously. The moisture buffer value is proportional to the moisture effusivity of the material, which is linked to the moisture permeability and to the derivative of the sorption isotherm [47]. Lime-

Sunflower has the lowest derivative sorption curve and is the least permeable material. Thus, its moisture buffer value (2.10-2.42 g/(m².% RH)) is logically lower than that of metakaolin vegetal concretes (4.10-4.92 g/(m².% RH)). This gap can be interpreted as the impact of binder type on MBV: metakaolin composites seem to be better hygric regulators than lime concretes. This confirms results found by Ratiarisoa *et al.* [10] on metakaolin-based concrete, which largely exceed values found for hemp-lime concrete. The assessment does not allow any conclusion to be drawn on a significant impact of plant particle porosity and shape on the moisture buffering capacity of bio-based materials. However, it should not be forgotten that methods in previous studies did not always respect the recommendations of the NORDTEST procedure; the impact of environmental conditions can be partly responsible for variations of MBV.

The comparison between the two MBV measurement protocols underlines the influence of the environment. The manual weighing protocol leads systematically to 6-17% lower MBV than the continuous method. The air velocity on the surface of the specimens, the disturbances caused by frequent opening of the climatic chamber and the change of environment during weighing (when outside the climatic chamber) may well contribute to the variations in the hygric regulator capacity of materials and hence affect the results.

3.2.3. Thermal conductivity

The thermal conductivity values of the three composites are shown in **Table 2.9**.

	Density [kg/m ³]	Thermal conductivity [W/(m.K)]
LS	539.64 ± 51.56	0.127 ± 0.008
MS	511.07 ± 61.86	0.128 ± 0.009
M M	534.08 ± 82.30	0.112 ± 0.006

Table 2.9. Thermal conductivity of the vegetal concretes.

Thermal conductivity values of maize and sunflower-based concretes are about 0.11-0.13 W/(m.K). These composites can therefore be considered as self-insulating materials. In the literature, hemp concretes in the same density range are found to have similar thermal conductivity values, from 0.115 for lime-hemp concrete [14], [69], to 0.122 for metakaolin-based concrete [70].

Thermal properties are dependent on density (**Figure 2.15**). [13] established a relationship between increasing thermal conductivity λ and rising density ρ of hemp concrete. This equation can be generalized to vegetal concretes:

$$\lambda = 0.0002\rho + 0.0194$$

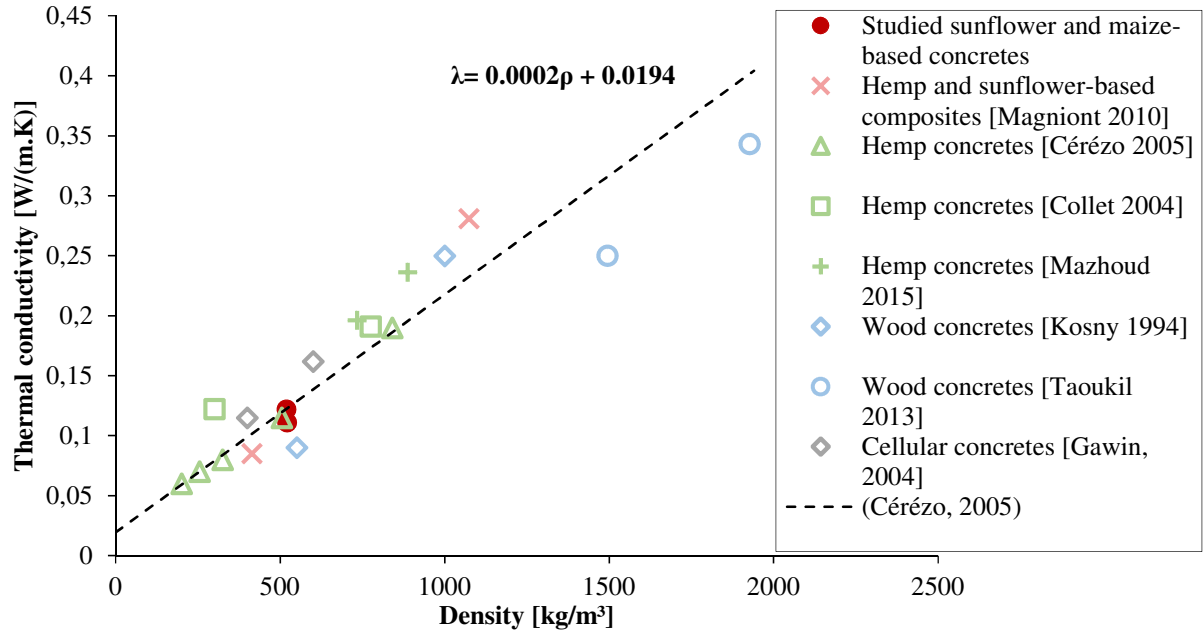


Figure 2.15. Relationship between density and thermal conductivity of building materials and relationship established by Cérézo [13] ([13], [71]–[75]).

The results show that thermal conductivity increases linearly with density. The concretes appear to have a thermal conductivity similar to that predicted from the relationship above.

The outcomes for thermal conductivity seem to underscore the critical impact of the macro-porosity of vegetal concretes rather than the meso- and micro-pores of both bio-aggregates and binder pastes. The sunflower concretes are not statistically affected by the binder type, even though the insulating properties of the binder pastes are plainly distinct (**Table 2.10**). This conclusion on the role of the matrix in the thermal conductivity of composites is in accordance with those of Walker and Pavía [27] but differ from those of Gourlay *et al.* [21], the latter finding that thermal conductivity varies significantly with the type of binder.

Formulation	Density [kg/m^3]	Thermal conductivity [W/(m.K)]
Lime-based preformulated binder	$1\,052 \pm 106$	0.366 ± 0.008
Metakaolin-based pozzolanic binder	$1\,079 \pm 1$	0.277 ± 0.002

Table 2.10. Thermal conductivity of the two binder pastes studied.

On the other hand, the metakaolin-based composites show a slight dependency on the bio-aggregate type, with a trend toward greater insulating properties of MM compared to MS: maize-based concrete values being 12.5% lower than those of sunflower composite. Thus, the granular arrangement of particles as well as the vaporization of excess water are responsible for the creation of millimetre width pores. Such pores increase the insulating capacity of materials. Hence, the binder type does not affect the thermal properties whereas the larger inter-particle porosity of MM (underlined by MIP tests) leads to lower thermal conductivity values than MS.

3.2.4. Compressive strength

Vegetal concretes are not able to bear major strains but they are capable of deforming significantly. The compression loading curves are shown in **Figure 2.16** for the concretes investigated.

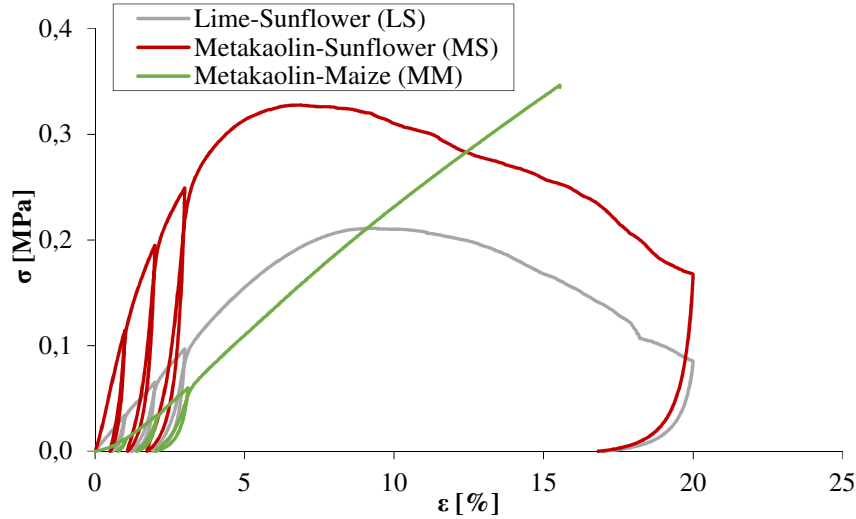


Figure 2.16. Compressive strength tests on vegetal concrete formulated with different types of binder or bio-aggregate.

The types of binder and of plant aggregate play a role in modifying microstructural properties of materials. Their mechanical performance, highly dependent on their microstructure, can also be modified.

When the impact of the type of binder is compared for sunflower-based composites, the LS concrete shows a poorer mechanical performance than the MS one. This is consistent with results of the stress-strain behaviour of metakaolin-based pozzolanic binder and lime-based preformulated binder pastes alone. These findings can explain the increase of strength of lime-based mortars containing pozzolans, since the shrinkage reduction should result in the elimination of cracking around aggregates in mortars [76].

Despite their different compressive strength, the sunflower-based concretes show graphs that are similar to those of the behaviour of hemp concrete found in Arnaud and Gourlay [77] and Cérézo [13], where the stress-strain curve can be divided into three regions:

- a first part of the curve where the material presents a linear quasi-elastic behaviour. During this phase, the binder matrix, which is stiffer than vegetal particles, supports the compressive stresses and slight strains are recorded;
- in a second part, the curve increase is smaller, which indicates that the behaviour of vegetal concrete becomes elastoplastic. Zones of stress concentration appear between the particles, the binder matrix cracks gradually and the particles are crushed little by little. The curve finally reaches a maximum: the compressive strength σ_{max} of the specimen;
- finally, the binder matrix is completely damaged and no longer plays a mechanical role. The bio-aggregates now support the most compressive stresses. The strain levels are high and the stress levels decrease because the particles are less stiff than the binder.

The two concretes formulated with metakaolin-based binder reached a maximum stress of about 0.33 MPa but showed radically different mechanical behaviours. Unlike sunflower formulations, the maize concrete compresses continuously on load application. Thus, the material is highly deformed by the strain. Under pressure, the particles rearrange, whereas the binder matrix does not play any mechanical role. The strain-stress curve is similar to that of vegetal aggregates alone, characterized by high deformation [77]–[79]. The variability of maize composites' performances is probably due to the poor adhesion between the bio-aggregates and the binder matrix. Maize water-soluble components have a strongly deleterious effect on the setting and the hardening mechanisms of the pozzolanic binder, as evidenced by Bourdot *et al.* [35]. It prevents the concrete from setting and modifies the mechanical behaviour of hardened concrete.

From a quantitative point of view, the identification of compressive strength is not uniquely defined for bio-based materials. Thus, arbitrary decisions are made by the authors, leading to a great variability of approaches for measuring it (**Table 2.11**). In that respect, Mazhoud *et al.* [80] understand the compressive strength as the transition between reversible behaviour and compacting behaviour. So, the compressive strength is established as the stress corresponding to a change of slope on the strain-stress curves. In our study, this parameter is not applied as it is impossible to detect a slope change for the MM material: the concrete deforms irreversibly from the beginning of loading [13], [48], [77]. Nguyen [81] considered stresses measured at two strain levels: 1.5% and 7.5%. When a maximum stress is reached before the strain reference values, it is this maximum strength that is recorded. Some authors have also established the compressive strength as the maximum stress of the material and the strain at failure corresponding to this maximum of stress. As it is meaningless to keep the maximum value measured for maize-based composite, the 15% deformation stress is also considered.

	LS	MS	MM
$\sigma_{\max}$ [kPa]	201.8 ± 32.7	326.2 ± 18.5	-
$\sigma_{\varepsilon=1.5\%}$ [kPa]	45.2 ± 6.4	132.8 ± 23.7	26.9 ± 10.0
$\sigma_{\varepsilon=7.5\%}$ [kPa]	182.2 ± 17.4	324.4 ± 20.2	174.9 ± 15.2
$\sigma_{\varepsilon=15\%}$ [kPa]	173.4 ± 44.1	228.4 ± 58.9	329.6 ± 21.2

Table 2.11. Compressive strength identification methods applied to the materials studied.

Previous studies on manually vibro-compacted hemp concretes have obtained globally similar values of compressive strength. Arnaud and Gourlay [77] showed values of compressive strength between 0.35 and 0.85 MPa for hydraulic lime and pre-formulated lime-based binder; Cérézo [13] found hemp concrete strength ranging from 0.25 MPa to 1.15 MPa. The maximum compressive strength was evaluated to lie between 0.32 MPa and 0.45 MPa by Niyigena *et al.* [48]. Depending on the binder employed, the maximum stress of hemp concrete varied between 0.1 MPa and 1 MPa for Murphy *et al.* [82] and ranged from 0.29 and 0.39 MPa at 1 year for Walker *et al.* [34].

Likewise, the calculation methods found in the literature to determine the Young's modulus are also different. The study by Niyigena *et al.* [48] defined the most suitable method as the calculation of the elastic modulus based on the mean value of the strongest increase in the strength/strain ratio recorded at each loading stage. The floating modulus method applied to maize and sunflower concretes leads to the values presented below (**Table 2.12**):

Materials	LS	MS	MM
E [MPa]	26.6 ± 1.2	55.1 ± 6.7	14.7 ± 2.7

Table 2.12. Floating modulus of LS, MS and MM concretes.

Results from Niyigena *et al.* [48] show mean values of Young's modulus for hemp concrete ranging from 28.81 MPa to 44.01 MPa. Findings from the present study are thus within the range of elastic modulus given in the literature. Values vary depending on the type of binder, the nature of the aggregates and the compaction level.

To better understand the stress-strain behaviour of materials, X-ray tomography measurements were conducted. First, the poor interface between the plant particles and the binder paste was studied (**Figure 2.17**).

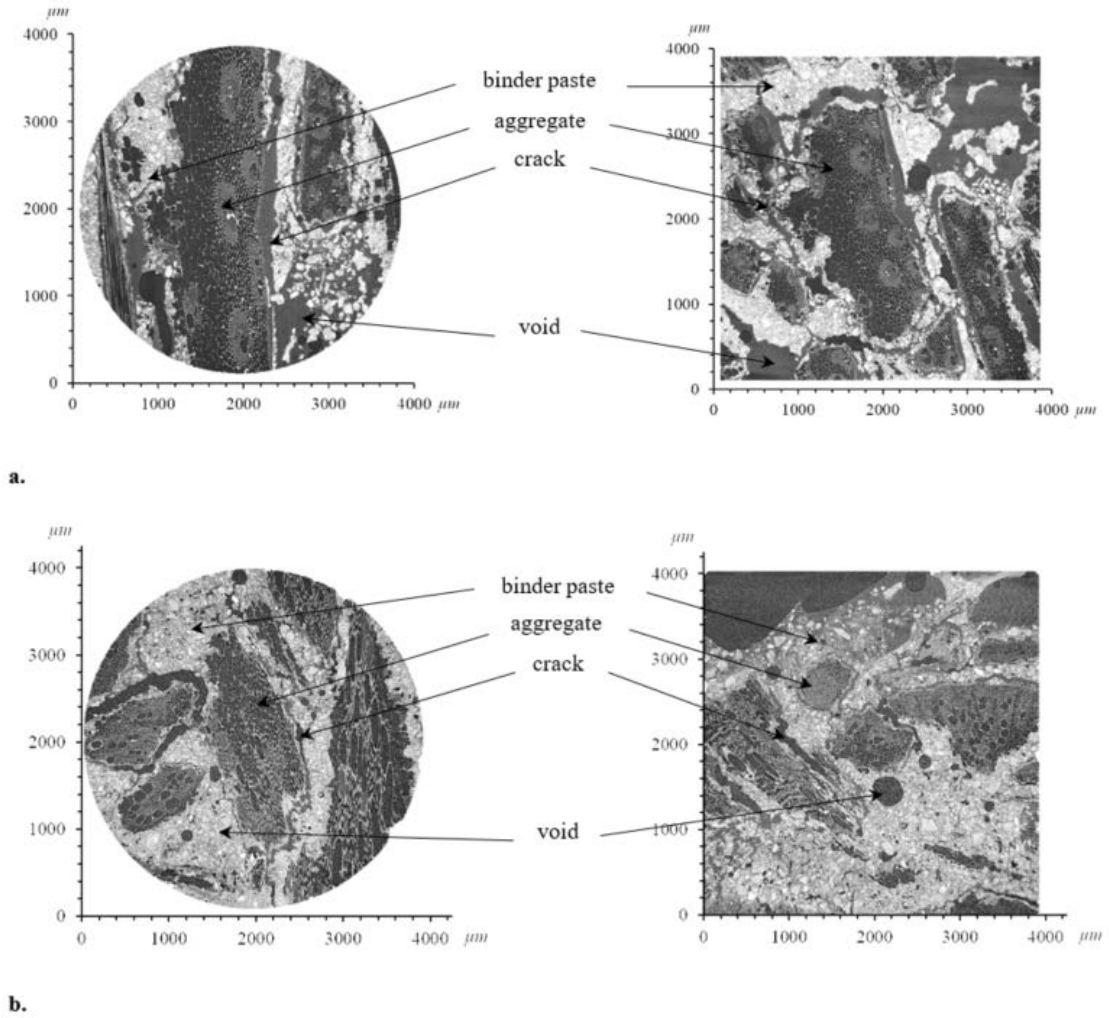


Figure 2.17. X-ray tomography images of (a.) maize and (b.) sunflower metakaolin-based concretes (voxel size of 4 μm).

The tomographic observation of metakaolin-based concretes revealed the presence of shrinkage-induced cracks at the interface between the bio-aggregates and the binder paste. Shrinkage occurs when the concrete is exposed to a drying environment, which causes an increase in tensile stress leading to cracking in the absence of external loading [83]. The shrinkage of concrete is influenced, in particular, by the amount of water present in the fresh concrete: the higher the amount of mixing water is, the greater are the drying shrinkage and number and size of the resulting cracks.

Next, the anisotropic internal arrangement of vegetal concretes is known to give rise to anisotropic physical properties. Some works have underlined the impact of bio-aggregate orientation on thermal and mechanical properties [84]–[86]. Thus, it appeared interesting to analyse the spatial orientation of the particles within the metakaolin-based concretes. Because of contrast issues, only the MS composite allowed the bark chips to be extracted, enabling the shape and spatial orientation of bio-aggregates within the binder matrix to be determined, as shown in **Figure 2.18.a.**

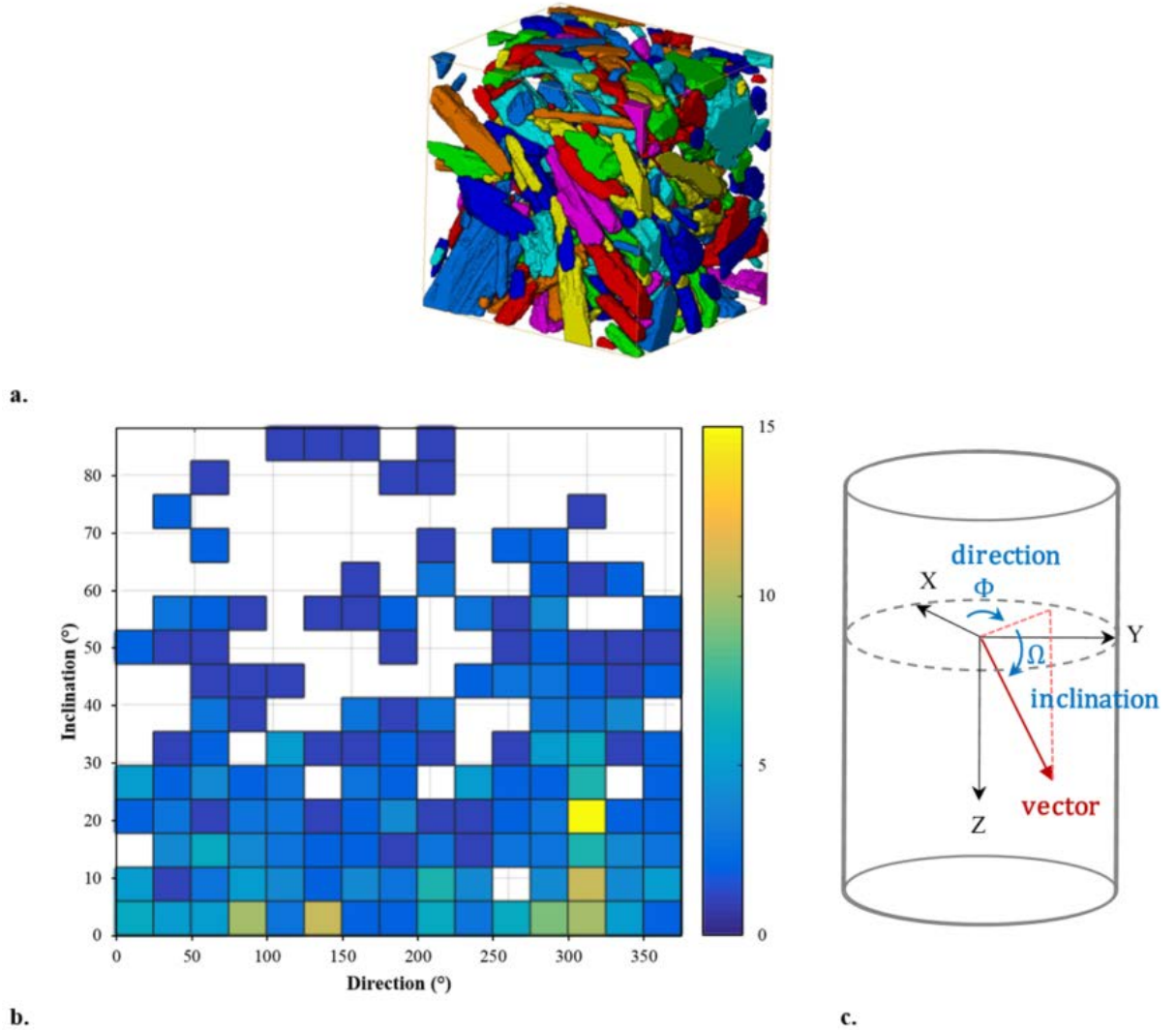


Figure 2.18. (a.) 3D reconstruction of the sunflower aggregates within the metakaolin binder paste (voxel size of 19.9 μm) and spatial orientation of particles: (b.) 2D normalized histogram of direction versus inclination and (c.) definition of direction and inclination.

Figure 2.18 shows the particle inclination with respect to a horizontal plane versus its projected in-plane orientation. The applied convention is depicted schematically in **Figure 2.18.c**. It can be observed that the great majority of aggregates exhibit no preferential in-plane direction but do show an inclination of less than 40° from the horizontal. This can be attributed to the compaction applied during the casting process directing the elongated particles towards stratified planes transverse to the compaction direction, also corresponding to the compressive strength direction. This observation is in line with previous works [87], [88].

4. Conclusion

The results presented here point out the lack of standard procedures or common approaches, which lead to arbitrary decisions and thus to a large diversity of results in the literature. The impact of testing conditions on the performances of bio-based materials in use is also underlined in this study.

Exploration of the shape and inner porosity of plant aggregate particles by X-ray tomography appears to be a promising technique as it enables inner inspection of the microstructure in three dimensions in a non-destructive fashion. X-ray tomography is a powerful tool, which can easily be combined with other techniques and help to characterize the microstructure of vegetal concretes.

The overall porosity of bio-aggregate particles, combined with the meso and micro-porosity of binder paste, directly affects the pore size distribution of the composite. All this adds up to a new category of pores attributable to the vaporization of excess water, air entrapment during mixing or the arrangement of particles.

This very open and interconnected pore structure allows heat and mass transfer as well as moisture storage inside maize and sunflower concretes. The results underline the dependency of the hygrothermal and mechanical properties of vegetal concrete on the nature of both the bio-aggregates and the binder matrix. Thus, metakaolin-based materials have demonstrated better water vapour storage and permeability performances than LS composite and the use of pozzolanic binder matrix is favoured. Finally, even though all composites have proved to be excellent hygric regulators and good thermal insulators, the inhibitory effect of maize water-soluble components on concrete setting-time and mechanical behaviour does not allow MM concrete to be used. Hence, metakaolin and sunflower bark chips appear to be the most promising combination of raw materials for designing a hygrothermally and mechanically effective bio-aggregate based concrete. Hence, investigating the definition of a process to evaluate the overall potential and performances of bio-aggregates incorporated in a plant concrete could be an interesting prospect.

5. Acknowledgements

The authors would like to thank Total for providing UMS 3360 DMEX with the Zeiss Xradia Versa 510T used to carry out some of the tomographic acquisitions reported in this article.

6. References

- [1] European Commission, 'Buildings - Energy', *Energy*, 2018. /energy/en/topics/energy-efficiency/buildings (accessed May 30, 2018).
- [2] ADEME, 'Qui consomme le plus d'énergie en France?', ADEME, 2018. Accessed: Sep. 04, 2018. [Online]. Available: <https://www.ademe.fr/en/particuliers-eco-citoyens/dossiers-comprendre/dossier/lenergie-france/consomme-plus-denergie-france>.
- [3] X. Ghewy, 'Bilan 2014 de la production de déchets en France', MEEM, 2017.
- [4] SOeS, 'La consommation intérieure de matières en France', Service de l'Observation et des Statistiques - Ministère de la transition écologique et solidaire, 2016. Accessed: Sep. 12, 2018. [Online]. Available: <http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/lessentiel/ar/299/1161/consommation-interieure-matieres-france.html>.
- [5] D. Peñaloza, M. Erlandsson, and A. Falk, 'Exploring the climate impact effects of increased use of bio-based materials in buildings', *Construction and Building Materials*, vol. 125, pp. 219–226, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.08.041.
- [6] B. Moujalled, Y. Aït Ouméziane, S. Moissette, M. Bart, C. Lanos, and D. Samri, 'Experimental and numerical evaluation of the hygrothermal performance of a hemp lime concrete building: A long term case study', *Building and Environment*, vol. 136, pp. 11–27, May 2018, doi: 10.1016/j.buildenv.2018.03.025.
- [7] A. D. Tran Le, C. Maalouf, T. H. Mai, E. Wurtz, and F. Collet, 'Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope', *Energy and Buildings*, vol. 42, no. 10, pp. 1797–1806, Oct. 2010, doi: 10.1016/j.enbuild.2010.05.016.
- [8] S. Amziane and F. Collet, *Bio-aggregates Based Building Materials*, vol. 23. Dordrecht: Springer Netherlands, 2017.
- [9] V. Nozahic, '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 chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux', Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2012.
- [10] R. V. Ratiarisoa, C. Magniont, S. Ginestet, C. Oms, and G. Escadeillas, 'Assessment of distilled lavender stalks as bioaggregate for building materials: Hygrothermal properties, mechanical performance and chemical interactions with mineral pozzolanic binder', *Construction and Building Materials*, vol. 124, no. Supplement C, pp. 801–815, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.08.011.
- [11] A. Laborel-Préneron, C. Magniont, and J.-E. Aubert, 'Characterization of Barley Straw, Hemp Shiv and Corn Cob as Resources for Bioaggregate Based Building Materials', *Waste and Biomass Valorization*, Mar. 2017, doi: 10.1007/s12649-017-9895-z.
- [12] M. Viel, F. Collet, and C. Lanos, 'Chemical and multi-physical characterization of agro-resources' by-product as a possible raw building material', *Industrial Crops and Products*, vol. 120, pp. 214–237, Sep. 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.04.025.
- [13] V. Cérézo, 'Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique', Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Lyon, 2005.
- [14] A. Evrard, 'Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials', p. 142, 2008.
- [15] D. Samri, 'Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique', Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 2008.
- [16] F. Collet, M. Bart, L. Serres, and J. Miriel, 'Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials', *Construction and Building Materials*, vol. 22, no. 6, pp. 1271–1280, Jun. 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018.
- [17] F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot, and C. Lanos, 'Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes', *Energy and Buildings*, vol. 62, pp. 294–303, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.enbuild.2013.03.010.

- [18]P. Glé, E. Gourdon, and L. Arnaud, ‘Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several scales of porosity’, *Applied Acoustics*, vol. 72, no. 5, pp. 249–259, Apr. 2011, doi: 10.1016/j.apacoust.2010.11.003.
- [19]J. Chamoin, ‘Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation’, INSA de Rennes, 2013.
- [20]M. Rahim, O. Douzane, A. D. Tran Le, G. Promis, and T. Langlet, ‘Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 102, pp. 679–687, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.11.021.
- [21]E. Gurlay, P. Glé, S. Marceau, C. Foy, and S. Moscardelli, ‘Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 139, pp. 513–523, May 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.018.
- [22]S. Dubois, ‘Modelling the hygrothermal behaviour of crop-based construction materials’, 2014.
- [23]M. Lawrence, E. Fodde, K. Paine, and P. Walker, ‘Hygrothermal performance of an experimental hemp-lime building’, in *Key Engineering Materials*, 2012, vol. 517, pp. 413–421.
- [24]E. Latif, M. A. Ciupala, S. Tucker, D. C. Wijeyesekera, and D. J. Newport, ‘Hygrothermal performance of wood-hemp insulation in timber frame wall panels with and without a vapour barrier’, *Building and Environment*, vol. 92, pp. 122–134, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.04.025.
- [25]M. Palumbo, A. M. Lacasta, N. Holcroft, A. Shea, and P. Walker, ‘Determination of hygrothermal parameters of experimental and commercial bio-based insulation materials’, *Construction and Building Materials*, vol. 124, pp. 269–275, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.07.106.
- [26]M. Rahim *et al.*, ‘Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity’, *Energy and Buildings*, vol. 88, pp. 91–99, Feb. 2015, doi: 10.1016/j.enbuild.2014.11.043.
- [27]R. Walker and S. Pavía, ‘Moisture transfer and thermal properties of hemp-lime concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 64, no. Supplement C, pp. 270–276, Aug. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.04.081.
- [28]M. Arandigoyen and J. I. Alvarez, ‘Blended pastes of cement and lime: Pore structure and capillary porosity’, *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 23, pp. 8077–8085, Sep. 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2005.10.019.
- [29]C. Feng and H. Janssen, ‘Hygric properties of porous building materials (II): Analysis of temperature influence’, *Building and Environment*, vol. 99, pp. 107–118, Apr. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2016.01.016.
- [30]F. Collet and S. Pretot, ‘Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 36, pp. 58–65, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.04.139.
- [31]M. Labat, C. Magniont, N. Oudhof, and J.-E. Aubert, ‘From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential’, *Building and Environment*, vol. 97, pp. 69–81, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.12.004.
- [32]F. Collet and S. Pretot, ‘Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content’, *Construction and Building Materials*, vol. 65, pp. 612–619, Aug. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.
- [33]M. Stefanidou, M. Assael, K. Antoniadis, and G. Matziaroglou, ‘Thermal Conductivity of Building Materials Employed in the Preservation of Traditional Structures’, *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, no. 4–5, pp. 844–851, May 2010, doi: 10.1007/s10765-010-0750-8.
- [34]R. Walker, S. Pavia, and R. Mitchell, ‘Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 61, pp. 340–348, Jun. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.02.065.
- [35]A. Bourdot, C. Magniont, M. Lagouin, G. Lambaré, L. Labonne, and P. Evon, ‘Evaluation of the potential of alternative particles as bio-aggregates for lightweight concrete’, Funchal, Madeira Island, Portugal, Oct. 2018, p. 7.

- [36]Y. Diquélou, E. Gourlay, L. Arnaud, and B. Kurek, 'Impact of hemp shiv on cement setting and hardening: Influence of the extracted components from the aggregates and study of the interfaces with the inorganic matrix', *Cement and Concrete Composites*, vol. 55, pp. 112–121, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2014.09.004.
- [37]InterChanvre, 'Plan Filière de l'interprofession du chanvre', InterChanvre, 2017. Accessed: Jan. 2019. [Online].
- [38]GNIS, 'Groupement National Interprofessionnel des Semences et plants', *Gnis*, 2017. <http://www.gnis.fr/> (accessed Dec. 20, 2017).
- [39]A. Sidi Mohamed, V. Sabathier, P. Evon, C. Magniont, and L. Labonne, 'Contribution to the design and the characterization of a fully bio-based insulated panel including sunflower pith', presented at the 2nd International Conference on Bio-based Building Materials & 1st Conference on ECOlogical valorisation of GRAnular and FIbrous materials, Clermont-Ferrand, France, Jun. 2017.
- [40]T. M. Dinh, 'Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant', 2014.
- [41]S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, and M. Sonebi, '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*, vol. 50, no. 3, Jun. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1029-3.
- [42]G. Arliguie and H. Hornain, 'GranDuBé - Grandeurs associées à la durabilité des Bétons', *Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées*, 2007.
- [43]A. Bourdot *et al.*, 'Characterization of a hemp-based agro-material: Influence of starch ratio and hemp shive size on physical, mechanical, and hygrothermal properties', *Energy and Buildings*, vol. 153, pp. 501–512, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.enbuild.2017.08.022.
- [44]Y. Jiang, M. Lawrence, M. P. Ansell, and A. Hussain, 'Cell wall microstructure, pore size distribution and absolute density of hemp shiv', *Royal Society Open Science*, vol. 5, no. 4, p. 171945, Apr. 2018, doi: 10.1098/rsos.171945.
- [45]J. Banhart, *Advanced tomographic methods in materials research and engineering*. Oxford ; New York: Oxford University Press, 2008.
- [46]O. Vololonirina and B. Perrin, 'Inquiries into the measurement of vapour permeability of permeable materials', *Construction and Building Materials*, vol. 102, pp. 338–348, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.10.126.
- [47]C. Rode *et al.*, *Moisture buffering of building materials*, Department of Civil Engineering Technical University of Denmark. 2005.
- [48]C. Niyigena *et al.*, 'Variability of the mechanical properties of hemp concrete', *Materials Today Communications*, vol. 7, pp. 122–133, Jun. 2016, doi: 10.1016/j.mtcomm.2016.03.003.
- [49]Eurocob, 'Specifications products EU-GRITS 8/10'. Mar. 05, 2003.
- [50]T. Verdier, C. Magniont, and G. Escadeillas, 'Valorisation de granulats végétaux dans un matériau de construction à matrice minérale', p. 13, 2012.
- [51]C. Magniont, 'Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources', Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2010.
- [52]H. Lenormand, A. Mahieu, N. Leblanc, and A. Vivet, 'Nouvelles agroressources pour panneaux de particules 100% biosourcés', in *Conférence Matériaux 2014 - Colloque Ecomatériau*, Montpellier, France, Nov. 2014, p. 11, hal-01144554.
- [53]P. A. Chabriac, E. Gourdon, P. Gle, A. Fabbri, and H. Lenormand, 'Agricultural by-products for building insulation: Acoustical characterization and modeling to predict micro-structural parameters', *Construction and Building Materials*, vol. 112, pp. 158–167, Jun. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.162.

- [54]Y. Brouard, N. Belayachi, D. Hoxha, N. Ranganathan, and S. Méo, ‘Mechanical and hygrothermal behavior of clay – Sunflower (*Helianthus annuus*) and rape straw (*Brassica napus*) plaster bio-composites for building insulation’, *Construction and Building Materials*, vol. 161, pp. 196–207, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.11.140.
- [55]M. Bouasker, N. Belayachi, D. Hoxha, and M. Al-Mukhtar, ‘Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications’, *Materials*, vol. 7, no. 4, pp. 3034–3048, Apr. 2014, doi: 10.3390/ma7043034.
- [56]Y. Jiang, M. Ansell, X. Jia, A. Hussain, and M. Lawrence, ‘Physical characterisation of hemp shiv: Cell wall structure and porosity’, Apr. 2017.
- [57]J. Merle *et al.*, ‘Microstructural characterization of biobased carbon foam by means of X-ray microtomography and compared to conventional techniques’, *RSC Advances*, vol. 6, no. 98, pp. 96057–96064, 2016, doi: 10.1039/C6RA16969D.
- [58]C. Flament, ‘Valorisation des fines de lavages de granulats : application à la construction en terre crue’, Université d’Artois - Faculté des Sciences Appliquées de Béthunes, 2013.
- [59]K. S. W. Sing, ‘Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984)’, *Pure and Applied Chemistry*, vol. 57, no. 4, pp. 603–619, Jan. 1985, doi: 10.1351/pac198557040603.
- [60]M. Arandigoyen, J. L. P. Bernal, M. A. B. López, and J. I. Alvarez, ‘Lime-pastes with different kneading water: Pore structure and capillary porosity’, *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 5, pp. 1449–1459, Dec. 2005, doi: 10.1016/j.apsusc.2005.02.145.
- [61]T. Tracz, ‘Open porosity of cement pastes and their gas permeability’, *Bulletin of the Polish Academy of Sciences Technical Sciences*, vol. 64, no. 4, Jan. 2016, doi: 10.1515/bpasts-2016-0086.
- [62]S. Goyer, ‘Caractérisation des propriétés microstructurales et hydriques des bétons légers’, Lyon, Master recherche MEGA, 2007.
- [63]M. Krus, K. K. Hansen, and H. M. Künzel, ‘Porosity and liquid absorption of cement paste’, *Mat. Struct.*, vol. 30, no. 7, pp. 394–398, Aug. 1997, doi: 10.1007/BF02498561.
- [64]C. Nunes, Z. Slížková, M. Stefanidou, and J. Němeček, ‘Microstructure of lime and lime-pozzolana pastes with nanosilica’, *Cement and Concrete Research*, vol. 83, pp. 152–163, May 2016, doi: 10.1016/j.cemconres.2016.02.004.
- [65]R. Černý, A. Kunca, V. Tydlitát, J. Drchalová, and P. Rovnaníková, ‘Effect of pozzolanic admixtures on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters’, *Construction and Building Materials*, vol. 20, no. 10, pp. 849–857, Dec. 2006, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2005.07.002.
- [66]A. Fabbri and F. McGregor, ‘Impact of the determination of the sorption-desorption curves on the prediction of the hemp concrete hygrothermal behaviour’, *Construction and Building Materials*, vol. 157, pp. 108–116, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.09.077.
- [67]A. D. Tran Le, ‘Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (sous titre : simulation numérique et approche expérimentale)’, p. 220, 2010.
- [68]A. Evrard, ‘Sorption behaviour of Lime-Hemp Concrete and its relation to indoor comfort and energy demand’, p. 5, 2006.
- [69]P. de Bruijn and P. Johansson, ‘Moisture fixation and thermal properties of lime–hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 47, pp. 1235–1242, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.006.
- [70]T. M. Dinh, C. Magniont, M. Coutand, and G. Escadeillas, ‘Hemp concrete using innovative pozzolanic binder’, Jun. 2012.
- [71]F. Collet, ‘Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux’, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Rennes, 2004.

- [72]B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot, and J. Chamoin, ‘Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters’, *Building and Environment*, vol. 96, pp. 206–216, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.11.013.
- [73]D. Taoukil, A. El bouardi, F. Sick, A. Mimet, H. Ezbakhe, and T. Ajzoul, ‘Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite’, *Construction and Building Materials*, vol. 48, pp. 104–115, Nov. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.067.
- [74]J. Kosny and A. O. Desjarlais, ‘Influence of Architectural Details on the Overall Thermal Performance of Residential Wall Systems’, *Journal of Thermal Insulation and Building Envelopes*, vol. 18, no. 1, pp. 53–69, Jul. 1994, doi: 10.1177/109719639401800104.
- [75]D. Gawin, J. Kosny, and K. Wilkes, ‘Thermal conductivity of moist cellular concrete - experimental and numerical study.’, Oct. 2020.
- [76]V. Nežerka, Z. Slížková, P. Tesárek, T. Plachý, D. Frankeová, and V. Petráňová, ‘Comprehensive study on mechanical properties of lime-based pastes with additions of metakaolin and brick dust’, *Cement and Concrete Research*, vol. 64, pp. 17–29, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.cemconres.2014.06.006.
- [77]L. Arnaud and E. Gourlay, ‘Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 28, no. 1, pp. 50–56, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052.
- [78]S. Amziane and L. Arnaud, *Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes*. 2013.
- [79]C. Niyigena, S. Amziane, and A. Chateauneuf, ‘Multicriteria analysis demonstrating the impact of shiv on the properties of hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 160, pp. 211–222, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.11.026.
- [80]B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot, and C. Lanos, ‘Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites’, *Construction and Building Materials*, vol. 155, pp. 1126–1137, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.08.121.
- [81]T. T. Nguyen, ‘Contribution à l’étude de la formulation et du procédé de fabrication d’éléments de construction en béton de chanvre’, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, 2010.
- [82]F. Murphy, S. Pavia, and P. Walker, ‘An assessment of the physical properties of lime-hemp concrete’, presented at the BRI/CRI, Cork, 2010.
- [83]K. W. Day, J. Aldred, and B. Hudson, *Concrete mix design, quality control and specification*. CRC Press, 2013.
- [84]Y. Hustache and L. Arnaud, ‘Synthèse des connaissances sur les bétons et mortiers de chanvre’, 2008. Accessed: Jul. 04, 2018. [Online]. Available: http://vegetal-e.com/fichiers/synthese-beton-chanvre-2008_1450942013.pdf.
- [85]S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancret, Y. Scudeller, and L. Goudet, ‘Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hempcrete”) manufactured by a projection process’, *Construction and Building Materials*, vol. 22, no. 10, pp. 2116–2123, Oct. 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.07.016.
- [86]T. T. Nguyen, V. Picandet, P. Carre, T. Lecompte, S. Amziane, and C. Baley, ‘Effect of compaction on mechanical and thermal properties of hemp concrete’, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 14, no. 5, pp. 545–560, May 2010, doi: 10.1080/19648189.2010.9693246.
- [87]J. Williams, M. Lawrence, and P. Walker, ‘The influence of constituents on the properties of the bio-aggregate composite hemp-lime’, *Construction and Building Materials*, vol. 159, pp. 9–17, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.10.109.
- [88]J. Williams, M. Lawrence, and P. Walker, ‘A method for the assessment of the internal structure of bio-aggregate concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 116, pp. 45–51, Jul. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.04.088.

Synthèse et transition

Cette étude a permis de mettre en évidence l'impact de la nature des matières premières sur les performances d'usage des bétons végétaux et plus particulièrement, le rôle fondamental que joue la porosité dans la définition des performances hygrothermiques.

L'exploration de la microstructure des matériaux par tomographie à rayons X présente un fort potentiel pour la caractérisation et l'évaluation de la durabilité de matériaux fortement poreux et hautement déformables comme les particules végétales et les agrobétons.

En termes de performances hygrothermiques les bétons de tournesol ont montré des performances relativement comparables à celles des bétons de chanvre. La nature des agroressources a toutefois été déterminante dans la définition des performances mécaniques des agrobétons : contrairement aux formulations de tournesol qui présentent un comportement en contrainte/déformation semblable à celui des bétons de chanvre, le béton de maïs se comporte comme un empilement de particules végétales. L'absence de reprise des efforts par le liant s'explique par des interactions maïs/liant délétères à la prise et au durcissement du liant.

Au regard de leurs propriétés d'usage, la formulation à base de tournesol et du liant pouzzolanique est considérée comme étant la plus satisfaisante (**Figure 2.19**). Elle est donc retenue pour la suite de l'étude et sera associée dans un second temps à la formulation optimisée d'enduit, les parois en béton végétal n'étant que rarement laissées à l'état brut dans un bâtiment pour des raisons esthétiques.

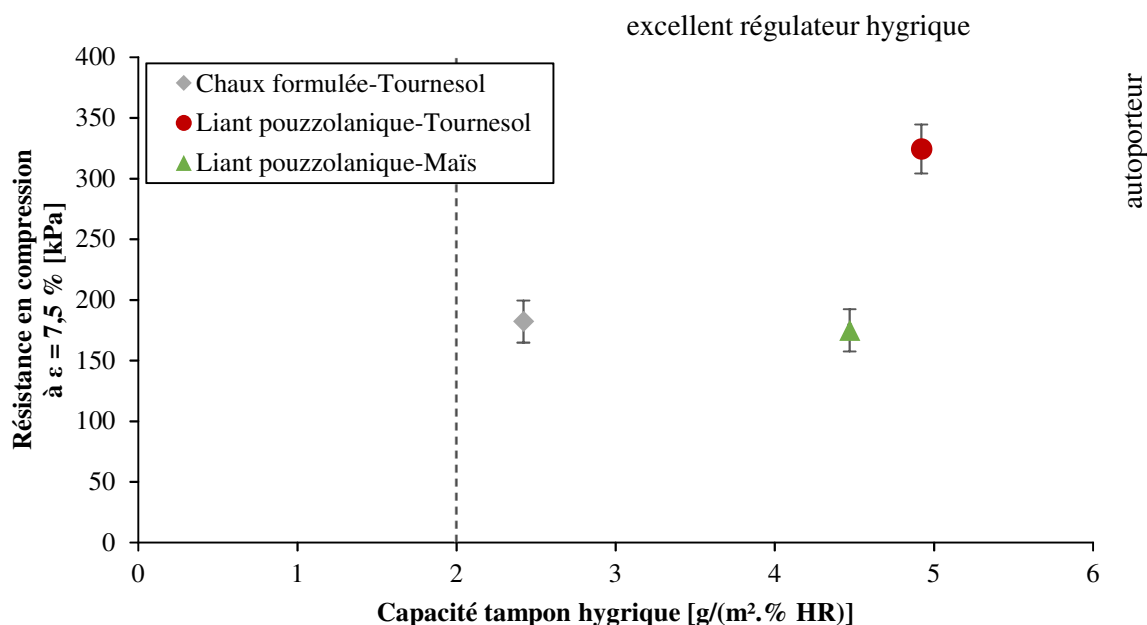


Figure 2.19. Analyse multicritère de la performance des agrobétons étudiés.

Chapitre 3.

Enduits en terre crue

Préambule

La couche de finition en terre crue de la paroi développée est obtenue par association d'un sol argileux, d'eau et de sable. La cohésion du matériau est assurée par la fraction argileuse contenue dans la terre. Selon l'état hydrique du mortier d'enduit et la nature minéralogique du sol employé, le liant est susceptible de subir des variations volumiques importantes, pouvant dégrader l'état durci de l'enduit (fissuration ou décollement).

Un dosage réduit en argile permet la maîtrise de la fissuration au retrait mais restreint également les performances hygriques de l'enduit. La terre crue, utilisée en enduit, participe effectivement aux échanges de vapeur d'eau avec l'air environnant, amortissant de ce fait les variations marquées de l'hygrométrie, et permet de conserver la capacité perspirante de la paroi. C'est la fraction argileuse hygroscopique qui assure la capacité tampon hygrique des mortiers. Ainsi, l'amélioration des capacités d'échange de la vapeur d'eau entre l'enduit et l'air environnant se fait au détriment du contrôle de la fissuration.

La consolidation des mortiers en terre très argileux est notamment permise par l'ajout d'adjuvants organiques, modifiant soit la rhéologie du mélange soit la résistance de l'enduit à la fissuration au moment du séchage.

La maîtrise de la fissuration d'enduits riches en argiles fait l'objet de ce troisième chapitre. Pour ce faire, l'effet d'adjuvants d'origine végétale (fibres de lin et biopolymères) sur les performances des enduits en terre est investigué dans un premier article, « Effects of organic admixtures on the fresh and mechanical properties of earth-based plasters ». Les propriétés d'usage de ces enduits sont évaluées à partir d'une caractérisation de base réalisée pour les quatre terres employées. Face à la difficulté d'interprétation de ces résultats, une caractérisation plus approfondie a été menée. Cette étude réalisée sur l'évaluation de l'impact de la nature minéralogique des terres sur le comportement à l'état frais et durci des enduits est abordée dans un second article, « Soil chemical, mineralogical and geotechnical characteristics impact on earthen plaster properties ».

L'évaluation des performances des enduits terre s'effectue selon plusieurs critères : le besoin en eau pour atteindre un niveau d'ouvrabilité adapté à l'application d'un mortier d'enduit, le retrait au séchage (libre et contraint sur un support), les résistances en flexion et compression ainsi que l'adhérence de l'enduit à un support d'application. Un travail d'évaluation de la fissuration par analyse d'images est réalisé afin de caractériser quantitativement les fissures développées dans l'enduit.

Le premier article de ce chapitre présentant l'effet des adjuvants organiques sur les propriétés des enduits a été soumis dans la revue *Journal of Building Engineering*.

Article B. Effects of organic admixtures on the fresh and mechanical properties of earth-based plasters

Submitted to *Journal of Building and Engineering*, in June 2020.

Méryl LAGOUIN¹, Aurélie LABOREL-PRÉNERON¹, Camille MAGNIONT¹, Sandrine GEOFFROY¹, Jean-Emmanuel AUBERT¹

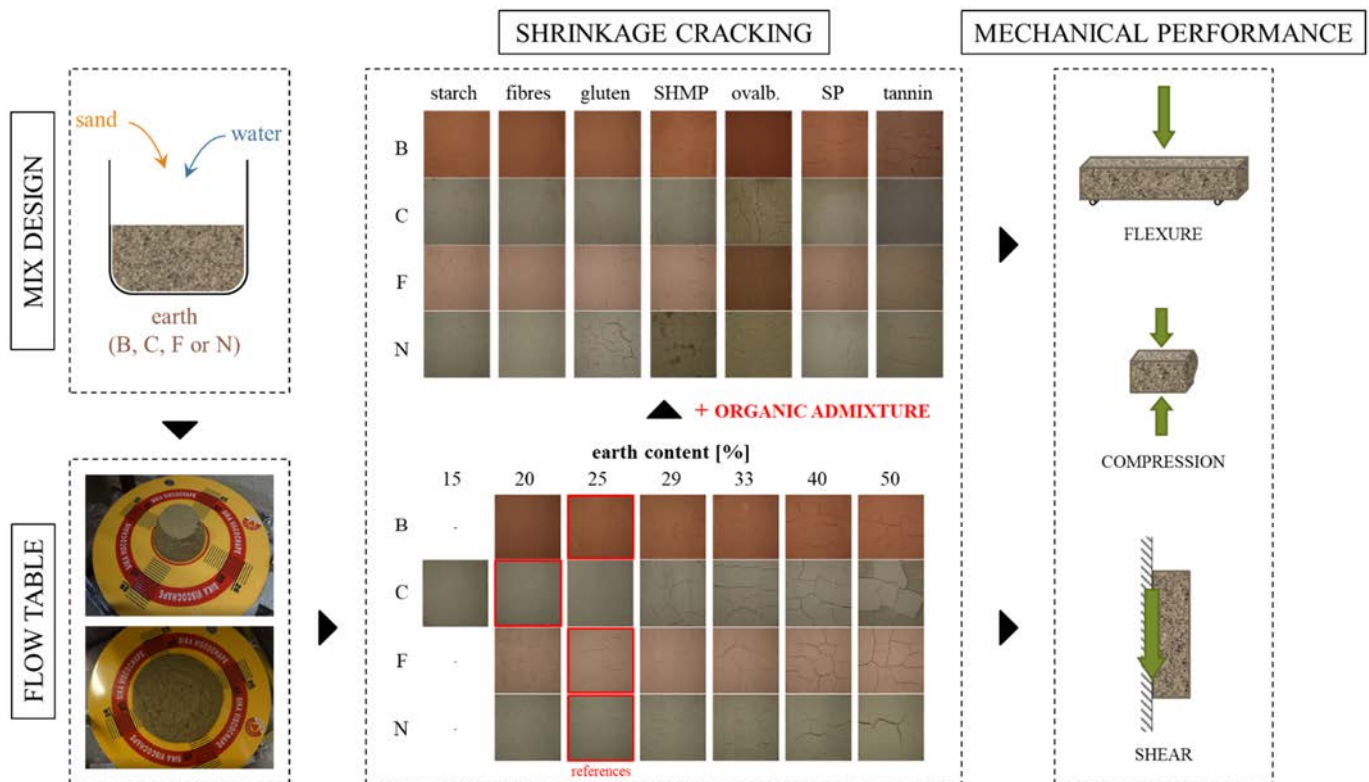
¹ LMDC, Université de Toulouse, INSA, UPS, France

HIGHLIGHTS.

- Tests on four earths with distinct characteristics were conducted;
- Potential of 3 deflocculants, 1 fibre addition and 4 strengtheners were evaluated;
- Consistency, shrinkage, flexural, compressive and adhesive strengths were measured;
- Clay content is a key parameter on fresh properties and mechanical performances;
- Swelling potential and mineralogical compositions impact performances of plasters.

ABSTRACT. As a building material, earth is known to be a natural humidity regulator and to improve comfort inside buildings, making it a good choice for indoor plastering. The clayey phase ensures the sorption capacity of the material and its global cohesion by acting as a binder for the sand grain skeleton. However, clay also induces drying shrinkage of the mortar, leading to cracking of the plaster. Additives or stabilizers are typically used to address issues such as mechanical resistance and drying shrinkage in earthen building materials. To promote the development of eco-building materials, this paper pays particular attention to the potential of organic admixtures (vegetal or animal). The effectiveness of such admixtures could depend largely on the type of soil used and on the amount and nature of the clay minerals involved. Four types of soils were investigated. Based on consistency, shrinkage, visual and numerical detection of cracking, and flexural, compressive and shear tests, the characteristics of mortars in fresh and hardened states were evaluated. The results show that the clay content is a key parameter of both fresh properties and mechanical performances of plasters but is not sufficient by itself, especially when organic admixtures are involved. The potential of seven admixtures was evaluated. Although the deflocculants enabled a water reduction in mixes as well as a mechanical improvement, and the cohesion strengtheners were able to enhance mechanical properties at the hardened state, only flax fibre-based mortars demonstrated sufficient adhesion to their application substrate and, above all, no cracking as they dried.

GRAPHICAL ABSTRACT.



KEYWORDS. earth plaster; organic admixtures; flow table value; shrinkage; flexural and compressive strengths; shear stress.

1. Introduction

In an effort to reduce its environmental footprint, the building industry is looking for eco-friendly materials and construction techniques for the development of sustainable buildings. Earthen materials are in line with this perspective and, as a building material, earth offers many advantages that make it perfectly suited for indoor plastering.

First of all, as the visible envelope of the building, coatings must be able to meet aesthetic constraints. The finished texture and colour of clayey plasters can be defined at will, depending on the raw materials and the application techniques used [1], [2].

From an environmental point of view, as underlined by the Life Cycle Methodology implemented by Melià *et al.* [3], earth plasters outperform conventional industrial mortars. Found almost everywhere and in great quantities, earth can be extracted directly from natural soils or can be a by-product of the transformation of aggregates in quarries (washing fines). The raw materials for earth construction, primarily soil and sand, are endlessly reusable and recyclable (when not stabilized with chemical binders). Earth does not need energy for calcination like conventional binders, it only requires limited energy for grinding and it is often available locally (on or near the project site). Thus costs and energy for production and transportation are reduced [4].

Since clay acts as a passive ozone removal material, it can help to improve indoor air quality and effectively control indoor pollution. Experiments have shown that clay substantially reduces indoor ozone concentrations. The perceived air quality is then more acceptable and concentrations of aldehydes are lower [5], [6].

Furthermore, earthen plasters can contribute to comfort in indoor environments. Due to the high hygroscopicity of the clay minerals, earth-based materials are able to absorb and desorb humidity faster and to a greater extent than any other building material [7]–[9]. This capacity to balance indoor climate allows earth-based plasters to act as moisture buffers [7], [10]–[13]. The moisture buffering capacity is mainly linked to the first few centimetres of materials. The penetration depth of earthen materials has been shown to be lower than 10 mm [12], [14] and there is no apparent additional benefit to moisture buffering beyond this thickness of clay-based material. Hence, even a thin clay plaster plays a part in moisture diffusion, helping to limit the variations of humidity in a room. The use of earthen materials may also passively promote the energy efficiency of buildings, since it may help to decrease the need for mechanical ventilation and air conditioning [15].

Thermal inertia is also one of the main advantages of earth material. Like all heavy materials, earth-based building materials store heat. As a result, they allow the external temperature cycling to be smoothed so that relatively small temperature fluctuations are observed indoors [7], [16].

The characteristics of a soil vary with its origin, the site from which it was dug. Depending on its specificities, it could be composed of different amounts and types of clay, silt and sand. In order to prepare the correct mix for a specific application, the design and implementation method needs to be adapted according to the properties of the raw materials and, when necessary, it must be possible to select and apply the adequate additives efficiently to guarantee the desired behaviour.

Additives or stabilizers are typically used to address issues with earthen building materials and, in general, to improve particular properties of the material for specific applications: mechanical resistance, cracking during drying and abrasion (strengthen cohesion), protection against rainwater or erosion (preserve cohesion). A wide range of admixtures have, in fact, been commonly used in earthen construction. They include: mineral binders (cement, lime, gypsum) [17]–[21], sand or larger aggregates [7], [22]–[24], animal and vegetal stabilizers (alginates, casein, sugars) [25], [26], and natural fibres and aggregates [27]. To promote the development of eco-building materials, particular attention is paid to the potential of organic admixtures (vegetal or animal) in this paper.

Regarding the effect of organic stabilization encountered in the literature, one type of admixture can exhibit opposite results. Sorgho *et al.* [28] and Vissac *et al.* [26] used tannins to provide the waterproofing of earthen materials while Ouedraogo [21] only succeeded in improving water resistance time by a few minutes. Alginic acid-based bricks from Pinel *et al.* [29] also enhanced the water resistance of clayish specimens, which lasted three days in water and showed damage due to cracks only. Specimens admixed with alginic acid, on the other hand, completely disintegrated in 2 to 4 hours of immersion [21]. Although the nature of biopolymers or the amount incorporated could impact the effect of stabilization on earth-based materials, results from

Ouedraogo [21] question the impact of the amount and nature of the clay minerals involved on the effectiveness of the admixtures. Considering two soils, F and N, distinct in terms of clay minerals, divergent effects were observed on similar admixed mix designs. Waxy maize had a beneficial effect on the water resistance of soil N and a detrimental one on the second earth type. Alginic acid was more effective on the F than on the N soil, improving its water resistance twice as much.

The effectiveness of these admixtures could depend largely on the type of soil used and on the amount and nature of the clay minerals involved. Yet, little research has been conducted on the impact of the mineralogical nature of soils and their compatibility with biopolymers. The work reported here investigated the effects of organic admixtures on the fresh and mechanical properties of earth-based plasters. Four types of soils were used and the effects of adding five different organic stabilizers to earth plasters were studied. The effects of these stabilizers on the workability in the fresh state were evaluated. After drying, the shrinkage was assessed in free and restrained conditions. The cracking analysis concerned both visual and numerical detection of the fissures on the surface of the specimens. The flexural, compressive and adhesive strengths of the mixtures were also measured.

2. Materials and methods

2.1. Materials, mortars and specimens

2.1.1. Soils

Four soils were used for this study: two of them came from brickworks and the other two were composed of quarry fines from aggregate washing processes. These soils were chosen because of their distinct natures (grain sizes, mineralogy, etc.).

The two brickwork soils, referred to as “soil B” and “soil N” had a typical rust colour linked to the presence of iron oxides, similar to a laterite and an ochre-coloured, clayey soil of the Garonne river valley, respectively.

The fines, smaller than 0.1 mm, were a by-product of the washing operation of coarser aggregates and were collected from settling ponds. Quarry fines are often considered as clayey materials that are too fine and too wet to be sold. Thus, using quarry washing fines is a way to add value to this type of waste. The sludge by-product was left in sedimentation basins. One of the fines, referred to as “soil C” was collected directly from the sedimentation basins of a local quarry, in the southwest of France. The second type, coming from a calcareous aggregates quarry located in the North of the country, was left to dry before being reduced to powder. This soil is referred to as “soil F”.

The soils used in this study had been characterized in other studies [30], [31]. The main characteristics of the four soils are summarized in **Table 3.1**.

Soils	B	C	F	N
Clay < 2 μm [%]	33	10	28	23
Silt 2-63 μm [%]	40	88	66	37
Sand 63-2000 μm [%]	27	2	6	38
Gravel > 2 mm [%]	0	0	0	2
D90 [μm]	413	44	37	750
D50 [μm]	9	17	7	18
Liquid limit [%]	39.9	42.8	32.9	44.4
Plasticity index [%]	22.4	12.4	11.7	22.7
Main clay minerals	illite, kaolinite	illite, chlorite, vermiculite	kaolinite, illite	illite, chlorite, montmorillonite

Table 3.1. Soil characteristics.

2.1.2. Organic admixtures

Seven admixtures were tested here: five organic stabilizers, one type of fibre addition and a deflocculant largely employed by the ceramic industry. The latter was intended to serve as a benchmark for the organic admixtures.

On the one hand, the use of dispersants and superplasticizers was considered. Deflocculating the micro-sized clay-based structures would enable the interaction force between clay particles to be reduced, improving the earth material's workability and the organization of the particles without adding water.

Sodium hexametaphosphate (SHMP), a conventional admixture in the ceramic industry, was used as a dispersant in this study to make the mortar more fluid. Previous works have shown that the use of this complexing agent reduces the viscosity and thus the quantity of water used for the dispersion, at constant workability. It therefore leads to a decrease of the drying shrinkage [32]–[34].

According to the French national research project PaTerre+ [26], tannins are also able to disperse clay particles under appropriate conditions of pH and ionic strength. They are especially useful to form iron tannate complexes, releasing multivalent iron ions. These metallic ions exhibit a load density so high that they glue clay platelets to one another strongly [28], [35]. Consequently, a tannic acid solution was tested in this study.

A “green” superplasticizer, synthesized from agricultural waste raw materials, was used. This superplasticizer, designed for a cement-based mix, is composed of more than 90% bio-based carbon and has a lower carbon footprint than conventional superplasticizers. Some authors, e.g. Alhaik *et al.* [36] and Perrot *et al.* [33], have also employed superplasticizer intended for cement formulations in earthen materials.

On the other hand, organic molecules such as starch, ovalbumin and gluten were chosen for their ability to strengthen the soil by holding the clay particles together. They are long enough to adhere to several clay platelets at once and connect them. Hence, those molecules are assumed to contribute to the tensile strength improvement.

Starch is a polysaccharide of vegetable origin, maize in our case, which provides a potential solution as a rheology modifying admixture. Starch, in powder, is usually used as a thickening agent because of its capacity to gel when in contact with water. In the fresh state, the earth mortar is thus more flexible during application. During drying, the polysaccharide gel causes clay layers to stick together, strengthening the plaster properties [26], [36], [37].

Proteins, generally amphiphilic, interact strongly with the clay particles, forming a kind of surface film that repels water. Protein adhesive sticks clay particles together and maintains the cohesion of the material even under water. Surface characteristics of proteins, like the egg white protein ovalbumin, are highly dependent on the environmental conditions: pH and ionic strength. Ovalbumin has proved its hydrophobic and strengthening effects on earthen surfaces [21], [25], [26], and this is why it was selected for this study.

The protein of gluten has also been employed to enhance earth-based materials [21], [38], [39]. In particular, Guerrieri (in Mileto *et al.* [38]) found that stabilizing mixtures with gluten led to a significant improvement regarding mechanical strength and superficial erosion resistance.

Finally, several authors have studied the effect of plant fibres to enhance the mechanical properties of plasters [10], [11], [19], [40]–[46]. As advised by Laborel-Préneron *et al.* [27], to reduce shrinkage cracking in plasters, it is preferable to use plant particles in fibre shape. Because of the small thickness applied, the fibres used were short and the particle content was low in order to obtain homogeneous mixtures that were easy to apply to the wall. Flax fibres, scutched before being cut mechanically, were chosen for this study. Their particle size distribution is given in **Figure 3.20**. It was obtained by image analysis [47]. The fibres were between 1 mm and 12 mm long with a median length of 6.1 mm. The aspect ratio (ratio of the major to minor axis of the particle's fitted ellipse) of 95% of the particles was lower than 30.

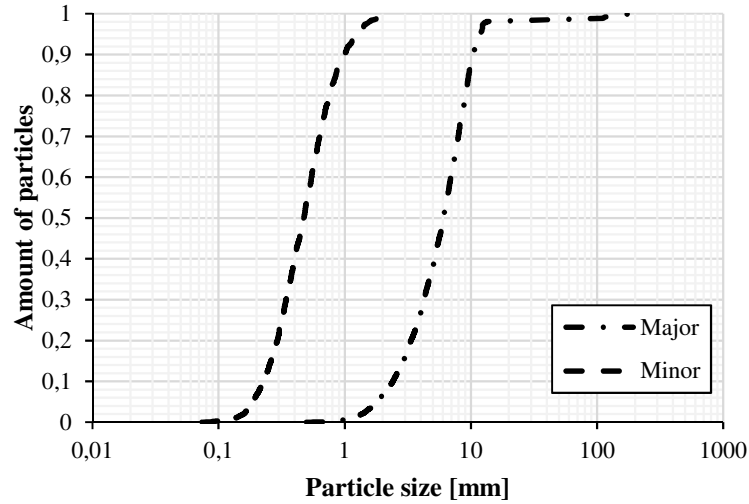


Figure 3.20. Particle size distribution of flax fibres incorporated within mortars, based on their major and minor axis lengths.

2.1.3. Design and manufacturing of specimens

The earth plasters studied were composed of a clayish earth (soil or quarry washing fines), a siliceous river sand (0-2 mm) and tap water. By virtue of its extremely small particle size and high surface-to-volume ratio, clay exhibits glue-like properties in the presence of water [48]. Thus, the clayey phase acts as a binder while sands form the granular skeleton. During drying, the finer fraction shrinks, causing plaster rich in clay minerals to crack. To prevent this phenomenon, earth is admixed with sand.

Earth plasters were prepared from earth to which various proportions of sand and water had been added. Six mortars were formulated for each type of soil, with different mass ratios of clayish earth to sand: 1:1 (earth content of 50%), 1:1.5 (40%), 1:2 (about 33%), 1:2.5 (about 29%), 1:3 (25%), 1:4 (20%). In view of its behaviour, an extra formulation with 15% earth content was mixed for soil C. For each type of soil, the plaster with the lowest earth to sand ratio that exhibited cracks was selected as the reference formulation (**Table 3.2**).

Earth type and ratio [%]	Reference	Starck	Fibres	Gluten	SHMP	Ovalbumin	Super-plasticizer	Tannin
B - 25	23.2	22.2	24.3	24.5	16.7	24.1	22.5	21.5
C - 20	21.5	21.0	25.4	25.9	17.9	28.1	18.8	17.3
F - 20	19.1	18.1	19.0	21.4	14.7	19.4	16.9	19.0
N - 25	23.4	22.1	25.2	31.5	20.5	26.9	22.2	22.8

Table 3.2. Water content (in %) of the reference and admixed formulations.

One of the objectives of this article is to compare the admixtures with each other without trying to optimise their use. To assess the effect of stabilization on the physical and mechanical properties of plasters, admixtures of 1% of the total solid dry mass (i.e. considering both earth and sand) were added to a reference mix design, except for flax fibres. Fibre particle additions

were restricted to 0.5% of the solid dry mass to maintain a satisfactory workability for the implementation of the coating. The effect of stabilizers and additions were assessed with respect to the reference formulation and a deviation value was calculated (in %) as follows:

$$deviation = \frac{value_{admixed\ mortar} - value_{reference\ mix}}{value_{reference\ mix}} * 100$$

In all cases, mortars were prepared by using the mixing procedure:

- mix the solid phase at low speed over a period of 30 seconds;
- if necessary, incorporate the admixture into water;
- add water to the solid phase and adjust the amount to ensure a flow table value of 175 ± 5 mm, while mixing at low speed;
- mix the mortar at higher speed for 1 min;
- stop the mixer was and leave the mixture to rest for at least five minutes;
- complete mixing at high speed for a further 30 seconds.

Specimens applied to the wall panels

A commercial fibrewood rigid panel was used as the substrate. This material was intended for use as facade/wall/roof insulation. It is described as a fire-resistant (class E), thermal and acoustic insulation board ($\lambda = 0.044$ W/(m.K)). The board was 35 mm thick and had a density of 180 kg/m³. The fibrewood panel was soiled and sprayed with water in advance. Once dry, the substrate was lightly and evenly water sprayed again immediately before the application of a plaster coating.

For the preparation of the test specimens, the fresh mortar was directly applied to the prepared substrate with light impulsion. The plaster was easily levelled using a wooden frame and a trowel. The thickness of all plasters was around 1 cm.

The shrinkage test required two 250 x 250 mm² specimens of each formulation to be applied to the commercial fibrewood panels. A wooden frame was used once again to ensure the dimensions of the specimens.

Circular test areas approximately 66 mm in diameter were cut through the mortar layer while it was fresh, for the shear test. After application of the mortar layer on the substrate, a clean cup was pressed, with slight rotation, through the fresh mortar layer until full contact with the substrate was achieved. The outer edges of the cup were then carefully detached and the cup was removed, still slightly rotating. At least five test areas were produced per formulation.

The coated panels were placed in an upright position and stored until they were in equilibrium with the ambient conditions ($18 \pm 2^\circ\text{C}$ and $57 \pm 8\%$ RH).

Prismatic specimens

In accordance with the German standard [49], prismatic specimens were prepared following EN 1015-11 [50]. The mixing procedure in this standard is the same as that used for the preparation of cement-based plasters [51]. Once the mixing procedure had been completed, the

mortar was introduced into each of the mould compartments, directly from the mixing bowl as stated in procedure EN 196-1 [51].

The mould was filled with mortar and compacted in two layers. The surplus mortar was removed to level the surface and the mortar was left to dry in ambient conditions. Once the specimens were dry enough to permit proper demoulding, generally after three to four days, they were completely demoulded, taking care not to damage them. The specimens were kept for at least 21 days. For the last few days, specimens were stored at $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ and $(50 \pm 5)\%$ relative humidity until mass consistency was reached and the test could be performed.

2.2. Testing Procedures

As no European standard exists for the characterisation of clay plasters, the procedures used were adapted from the German standard for the characterisation of ready-mixed clay plasters [49] and inspired by the methodology developed by various authors [42], [45], [52].

2.2.1. *Characteristics of fresh state plasters*

Based on standard EN 1015-3 [53], the consistency of fresh plaster was determined using a flow table. The consistency was characterized by measuring the mean diameter of a test specimen of fresh plaster that had been given 15 vertical impacts by allowing it to fall freely through a given height. A truncated conical mould (60 mm high with internal diameters of 100 mm at the bottom and 70 mm at the top) was used to shape the specimen, which was placed at the centre of a flow table disc.

To ensure similar consistency among the materials, ensuring good workability, the water content was adjusted. The German standard [49] proposes fixing the consistency at 175 ± 5 mm. The water content of fresh plaster was measured by drying at 60°C .

2.2.2. *Mechanical performance of earthen materials*

Shrinkage

As the shrinkage of earth mortars was significant not only along their length, volumetric shrinkage was evaluated. Once stabilized, the dimensions of the specimens were measured using a calliper. For each formulation, the volumetric shrinkage was expressed as the mean percentage volumetric variation between the fresh and hardened state of three $40 \times 40 \times 160$ mm³ prismatic specimens of mortar.

The shrinkage was also evaluated on two plaster specimens, 25×25 cm² and 1 cm thick, per formulation. The presence or absence of cracks in the specimens after drying was detected by both visual and image analyses. The cracking assessment was processed by numerically isolating of the fissures using Matlab and a specific algorithm. Regarding the segmentation of the images into grey levels, the same Particle Swarm Optimisation (PSO) segmentation algorithm as described by Blanc *et al.* [54] was implemented in the Matlab program. An improved form of the segmentation method developed by Kennedy and Eberhart [55] was employed: the Fractional-Order Darwinian Particle Swarm Optimisation (FODPSO) [56]. In addition to the PSO algorithm, a large number of filters and statistical calculations were added to increase the

precision of the cracking detection: background adjustment, morphology, filtering on both circularity factor and minimum area. The various steps of the analysis are summarized in **Figure 3.21**. This work enabled the cumulative developed length of cracks to be characterized quantitatively.

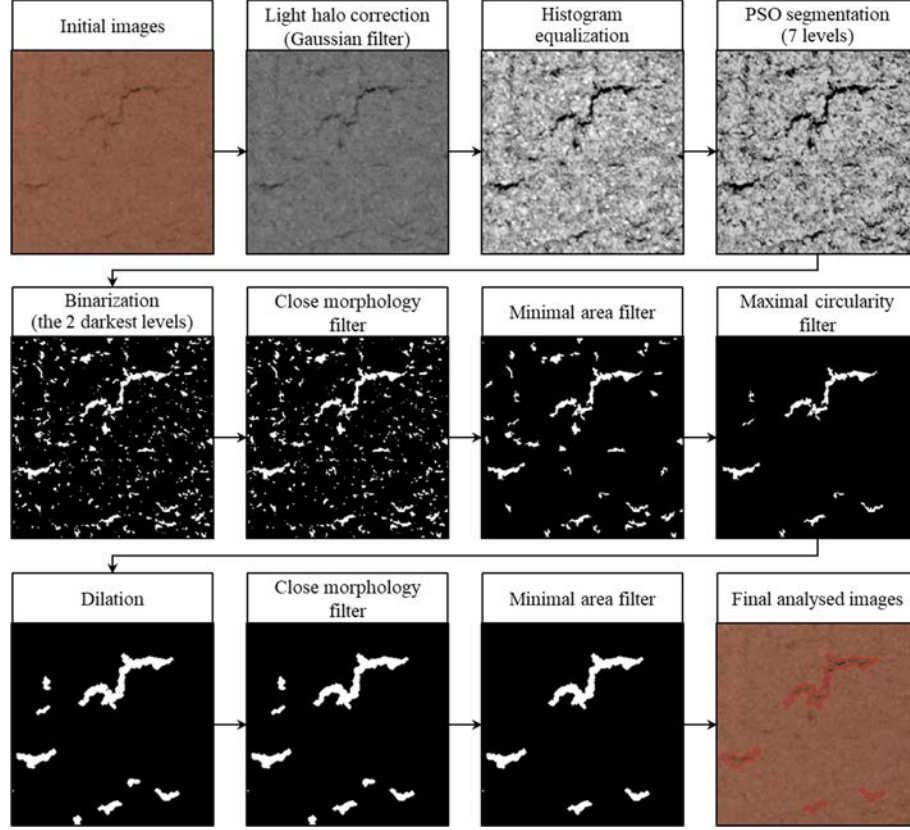


Figure 3.21. Matlab software analysis steps.

The shrinkage test was conducted according to the procedure proposed by Hamard *et al.* [42]: an earth plaster is of acceptable mechanical quality if, after shrinkage, there are no cracks through which water can penetrate into the wall and if the plaster is not detached (even partially) from the substrate.

Flexural and compressive strengths

The tests of flexural and compressive strengths were carried out in accordance with EN 1015-11 [50] on prismatic specimens of earthen mortar, using an MTS bending press equipped with a 10 kN sensor. Three 40 x 40 x 160 mm³ specimens per formulation were provided for the three-point bending test. The two halves of a 40 x 40 x 160 mm³ specimen obtained from the flexural test were used to provide six half specimens for the compressive strength test.

The specimens failed between 30 and 90 s in the two tests. The loading speeds used were 10 N/s when testing the flexural strength and 50 N/s when testing compressive strength.

Adhesive strength

The shear test aims to evaluate the bond of an earth plaster with the wall. The adhesive strength is determined as the maximum tensile stress applied by a direct load perpendicular to

the surface of plastering mortar on a substrate. The tensile load is applied on a circular specimen by means of a bucket suspended on the test area of the mortar surface by a cord. This system ensures a good contact with the upper part of the specimen without any contact with the wall (**Figure 3.22**).

First of all, specimens were loaded by a 2 kg device. If, after 30 seconds, all specimens had resisted the load, the substrate was considered to have been well prepared and the mortar was judged to be of sufficient quality [57].

Once this first test had been validated, specimens were loaded with about 1 kg increments every 15 seconds until failure. The mass at which the specimen broke was recorded. The adhesive strength obtained was the quotient between the failure load [kg] multiplied by the gravitational acceleration ($= 9.81 \text{ m.s}^{-2}$) and the test area [m^2].



Figure 3.22. Shear test assembly.

3. Results

3.1. Characteristics of plasters in the fresh state

In the fresh state, all mortars achieved a consistency of 175 ± 5 mm in the flow table test. The water needed to ensure such a workability is given for the various clay contents and types of soils in **Figure 3.23** and **Figure 3.24**.

For plasters without admixture, the water content needed to achieve the desired workability ranged from 19.1 to 28.8%. On the one hand, for a given type of earth, the water amount increased with the clay content in nearly all cases. The more binder particles there were, the greater was the amount of water required to reach yield stress.

On the other hand, the nature of the earth had a significant impact on the water demand. In **Figure 3.23**, the water content needed is plotted against the clay content of each mixture, i.e. the content of particles smaller than $2\ \mu\text{m}$ in each type of earth. Nevertheless, fine particles, identified as silt in **Table 3.1** could also play a role in the water demand of the soil, especially for soil C, in which this size fraction represents almost 90% of the particles. The same results were then represented in **Figure 3.24** against the fines content of each soil, namely the total percentage of particles smaller than $63\ \mu\text{m}$.

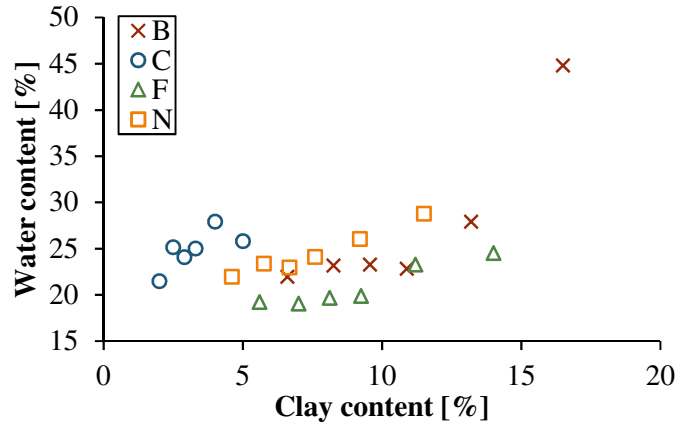


Figure 3.23. Water content of the four soils depending on the clay content.

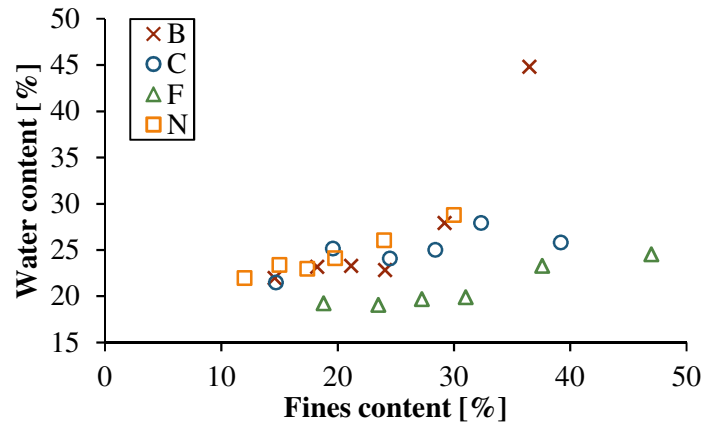


Figure 3.24. Water content of the four soils depending on the fines content.

This method of representation evidences the comparable behaviour of soils B, N and C and confirms the effect of the silt fraction on the water demand. The significantly lower values obtained with soil F could be linked to its specific mineralogical composition (high amounts of non-clayey fractions such as calcite and quartz). These results support the idea that analysing the properties of earthen materials by equating clayey fraction to size fraction below $2\ \mu\text{m}$ is not sufficient. The mineralogical composition of the soil appears to be a key parameter and will be explored in further work.

All the water contents needed to achieve the desired workability were of the same order of magnitude as results from Delinière *et al.* [52], Fabbri *et al.* [58], Faria *et al.* [44], Hamard *et al.* [42], Randazzo *et al.* [59] and Santos *et al.* [2], [60].

Figure 3.25 brings out the effect of stabilization on mixing water requirement, in comparison with the reference formulations (addition of 1% wt. of admixtures or 0.5% of fibre particles (flax fibres)).

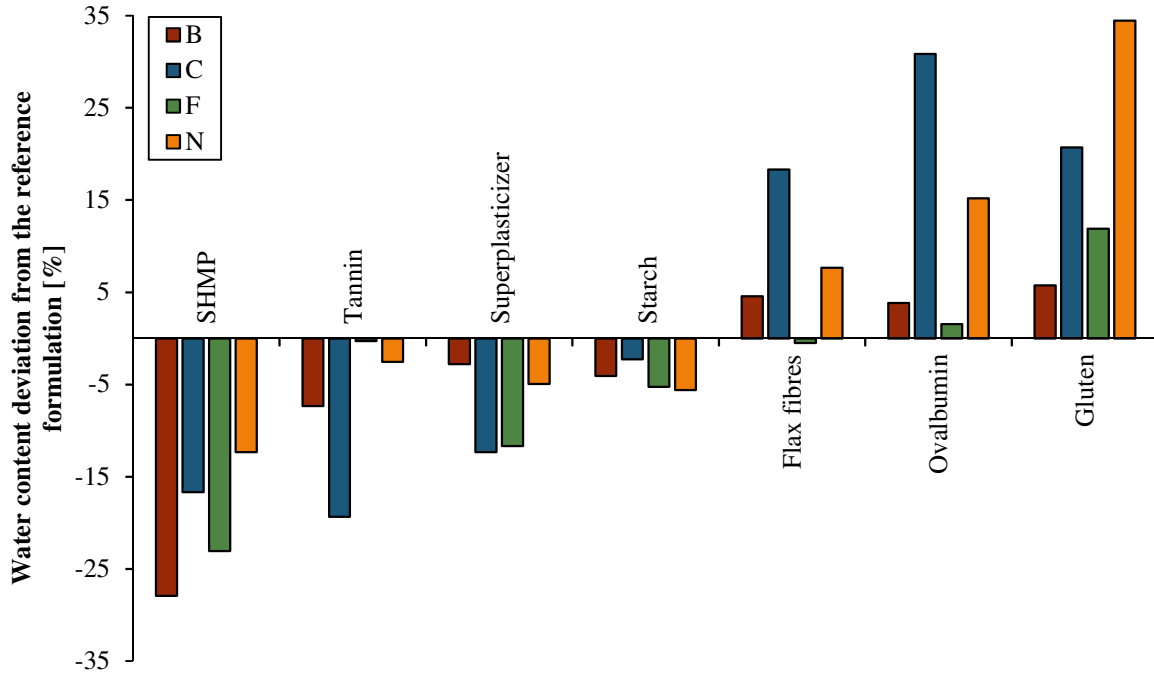


Figure 3.25. Effect of admixtures on the water content required in mortar to ensure a similar consistency in the fresh state.

The kneading water for admixed mortars is found to be between 15 and 31%. The capacity of SHMP, tannin, superplasticizer and starch to reduce the water to binder ratio is clearly highlighted for the same quantity and nature of clay minerals and for similar consistency of plasters. They all act as dispersants, reducing the quantity of water needed to activate clay binding properties. SHMP is a well-known dispersant used mostly in the ceramic industry. Its ability to modify the rheology of the binding phase, making clay-based mortars more flowable regardless the type of clay minerals involved, is highlighted here. This property was already underlined and exploited in the works of Moevus *et al.* [34] and Perrot *et al.* [32], [33].

The addition of tannin also enables a reduction of water to binder ratio. According to Roux [35] and Vissac *et al.* [26], tannin is able to disperse clay particles and increase plasticity but only under adequate pH and ionic strength conditions. Tannin reacts with cation to form tannin-cation complexes. The transformation of the environment linked to the appearance of negative charges can lead to the dispersion of clay particles. This difference of conditions between the four earths might explain the difference of water content required when tannin is incorporated. Hence, earths B and C seem to be more suitable than F and N.

The capacity of superplasticizer to reduce the water-to-binder ratio in clay-based materials is clearly highlighted. This was also observed by Alhaik *et al.* [36] and Perrot *et al.* [33]. The superplasticizer appears to have a more pronounced effect on soils containing smaller particles. This could be explained by the fact that repulsive potential caused by the superplasticizer

depends on the diameter of the grains: the smaller the grains, the stronger the electrostatic repulsion.

The addition of starch has a thinning effect which, although moderate, is verified regardless of the nature of the soil. These results differ from the findings from Alhaik *et al.* [36], who observed a large increase of water-to-binder ratio on reinforced plaster mixtures admixed with starch compared to non-admixed mortars, for the same consistency. This might be due to the quantity of starch incorporated. In the latter work, the starch/binder ratio was set at 1%, which is about 4-5 times higher than the quantity involved here. In the work of Ouedraogo [21], when the wheat starch/binder ratio was reduced from 4% to 1%, the effect on water requirement was seen to be slight.

Regarding the impact of flax fibre, ovalbumin and gluten additions, the mixing water need can be seen to increase compared to the reference formulations. Several studies have also shown that plant aggregates and fibres are hydrophilic materials that absorb manufacturing water [27]. Their highly porous structure and water sensitivity lead to a greater water requirement to ensure similar workability. Flax fibres, like most ligno-cellulosic materials, have a great capacity to absorb water [61], [62].

Ovalbumin and gluten additions also increase the water required to achieve the targeted consistency. The behaviour of ovalbumin depends strongly on the pH and ionic force conditions: it can either flocculate or disperse clay minerals. The clay-based environments studied seemed to favour flocculation of clay particles by ovalbumin protein. The effect was more pronounced for earths C and N than for B and F. Results regarding ovalbumin and gluten admixtures are consistent with water content measurement in Ouedraogo study [21].

3.2. Mechanical performance of earthen plasters

3.2.1. Shrinkage

The clay fraction ensures the cohesion of the material thanks to its colloidal properties. During drying, the water required to achieve workability evaporates. Internal stresses are thus generated causing the earth-based mortar to shrink.

This shrinkage is expressed as a volumetric variation between the fresh and the hardened states. The results of non-admixed plasters are brought together in **Figure 3.26**.

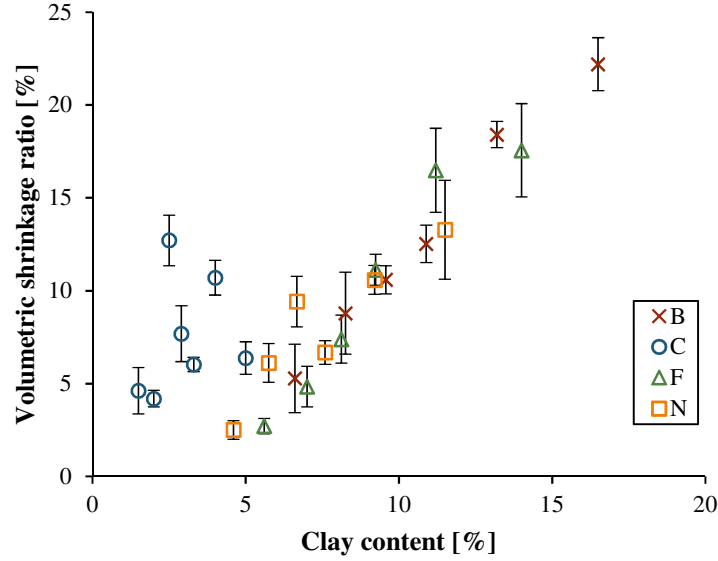


Figure 3.26. Volumetric shrinkage of mortars depending on clay contents and types of soil.

The amount of clay significantly impacts the shrinkage of $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ specimens. The volumetric shrinkage ratio rises with clay content. In fact, higher clay content in mortars results in an increase of binder quantity, leading to a greater volumetric variation of the specimens. This observation is in accordance with findings by Delinière *et al.* [52], Gomes *et al.* [19] and Hamard *et al.* [42].

Shrinkage of prismatic specimens of soils B, F and N follow the same trend. Thus, no noteworthy link is detected between the type of clay minerals and the level of shrinkage. Plaster designed with earth N, mainly composed of montmorillonite clay, does not appear more likely to suffer shrinkage than the others. This observation is in accordance with Delinière *et al.* [52] but inconsistent with findings from Lima *et al.* [63]: montmorillonite mortar showed the highest shrinkage, about nine times higher than kaolinite mortar and almost four times higher than illite mortar. Nevertheless, soil C exhibits a distinct behaviour. In spite of their reduced amount of particles smaller than $2 \mu\text{m}$ (below 5%), the mortars made of soil C suffered a large volumetric shrinkage. This could be linked to the contribution of particles with sizes between 2 and $63 \mu\text{m}$.

The effect of admixtures and additions on the volumetric shrinkage compared to the reference formulation for each type of soil is presented in **Figure 3.27**, while **Figure 3.28** summarizes the link between water requirement and volumetric contraction for the admixed mixes.

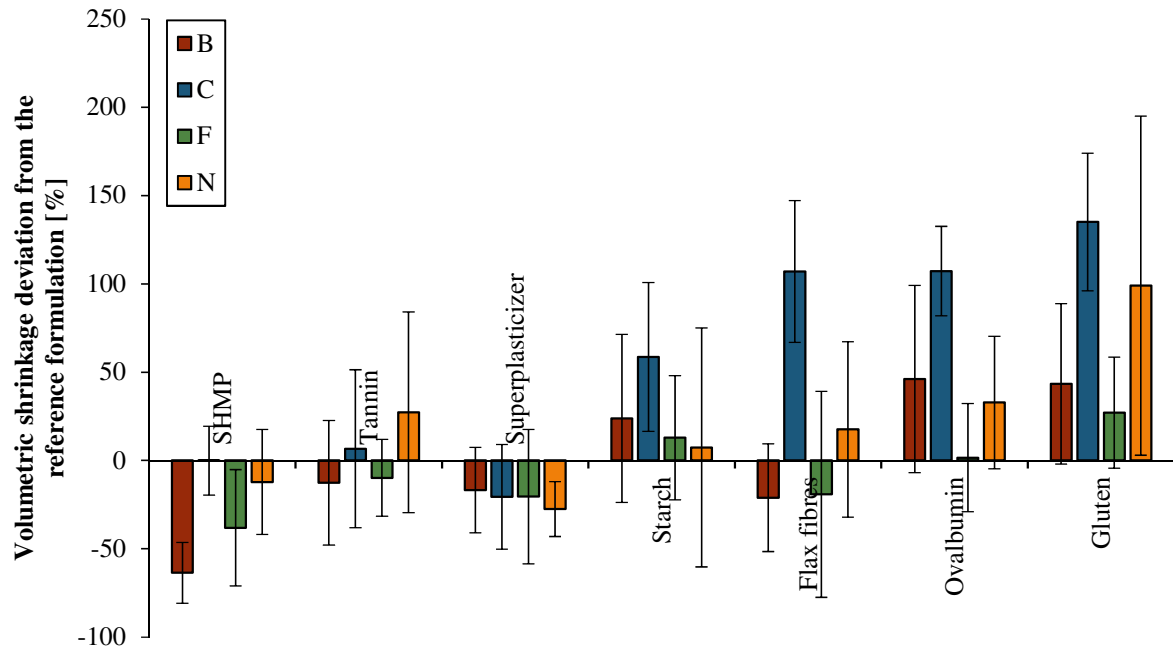


Figure 3.27. Volumetric shrinkage ratio deviation from the reference formulations.

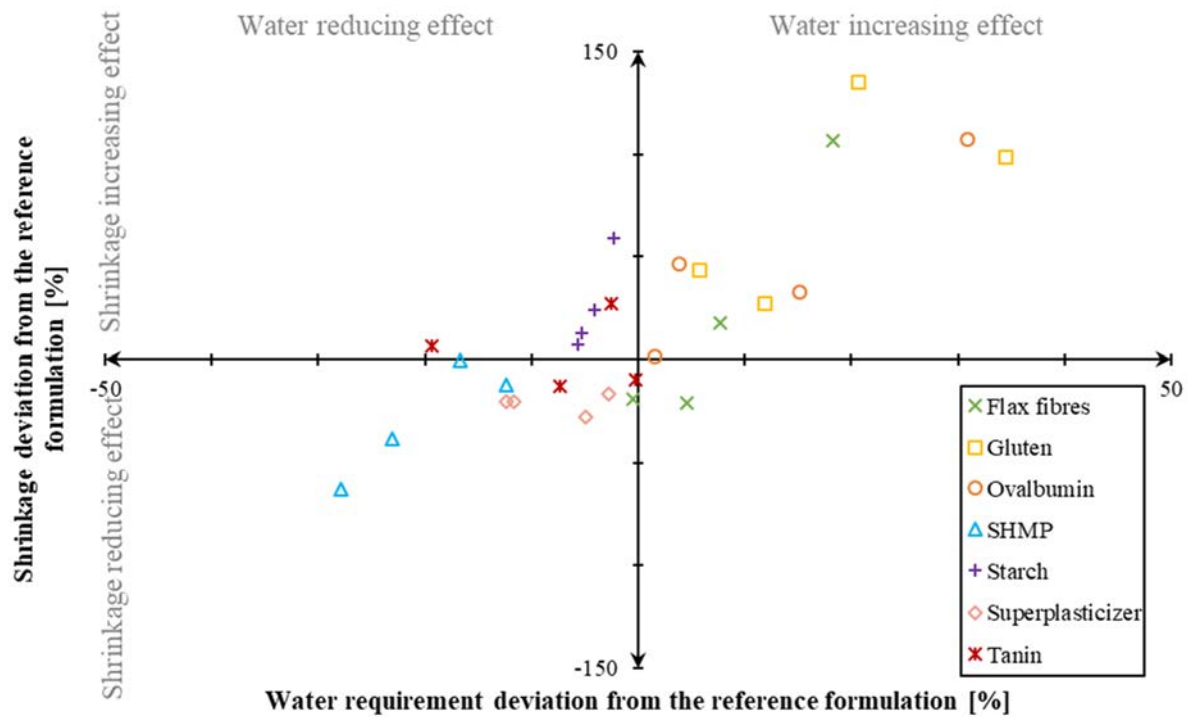


Figure 3.28. Link between water requirement and volumetric contraction of admixed mixes.

Figure 3.28 highlights prevailing trends. Thus, it can be seen that both SHMP and superplasticizer reduce the kneading water need, ultimately leading to a slight tendency towards shrinkage reduction for all earth specimens.

Gluten and ovalbumin additions show the opposite effect: these biopolymers increase the need for water, accentuating the volumetric contraction, regardless of the nature of the earth.

The effect of starch, given the margin of error, is not obvious. The slight increase in volumetric contraction might come from the fact that the organic admixtures enhance the cohesiveness of clay minerals, by increasing the adhesion forces involved. The activity of clay minerals could be connected to this property of admixtures: the greater the activity of the clays, the more effective the adjuvants would be in strengthening the bonds and thus the greater the shrinkage.

Tannin and fibre addition effects cannot be interpreted solely on the basis of water requirement; they depend on the type of clay involved. The shrinkage is reduced for C and N formulations while it is worsened for B and F soils. As far as tannin is concerned, this might be due to the fact that C and N environments are more suitable, in terms of pH and ionic forces, for the formation of iron tannates. These metal ions have such a high charge density that they stick the clay platelets together strongly. Regarding fibre additions, several studies observed an improved behaviour of plasters regarding shrinkage when plant aggregates and fibres were incorporated [27], [42], [43], [64]. However, with soils B and F, the opposite situation occurred. The positive effect of fibres on shrinkage might be counterbalanced by the greater amount of water needed to ensure a good workability of the plaster.

The volumetric shrinkage ratios of this study ranged from 2.5 to 22.2%. This significant discrepancy can be explained, first of all, by the parameter considered. The shrinkage ratio employed here is volumetric whereas other authors referred to linear variations. As underlined by Gomes *et al.* [19], results are quite variable between volumetric and linear shrinkage. Volumetric shrinkage seems to be a more sensitive parameter than the linear one according to Gomes *et al.* [19], values being much higher (globally, more than doubled).

The volumetric shrinkage values correspond to linear variation ratios varying between 0.1 and 8.1%. These values are in accordance with those given by Minke [7], who stated that the linear shrinkage ratio is usually between 3 and 12% with mixtures used for mortar and mud brick. The results obtained are, however, considerably higher than the ones available in other studies. Most experimental measurements report shrinkage values lower than 1.5% for prismatic specimens [2], [22], [43], [44]. Delinière *et al.* [52] obtained linear shrinkage ratios between 1.5 and 2.5% while specimens made by Ashour and Wu [64] reached up to 4.6% of dimensional variation (cohesive soil only).

This deviation from literature findings can be justified by the absence of stabilizers or additions within the mortars, by the higher water content required to achieve the desired consistency, and the curing under ambient conditions. Moreover, as mentioned by Delinière *et al.* [52] shrinkage is a complex phenomenon involving several parameters, such as the content and nature of clay minerals, the cationic content of water, and the drying procedure used (which may cause various suction conditions within the material). The study by Ashour and Wu [64] highlighted the impact of temperature on shrinkage: an increase in the curing temperature from 30 to 70°C led to a significant increase in the shrinkage ratio.

However, this test on prismatic specimens can only be used as an indicator. The plastic shrinkage evaluated by the two tests is distinct in nature. On prismatic specimens, the shrinkage is free with unrestricted deformation. The behaviour of plasters applied to walls is quite different.

Walls restrict contraction of the mortars to their immediate vicinity, possibly leading to cracks: restrained shrinkage occurs. The different drying kinetics between the two sides of the plaster is also responsible for a change in drying conditions [52]. Consequently, it is necessary to carry out shrinkage tests in realistic conditions. The shrinkage profiles observed on non-stabilized plaster specimens laid on fibrewood panels are gathered in **Figure 3.29**.

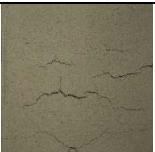
Earth content [%]	15	20	25	29	33	40	50
B	-						
cracked	-	No	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
bowed out	-	No	No	No	No	Yes	Yes
fallen	-	No	No	No	No	No	No
C							
cracked	No	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
bowed out	No	No	No	No	Yes	Yes	Yes
fallen	No	No	No	No	No	No	Yes
F	-						
cracked	-	No	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
bowed out	-	No	No	No	Yes	Yes	Yes
fallen	-	No	No	No	No	No	Yes
N	-						
cracked	-	No	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
bowed out	-	No	No	No	Yes	Yes	Yes
fallen	-	No	No	No	No	No	Yes

Figure 3.29. Shrinkage test results for different earth to sand ratios.

The behaviours of plasters applied on walls are consistent with the results of shrinkage measurements made on prismatic specimens. The increase of earth content induces cracks or bowing on the plasters. These observations have already been made on plaster surfaces [42], [45], [65]. With a smaller amount of earth, the specimens remained flawless: those formulations (20% B, 15% C, 20% F and 20%N) appear to be the best regarding shrinkage. Hence, for each type of soil, the plaster with the lowest earth to sand ratio that exhibited cracks was selected as the reference mortar to compare the effect of admixtures.

Regarding the admixed formulations, none of the plaster specimens bowed out or fell off the substrate. Almost all coatings cracked. The cracking results make it clear that the reduction in free shrinkage thanks to admixtures was not sufficiently marked to enhance the shrinkage of plasters significantly. Only the four flax-fibre-admixed mortars exhibited flawless surfaces. This underlines the reinforcement properties of vegetal fibres epitomized by previous studies [27], [42], [43], [64].

The Matlab algorithm can quantitatively assess the impact of admixtures on cracking. Although cracks are still visible on the surface of most specimens, some positive effects are encountered (**Figure 3.30** and **Figure 3.31**).

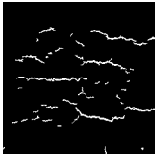
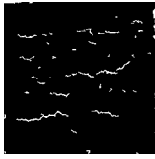
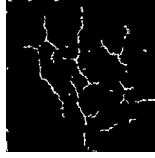
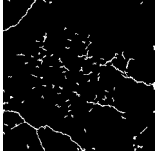
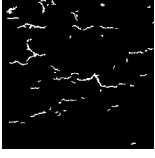
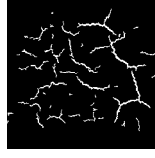
	Reference	SHMP	Tanin	Super-plasticizer	Starch	Flax fibres	Ovalbumin	Gluten
B								
C								
F								
N								

Figure 3.30. Shrinkage test binarised images of the admixed mortars.

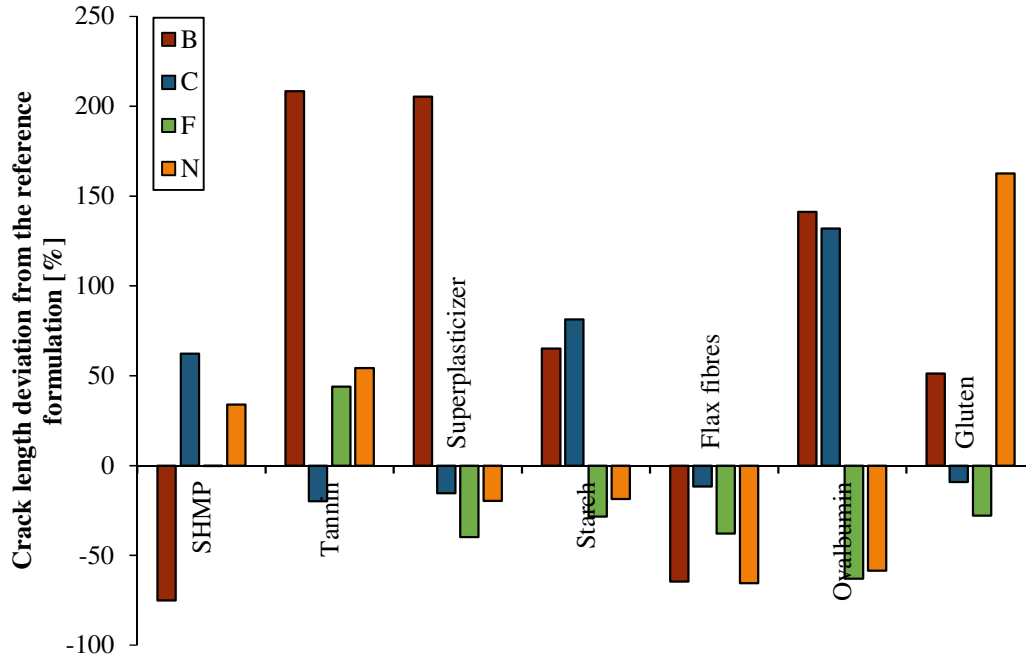


Figure 3.31. Comparative effect of admixtures on the cumulative length of shrinkage cracks.

Despite a significant reduction of free shrinkage, the effect of SHMP and of the superplasticizer is limited regarding shrinkage cracking in restrained conditions and depends on the nature of the clay minerals involved. The other biopolymers exhibit mixed results depending on the type of earth used. It seems that cracks are likely to be reduced for soils F and N, while their number and cumulative length increase for the other two soils. It is also worth noting that restrained shrinkage is a complex phenomenon: it involves not only the nature and amount of clay together with the cationic content of the water and the drying procedure used but also the drying kinetics of both the plaster and the substrate [52]. Consequently, the mortars might detach themselves slightly from the substrate when drying, allowing freer shrinkage and reducing flaws on the specimen surface. The protocol employed must be developed further to identify the different contributions to restrained shrinkage and to prevent the specimen detaching from the wall.

3.2.2. Flexural and compressive strengths

Figure 3.32 gives the evolution of both flexural and compressive strengths with the increase in clay content.

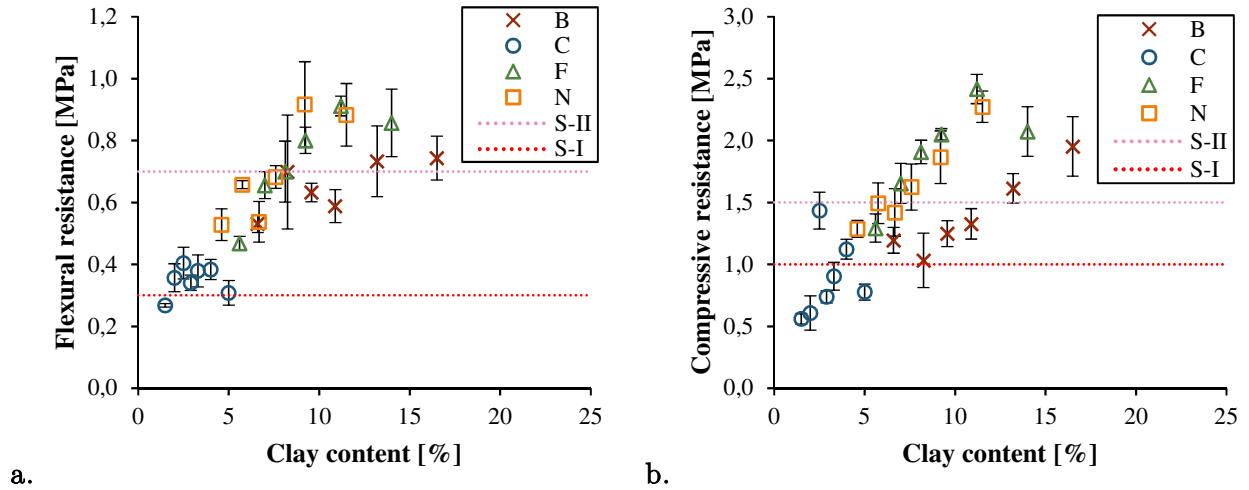


Figure 3.32. (a.) Flexural and (b.) compressive resistances of prismatic specimens of mortars depending on their clay contents.

The flexural strength ranges from 0.27 to 0.92 MPa. According to the German standard [49], except for the 15% C earth formulation, all specimens reach the S-I resistance class (≥ 0.3 MPa). 46% of them also meet requirements imposed for the S-II class from the flexural point of view (≥ 0.7 MPa).

The compressive strength values are between 0.56 and 2.42 MPa. Once again, only C-based formulations are lower than the S-I minimum value imposed by DIN 18947 (≥ 1.0 MPa): this is the case of 15%, 20%, 29% and 33% earth content mixes. Eleven of the 25 plasters designed fall into the S-II category.

Figure 3.32 demonstrates that clay content strengthens the mixes from both a flexural and a compressive point of view, as also established by Delinière *et al.* [52], Emiroğlu *et al.* [65], Hamard *et al.* [42] and Lima *et al.* [22]. Results from soils C, F and N are in line on both graphs. The nature of the main clay minerals contained in these three soils does not seem to influence the strength of the clay plasters, results being very close at similar clay content. Similar findings have been obtained by Delinière *et al.* [52]. However, earth B's behaviour is quite offset. This might come from its mineralogical nature, the activity of illite and kaolinite being rather low compared to that of other clay minerals [66]. Colloidal properties of the material are thus impacted. The clay content in B-based plaster must be higher than in other plasters to achieve comparable resistances.

The impact of admixtures on mechanical strengths is assessed in **Figure 3.33**.

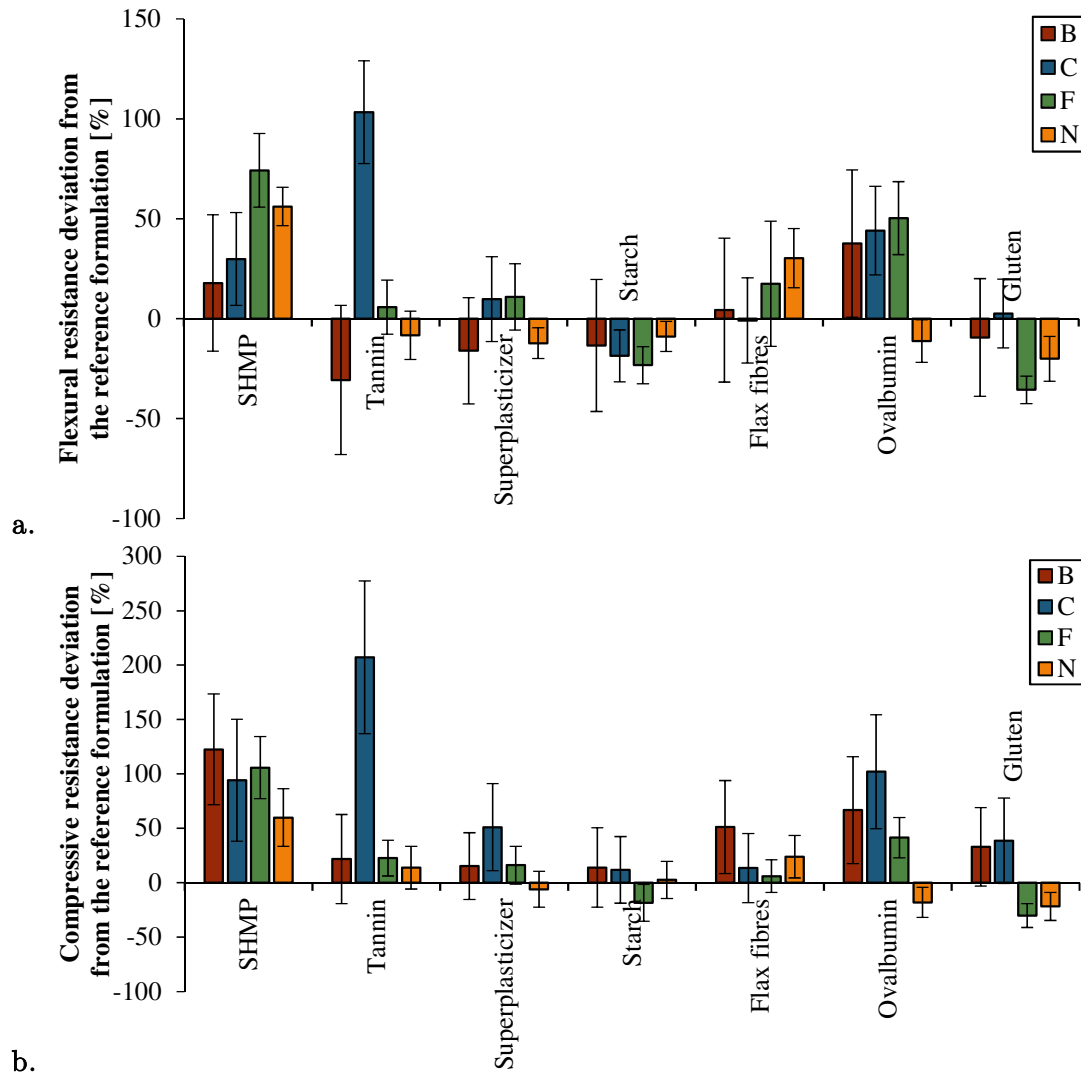


Figure 3.33. Deviation of (a.) flexural and (b.) compression resistances of admixed plasters from reference formulations' resistances.

The flexural and compressive strengths of hardened plaster specimens follow the same trend, given the large uncertainty of the results. Adding SHMP and, to a lesser extent, superplasticizer and tannin, enhances the mechanical performances of mortars. Thanks to their deflocculant properties, they densify the granular organization and reduce the kneading water requirement to ensure sufficient workability. Moevus *et al.* [34] also found a significant increase of the strength in the SHMP-admixed mortars resulting from an increase of the cohesivity of binding bridges, i.e. their cohesive force and their packing density.

Alhaik *et al.* [36] reported that adding starches to earthen mixes increased flexural and compressive strengths. It is not the case here. The compressive performances are similar to the reference, within the margin of error for the experiments. The flexural strengths, in contrast, have worsened.

The addition of flax fibres is more likely to enhance both the flexural and compressive strengths of mixtures, impact on flexural resistance being more limited. Millogo *et al.* [67] also witnessed the strength increase of fibre reinforced specimens. They explained that the incorporation of kenaf fibres reduced the propagation of cracks in the blocks, because of the good

adherence of fibres to the clay matrix (shown on SEM micrographs), and therefore improved their mechanical properties. Other studies [27] did not report any influence for plant fibre additions.

Results on ovalbumin admixtures are consistent with those of Ouedraogo [21]: mechanical strength improved except for the N soil. The swelling behaviour of this type of earth is not compatible with the protein molecules, annulling and even counteracting their strengthening effects. On the contrary, performance improvement is detectable for the plasters made of earths B, C and F.

Gluten incorporation shows mixed results. The effect of this biopolymer seems to be dependent on the type of clay minerals involved. It has a clearly negative impact on soils F and N. The swelling behaviour of montmorillonite could also explain this finding for soil N. On the other hand, gluten addition is not critical as far as soils B and C are concerned. It even has a slight positive effect on compressive strength for both those soils thanks to the ability of gluten to strengthen the soil by holding the clay particles together. Gluten adheres to several clay platelets at once and connects them.

3.2.3. Shear stress

The bond of earthen plasters with their application substrate is of some importance. This bond depends strongly on the type of support that is coated. The tests performed here were for comparison between the different plaster formulations. Regarding adhesion strength of plasters without stabilization or addition, the results are presented in **Figure 3.34**.

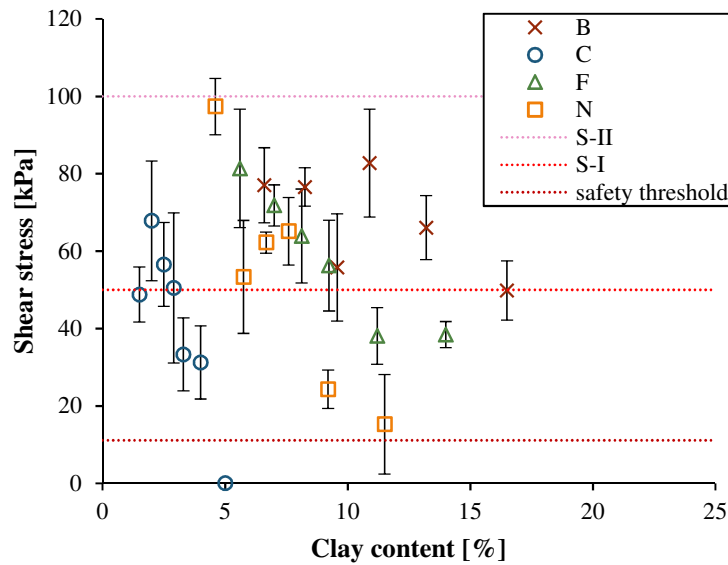


Figure 3.34. Shear stress of unstabilized plasters.

The shear stress values of mortars without admixture ranges from 0 to 97 kPa. It appears that most plasters achieve the minimum values of adhesive strength defined in the class S-I of the German standard [49] (≥ 50 kPa). However, none of them comply with the minimum value of the S-II class resistance (≥ 100 kPa). This is also the case for most plasters found in the

literature [22], [43], [52] even though some mix designs are able to surpass the S-II minimum value [43], [44], [52]. In the work of Hamard *et al.* [42] and of Stazi *et al.* [45] the plasters were unable to reach the 50 kPa limit.

Another criterion can be chosen to validate the use of a plaster: as suggested by the FFB [57] and applied by Hamard *et al.* [42] and Stazi *et al.* [45], a plaster is of adequate adhesive strength if it is able to bear its own weight with a safety coefficient of 10. Considering a thickness of 60 mm, which could be the maximum thickness for in situ applications, and a density of 1887 kg/m³ (average value of the specimens studied), a threshold adhesive strength of 11 kPa ($10 \times 60 \cdot 10^{-3} \text{ kg} \times 1887 \text{ kg/m}^3 \times 9.81 \text{ m/s}^2 \approx 11 \text{ kPa}$) is assumed. In that case, all plasters except for 50%C and 50%N (not all specimens fulfilled the criteria) are validated.

No dependence of adhesive strength on clay content can be drawn from the results in **Figure 3.34**, regardless of the nature of the clay minerals.

Furthermore, the results can be seen to be highly dispersed. According to Hamard *et al.* [42], this is attributable to the heterogeneities of the substrate. In their study, Delinière *et al.* [52] highlighted the effect of surface preparation on the scattering of adhesive strength values. Discrepancies of results were also reported by Stazi *et al.* [45]. These elements are in accordance with the observations of the rupture profiles in our study: some specimens of a given mix tore off a part of the substrate when falling, while others did not.

Regarding each earth type individually, the relationship between the shear strength and the clay content of the plaster show similar patterns. Globally, as the clay content increases, the values of shear strength decrease. Hamard *et al.* [42] and Stazi *et al.* [45] point out the existence of an optimum clay content corresponding to the maximum shear strength for plasters. These optima are reported to be between 6 and 9% by Hamard *et al.* [42] depending on the earth used, and about 16% by Stazi *et al.* [45]. In our study, the existence of a maxima can only be considered for the quarry-fines-C-based plaster.

The effects of admixtures evaluated in comparison with an admixed formulation with the same earth to sand ratio are presented in **Figure 3.35**.

As far as the admixed formulations are concerned, the adhesive strength measured is between 28 and 138 kPa. 80% of these plasters achieve S-I class resistance (except soil B admixed with tannin, soil N with ovalbumin, soil C with SHMP and soils C, F and N with gluten) and three of them are in the S-II class (soil F admixed with the green superplasticizer and soils F and N with SHMP). However, all admixed formulations satisfy the criteria of the FFB [57].

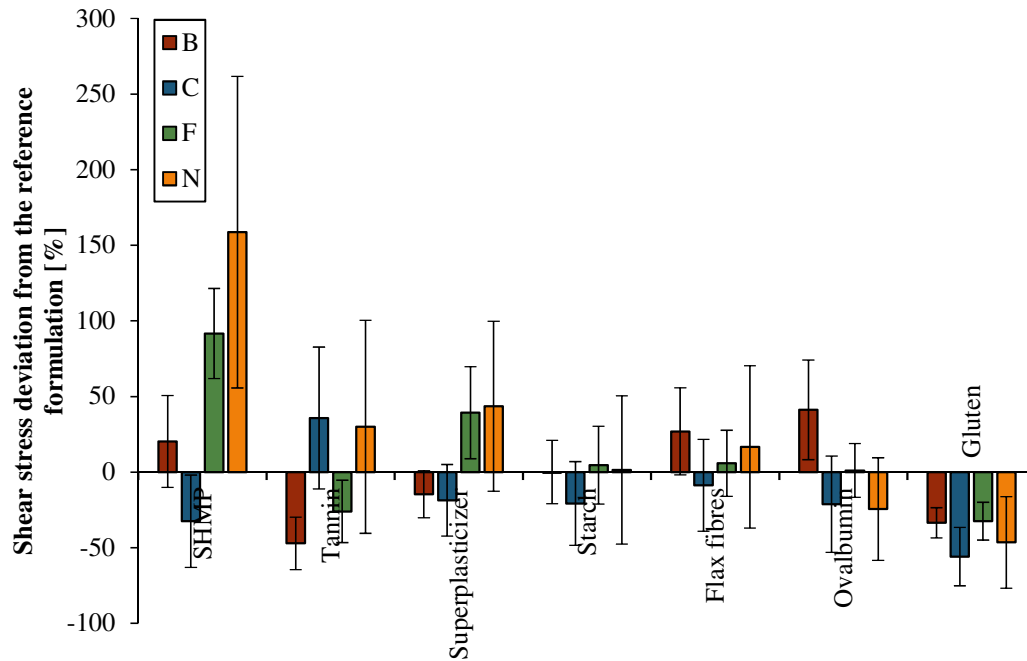


Figure 3.35. Effect of admixtures on shear stress.

The shear stress results, like those of the previous tests, do not reflect a clear trend regarding the effect of each admixture, independently of the clay minerals involved. Likewise, no soil exhibits improved performance regardless of the admixture. As for the shrinkage cracking results, the shear stress values depend strongly on the drying kinetics. On the one hand, if temperature and humidity conditions promote quick drying, coatings can detach slightly from the substrate, allowing a freer shrinkage and reducing the cracking but degrading the adhesion. On the other hand, when slower drying conditions are applied, plasters adhere strongly to the wall, which restrains shrinkage and allows greater cracking to occur.

Soil N responded rather positively to all deflocculants. Their water-reducing effect was more beneficial for this earth as swelling clays were involved. The smaller the amount of water required, the smaller the volumetric contraction of the specimens when drying and the better the adhesion to the substrate.

The shear strengths of the plasters with starch and flax fibre additions are of the same order of magnitude, given the large uncertainty of results, as those of their counterparts without admixtures. Similar findings have been reported for fibre reinforcement by Hamard *et al.* [42].

Ovalbumin exhibits quite negative impacts on adhesion except for soil B. The enhancement of mechanical properties of this soil counterbalance the negative effect of ovalbumin on shrinkage.

The results of the gluten-based specimens are consistent with the volumetric contraction findings. Gluten admixture accentuates the drying shrinkage effect, encouraging the coating to free itself from the wall constraint, i.e. to detach slightly from the substrate. The adhesion of the plaster to the wall is therefore degraded.

4. Conclusion

Tests on four earths with distinct geotechnical and mineralogical characteristics were conducted in the fresh and hardened states. Results show that the clay content is a key parameter for both the fresh properties and the mechanical performances of plasters. When the amount of clay involved in a plaster increased, regardless of its nature, the kneading water requirement increased to activate clay binding properties and to achieve the targeted consistence. The drying shrinkage is hence greater when the plaster is applied to a substrate, and leads to cracks or poorer wall-plaster adhesion. The mechanical performances are also impacted: the higher the clay content, the higher the resistance.

The quantity of clay is not sufficient to systematically explain the fresh state and mechanical behaviour of plasters by itself. The nature of the clayey phase can also be noted. The swelling potential and mineralogical compositions impact the performances of plasters, especially when organic admixtures are involved. The type of clay mineral must also play a role in defining compatibility with the wall, but no clear trend emerged from our results.

The potential of seven admixtures was evaluated: three deflocculants, one fibre addition and four cohesion strengtheners. Even though the deflocculants enabled a water reduction in mixes and also a mechanical improvement resulting from a more compact granular arrangement, the plasters still presented flaws regarding drying shrinkage: cracks were reduced thanks to SHMP and superplasticizer biopolymers but were not totally removed.

The cohesion strengtheners increased the amount of water needed to achieve the right consistency in the fresh state and no positive effect was recorded concerning drying shrinkage. However, when used with active clay minerals, regarding their affinity with water molecules, and in an adequate environment in terms of ionic strength and pH, they were able to enhance mechanical properties in the hardened state.

For use as plasters, only formulations with flax fibre additions are validated in accordance with Hamard *et al.* [42]. They demonstrated sufficient adhesion to their application substrate and, above all, no cracks appeared as they dried.

Once again, it is worth recalling that this work aimed to compare the effect of admixtures with each other and not to optimise their use. The prospects, in terms of optimisation, are hence very important.

Considering an application as interior coatings, it seems necessary to assess the hygrothermal properties of such materials. It can thus be noted that the high hygroscopicity of earthen components is conferred by the finer fraction of soils [11], [12], [15], [22]. Presumably, plasters with a high clay content are to be preferred. However, this ability to absorb and give off moisture decreases with the addition of plant particles [68]. The potential of other organic admixtures is hence worth exploring. Bio-based surfactants could limit the shrinkage cracks by reducing the surface tension of plasters. These elements will be further investigated in order to develop an eco-friendly, efficient plaster satisfying comfort and health requirements.

5. References

- [1] M. Hall, R. Lindsay, and M. Krayenhoff, *Modern earth buildings - Materials, engineering, constructions and applications*, Woodhead Publishing, 2012.
- [2] T. Santos, P. Faria, and V. Silva, ‘Can an earth plaster be efficient when applied on different masonries?’, *Journal of Building Engineering*, vol. 23, pp. 314–323, May 2019, doi: 10.1016/j.job.2019.02.011.
- [3] P. Melià, G. Ruggieri, S. Sabbadini, and G. Dotelli, ‘Environmental impacts of natural and conventional building materials: a case study on earth plasters’, *Journal of Cleaner Production*, vol. 80, pp. 179–186, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.jclepro.2014.05.073.
- [4] M. Calkins, ‘Materials for sustainable sites: a complete guide to the evaluation, selection, and use of sustainable construction materials’, *Choice Reviews Online*, vol. 46, no. 07, pp. 46-3868-46-3868, Mar. 2009, doi: 10.5860/CHOICE.46-3868.
- [5] E. K. Darling, C. J. Cros, P. Wargocki, J. Kolarik, G. C. Morrison, and R. L. Corsi, ‘Impacts of a clay plaster on indoor air quality assessed using chemical and sensory measurements’, *Building and Environment*, vol. 57, pp. 370–376, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.buildenv.2012.06.004.
- [6] S. P. Lamble, R. L. Corsi, and G. C. Morrison, ‘Ozone deposition velocities, reaction probabilities and product yields for green building materials’, *Atmospheric Environment*, vol. 45, no. 38, pp. 6965–6972, Dec. 2011, doi: 10.1016/j.atmosenv.2011.09.025.
- [7] G. Minke, *Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture*, Birkhäuser-Publishers for Architecture. Basel · Berlin · Boston, 2006.
- [8] T. Santos, M. I. Gomes, A. S. Silva, E. Ferraz, and P. Faria, ‘Comparison of mineralogical, mechanical and hygroscopic characteristic of earthen, gypsum and cement-based plasters’, *Construction and Building Materials*, vol. 254, p. 119222, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.119222.
- [9] J. Lima, P. Faria, and A. Santos Silva, ‘Earth Plasters: The Influence of Clay Mineralogy in the Plasters’ Properties’, *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 14, no. 7, pp. 948–963, Aug. 2020, doi: 10.1080/15583058.2020.1727064.
- [10] S. Liuzzi et al., ‘Hygrothermal properties of clayey plasters with olive fibers’, *Construction and Building Materials*, vol. 158, pp. 24–32, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.10.013.
- [11] M. Maddison, T. Mairing, K. Kirsimäe, and Ü. Mander, ‘The humidity buffer capacity of clay–sand plaster filled with phytomass from treatment wetlands’, *Building and Environment*, vol. 44, no. 9, pp. 1864–1868, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.buildenv.2008.12.008.
- [12] F. McGregor, A. Heath, A. Shea, and M. Lawrence, ‘The moisture buffering capacity of unfired clay masonry’, *Building and Environment*, vol. 82, pp. 599–607, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.09.027.
- [13] M. Palumbo, ‘Contribution to the development of new bio-based thermal insulation materials made from vegetal pith and natural binders: hygrothermal performance, fire reaction and mould growth resistance’, *Universitat Politècnica de Catalunya*, Barcelona, 2015.
- [14] D. Maskell, A. Thomson, P. Walker, and M. Lemke, ‘Determination of optimal plaster thickness for moisture buffering of indoor air’, *Building and Environment*, vol. 130, pp. 143–150, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.buildenv.2017.11.045.
- [15] S. Liuzzi, M. R. Hall, P. Stefanizzi, and S. P. Casey, ‘Hygrothermal behaviour and relative humidity buffering of unfired and hydrated lime-stabilised clay composites in a Mediterranean climate’, *Building and Environment*, vol. 61, pp. 82–92, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.buildenv.2012.12.006.
- [16] S. Reddi, A. K. Jain, H.-B. Yun, and L. N. Reddi, ‘Biomimetics of stabilized earth construction: Challenges and opportunities’, *Energy and Buildings*, vol. 55, pp. 452–458, Dec. 2012, doi: 10.1016/j.enbuild.2012.09.024.
- [17] T. Ashour, A. Korjenic, S. Korjenic, and W. Wu, ‘Thermal conductivity of unfired earth bricks reinforced by agricultural wastes with cement and gypsum’, *Energy and Buildings*, vol. 104, pp. 139–146, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.enbuild.2015.07.016.

- [18]S. Burroughs, ‘Soil Property Criteria for Rammed Earth Stabilization’, *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 20, no. 3, pp. 264–273, Mar. 2008, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2008)20:3(264).
- [19]M. I. Gomes, P. Faria, and T. D. Gonçalves, ‘Earth-based mortars for repair and protection of rammed earth walls. Stabilization with mineral binders and fibers’, *Journal of Cleaner Production*, vol. 172, pp. 2401–2414, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.11.170.
- [20]M. I. Gomes, T. D. Gonçalves, and P. Faria, ‘Hydric Behavior of Earth Materials and the Effects of Their Stabilization with Cement or Lime: Study on Repair Mortars for Historical Rammed Earth Structures’, *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 28, no. 7, p. 04016041, Jul. 2016, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001536.
- [21]K. A. J. Ouedraogo, ‘Stabilisation de matériaux de construction durables et écologiques à base de terre crue par des liants organiques et/ou minéraux à faibles impacts environnementaux’, Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), Toulouse, 2019.
- [22]J. Lima, P. Faria, and A. Santos Silva, ‘Earthen Plasters Based on Illitic Soils from Barrocal Region of Algarve: Contributions for Building Performance and Sustainability’, *KEM*, vol. 678, pp. 64–77, Feb. 2016, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.678.64.
- [23]B. V. Venkatarama Reddy and A. Gupta, ‘Influence of sand grading on the characteristics of mortars and soil–cement block masonry’, *Construction and Building Materials*, vol. 22, no. 8, pp. 1614–1623, Aug. 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.06.014.
- [24]M. Hall and D. Allinson, ‘Assessing the effects of soil grading on the moisture content-dependent thermal conductivity of stabilised rammed earth materials’, *Applied Thermal Engineering*, vol. 29, no. 4, pp. 740–747, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2008.03.051.
- [25]L. Fontaine and R. Anger, *Projet PaTerre+. Interactions argiles/biopolymères: patrimoine architectural en terre et stabilisants naturels d’origine animale et végétale. Rapport final*. 2013.
- [26]A. Vissac, A. Bourges, D. Gandreau, R. Anger, and L. Fontaine, *Argiles et biopolymères: les stabilisants naturels pour la construction en terre*. CRAterre, 2017.
- [27]A. Laborel-Préneron, J. E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, and A. Bertron, ‘Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review’, *Construction and Building Materials*, vol. 111, pp. 719–734, May 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119.
- [28]B. Sorgho et al., ‘Strength and creep behavior of geomaterials for building with tannin addition’, *Mater Struct*, vol. 47, no. 6, pp. 937–946, Jun. 2014, doi: 10.1617/s11527-013-0104-7.
- [29]A. Pinel, Y. Jorand, C. Olagnon, A. Charlot, and E. Fleury, ‘Towards poured earth construction mimicking cement solidification: demonstration of feasibility via a biosourced polymer’, *Materials and Structures*, vol. 50, no. 5, Oct. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1092-9.
- [30]L.-P. Laborel-Préneron, J.-E. Aubert, C. Magniont, P. Maillard, and C. Poirier, ‘Effect of Plant Aggregates on Mechanical Properties of Earth Bricks’, *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 29, no. 12, p. 04017244, Dec. 2017, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002096.
- [31]K. A. J. Ouedraogo, J.-E. Aubert, C. Tribout, and G. Escadeillas, ‘Is stabilization of earth bricks using low cement or lime contents relevant?’, *Construction and Building Materials*, vol. 236, p. 117578, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117578.
- [32]A. Perrot, D. Rangeard, F. Menasria, and S. Guihéneuf, ‘Strategies for optimizing the mechanical strengths of raw earth-based mortars’, *Construction and Building Materials*, vol. 167, pp. 496–504, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.02.055.
- [33]A. Perrot, D. Rangeard, and A. Levigneux, ‘Linking rheological and geotechnical properties of kaolinite materials for earthen construction’, *Mater Struct*, vol. 49, no. 11, pp. 4647–4655, Nov. 2016, doi: 10.1617/s11527-016-0813-9.
- [34]M. Moevus et al., ‘Earthen construction: an increase of the mechanical strength by optimizing the dispersion of the binder phase’, *Mater Struct*, vol. 49, no. 4, pp. 1555–1568, Apr. 2016, doi: 10.1617/s11527-015-0595-5.
- [35]D. G. Roux, ‘Recent advances in the chemistry and chemical utilization of the natural condensed tannins’, *Phytochemistry*, vol. 11, no. 4, pp. 1219–1230, Apr. 1972, doi: 10.1016/S0031-9422(00)90068-2.

- [36]G. Alhaik, V. Dubois, E. Wirquin, A. Leblanc, and G. Aouad, 'Evaluate the influence of starch on earth/hemp or flax straws mixtures properties in presence of superplasticizer', *Construction and Building Materials*, vol. 186, pp. 762–772, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.07.209.
- [37]G. Alhaik et al., 'Enhance the rheological and mechanical properties of clayey materials by adding starches', *Construction and Building Materials*, vol. 139, pp. 602–610, May 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.130.
- [38]C. Mileto, F. Vegas, and V. Cristini, *Rammed Earth Conservation*, C. Mileto, F. Vegas&V. Cristini. 2012.
- [39]V. Tosco, 'L'uso di stabilizzanti a basso costo energetico nella costruzione in terra: gli intonaci / Viviana Tosco ; rel. Roberto Mattone ; correl. Alezio Rivotti', Torino, 2005.
- [40]T. Ashour, H. Wieland, H. Georg, F.-J. Bockisch, and W. Wu, 'The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings', *Materials & Design*, vol. 31, no. 10, pp. 4676–4685, Dec. 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2010.05.026.
- [41]T. Ashour, H. Georg, and W. Wu, 'An experimental investigation on equilibrium moisture content of earth plaster with natural reinforcement fibres for straw bale buildings', *Applied Thermal Engineering*, vol. 31, no. 2, pp. 293–303, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2010.09.009.
- [42]E. Hamard, J.-C. Morel, F. Salgado, A. Marcom, and N. Meunier, 'A procedure to assess the suitability of plaster to protect vernacular earthen architecture', *Journal of Cultural Heritage*, vol. 14, no. 2, pp. 109–115, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.culher.2012.04.005.
- [43]J. Lima and P. Faria, 'Eco-Efficient Earthen Plasters: The Influence of the Addition of Natural Fibers', in *Natural Fibres: Advances in Science and Technology Towards Industrial Applications*, vol. 12, R. Figueiro and S. Rana, Eds. Dordrecht: Springer Netherlands, 2016, pp. 315–327.
- [44]P. Faria, T. Santos, and J.-E. Aubert, 'Experimental Characterization of an Earth Eco-Efficient Plastering Mortar', *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 28, no. 1, p. 04015085, Jan. 2016, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001363.
- [45]F. Stazi, A. Nacci, F. Tittarelli, E. Pasqualini, and P. Munafò, 'An experimental study on earth plasters for earthen building protection: The effects of different admixtures and surface treatments', *Journal of Cultural Heritage*, vol. 17, pp. 27–41, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.culher.2015.07.009.
- [46]M. Palumbo, F. McGregor, A. Heath, and P. Walker, 'The influence of two crop by-products on the hygrothermal properties of earth plasters', *Building and Environment*, vol. 105, pp. 245–252, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2016.06.004.
- [47]S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, and M. Sonebi, '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*, vol. 50, no. 3, Jun. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1029-3.
- [48]W. F. Bleam, 'Clay Mineralogy and Clay Chemistry', in *Soil and Environmental Chemistry*, Elsevier, 2012, pp. 85–116.
- [49]DIN 18947, 'Lehmputzmörtel e begriffe, anforderungen, prüfverfahren'. Aug. 2013.
- [50]AFNOR, 'Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 11 : Détermination de la résistance à la flexion et à la compression du mortier durci'. Sep. 2000.
- [51]AFNOR, 'Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques'. Apr. 2006.
- [52]R. Delinière, J. E. Aubert, F. Rojat, and M. Gasc-Barbier, 'Physical, mineralogical and mechanical characterization of ready-mixed clay plaster', *Building and Environment*, vol. 80, pp. 11–17, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.05.012.
- [53]AFNOR, 'NF EN 1015-3', Sagaweb, Oct. 1999. <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=aDFKM8th9aw1> (accessed Oct. 24, 2018).
- [54]G. Blanc, C. Tribout, G. Escadeillas, S. Geoffroy, and T. Soum-Fontez, 'Determination of the proportion of anhydrous cement using SEM image analysis', *Construction and Building Materials*, vol. 126, pp. 157–164, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.09.037.

- [55] J. Kennedy and R. Eberhart, 'Particle swarm optimization', in *Proceedings of ICNN'95 - International Conference on Neural Networks*, Perth, WA, Australia, 1995, vol. 4, pp. 1942–1948, doi: 10.1109/ICNN.1995.488968.
- [56] P. Ghamisi, M. S. Couceiro, J. A. Benediktsson, and N. M. F. Ferreira, 'An efficient method for segmentation of images based on fractional calculus and natural selection', *Expert Systems with Applications*, vol. 39, no. 16, pp. 12407–12417, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.eswa.2012.04.078.
- [57] FFB, RESEAU écobâtir, Fédération des SCOPBTP, and École Nationales des Travaux Publics de l'État, 'Règles professionnelles pour la mise en oeuvre des enduits sur supports composés de terre crue', Recherche et développement métier, 2012.
- [58] A. Fabbri, F. McGregor, I. Costa, and P. Faria, 'Effect of temperature on the sorption curves of earthen materials', *Materials and Structures*, vol. 50, no. 6, Dec. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1122-7.
- [59] L. Randazzo, G. Montana, A. Hein, A. Castiglia, G. Rodonò, and D. I. Donato, 'Moisture absorption, thermal conductivity and noise mitigation of clay based plasters: The influence of mineralogical and textural characteristics', *Applied Clay Science*, vol. 132–133, pp. 498–507, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.clay.2016.07.021.
- [60] T. Santos, L. Nunes, and P. Faria, 'Production of eco-efficient earth-based plasters: Influence of composition on physical performance and bio-susceptibility', *Journal of Cleaner Production*, vol. 167, pp. 55–67, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.08.131.
- [61] J. Page, F. Khadraoui, M. Gomina, and M. Boutouil, 'Influence of different surface treatments on the water absorption capacity of flax fibres: Rheology of fresh reinforced-mortars and mechanical properties in the hardened state', *Construction and Building Materials*, vol. 199, pp. 424–434, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.042.
- [62] M. Saad, V. Sabathier, A. Turatsinze, and C. Magniont, 'Potential of oleaginous flax fibre as mortar reinforcement', Belfast, UK, Jun. 2019, p. 7.
- [63] J. Lima, P. Faria, and A. S. Silva, 'Earth-based plasters: the influence of clay mineralogy', Pamplona, Spain, Jul. 2019, pp. 21–35.
- [64] T. Ashour and W. Wu, 'An experimental study on shrinkage of earth plaster with natural fibres for straw bale buildings', *International Journal of Sustainable Engineering*, vol. 3, no. 4, pp. 299–304, Dec. 2010, doi: 10.1080/19397038.2010.504379.
- [65] M. Emiroğlu, A. Yalama, and Y. Erdoğan, 'Performance of ready-mixed clay plasters produced with different clay/sand ratios', *Applied Clay Science*, vol. 115, pp. 221–229, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.clay.2015.08.005.
- [66] A. Cerato and A. Lutenegeger, 'Activity, Relative Activity and Specific Surface Area of Fine-Grained Soils Activité, Activité Relative et Superficie Spécifique de Sols Granuleux Fins', Sep. 2005.
- [67] Y. Millogo, J.-C. Morel, J.-E. Aubert, and K. Ghavami, 'Experimental analysis of Pressed Adobe Blocks reinforced with Hibiscus cannabinus fibers', *Construction and Building Materials*, vol. 52, pp. 71–78, Feb. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.10.094.
- [68] A. Laborel-Préneron, C. Magniont, and J.-E. Aubert, 'Hygrothermal properties of unfired earth bricks: Effect of barley straw, hemp shiv and corn cob addition', *Energy and Buildings*, vol. 178, pp. 265–278, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.enbuild.2018.08.021.

Synthèse et transition

Le comportement à l'état frais et durci des enduits varie selon la nature du sol employé et les dosages définis. L'adjonction de sable diminue le retrait au séchage tandis que l'ajout d'argile augmente la cohésion du matériau. Les formulations appropriées dépendent donc intégralement de la composition de la terre utilisée, plus particulièrement de la proportion et de la nature des argiles minéralogiques.

Les dosages doivent, de ce fait, être caractérisés sur chantier par la réalisation préalable d'échantillons qui mettent en évidence la cohésion, l'adhérence, le retrait ou encore la fissuration. La composition doit ainsi être validée, dans des conditions d'exécution aussi proches que possible de celles du chantier.

L'évaluation de la fissuration par analyse d'images permet une étude objective du comportement au séchage des enduits. Cette technique est adaptée à une analyse comparative quantitative de la fissuration et permet la mise en place de critères nécessaires à valider ou non le comportement de retrait contraint d'un enduit (longueur cumulée et ouverture maximales de fissures autorisées).

Les mortiers plus dosés en argile ont fait l'objet d'un travail de stabilisation par des adjuvants organiques pour améliorer leur comportement au séchage et leurs propriétés mécaniques. Parmi les composés testés, certains modifient la rhéologie du mélange, alors que d'autres impactent la résistance de l'enduit à la fissuration au moment du séchage. L'efficacité des adjuvants évolue suivant la complexité des argiles et leurs possibles interactions avec les adjuvants introduits. L'adjonction de fibres arme l'enduit et réduit les risques de fissuration, quelle que soit la nature de la terre.

La terre crue est un matériau hétérogène dont les spécificités varient d'un sol à l'autre. Afin de comprendre les comportements très variables des terres tant à l'état frais qu'à l'état durci, la caractérisation de base, réalisée dans un premier temps, a dû être complétée. Ainsi, de nouveaux outils de caractérisation chimique, minéralogique (diffraction aux rayons X et analyse thermogravimétrique) et physique (valeur au bleu de méthylène, capacité d'échanges cationiques et surface spécifique BET) sont utilisés pour approfondir l'analyse de la réactivité des terres et évaluer la possibilité de relier les caractéristiques des terres au comportement macroscopique des enduits (consistance, retrait et résistances mécaniques). Cette étude fait l'objet de la section suivante, soumise pour publication dans le journal *Applied Clay Science*.

Article C. Influence of chemical, mineralogical and geotechnical characteristics of soil on earthen plaster properties

Submitted to *Applied Clay Sciences*, in October 2020.

Méryl LAGOUIN¹, Jean-Emmanuel AUBERT¹, Aurélie LABOREL-PRÉNERON¹, Camille MAGNIONT¹

¹ LMDC, Université de Toulouse, INSA, UPS, France

HIGHLIGHTS.

- LL, CEC and SSA seem relevant for the characterisation of clayish materials;
- MB value does not predict mechanical performance of plasters;
- water requirement of plasters is found to be correlated to the LL of soils;
- correlation between % passing at 2 μm and linear shrinkage is strong;
- plaster mechanical resistances are linked to CEC of soils and to % passing at 2 μm .

ABSTRACT. Earth is perfectly suited for indoor plastering purposes thanks to its numerous technical, ecological and economic assets. The quantity of clay is frequently evoked to explain fresh and mechanical performances of earthen coatings but this indicator fails to give full account of the diversity of earth behaviour encountered in earth construction. This paper aims to examine plaster properties from the point of view of their geotechnical and mineralogical composition. Four types of soil were employed to design earthen plasters with variable earth to sand ratios. The behaviour of coatings was assessed through their water requirement, linear shrinkage, and flexural and compressive strengths. A noteworthy relationship was detected between the water requirement of earth plasters and the liquid limit of the raw earth employed. The mechanical resistances of plasters were found to be linked to the cation exchange capacity of the soils. The correlations between linear shrinkage, or compressive strength, and percentage passing at 2 μm were strong, justifying the widespread use of texture and clay content for soil classification, and assessment of the properties of earth-based building materials.

KEYWORDS. earth plaster; mineralogical composition; liquid limit; cation exchange capacity; specific surface area; mechanical behaviour.

1. Introduction

To address environmental issues, the building industry must innovate to reduce its energy consumption and CO₂ emission by developing materials that are environmentally friendly while ensuring the comfort of users. Along with new ecological materials such as lightweight concretes,

traditional construction materials, including earth, have been increasingly investigated over the last twenty years.

After years of being marginalized from conventional construction in highly industrialized societies by mass-produced building materials, earth is still the most widely used construction material in many countries. Nowadays, around one third of human beings live in earthen houses and, in developing countries, this figure is more than one half [1].

Earth exhibits numerous technical, ecological and economic advantages that explain its recent upsurge. Although not renewable on a human time scale, it is a local resource, available in abundance, affordable, reusable and indefinitely recyclable (when used without chemical stabilization). Earthen building materials also have low embodied energy: little energy is required to transport and process the raw resources into a building material (no calcination and minimal transportation distances). Moreover, earth-based building materials are able to buffer indoor moisture variations and to improve the comfort of the building's users [2]–[6]. Clayish earth is therefore very suitable for indoor plastering purposes.

If a building is to have little impact on the environment, the resources employed must be found locally. Therefore, soils for earth construction are excavated directly on site or in the immediate vicinity. This requirement is, however, challenged by the local soil variability. Unlike most conventional construction materials, soils exhibit highly variable properties because of the diversity of their compositions.

Soil is a multiphasic medium composed of solid particles, liquid and gas in variable proportions. The solid particles vary in size and shape, from millimetric elements (gravel) to particles that are visible only with the aid of an electron microscope (clay tablets), and from nearly spherical grains to flat plates or long, slender needles [7]. The specificities of a soil depend on the different amounts and types of clay, silt, sand and gravel composing it. The coarser elements (gravel, sand, non-plastic silts) constitute the skeleton of the material, while the ultrafine grains contain the cohesive parts: the clay minerals. The cohesive clay minerals perform the task of holding the grains of the soil's skeleton together. However, these very fine particles ($< 2 \mu\text{m}$) are not all clay minerals.

Soil is also multiminerale: it may contain virtually any of the elements present in the Earth's crust, organized into various crystalline forms to yield common minerals: quartz (silicates), feldspar, mica, calcium carbonates, gypsum, clay minerals, etc. Among them are phyllosilicates, which form clay minerals. These elements have a layered structure, with each layer composed of two, more or less continuous, tetrahedral and octahedral sheets. The differences in structure among clay minerals fundamentally affects the swelling/shrinking potential of the soil. There are three important groups of clay minerals: the kaolinite group (generally has no swelling potential), the mica-like group (illites, low swelling potential) and the smectite group (montmorillonites, very high swelling potential) [8]. The stability of the mineral structures greatly influences the soils' and clays' characteristic properties, such as plasticity, shrinkage and swelling [9]. In this context, clear differences can be observed between two clay-based building materials of different compositions.

Many methods have been used in earth construction research to assess the quantity, type and activity of clay. The particle size distribution (through sieving and hydrometer testing or laser diffraction analyses), Atterberg limits, and methylene blue values are among the most commonly used indicators to assess a soil's suitability [10].

Considering an application as interior coatings, percent passing the 2 μm sieve is frequently used to explain the fresh and mechanical behaviour of plasters by itself [11]–[16]. When the amount of clay involved in a plaster increases, regardless of its nature, the kneading water requirement increases to activate clay binding properties and to achieve the targeted consistence. The mechanical performances are also impacted: the higher the clay content, the higher the resistance.

However, the clay content of materials has failed to fully account for the diversity of earth behaviour encountered in earth construction [17], [18], since this indicator only focuses on particle sizes, which does not allow the clay mineral content and type to be fully taken into account. Therefore, the relevance of this indicator must be challenged and another approach must be considered to assess the behaviours of mortars. Beside texture (i.e. balance between clay, silt, sand and gravel contents), mineralogical identification and quantification, the methylene blue value [10], [14], [19]–[21], cation exchange capacity [17], [18], [21], and specific surface area can be regarded as good indicators to characterize the colloidal properties of earth materials.

The present study aims to examine the correlation between the physical properties (texture, plasticity, cation exchange capacity, specific surface area, chemical and mineralogical compositions) of four soils and the properties of their earth mortars. The first part of the paper focuses on the chemical, mineralogical and geotechnical characterisation of the four soils studied. The better understanding gained of the properties of the raw materials then enables further examination of earth plasters in terms of water requirement, linear shrinkage, flexural and compressive strengths.

2. Materials and methods

2.1. Raw materials

2.1.1. *Earth*

Four soils from distinct sources were selected for sampling for this study.

Two of them, referred to as “soil B” and “soil N”, came from brickworks in the southwest of France. Soil B had a rust colour linked to the presence of iron oxides material. Soil N had an ochre colour typical of clayey soil from the Garonne river valley.

The other two soils were composed of quarry fines from aggregate washing processes. These fines, smaller than 0.1 mm, were by-products generated by the washing of coarser aggregates. The sludge created was left in sedimentation basins. One of the fines, brownish-grey and referred to as “soil C”, was collected directly from the sedimentation basins of a local quarry, in the southwest of France. The second type, coming from a calcareous aggregates quarry located in

the north of the country, was taken in sedimentation basins and was then reduced to powder to be used in different applications. This ochre soil is referred to as “soil F”.

2.1.2. Mortar preparation

The earth plasters studied were composed of a clayish earth (soil or quarry washing fines), a siliceous river sand (0-2 mm) and tap water. Various proportions of sand and water were mixed with each type of earth to design six mortars, with different mass ratios of clayish earth to sand: 1:1 (earth content of 50%), 1:1.5 (40%), 1:2 (about 33%), 1:2.5 (about 29%), 1:3 (25%), and 1:4 (20%). In view of its behaviour, an extra formulation with 15% earth content was mixed for soil C (Table 3.3).

Earth to sand ratio [%]	Water content [%]			
	Soil B	Soil C	Soil F	Soil N
15	-	19.40	-	-
20	22.00	21.50	19.24	21.98
25	23.19	25.16	19.09	23.39
29	23.31	24.10	19.70	22.99
33	22.86	25.02	19.90	24.12
40	27.93	27.93	23.30	26.06
50	44.82	25.84	24.55	28.80

Table 3.3. Mix designs of the formulations.

In all cases, mortars were prepared by using the following mixing procedure:

- mix the solid phase at low speed;
- add water to the solid phase and adjust the amount to ensure a flow table value of 175 ± 5 mm, while mixing at low speed;
- mix the mortar at higher speed;
- stop the mixer and leave the mixture to rest for a few minutes;
- complete mixing at high speed.

To obtain similar consistency among the materials, ensuring good workability, the water content was adjusted. The German standard [22] proposes fixing the consistency at 175 ± 5 mm. The water content of fresh plaster was measured by drying at 60°C.

2.2. Procedures

2.2.1. Earth characterisation

Chemical and mineralogical characterisation

Major oxide composition was evaluated on the basis of macroelemental analysis performed by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) on crushed samples smaller than 80 µm.

The crystalline compounds of the clay fraction of the soils were identified using an X-Ray Diffractometer (XRD) and Thermo-Gravimetric Analysis (TGA) techniques.

A Bruker D8 Advance X-ray diffractometer, equipped with a SOLLER monochromator having a copper anticathode ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$), was used on powdered samples of crushed raw soils ($< 80 \text{ }\mu\text{m}$). This analysis was completed, when necessary, by a specific characterisation of the clay minerals contained in the raw soils, which was performed on oriented aggregates using three preparations: air dried or natural, after glycolation, and after heat treatment at 500°C . When the oriented aggregate method was used, platy clay particles were precipitated onto a glass slide by drying a deflocculated suspension. With most particles oriented parallel to the slide, the first-order reflections were intensified, whereas reflections from higher atomic planes were minimized. Specific treatments were applied to soils to distinguish certain swelling-type clay minerals:

- smectites expand after treatment with ethylene glycol: a drop of this solvent was placed on one of the oriented slides and left to evaporate under an extractor hood for 4 hours before analysis by X-ray diffraction spectrometry;
- clay mineral samples were analysed after enough heating to collapse any expandable layers: another the oriented slide was calcined at 500°C for 1 hour, then analysed.

TGA was carried out on crushed samples of raw soils heated to $1\,000^\circ\text{C}$ at a constant rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ using a Netzsch SATA 449 F3 Jupiter apparatus.

Geotechnical characterisation

Particle size distribution

The size distribution of the soils was determined using two complementary techniques. The coarser fraction ($> 80 \text{ }\mu\text{m}$) was analysed by wet sieving according to standard XP P94-041 [23]. The finer fraction was characterized by means of a densimeter measurement of the sedimentation time of solid particles in suspension in water, as described in NF P 94-057 [24].

Atterberg limits and methylene blue absorption test

The Atterberg limits were determined according to standard NF EN ISO 17892-12 [25]. The liquid limit (LL) was obtained using the Casagrande method. The numerical difference between the liquid limit and the plastic limit (PL) of a soil enabled the plasticity index (PI) to be calculated.

The methylene blue adsorption test was conducted in accordance with EN 933-9 [26] to quantify the water absorption capacity of soils on the 0/5 mm fraction.

Cation exchange capacity

The Cation Exchange Capacity (CEC) test determined the exchangeable sodium, potassium, calcium and magnesium contents in soil at its pH. It was conducted using barium chloride solution (NF EN ISO 11260). First, 2.5 g of each soil, without previous treatment, were saturated with respect to barium by treating the soil with a 0.1 mol/L barium chloride solution. After this, the concentrations of sodium, potassium, calcium and magnesium were determined by ICP-AES.

Then, the soil was equilibrated with a 0.01 mol/L barium chloride solution and a known excess of 0.02 mol/L magnesium sulfate was added. All the barium present, whether in solution or adsorbed, was precipitated in the form of highly insoluble barium sulfate and, consequently, the sites with exchangeable ions were readily occupied by magnesium. Finally, the excess magnesium was once again determined by ICP-AES.

Specific surface area

The specific surface areas (SSA) were calculated according to the Brunauer-Emmett-Teller (BET) theory. The samples were analysed under nitrogen atmosphere (adsorption-desorption isotherms at 77.350 K) in a volumetric working device. The moisture content in the samples was removed by drying them at 90°C for 15 h prior to the analysis. The Flowsorb 2300 equipment (Micromeritics) provided single-point BET surface area measurements.

2.2.2. Use properties of plasters

As no European standard exists for the characterisation of clay plasters, the procedures used were adapted from the German standard for the characterisation of ready-mixed clay plasters [22].

Characteristics of fresh state plasters

Based on standard EN 1015-3 [27], the consistency of fresh plaster was determined using a flow table. The consistency was characterized by measuring the mean diameter of a test sample of fresh plaster that had been given 15 vertical impacts by allowing it to fall freely through a given height. A truncated conical mould (60 mm high with internal diameters of 100 mm at the bottom and 70 mm at the top) was used to shape the specimen, which was placed at the centre of a flow table disc.

To obtain similar consistency among the materials, ensuring good workability, the water content was adjusted. The German standard [22] proposes fixing the consistency at 175 ± 5 mm. The water content of fresh plaster was measured by drying at 60°C.

Shrinkage

As the shrinkage of earth mortars was significant not only along their length, volumetric shrinkage was evaluated. Once stabilized, the dimensions of the specimens were measured using a calliper. For each formulation, the volumetric shrinkage was expressed as the mean percentage volumetric variation between the fresh and hardened state of three $40 \times 40 \times 160$ mm³ prismatic specimens of mortar.

Flexural and compressive strength

The tests of flexural and compressive strengths were carried out in accordance with EN 1015-11 [28] on prismatic specimens of earthen mortar prepared following the same standard. Once demoulded, the samples were kept for at least 21 days. For the last few days, samples were stored at $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ and $(50 \pm 5)\%$ relative humidity until mass consistency was reached.

The tests were performed using an MTS bending press equipped with a 10 kN sensor. Three 40 x 40 x 160 mm³ samples per formulation were provided for the three-point bending test. The two halves of 40 x 40 x 160 mm³ samples obtained from the flexural test were used to provide six half specimens for the compressive strength test.

The samples failed between 30 and 90 s in both tests. The loading speeds used were 10 N/s when testing the flexural strength and 50 N/s when testing compressive strength.

3. Results

3.1. Chemical and mineralogical characteristics

3.1.1. Chemical compositions

Table 3.4 presents the chemical compositions of the raw materials studied, obtained by ICP-AES and loss on ignition (L.O.I.).

	B	C	F	N
SiO ₂	61.71	56.7	18.73	55.18
Al ₂ O ₃	17.24	21.6	7.47	13.98
Fe ₂ O ₃	5.59	6.6	2.39	4.69
MnO	0.066	0.19	0.03	0.061
MgO	1.34	2.22	1.27	2.28
CaO	1.87	3.2	35.27	7.27
Na ₂ O	0.16	1.8	0.09	0.66
K ₂ O	3.84	3.07	0.9	2.94
TiO ₂	0.73	0.86	0.39	0.54
P ₂ O ₅	0.12	0.19	0.09	0.16
Cr ₂ O ₃	-	0.02	-	-
L.O.I.	7.52	5.48	31.92	11.72
Total	100.16	101.9	98.55	99.47

Table 3.4. Chemical analysis of the four earths (in percentages).

Soils B, C and N are mainly composed of silica and alumina. These compounds are distributed between clay and detrital minerals in soils, like quartz and feldspars. Quantities of silica and alumina vary among the soils: B has a higher SiO₂ content than C and F, while C exhibits the highest Al₂O₃ content, followed by B and N.

The presence of other important elements: iron (about 5%) and potassium (about 3%) oxides can be highlighted. The proportions of these elements are similar among the three earths B, C and N. Magnesium oxide and especially calcium molecules are present in significant quantities. The calcium content of soil N is much higher than that of soils B and C.

The chemical composition of soil F differs radically from that of the other soils. It can be noticed that soil F contains a large amount of calcium. This finding is in accordance with the soil origin: fines F come from the washing process of limestone aggregates, so the calcium content is high. Silica and alumina components are also present but in smaller quantities. In addition, unlike the other three soils, soil F contains small amounts of iron and potassium.

The loss on ignition measured at 1 000°C on soil F is much greater than on earths B, C and N. This may be explained by the decarbonation of the calcite, which is contained in greater quantities in this soil. Sample N also exhibits a high loss on ignition. This could be due to the larger amount of hydration water and of calcite contained in the soil.

3.1.2. X-ray diffraction

The X-ray diffractograms are presented in **Figure 3.36**.

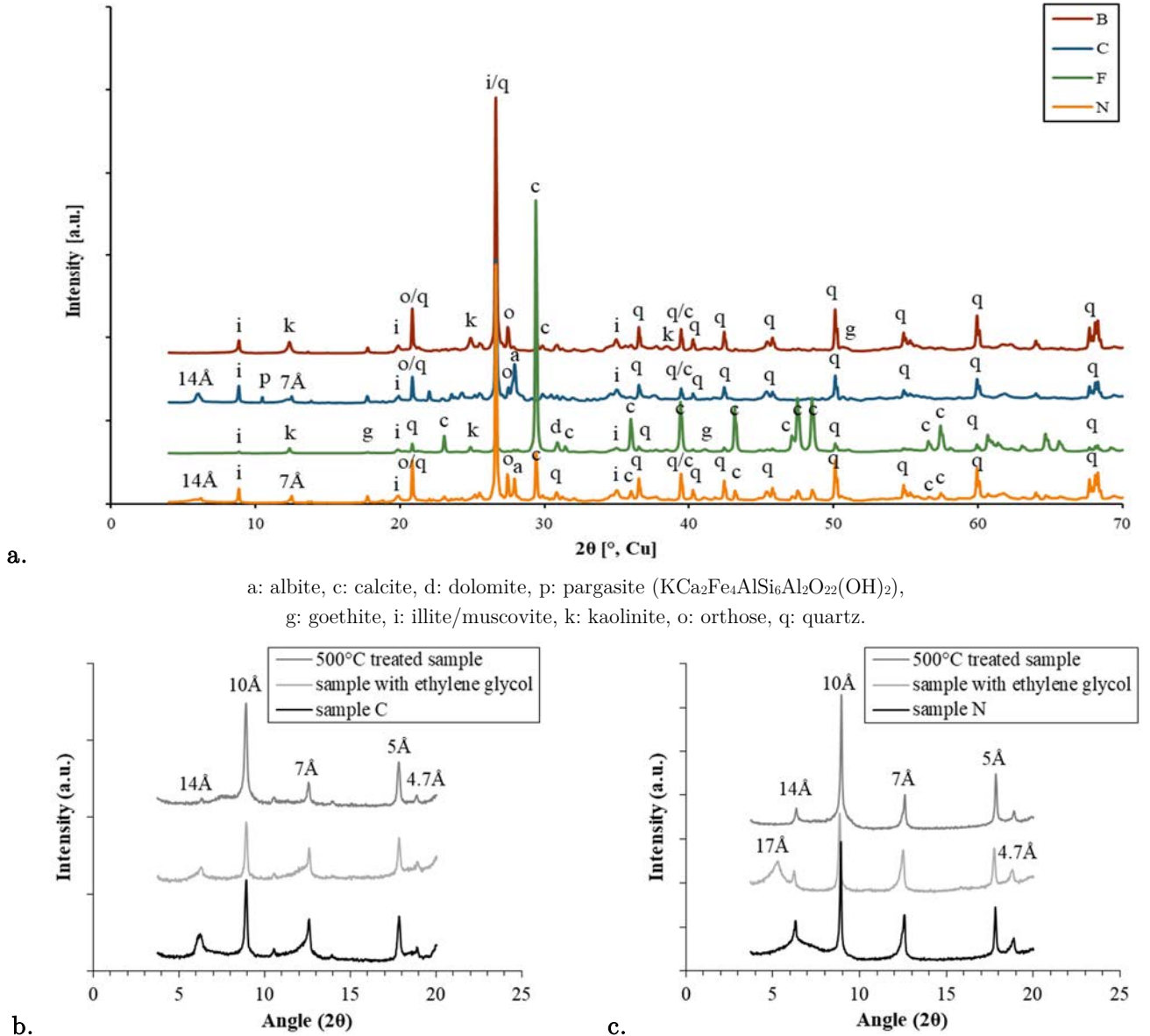


Figure 3.36. X-ray diffraction patterns of the four earths (**a.**), and of soils C (**b.**) and N (**c.**) following the oriented aggregate method.

The diagram of F quarry fines reveals the strong presence of calcite (CaCO_3) and shows the presence of other minerals in smaller quantities: kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), quartz (SiO_2), illite ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), goethite ($\text{FeO}(\text{OH})$) and dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$).

The X-ray diffractograms reveal that soils B, C and F are mainly composed of quartz. The presence of illite minerals is also evidenced. In the soils B and C, glittery grains are visible to the naked eye, indicating the presence of muscovite minerals. In addition to these constituents, the diagrams show that the three soils contain feldspars. However, the nature of feldspars in the soils varies: soils C and N contain albite ($\text{NaSi}_3\text{AlO}_8$) and orthoclase (KSi_3AlO_8), while soil B only contains orthoclase. Moreover, goethite is identified in soil B and calcite elements are more significant in the composition of soil N than of soils B and C.

In addition to all these minerals that are usually found in clay soils, soil C contains pargasite, which is an amphibole. Amphiboles are present in rocks but are absent from conventional soils resulting from the weathering of rocks. Since soil C is not an excavated soil but the residue from the washing of aggregates, it is possible to find fine elements in this residue that come from rocks containing amphiboles.

The X-ray diagrams of soils C and N do not allow the nature of the clays involved to be identified because of the peaks at 7 Å and 14 Å, which may correspond to different types of clay minerals. The oriented aggregate method was thus used; the corresponding X-ray diagrams are shown in **Figure 3.36.b.** and **c.**

The diagrams obtained are assessed considering the evolution of the first four peaks (from left to right) during the various preparations of the earth samples. On the untreated samples of soils C and N, the peaks at 7 Å and 14 Å could correspond to the reflections of montmorillonite, chlorite or vermiculite. Specific pretreatments are thus required to ensure proper identification [7], [29].

The kaolinite basal spacing is about 7 Å. Heating at 500°C destroys kaolinite minerals but no other clay minerals. The basal spacing of chlorite minerals is fixed at 14 Å but there is a strong second-order reflection at 7 Å. Hence, chlorite may be confused with kaolinite but the fact that the former is not affected by heating at 600°C while the latter is destroyed is useful for distinguishing between the two clay mineral types. Illite exhibits a first-order reflection value of about 10 Å, which remains fixed both in the presence of polar liquids and after drying. The expansive character of montmorillonite minerals provides the basis for their positive identification: when air dried, these minerals may have basal spacings of 12 to 15 Å. When they are oven dried, this value drops to about 10 Å as a result of the removal of interlayer water. After treatment with ethylene glycol, the montmorillonites expand to a first-order basal reflection value of 17 to 18 Å. Finally, vermiculite, although an expansive mineral, does not expand in presence of ethylene glycol: it looks much the same after such treatment. One hour of heating above 300°C collapses vermiculite to 10 Å.

Therefore, the oriented X-ray diagram for soil C shows the disappearance of the 14 Å peak along with a strong growth of the 10 Å peak in presence of ethylene glycol. This behaviour is typical of the presence of vermiculite. The broad peak at 7 Å disappears to a large extent, but a thin peak is still visible, attesting the presence of kaolinite (first-order reflection peak).

Regarding soil N, the peaks at 10 Å and 5 Å show the presence of illite. When the samples were heated up to 500°C, the intensity of the peaks at 14 and 7 Å decreased and the peak at 10 Å widened. The presence of chlorite is proved by the fact that these peaks did not disappear completely. The treatment with ethylene glycol shifted the peak from 14 Å to 17 Å, showing the presence of montmorillonite.

This assessment enables us to conclude that fines C contain kaolinite, illite and vermiculite, while illite, montmorillonite and chlorite minerals compose soil N.

3.1.3. Thermo-gravimetric analysis

To complete the mineralogical characterisation, soils were subjected to thermo-gravimetric analysis, the results of which are presented in **Figure 3.37**.

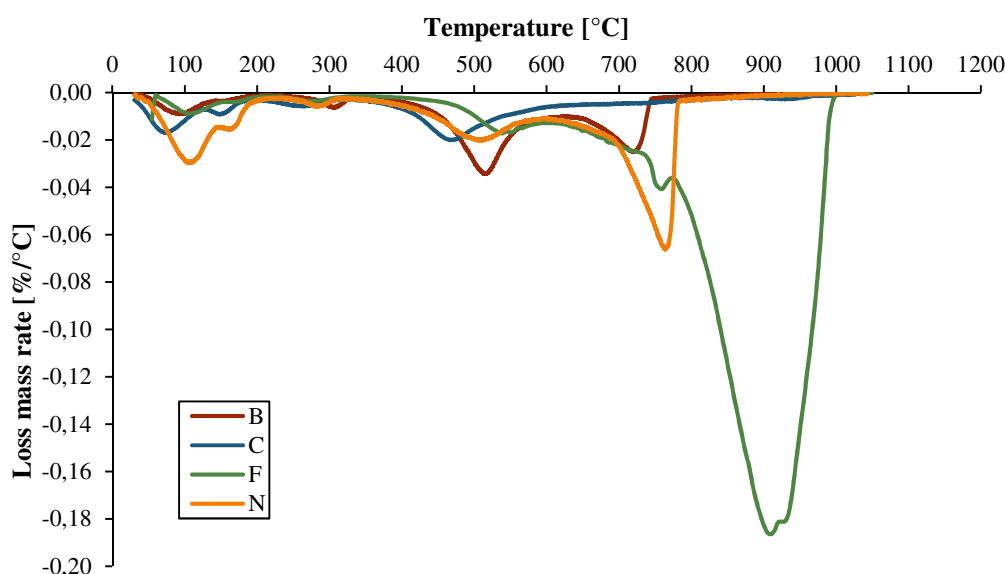


Figure 3.37. Derivative thermo-gravimetric curves.

The first loss of mass with rising temperature, which occurs between 80 and 160°C, is due to the evaporation of water. The amount of hygroscopic water that evaporates is greater for soil N, followed by soil C, than for the other earths. This observation is consistent with the swelling potential of the clay minerals in these soils. Montmorillonite and, to a lesser extent, vermiculite have a high capacity to store humidity in ambient air.

Lower intensity peaks, around 300°C, correspond to the dihydroxylation of goethite elements. In the range of 470-550°C, the constitutive water is removed. As several clay minerals are present simultaneously in soils and as their dihydroxylation temperatures overlap, it is not possible to identify the type of clay minerals present from these curves.

In the case of soil F, the greatest loss of weight occurred around 730-930°C and was due to the decarbonation of calcite and dolomite. This loss was about 50% for soil F, demonstrating the high proportions of these elements in the sample.

3.1.4. Mineralogical compositions

By combining both mineralogical and chemical characterisations, a mineralogical composition that was as consistent as possible with the experimental results was established. The X-ray diagram, using the oriented aggregate technique if necessary, allowed the nature of the minerals composing the soils to be identified.

The quantitative assessment of the minerals present relied mainly on the chemical composition. This step required strong assumptions on the chemical formulae of minerals, knowing that some of them have highly variable chemical compositions. The thermo-gravimetric analysis was also used to establish the mineralogical composition, since it was possible to estimate the amount of $\text{FeO}(\text{OH})$ and $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2/\text{CaCO}_3$ from the mass losses due to dihydroxylation of goethite and decarbonation of calcite and dolomite.

Finally, the derivative thermo-gravimetric curves were employed to validate the previously established potential mineralogical composition. Based on the weight loss due to dihydroxylation of clay minerals, the consistency of the estimated clay content was checked.

To meet most of the experimental requirements, an iteration processed was employed. The most satisfactory compositions are presented in **Table 3.5**.

	B	C	F	N
Carbonate minerals				
calcite/dolomite [%]	5	2-4	66	12
Oxide minerals				
goethite [%]	2	5	3	1
haematite [%]	3	-	-	-
Tectosilicates minerals				
quartz [%]	33-35	18	10	22-23
feldspars				
<i>albite</i> [%]	-	15	-	5
<i>orthoclase</i> [%]	10-14	5	-	3
<i>muscovite</i> [%]	5-13	13	*	0-3
Inosilicate minerals				
pargasite [%]	-	5	-	-
Phyllosilicate minerals				
chlorite [%]	-	-	-	8
illite [%]	9-12	10	11*	19-23
kaolinite [%]	23	15-17	11	-
montmorillonite [%]	-	-	-	19-22
vermiculite [%]	-	9	-	-
Total of clay minerals [%]	32-35	34-36	22*	46-53

Table 3.5. Potential mineralogical composition of soils B, C, F and N.

*It was not possible to make the distinction between illite and muscovite minerals for F fines.

The estimation of 11% corresponds to the sum of the two types of minerals.

3.2. Geotechnical characterization of soils

Based on the potential mineralogical compositions of soils, this section will focus on the interpretation of the measured geotechnical characteristics.

3.2.1. Particle size distribution

The particle size distribution curves from the various samples are shown in **Figure 3.38**, which includes both sieving and hydrometer testing. The passing percentages along with the median grain diameter values (D50) and the diameter for which 90% of the distribution lies below this value (D90) are noted in **Table 3.6**.

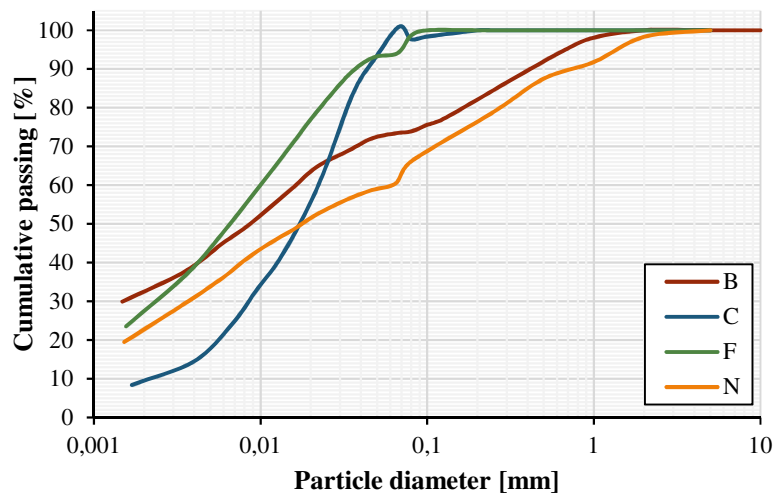


Figure 3.38. Particle size distribution of soils B, C, F and N.

First, it can be noted that the change of technique between the coarser and the finer grains, used to obtain the full particle size distribution, is responsible for a discontinuity at 80 μm , bumps being visible for all curves.

Soils	Clay < 2 μm [%]	Silt 2-63 μm [%]	Sand 63-2000 μm [%]	Gravel > 2 mm [%]	D90 [μm]	D50 [μm]
B	33	40	27	0	413	9
C	10	88	2	0	44	17
F	28	66	6	0	37	7
N	23	37	38	2	750	18

Table 3.6. Characteristic dimensions of soils.

The curves show two types of grain assemblies, which is not surprising given the distinct origins of the materials. Extracted directly from natural earths, soils B and N present a broader particle size distribution than quarry fines C and F. About 30% of sand grains are encountered in the former soils while the latter are composed for more than 90% of fine particles (clay and silt). All samples contain little or no gravel and a proportion of clay sized particles ranging from 10 to 33%.

Soil C has the lowest proportion of particles smaller than 2 μm (only 10%). Referring to the same particle size category, soil B appears to be the most clayish soil (33%), followed by fines F (28%) and soil N (23%). Even though the amount of material finer than 2 μm is often used to approximate the amount of clay mineral, these clay size percentages are far from the estimations given in Section 3.1.4. This was to be expected since not all clay particles are smaller than 2 μm , and not all non-clay particles are coarser than 2 μm . More particularly, the washing fines are likely to contain fine non-argillaceous particles, such as limestone fines for soil F. Thus, the percentage of clay minerals is three to four times higher than the percentage of clay sized particles in fines C. Results for the excavated soils are not satisfactory either: soil N contains 46 to 53% of clay minerals, twice the percentage of clay sized particles.

For this reason, a soil's grain composition alone does not allow a comprehensive assessment to be made of its suitability as a construction material. Although criteria and threshold proportions of clay, silt and aggregate have been set in various references [30], [31], studies have shown that it is possible to manufacture earthen materials with a huge variety of earths, including some that are in contradiction with the grading recommendations stated in the literature [10], [32], [33]. Moreover, these quantitative limits vary significantly among references and the indicated partial size thresholds are not always comparable (the percentage of sand and gravel may be considered together and different documents often refer to different test procedures, in which the sieve apertures are not necessarily equivalent) [31]. Because granularity fails to evaluate the specific quality of clay minerals, clay-water interactions are always assessed alongside grain size parameters.

3.2.2. Atterberg limits and methylene blue value

The argillaceous content and clay activity were qualified through two different techniques: Atterberg limits and the methylene blue (MB) test. The results from these two tests, along with the percent passing the 2 μm sieve ($P_{2\mu\text{m}}$), are brought together in **Table 3.7**.

Soils	B	C	F	N
$P_{2\mu\text{m}}$ [%]	33	10	28	23
LL [%]	39.9	42.8	32.9	44.4
PL [%]	17.5	30.4	21.2	21.7
PI [%]	22.4	12.4	11.7	22.7
I_A	0.69	1.24	0.42	0.99
MB [g/100 g]	2.65	0.78	1.64	4.10

Table 3.7. Atterberg limits (LL, PL, PI), activity (I_A) and methylene blue (MB) absorption values.

Atterberg limits of the investigated earths were between 32.9 and 44.4% for the liquid limit and in the 17.5-30.4% range for the plastic limit. The higher the liquid limit, the higher the clay content; hence, the LL results imply that soil N had the highest clay content, followed by C, B and finally F, which is quite consistent with the potential mineralogical composition.

Calculating the difference between the two standardized moisture content levels determined the plasticity index. It represents the range of the plastic domain (**Table 3.8**): the higher the plasticity index, the more pronounced the colloidal properties of the clay.

PI [%]	Level of plasticity
0-3	non-plastic
3-15	slightly plastic
15-30	medium plastic
>30	highly plastic

Table 3.8. Correlation between the plasticity index and a soil sample's level of plasticity [34].

The soils investigated showed two distinct plasticity levels: fines C and F exhibited similar values of PI, about 12%, and the soils extracted at brickworks were grouped around the value of 22.5%. Hence, C and F are classified as slightly plastic materials while B and N are considered as medium plastic soils. According to Gee [31], the level of PI enables conclusions to be drawn about the presence of swelling-type clays: swelling clays, such as smectites, are typically more plastic than non-swelling clays (e.g. kaolinites), so soils B and N are slightly more likely to contain swelling-type clays than fines C and F. It is difficult to relate this statement to the potential mineralogy compositions. On the one hand, B and F contain illite and kaolinite and can thus be expected to behave in roughly the same way, even if B is slightly richer in clay mineral than F (33% and 22% respectively); the illite content in the latter soil was probably overestimated since it was not possible to distinguish between illite and muscovite minerals for F fines in the mineralogical composition estimations. On the other hand, B and C are also close in composition, with some kaolinite content being replaced by vermiculite, a mineral with higher swelling properties than kaolinite. Hence, a similar, or even higher, plasticity level would have been expected from soil C than from soil B.

These inconsistencies might stem from the PL determination, especially regarding soil C. Unlike the LL test, which seems quite reliable and reproducible, the PL determination depends heavily on the operator's appreciation and the results are therefore open to discussion.

Furthermore, Skempton [32] proposed a relationship between the plasticity index and the clay fraction in clayey soils to determine the activity of clays, I_A ($I_A = PI/P_{2\mu m}$). High activity signifies a large volume increase in a soil that is wetted and large shrinkage when it dries. Soils with high activity are very reactive chemically. Consequently, C seems to be more sensitive to drying shrinkage than soils N, B and, lastly, F.

Even though some authors have based their clay mineralogical analysis on typical values of LL, PL or I_A for kaolinite, illite and montmorillonite [37], I_A should be used cautiously for clay identification. On the one hand, the relevance of the percent passing the 2 μm sieve as a parameter for the identification of clay minerals can, once again, be questioned. On the other hand, in some cases, soils in which expanding clays, such as montmorillonite and vermiculite, are predominant, have proved to have much lower values, less than half of the 1.25 figure that is proposed for active clays [18], [21], [38].

The methylene blue test consists of measuring the quantity of methylene blue that can be absorbed by a clayey soil. The water sensitivity evaluation is largely related to the amount and nature of the clays contained in the earth. The higher the MB value, the higher the plasticity of the soil.

In this study, the MB values ranged from 0.78 to 4.10 g/100 g. With the lowest MB value, C fines were in the typical range for silty soils ($MB < 1.5$ g/100 g) which is consistent with the texture analysis previously presented for this soil. Soil F was classified, according to the French management system for road earthwork materials named “Guide des terrassements routiers” [39], as a silty soil with low plasticity, while soils B and N were considered of medium plasticity. The findings from the MB test are not fully consistent with the previous characterisation elements. This might be because the MB spot test contains operator-related errors, e.g. in judging the end-point [21].

Moreover, the French classification of soils states that, when $PI > 12$, the MB value should not be preferred to Atterberg limits as a criterion, and vice-versa [39].

These two commonly used methods for earth classification measure the water sensitivity of soils, which is largely related to the amount of the finest elements present in the earths, in particular clay platelets [18]. The relationship between Atterberg limits, MB values and the percentage of particles passing the 63 μ m sieve is investigated in **Figure 3.39**.

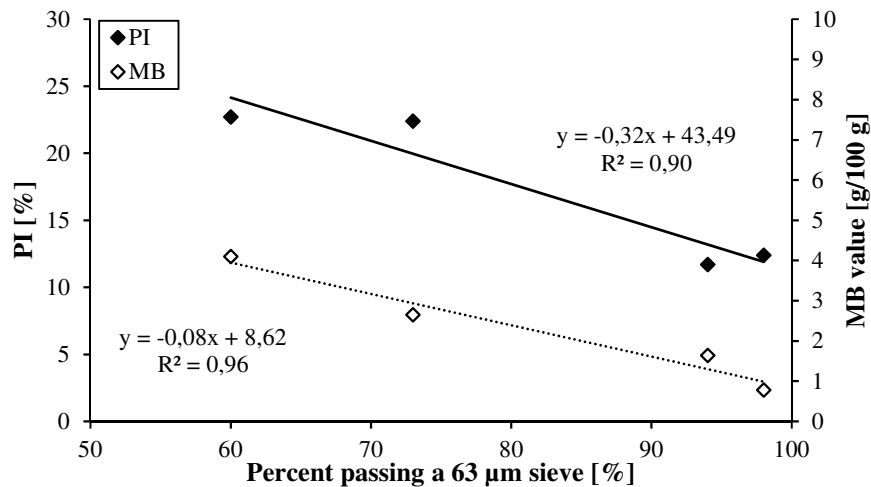


Figure 3.39. Correlation between plasticity index (PI) or methylene blue (MB) value and the percentage of particles smaller than 63 μ m in soils.

A strong linear relationship can be noted between the plasticity index and the percentage of particles passing through a sieve of 63 μ m mesh. Similar observations can be made regarding the MB value. When the fine elements content of a soil increases, the plasticity index and methylene blue value are lowered, evolving toward values corresponding to a siltier soil.

3.2.3. Cation exchange capacity and specific surface area

Soils containing clay minerals possess negatively charged particle surfaces that hold exchangeable cations, generally calcium (Ca), potassium (K), magnesium (Mg), and sodium (Na).

These cations can be exchanged between the mineral surface and the pore water solution without a mineral structure change. The amount of exchangeable cations a soil possesses is referred to as its Cation Exchange Capacity (CEC). The cations are required to balance the charge deficiency of clays. CEC depends on clay type and clay content, as well as organic matter content. **Table 3.9** gives the specific surface area, effective CEC and exchangeable cations of the four soils studied.

	B	C	F	N
Effective CEC [cmol ⁺ /kg]	10.26 ± 0.67	12.05 ± 0.76	19.51 ± 0.79	24.81 ± 0.54
Exchangeable Ca [cmol ⁺ /kg]	29.81 ± 1.29	24.96 ± 1.31	165.81 ± 14.59	94.70 ± 3.21
Exchangeable K [cmol ⁺ /kg]	0.65 ± 0.01	0.78 ± 0.03	0.36 ± 0.00	0.48 ± 0.01
Exchangeable Mg [cmol ⁺ /kg]	6.40 ± 0.13	3.40 ± 0.05	4.24 ± 0.19	9.44 ± 0.03
Exchangeable Na [cmol ⁺ /kg]	0.18 ± 0.01	0.59 ± 0.06	0.35 ± 0.03	0.14 ± 0.01
Specific surface area [m ² /g]	21.18	16.98	14.25	28.33

Table 3.9. Effective CEC, exchangeable calcium, potassium, magnesium and sodium, and specific surface area results.

CEC values range from 10.26 to 24.81 cmol⁺/kg. The higher values, 19.51 ± 0.79 and 24.81 ± 0.54 cmol⁺/kg, were found for F and N soils respectively. These results are the highest because of the large amount of exchangeable Ca²⁺ available in the two soils.

The results for the sum of exchangeable cations are greater than the actual CEC, due to the dissolution of salts present in the soil. Preliminary washing of the soil with water must remove these salts and, hence, change the relative proportions of cations in the CEC.

In a previous study, the commonly used geotechnical engineering indices, such as Atterberg limits and methylene blue values, were found to be closely correlated with the CEC [40], which does not appear to be the case here. According to Laribi *et al.* [8], the MB value is, in fact, correlated with the cation exchange capacity of soil particles. No clear link between CEC and methylene blue results could be established either. Finally, unlike the statement of Woodruff and Revil [41], the CEC was not observed to be linearly related to the specific surface area of clay minerals. The absence of obvious correlation between these parameters might come from the amount of calcium in the specimens tested. The correlation observed when considering the sum of exchangeable cations, excluding Ca²⁺, is presented in **Figure 3.40**.

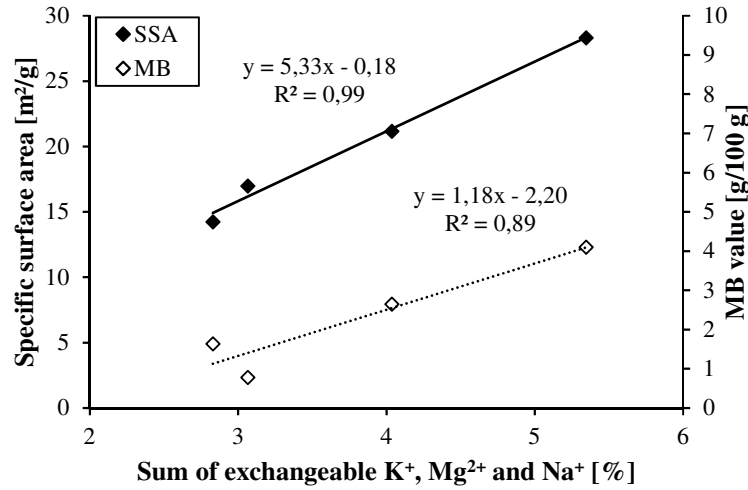


Figure 3.40. Correlation between both specific surface area [m²/g] and methylene blue (MB) value and the sum of exchangeable cations, except for Ca²⁺ in soils.

Thus, the sum of exchangeable K⁺, Mg²⁺ and Na⁺ cations appears to be linearly linked to both specific surface area and MB value.

The specific surface areas, measured by gas absorption, are quite close for the soils studied, ranging from 14 to 28 m²/g. C and F fines show quite low values, respectively 16.98 and 14.25 m²/g, while B and N exhibit higher values (21.18 and 28.33 m²/g respectively). The small crystal size yields a high specific surface area, which promotes high surface reactivity.

According to Meimaroglou and Mouzakis [18], three-layer clays such as smectite and vermiculite have a large specific surface, providing a higher bonding capacity than two-layer clays (e.g. kaolinite). This observation implies that soils B and N contain clays with a stronger swelling potential than C and F do, which is inconsistent with B and C potential mineralogical compositions, where C contains expandable clays that are not present in B. On the contrary, findings for N are consistent since the soil contains montmorillonite minerals.

It should also be noted that, if the nitrogen absorption method is used, the molecules of the gas cannot cover the interlayer surface in expansive layer-silicates, which remain tightly bound under dry conditions, giving low values of specific surface [42].

Some typical values of cation exchange capacities and specific surface areas for fundamental soil colloids are given in **Table 3.10**.

Colloid	Cation exchange capacity [cmol ⁺ /kg]	Specific surface area [m ² /g]
Humus	100-500	variable
Chlorite	10-40	70-100
Illite	10-40	70-150
Kaolinite	1-15	5-30
Smectite	80-120	80-150
Vermiculite	100-200	70-120

Table 3.10. Characteristic properties of soil colloids [43].

Based on the potential mineralogical composition and **Table 3.10**, and using variable CEC and SSA values within the specific range of each colloid, it was possible to estimate theoretical value ranges for both cation exchange capacities and specific surface areas of the four soils studied. The theoretical and the experimental values are given in **Table 3.11**.

Soil	Cation exchange capacity [cmol ⁺ /kg]		Specific surface area [m ² /g]	
	Theoretical estimations	Experimental results	Theoretical estimations	Experimental results
B	1-8	10.26 ± 0.67	7-23	21.18
C	7-19	12.05 ± 0.76	12-27	16.98
F	1-6	19.51 ± 0.79	8-20	14.25
N	18-39	24.81 ± 0.54	34-76	28.33

Table 3.11. Theoretical estimations and experimental results for cation exchange capacities and specific surface areas.

The roughly estimated theoretical values are quite satisfactory compared with the experimental values, except for the CEC estimation of F, which is far from the experimental measurement. The large calcite content in the washing fines could be responsible for the CEC overestimation. To a lesser extent, the experimental SSA value for N is somewhat different from the calculated one.

Finally, the specificities of the studied soils might explain the divergence between literature findings and results from the present study. Compared to types of soils commonly used for construction purposes, C and F washing fines exhibited very fine elements and, particularly, relatively low ratios of clay mineral grains to fine particles. The mineralogical composition is of great importance in the water sensitivity of earths. An attempt could have been made to relate the behaviour of earthen materials to their mineralogical clay content. However, since the nature of clay minerals, and therefore their expansive abilities, vary considerably depending on the soil, it would not have been possible to establish a correlation between clay mineral content and plasticity of soils.

The analysis of the geotechnical characteristics in conjunction with the potential mineralogical composition of four soils enabled us to identify some geotechnical parameters that seemed more relevant than others for the characterisation of clayish materials. The selected indicators were

chosen on the basis of consistency between the potential mineralogical composition and the estimated argillaceous content and clay activity quantified by the different geotechnical tests. Therefore, the liquid limit, the cation exchange capacity and the specific surface area appeared as the most reliable properties to explain the water affinity and cohesive capacity of a soil. To discuss this assessment, these three physical soil characteristics, along with the most commonly used 2 μm passing percentage parameter, will be used as criteria for the evaluation of earth-based plaster in both the fresh and hard states. This item will be the subject of the last part of this article.

3.3. Soil properties and behaviour of plasters

This part of the article aims to evaluate the relationship between some physical characteristics of soils and the properties of earth-based plasters in the fresh and hardened states. The fresh state was assessed by determining the water requirement. The mechanical behaviour was measured through shrinkage, and flexural and compressive strengths.

3.3.1. Water content

To establish a potential relationship with the soil properties, the water required to achieve the flow table value of 175 ± 5 mm is plotted versus the percentage of particles passing at 2 μm , the liquid limit, the CEC and the specific surface area in **Figure 3.41**.

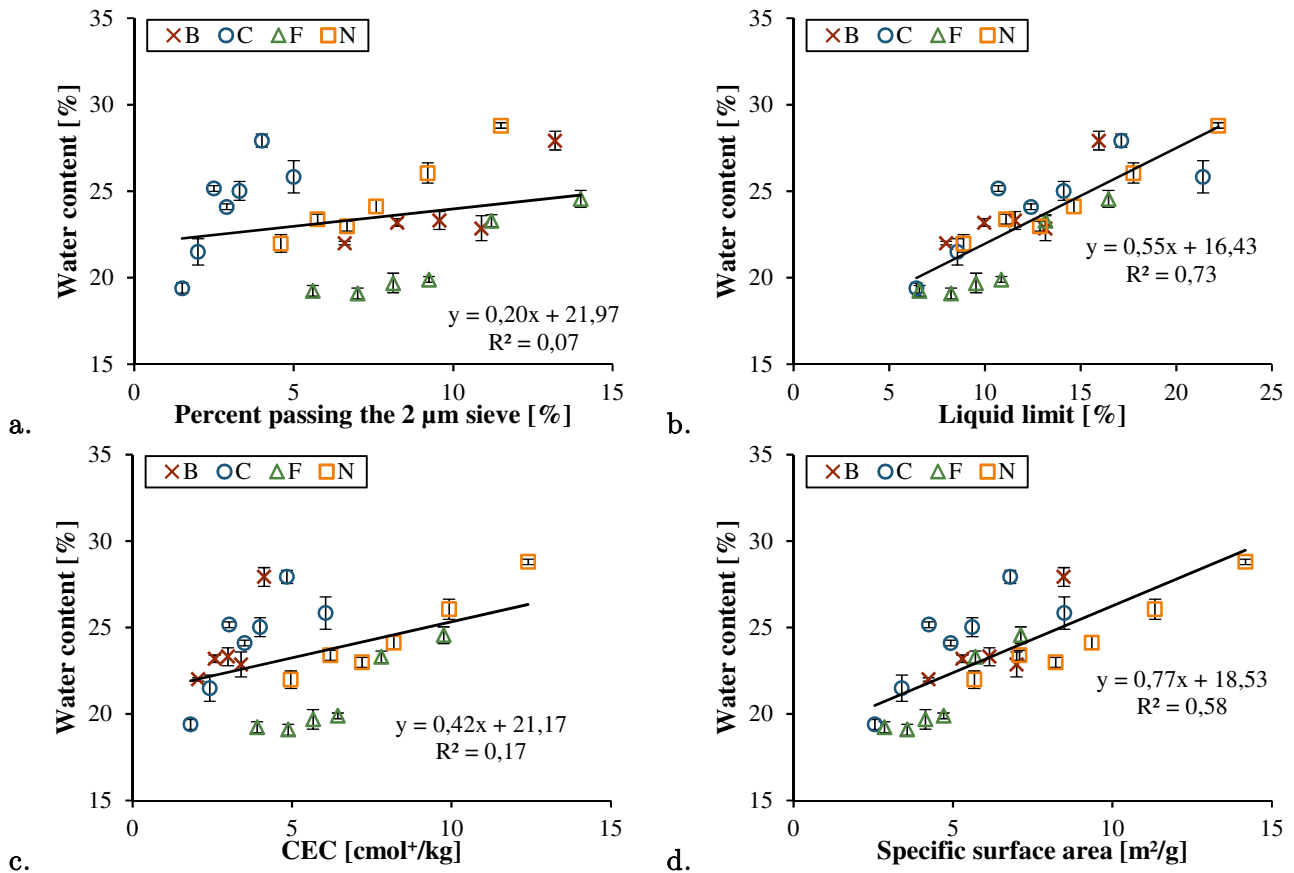


Figure 3.41. Potential dependency of water content in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earthen materials.

The water needed to achieve the target consistency does not appear to be dependent on the percent passing the 2 μm sieve, the CEC or the specific surface area. In contrast, the required moisture content is strongly correlated to LL, as would be expected. The higher the liquid limit, the greater the amount of water required. It is true that, in a very wet state, a fine-grained soil acts as a viscous material, ideal for application as a coating. Thus, the moisture content must be adapted to be close to the liquid limit, which is the minimum moisture content at which a soil flows.

With a lower target consistency (140 ± 0.3 mm at the flow table), Meimaroglou and Mouzakis [18] found that nine out of the twenty-six soils they tested had only $\pm 2\%$ difference between LL and the water added. Therefore, the flow table test could appear to be a promising method for determining the plastic range of soils.

3.3.2. Shrinkage

Linear and volumetric shrinkage were measured and examined in accordance with all the physical soil properties previously evaluated (**Figure 3.42**).

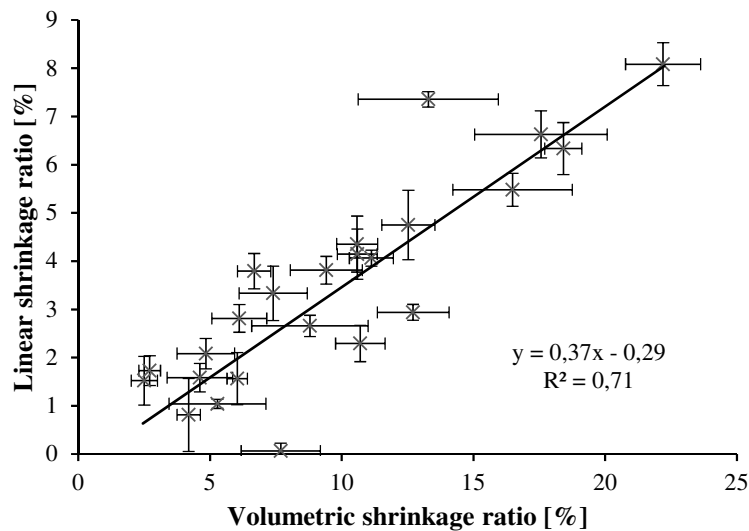


Figure 3.42. Correlation between linear and volumetric shrinkage ratios.

Although the two parameters appear to be linearly dependent on one another and the volumetric shrinkage ratio seems to be the more sensitive parameter, more representative of the total shrinkage than the linear ratio, the relationship between shrinkage ratio and the characteristics of clayish soils was clearer when the linear ratio was considered. The relationship between linear shrinkage ratios of plasters and four geotechnical characteristics are presented in **Figure 3.43**.

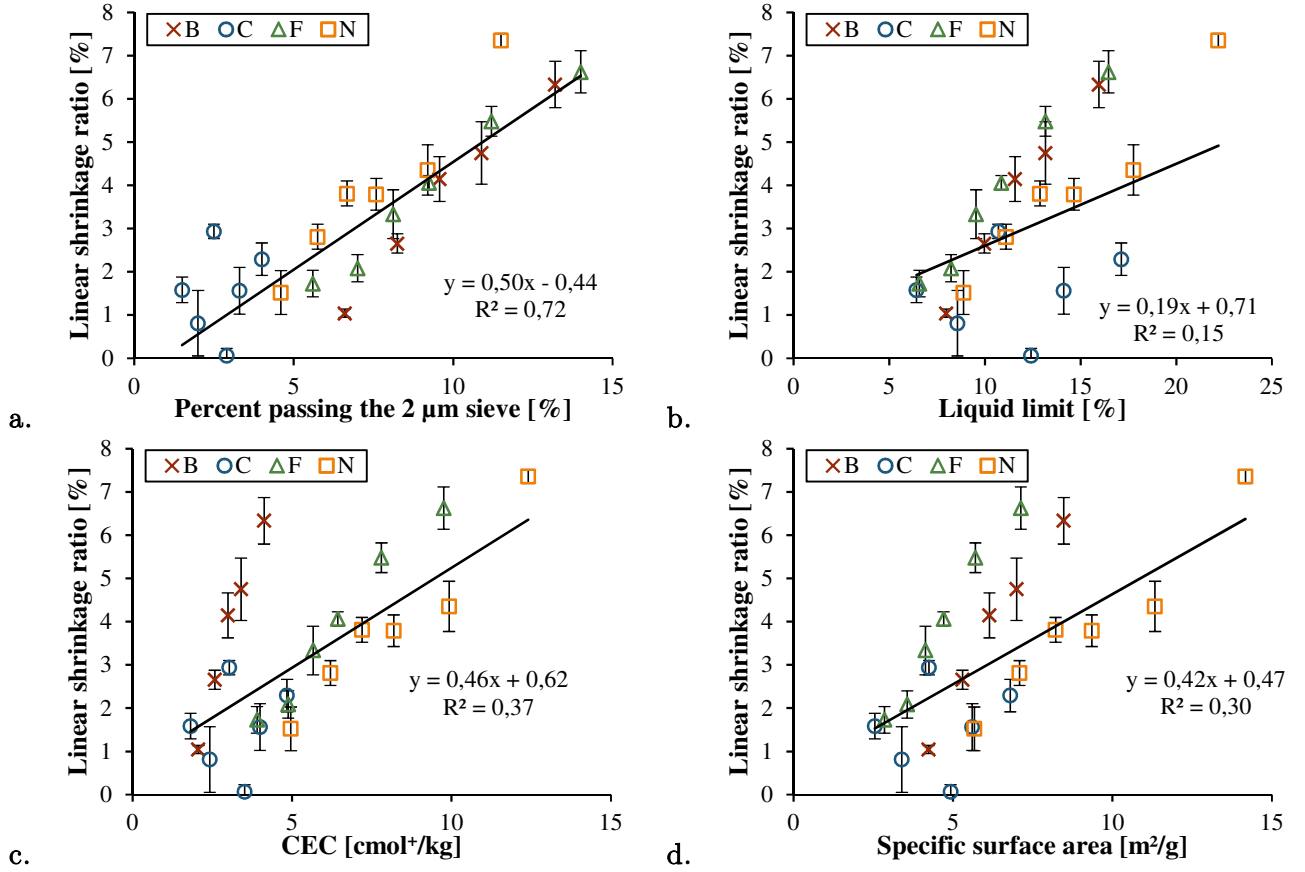


Figure 3.43. Potential dependency of linear shrinkage in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earthen materials.

First, it can be noted that, based on the German standard [22], only 8 out of 25 formulations meet the linear shrinkage requirements, with values lower than 2%. When considering a thin coat application, this threshold value can be increased to 3%, for which 13 out of 25 mix designs are satisfactory.

The shrinkage ratio on prismatic specimens rises linearly with the clay size fraction, confirming the trend reported by Delinière *et al.* [11], Gomes *et al.* [13], Hamard *et al.* [14] and Meimaroglou and Mouzakis [18]. However, it cannot be explained by the amount of binding agent since clay minerals and clay sized grains refer to two distinct types of elements. Yet, this result could be due to other physical phenomena, such as capillary pressures: the capillary forces might be more likely to increase with the increase in smaller grains, bringing the fine soil particles closer to each other and leading to a greater contraction causing mortar shrinkage.

The shrinkage ratio might indicate if the clay is reactive or inert. However, this study revealed no clear correlation between the shrinkage of the plasters and the soil properties linked to their mineralogical composition (**Figure 3.43**). Research findings of Meimaroglou and Mouzakis [18] reached the opposite conclusion: their work demonstrated a stronger dependence of linear shrinkage ratio on CEC than on clay size fraction.

3.3.3. Flexural and compressive strengths

The flexural and compressive strengths measured on prismatic specimens of earth mortars are gathered together in **Figure 3.44**.

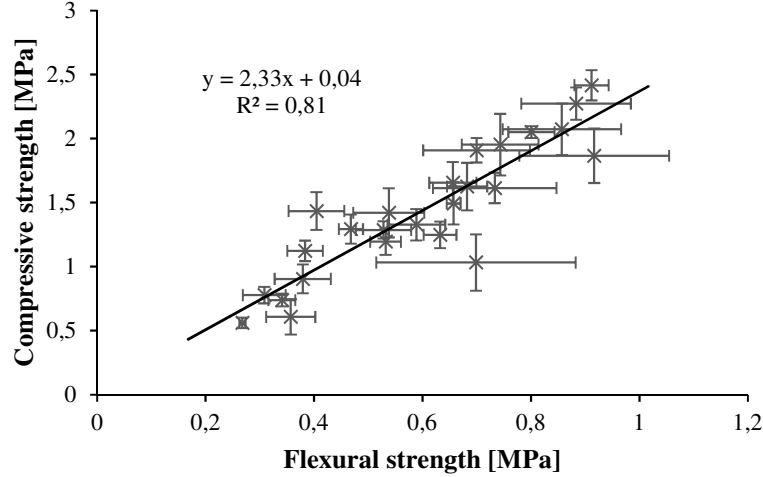


Figure 3.44. Relationship between flexural strength and compressive strength.

The compressive strength of earth-based plasters is strongly related to their flexural strength. Compressive strengths are about 2.4 times higher than flexural resistances. Compressive strength consistently increases as flexural strength increases. A similar order of magnitude of compressive strength to flexural strength ratio have been found in previous works on earth mortars [18], [44]. Other earth building materials, such as extruded earth bricks and compressive earth blocks also exhibit this correlation [44]–[46]. This behaviour is specific to earth-based materials and is very different from values encountered for cementitious materials (ratio of approximately 10). In the case of compressive earth blocks, the three-point-bending test is of special interest for the indirect measurement of compressive strength for in situ quality control. Forces required to induce failure are typically 80-150 times lower than that required to induce failure under uniform compression. Consequently, this indirect measurement of compressive strength is quite achievable under site conditions without resort to sophisticated equipment [45].

Hereafter, only the compressive strength data are presented, but similar analysis regarding flexural strength can be carried out. To investigate the impact of texture as well as the mineralogical composition of soils on the mechanical resistance of earth-based plasters, the compressive strength is plotted as a function of clay size, liquid limit, CEC and SSA in **Figure 3.45**.

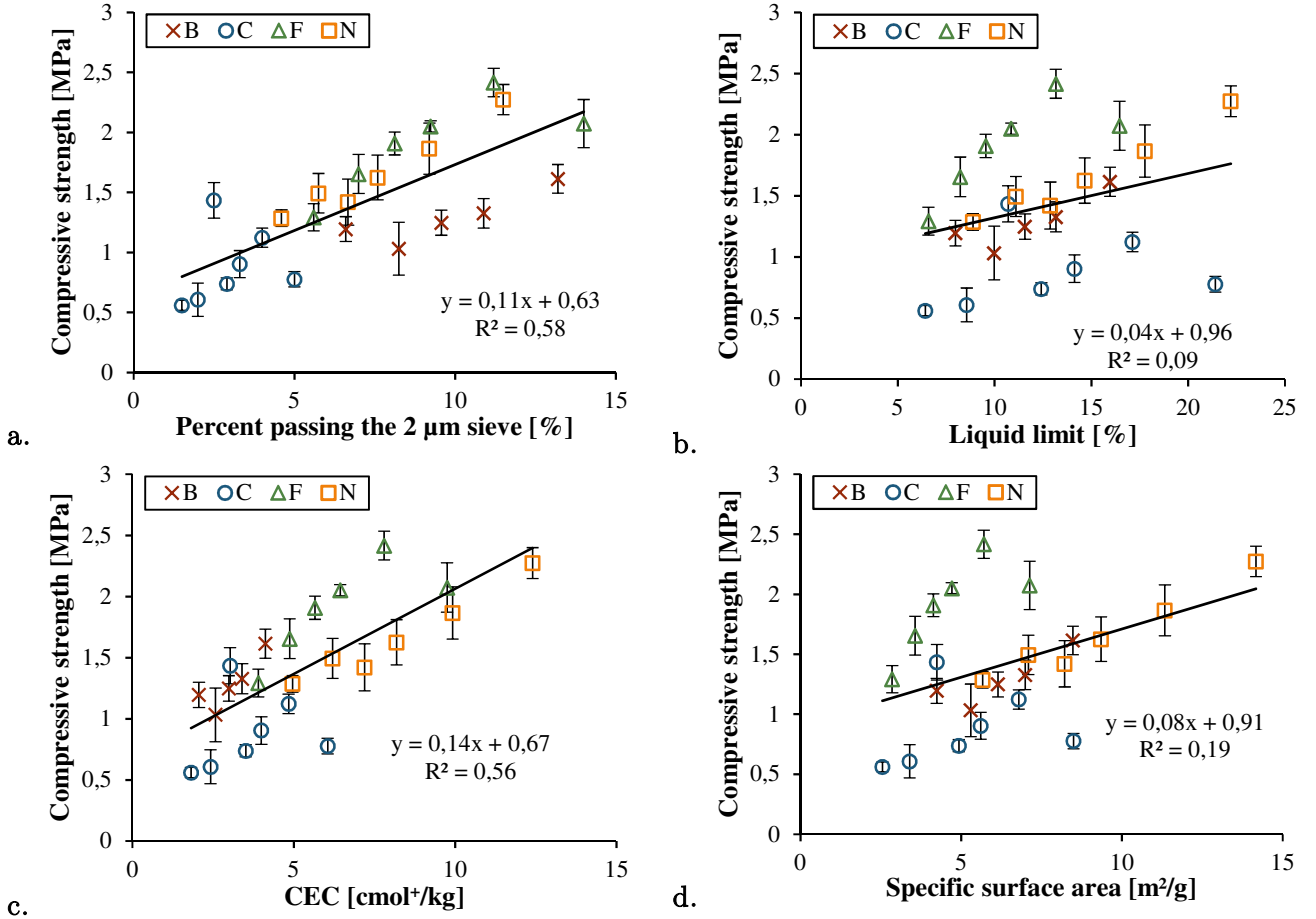


Figure 3.45. Potential dependency of the compressive strength in the percent passing the 2 μm sieve, the liquid limit, the CEC and the specific surface area of earth-based plasters.

The compressive strength increases along with the percent passing the 2 μm sieve. A similar correlation has also been established by Delinière *et al.* [11], Emiroğlu *et al.* [12], Hamard *et al.* [14], Lima *et al.* [15] and Meimaroglou and Mouzakis [18]. Consequently, the mechanical behaviour of plaster appears to be dependent on the granular arrangement, since the finest fraction of soil lowers the volume of voids within the material, yielding a more resistant specimen. These results are consistent with the linear relationship previously established between percent passing the 2 μm sieve and shrinkage ratios: the more compact the grain arrangement, the more resistant the plaster.

The dependence of compressive strength on CEC appears to be just as strong as on its percentage of clay sized grains. Thus, the amount of exchangeable cations enables the binding potential of the clay platelets to be quantified. The higher the CEC (i.e. the quantity of cations), the higher the electrostatic attraction. When two clay platelets are in proximity with each other, divalent and trivalent cations in the space between them attract the negative charges on the clay surfaces, thus forming bridges that hold the platelets together [18]. These findings have also been reported by Meimaroglou and Mouzakis [18].

4. Conclusion

Earth exhibits numerous technical, ecological and economic assets that explain its recent upsurge as a building material. Its ability to buffer indoor moisture variations and to improve the comfort of the building's users makes clayish earth suitable for indoor plastering purposes.

The quantity of clay is frequently employed to explain both the fresh and the mechanical performances of earthen coatings. However, not all clay minerals are smaller than 2 μm , and not all non-clay particles are coarser than 2 μm . Therefore, this texture indicator consistently fails to give full account of the behavioural diversity of soils encountered in earth construction.

This paper has aimed to examine the properties of plasters considering their geotechnical and mineralogical compositions. Four earths were employed to design earthen plasters with variable earth to sand ratios. The behaviour of coatings was assessed through water requirement, linear shrinkage, and flexural and compressive strength.

The first part of the study gave an interpretation of the soils' geotechnical specificities considering the potential mineralogical composition that was established. It became apparent that soil F was mainly composed of ultra-fine particles, including calcite elements, while soils C and N contained high-swelling-potential clay minerals: vermiculite and montmorillonite respectively.

The analysis of the geotechnical characteristics, in conjunction with the potential mineralogical composition, of four soils enabled us to identify three geotechnical parameters that seemed more relevant than others for the characterisation of clayish materials. On the one hand, the clay size percentages did not match any characteristics from the estimated mineralogical composition, especially when very fine soils were used; clay minerals and clay sized grains refer to two distinct types of elements. The size and mineralogical specificities of washing fines might explain the poor correlation between some geotechnical indicators and the mineralogical composition of soils C and F. On the other hand, the PL and MB value determinations are strongly based on methods involving the operator's appreciation and the results are therefore debatable. Thus, the liquid limit, the cation exchange capacity and the specific surface area appear as the most reliable properties to define a soil behaviour.

The second part of the article, providing the relationship between soil properties and plaster performances, showed that the moisture content required to attain the target consistency is strongly correlated with the liquid limit determined in the Atterberg test. The correlations between linear shrinkage, or compressive strength, and percent passing the 2 μm sieve were strong, justifying the widespread use of texture and clay content, in particular for soil classification, and the assessment of earth-based building materials' properties. In addition, the mechanical resistances were found to be linked to the cation exchange capacity of soils.

Further investigations should be undertaken on a greater number of samples with more marked differences in composition to clearly confirm the correlations established here. Future efforts should attempt to establish correlations between the mineralogical composition of earth

and the hygrothermal properties of earth-based plasters. This could enable raw materials to be selected for the development of a good/excellent moisture buffering plaster based on the soil characterisation. Finally, the soil composition may be of interest to explain the variable effects of organic adjuvants on the properties of earth-based plasters.

5. Acknowledgement

The authors would like to thank Marie-Claire Barthélémy from the CIRIMAT (Université de Toulouse, UMR UPS-CNRS-INP 5085, Institut Carnot) for conducting the specific surface area BET measurements.

6. References

- [1] G. Minke, *Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture*, Birkhäuser – Publishers for Architecture. Basel · Berlin · Boston, 2006.
- [2] S. Liuzzi et al., ‘Hygrothermal properties of clayey plasters with olive fibers’, *Construction and Building Materials*, vol. 158, pp. 24–32, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.10.013.
- [3] M. Maddison, T. Mäuring, K. Kirsimäe, and Ü. Mander, ‘The humidity buffer capacity of clay–sand plaster filled with phytomass from treatment wetlands’, *Building and Environment*, vol. 44, no. 9, pp. 1864–1868, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.buildenv.2008.12.008.
- [4] F. McGregor, A. Heath, D. Maskell, A. Fabbri, and J.-C. Morel, ‘A review on the buffering capacity of earth building materials’, *Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Construction Materials*, vol. 169, no. 5, pp. 241–251, Oct. 2016, doi: 10.1680/jcoma.15.00035.
- [5] F. McGregor, A. Heath, A. Shea, and M. Lawrence, ‘The moisture buffering capacity of unfired clay masonry’, *Building and Environment*, vol. 82, pp. 599–607, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.09.027.
- [6] M. Palumbo, F. McGregor, A. Heath, and P. Walker, ‘The influence of two crop by-products on the hygrothermal properties of earth plasters’, *Building and Environment*, vol. 105, pp. 245–252, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2016.06.004.
- [7] J. K. Mitchell and K. Soga, ‘Soil Mineralogy’, in *Fundamentals of Soil Behavior*, 3rd Edition., John Wiley & Sons, Ltd, 2005, p. 592.
- [8] S. Laribi, M. Audiguier, and R. Cojean, ‘Assessing shrink/swell properties of two argillaceous soils from the Paris Basin: a comparison of cation exchange determination methods’, *Bull Eng Geol Environ*, vol. 67, no. 3, pp. 415–424, Aug. 2008, doi: 10.1007/s10064-008-0149-y.
- [9] H. Schroeder, *Sustainable Building with Earth*. Cham: Springer International Publishing, 2016.
- [10] F. Rojat, E. Hamard, A. Fabbri, B. Carnus, and F. McGregor, ‘Towards an easy decision tool to assess soil suitability for earth building’, *Construction and Building Materials*, vol. 257, p. 119544, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.119544.
- [11] R. Delinière, J. E. Aubert, F. Rojat, and M. Gasc-Barbier, ‘Physical, mineralogical and mechanical characterization of ready-mixed clay plaster’, *Building and Environment*, vol. 80, pp. 11–17, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.05.012.
- [12] M. Emiroğlu, A. Yalama, and Y. Erdoğan, ‘Performance of ready-mixed clay plasters produced with different clay/sand ratios’, *Applied Clay Science*, vol. 115, pp. 221–229, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.clay.2015.08.005.
- [13] M. I. Gomes, P. Faria, and T. D. Gonçalves, ‘Earth-based mortars for repair and protection of rammed earth walls. Stabilization with mineral binders and fibers’, *Journal of Cleaner Production*, vol. 172, pp. 2401–2414, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.11.170.

- [14]E. Hamard, J.-C. Morel, F. Salgado, A. Marcom, and N. Meunier, 'A procedure to assess the suitability of plaster to protect vernacular earthen architecture', *Journal of Cultural Heritage*, vol. 14, no. 2, pp. 109–115, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.culher.2012.04.005.
- [15]J. Lima, P. Faria, and A. Santos Silva, 'Earthen Plasters Based on Illitic Soils from Barrocal Region of Algarve: Contributions for Building Performance and Sustainability', *KEM*, vol. 678, pp. 64–77, Feb. 2016, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.678.64.
- [16]F. Stazi, A. Nacci, F. Tittarelli, E. Pasqualini, and P. Munafò, 'An experimental study on earth plasters for earthen building protection: The effects of different admixtures and surface treatments', *Journal of Cultural Heritage*, vol. 17, pp. 27–41, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.culher.2015.07.009.
- [17]E. Hamard, B. Lemercier, B. Cazaciu, A. Razakamanantsoa, and J.-C. Morel, 'A new methodology to identify and quantify material resource at a large scale for earth construction – Application to cob in Brittany', *Construction and Building Materials*, vol. 170, pp. 485–497, May 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.03.097.
- [18]N. Meimaroglou and C. Mouzakis, 'Cation Exchange Capacity (CEC), texture, consistency and organic matter in soil assessment for earth construction: The case of earth mortars', *Construction and Building Materials*, vol. 221, pp. 27–39, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.06.036.
- [19]F. Champiré, A. Fabbri, J.-C. Morel, H. Wong, and F. McGregor, 'Impact of relative humidity on the mechanical behavior of compacted earth as a building material', *Construction and Building Materials*, vol. 110, pp. 70–78, May 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.01.027.
- [20]Y. Millogo, J.-C. Morel, J.-E. Aubert, and K. Ghavami, 'Experimental analysis of Pressed Adobe Blocks reinforced with Hibiscus cannabinus fibers', *Construction and Building Materials*, vol. 52, pp. 71–78, Feb. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.10.094.
- [21]Y. Yukselen and A. Kaya, 'Suitability of the methylene blue test for surface area, cation exchange capacity and swell potential determination of clayey soils', *Engineering Geology*, vol. 102, no. 1, pp. 38–45, Nov. 2008, doi: 10.1016/j.enggeo.2008.07.002.
- [22]DIN, 'Lehmputzmörtel e begriffe, anforderungen, prüfverfahren'. Aug. 2013.
- [23]AFNOR, 'Sols : reconnaissance et essais - Identification granulométrique - Méthode de tamisage par voie humide.' Dec. 01, 1995.
- [24]AFNOR, 'Sols : reconnaissance et essais - Analyse granulométrique des sols - Méthode par sédimentation'. May 1992.
- [25]AFNOR, 'Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 12 : Détermination des limites d'Atterberg'. Aug. 2005.
- [26]AFNOR, 'Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 9 : Qualification des fines - Essai au bleu de méthylène'. Jun. 2013.
- [27]AFNOR, 'NF EN 1015-3', Sagaweb, Oct. 1999. <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=aDFKM8th9aw1> (accessed Oct. 24, 2018).
- [28]AFNOR, 'Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 11 : Détermination de la résistance à la flexion et à la compression du mortier durci'. Sep. 2000.
- [29]D. M. Moore and R. C. Reynolds, *X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*, Second. Oxford; New York: Oxford University Press, 1997.
- [30]V. Maniatidis and P. Walker, 'A review of rammed earth construction for DTi Partners in Innovation Project "Developing Rammed Earth for UK Housing"', University of Bath, May 2003. Accessed: Aug. 07, 2020. [Online]. Available: <https://people.bath.ac.uk/abspw/rammedearth/review.pdf>.
- [31]M. I. Gomes, T. D. Gonçalves, and P. Faria, 'Unstabilized Rammed Earth: Characterization of Material Collected from Old Constructions in South Portugal and Comparison to Normative Requirements', *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 8, no. 2, pp. 185–212, Mar. 2014, doi: 10.1080/15583058.2012.683133.

- [32]J.-E. Aubert, A. Marcom, P. Oliva, and P. Segui, ‘Chequered earth construction in south-western France’, *Journal of Cultural Heritage*, vol. 16, no. 3, pp. 293–298, May 2015, doi: 10.1016/j.culher.2014.07.002.
- [33]A. Laborel-Préneron, J. E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, and A. Bertron, ‘Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review’, *Construction and Building Materials*, vol. 111, pp. 719–734, May 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119.
- [34]T. H. Brown, ‘Part 7 - Geotechnical’, in *Highway Engineering*, D. J. Findley, B. J. Schroeder, C. M. Cunningham, and T. H. Brown, Eds. Butterworth-Heinemann, 2016, pp. 519–572.
- [35]G. W. Gee, ‘Texture’, in *Encyclopedia of Soils in the Environment*, Elsevier, 2005, pp. 149–155.
- [36]A. W. Skempton, *Selected Papers on Soil Mechanics*. Thomas Telford, 1984.
- [37]V. N. Kaliakin, ‘Example Problems Related to Soil Identification and Classification’, in *Soil Mechanics*, Elsevier, 2017, pp. 51–92.
- [38]F. G. Bell, ‘Lime stabilization of clay minerals and soils’, *Engineering Geology*, vol. 42, no. 4, pp. 223–237, Jul. 1996, doi: 10.1016/0013-7952(96)00028-2.
- [39]Laboratoire Central des Ponts et Chaussées and Service d’Études Techniques des Routes et Autoroutes, *Guide technique - Réalisation des remblais et des couches de forme*, 2ème Édition. 2000.
- [40]M. Khorshidi and N. Lu, ‘Determination of Cation Exchange Capacity from Soil Water Retention Curve’, *Journal of Engineering Mechanics*, vol. 143, p. 04017023, Feb. 2017, doi: 10.1061/(ASCE)EM.1943-7889.0001220.
- [41]W. F. Woodruff and A. Revil, ‘CEC-normalized clay-water sorption isotherm’, *Water Resources Research*, vol. 47, no. 11, 2011, doi: 10.1029/2011WR010919.
- [42]J. C. Santamarina, K. A. Klein, Y. H. Wang, and E. Prencke, ‘Specific surface: determination and relevance’, vol. 39, p. 9, 2002.
- [43]N. C. Brady and R. R. Weil, *The Nature and Properties of Soils*, 15th Edition. Pearson, 2016.
- [44]J. Aranguren, F. Vieux-Champagne, M. Duriez, and J.-E. Aubert, ‘Experimental analysis of timber inclusions effect on paraseismic behavior of earth masonry walls’, *Engineering Structures*, vol. 212, p. 110429, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.engstruct.2020.110429.
- [45]J.-C. Morel, A. Pkla, and P. Walker, ‘Compressive strength testing of compressed earth blocks’, *Construction and Building Materials*, vol. 21, no. 2, pp. 303–309, Feb. 2007, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2005.08.021.
- [46]J. C. Morel and A. Pkla, ‘A model to measure compressive strength of compressed earth blocks with the “3 points bending test”’, *Construction and Building Materials*, vol. 16, no. 5, pp. 303–310, Jul. 2002, doi: 10.1016/S0950-0618(02)00023-5.

Synthèse et transition

Le matériau terre, extrait directement de terrains naturels ou co-produit de la transformation de granulats en carrière (fines de lavage), peut être employé pour la réalisation d'enduit terre dès lors qu'un dosage adapté est défini. La formulation doit tenir compte de la quantité et de la nature minéralogique des argiles présentes dans la terre et elle doit être appréciée au regard des propriétés à l'état frais et durci de l'enduit.

Le potentiel de la limite de liquidité, de la capacité d'échange cationique et de la surface spécifique à prédire le comportement des argiles dans un enduit a été souligné par l'établissement d'une composition minéralogique potentielle des terres. La teneur en argile granulométrique, grandeur largement employée pour caractériser un sol, prédit de manière satisfaisante le comportement au séchage et la résistance en compression des enduits terre. Toutefois, cette aptitude ne peut être attribuée à la capacité du passant à 2 μm à estimer la quantité d'argiles minéralogiques dans le sol. La fiabilité de ce paramètre s'expliquerait plutôt par l'accroissement de phénomènes physiques, comme la pression capillaire, avec la teneur en éléments fins dans le sol.

Utiliser l'affinité des argiles avec la matière organique permet, dans une certaine mesure, de disperser les argiles sans augmenter le besoin en eau, renforcer leurs propriétés colloïdales ou diminuer leur sensibilité à l'eau.

Bien que les résultats des essais préliminaires n'aient été présentés pour cet adjuvant vert, le carbonate de glycérol présente un potentiel élevé pour la stabilisation des terres. Une phase expérimentale exploratoire a permis de mettre en évidence la capacité du carbonate de glycérol, présentant des propriétés tensio-actives (i.e. qui abaissent la tension superficielle de l'eau), à réduire les variations volumiques au séchage.

Par ailleurs, le renforcement des enduits par des fibres végétales permet une réduction des risques de fissuration pour les quatre mortiers étudiés. Cette adjonction est ainsi retenue pour limiter la fissuration et peut être employée en association avec un adjuvant organique (le carbonate de glycérol) pour garantir le comportement à l'état durci des enduits riches en argiles. De la même manière que pour les agroressources, l'utilisation de terres locales s'avère essentielle pour la formulation de matériaux de construction à faible impact environnemental. Ainsi, parmi les terres étudiées dans cette troisième partie, des fines de lavages fournies par une carrière locale sont employées.

Chapitre 4.

Paroi bicouche bio et géosourcée

Préambule

Les travaux précédemment réalisés ont permis de définir un matériau d'isolation répartie performant d'un point de vue hygrique et compatible avec une application sous forme de blocs autoporteurs en remplissage d'une structure porteuse. Habituellement, les parois en béton végétal sont revêtues de chaque côté pour satisfaire à des exigences esthétiques principalement. La couche de finition appliquée à la surface participe alors intégralement au comportement hygrothermique du mur et doit donc être prise en compte dans la recherche d'amélioration des performances énergétiques et de confort des usagers.

Contraints par la limitation de la fissuration et l'adhérence nécessaire au support d'application, les dosages en argiles des terres employées en enduit sont généralement limités. Toutefois, la stabilisation des sols par des adjuvants organiques et additions végétales permet le développement d'enduits riches en argiles sans compromettre leur comportement à l'état frais et durci. À partir de terre argileuse disponible localement, de fibres végétales et de carbonate de glycérol, une recherche d'optimisation de la teneur en argile est entreprise et présentée dans cette partie.

Dans la dernière phase de ce travail, les deux matériaux retenus sont associés pour ainsi constituer une paroi bicouche aux performances hygrothermiques a priori élevées. La caractérisation expérimentale des propriétés hygrothermiques de chacune des épaisseurs de la paroi est utilisée pour tenter de prédire, à partir d'un modèle de simulation numérique existant, le potentiel d'atténuation des variations hygriques intérieures. Des mesures expérimentales de la capacité tampon hygrique de la paroi optimisée sont également réalisées. Les résultats de cette étude sont rassemblés dans un article soumis dans *Energy and Buildings*.

Article D. Optimisation of the moisture buffer capacity of a bilayer bio- and geo-based wall

Submitted to *Energy and Buildings*, in October 2020.

Méryl LAGOUIN¹, Aurélie LABOREL-PRÉNERON¹, Camille MAGNIONT¹, Sandrine GEOFFROY¹, Jean-Emmanuel AUBERT¹

¹ LMDC, Université de Toulouse, INSA, UPS, France

HIGHLIGHTS.

- sunflower-based concrete is highly hygroscopic and has self-insulating properties;
- glycerol carbonate limits shrinkage of earth plasters;
- clay-rich earth plaster exhibits higher sorption and moisture buffer capacity;
- a coupled heat and moisture transfer model satisfactorily estimates MBV.

ABSTRACT. The hygrothermal behaviour of bio- and geo-based bilayer wall assemblies is investigated. The highly hygroscopic nature and thermal insulating properties of a sunflower-based concrete make it a promising building material. However, vegetal concretes are usually coated to satisfy aesthetic requirements. Therefore, the finishing layer is taken into consideration when investigating the hygrothermal behaviour of a wall. To improve the heat and mass storage and transport properties, without jeopardizing the general behaviour of plasters, an organically admixed mortar formulation was developed and the hygrothermal properties of each layer (sunflower concrete and plaster) were determined experimentally. The data were included in a coupled heat and moisture transfer 1D-model developed by Seng *et al.* [1], which was applied to simulate the hygrothermal behaviour of the sunflower concrete specimen coated with earth plaster. The comparison of numerical moisture buffer values with experimental data for the wall assembly gave satisfactory results in spite of the heterogeneity of the materials and the experimental uncertainty. As expected, the numerical results show that the bilayer structure with the optimised plaster exhibits higher moisture buffer capacities than one with the reference formulation.

KEYWORDS. bio-based concrete, earthen plaster, bilayer wall, hygrothermal properties, moisture buffer value, simulation.

1. Introduction

The use of environmentally friendly materials with good thermal and hygroscopic properties appears to be a good way of reducing the environmental impact of buildings. Among such materials, bio-based concretes exhibit satisfactory thermal properties and, more importantly, high hygric abilities. Their thermal conductivity is approximately 0.1 W/(m.K) [2]–[21], so these

composites can be considered as self-insulating materials. Moreover, the use of such material buffers indoor humidity, delays the transmission of outside climate variations and improves indoor air quality more efficiently than other traditional walls: its water vapour resistance factor usually ranges from 5 to 12 [8], [13], [15], [21]–[26] and its Moisture Buffer Value (MBV) is higher than 2 g/(m².%RH) [23]–[25], [27]–[30]. Hence, vegetal concretes help to reduce energy needs while maintaining good indoor comfort.

Nevertheless, in practice, bio-based concrete walls are coated for aesthetic reasons and the use of coating or inner layers can influence the moisture buffering ability of the vegetal concrete wall.

Since they are less porous than vegetal concretes, plasters present higher thermal conductivity and vapour resistance factor, and weaker hygroscopic behaviour [31]. Consequently, the coating induces an additive vapour resistance that reduces and delays the vapour transfer through the wall [32], [33]. However, it does not stop the sorption-desorption and/or the evaporation-condensation phenomena in vegetal concrete, preserving their breathing properties as underlined by Collet and Prétot [32], [34] and Aït Ouméziane *et al.* [35].

As the storage and transfer potentials are altered by the presence of a plaster, the moisture buffering capacity of the multi-layer structure is likely to decrease. Colinart *et al.* [31], Maalouf *et al.* [36] and Tran Le *et al.* [37] have shown that the use of a less hygroscopic material on the surface of a vegetal concrete wall lowers the vapour exchange between the wall and the atmosphere inside the room. The ability of the wall to attenuate ambient variations in relative humidity is thus reduced by 15 to 50%; the humidity amplitude is greater in the presence of a plaster [31], [36]–[38]. However, Latif *et al.* [28] pointed out that adding 18 mm of lime plaster did not significantly reduce the MBV of lime-hemp concrete. The coating did not compromise the water capacity of the bio-based wall, which remained excellent. The numerical simulations by Evrard and De Herde [39] on hemp concrete characterised by Evrard [13] seem to agree with this observation.

The thickness of coating plays a key role in the capacity of the wall to capture, transfer and store moisture [33], [35]. For a given coating formulation, numerical simulations show that the increase in thickness lowers the quantity of moisture in the vegetal concrete: the relative humidity in hemp concrete, at a depth of 8 cm, decreased by 45 to 47% when the plaster thickness increased from 3 to 5 cm [35].

Regarding mix design, sand-lime or hemp-lime coatings are usually applied to bio-based walls. Their higher porosity gives lime-based plasters stronger sorption capacities than conventional ones [33], [40]. The ability to mitigate hygric variations is more marked inside the wall when the pores are interconnected and the water vapour permeability of the plaster is high. Among the coatings applied and characterised, earth-based plasters showed the best performances in terms of moisture buffer capacity, comfort, and energy consumption [38], [41]. The clay-based formulations appear to be promising and should therefore be favoured for the coating of walls made of vegetal concrete.

The limited environmental impact [42] and the positive effect of earth plasters on hygric comfort [29], [43], [44] have already been proved. As hygric regulators, clayish plasters are

considered as good, or even excellent, their MBV ranging from 1.1 to 3.7 g/(m².%RH) [29], [43], [44]. The moisture buffering effect of unfired clay plaster has demonstrated the strong influence of clay content and the mineralogy involved on indoor humidity. The works of McGregor *et al.* [44] and Palumbo *et al.* [45] consider that the nature of the soil (grain size and mineralogy) has a major effect on the MBV. Kaolinite-based materials exhibited a limited buffering ability compared to coatings formulated with clays having stronger sorption properties [45].

The work reported in the present paper aimed to develop a high-performance hygrothermal bilayer wall composed of a sunflower-based concrete coated with an earth plaster. The choice of the two constitutive materials of the wall for this study was based on previous works [46], [47], in which the formulations have demonstrated their high potential as self-insulating/self-supporting wall filling material and interior plaster, respectively. Their performance as components of a bilayer structure is discussed here.

The two layers are characterised individually in the first part of this article, regarding their water sorption and vapour permeability behaviours as well as thermal conductivity and specific heat capacities. The second part of the study is dedicated to the assessment of the assembly with both experimental and numerical approaches for the estimation of the buffering potential of such a bilayer structure.

2. Materials and methods

2.1. Sunflower-based concrete

2.1.1. *Sunflower bark aggregates*

The bio-aggregates were obtained after harvesting, grinding and mechanical separation. In fields located in the Hautes-Pyrénées (France), sunflower stalks are harvested and the leaves are pulled off manually. After a drying step, the stalks are ground in a hammer mill equipped with a 32 mm diameter grid. In a final separation phase, a tilted conveyor belt and a blowing system are used to separate the pith from the bark, the two main layers of the stem from the centre to the outside. The bark particles are then sieved using a 1 mm grid.

2.1.2. *Metakaolin-based pozzolanic binder*

A metakaolin-based pozzolanic binder was employed for the design of vegetal concrete. The metakaolin used for this study was produced by flash calcination of kaolinite at 700°C. Like all pozzolanic materials, in the presence of water, metakaolin reacts with calcium hydroxide to form a binding material. Thus, to formulate the binder, local metakaolin was combined with a commercial slaked lime in proportions determined to optimise binding properties [48]. Finally, to improve the performance of the composite at early age, potassium sulfate was added (2.9% of the binder weight). K₂SO₄ is a chemical activator that encourages ettringite formation and accelerates the pozzolanic reaction [48]. In addition, a superplasticizer was introduced into the water (1.65% of the water weight) to improve mortar workability. The water to binder ratio was set at 0.55.

2.1.3. Design and manufacturing of vegetal concrete

Previous work led to the definition of the design and manufacturing procedure for the vegetal concrete produced here [46]. The Metakaolin-Sunflower concrete was produced with an aggregate to binder weight ratio of 0.43 and a water to binder weight ratio of 0.99. Mix proportions of water were adjusted according not only to the water requirement of the binder to provide similar workability but also the aggregate water absorption capacity. The following method was employed:

- the bark was put in the mixer and water was then added for pre-wetting;
- the blend was mixed for 2 minutes;
- anhydrous components were then introduced and mixing water was added (with the superplasticiser). The blend was mixed until a homogeneous mixture was obtained;
- finally, the mould was filled in 3 layers, each compacted by vibration.

Vegetal concrete specimens were manufactured in cylindrical moulds 11 cm in diameter and 6 cm in length for water vapour permeability tests, and cast in 15 cm x 15 cm x 15 cm moulds for moisture buffering tests. The moulds were removed from the concrete samples in two phases. First, the mould was opened at both ends of the specimen 7 days after concrete pouring. Then, 48 days later, the samples were completely demoulded. The specimens were stored at laboratory ambient temperature and relative humidity conditions for 28 days ($23 \pm 3^\circ\text{C}$ and $50 \pm 6\%$ RH). When cured, the cubic specimens were cut into smaller samples according to the test requirements.

2.2. Unfired clay plasters

2.2.1. Earth

The soil selected for this study was investigated in previous work [47]. It was composed of quarry fines from aggregate washing processes. These fines, smaller than 0.1 mm, were by-products generated by the washing of coarser aggregates, the sludge created being left in sedimentation basins. The fines were collected directly from the sedimentation basins of a local quarry, in the southwest of France. They were brownish-grey in colour.

2.2.2. Admixtures

The combination of two admixtures, Flax Fibre (FF) and Glycerol Carbonate (GC), was tested here to develop a high-clay-content earth plaster.

Previous work to evaluate the potential of organic stabilisers had demonstrated that, among six admixtures, only flax fibre showed sufficient crack reduction to meet the aesthetic and mechanical requirements for indoor plastering.

This study also explores the effects of glycerol carbonate addition. This additive was prepared from a renewable raw material, glycerol, which is generated by the chemical conversion of vegetable oils. Glycerol is thus a co-product in the industrial productions of fatty acids (surface active agents) and of biodiesel [49]. Glycerol carbonate was used by Magniont *et al.* [49] as a

green admixture in a hydraulic lime and metakaolin-based binder. This work demonstrated the positive effect of glycerol carbonate on the reduction of shrinkage: thanks to its low surface tensions in the capillary fluid, the level of microcracking was significantly reduced.

2.2.3. Design and manufacturing of earth plasters

The earth plasters studied were composed of earth, a siliceous river sand (0-2 mm) and tap water. Various proportions of sand and water were mixed with the earth to design a valid plaster regarding shrinkage cracks. The plaster with the highest earth to sand ratio that did not exhibit cracks was selected as the reference formulation. The selected formulation was designed with 15% earth content (i.e. soil to sand ratio of 1:6.5).

In all cases, mortars were prepared by using the mixing procedure:

- mix the clay and sand at low speed;
- add water to the solid phase and adjust the amount to ensure a flow table value of 175 ± 5 mm as proposed in the German standard [50], while mixing at low speed;
- mix the mortar at higher speed;
- stop the mixer and leave the mixture to rest for a few minutes;
- complete mixing at high speed.

When required, glycerol carbonate was mixed with water before being incorporated into the solid phase. In contrast, fibres were added directly into the wet mixture. The water content of fresh plaster was measured by drying at 60°C.

2.3. Procedures

2.3.1. Shrinkage cracking assessment

Shrinkage was evaluated on two 25 x 25 cm² and 1 cm thick plaster samples per formulation. A commercial fibrewood rigid panel was used as the substrate. This material was soiled and sprayed with water in advance. Once dry, the substrate was lightly and evenly water sprayed again, immediately before the application of a plaster coating.

The presence or absence of cracks in the specimens after drying was detected by both naked eye observation and image analysis. The cracking assessment was processed by numerical isolation of the fissures using Matlab and a specific algorithm. Regarding the segmentation of the images into grey levels, the same Particle Swarm Optimisation (PSO) segmentation algorithm as in [51] was implemented in the Matlab program. Developed by Kennedy and Eberhart [52], the segmentation method was employed in an improved form: Fractional-Order Darwinian Particle Swarm Optimisation (FODPSO) [53]. In addition to the PSO algorithm, a large number of filters and statistical calculations were added to increase the precision of the cracking detection: background adjustment, morphological, filtering on circularity factor and minimum area. The different steps of the analysis are summarised in Figure 4.1. This work enabled the cumulative developed length of cracks to be characterised quantitatively.

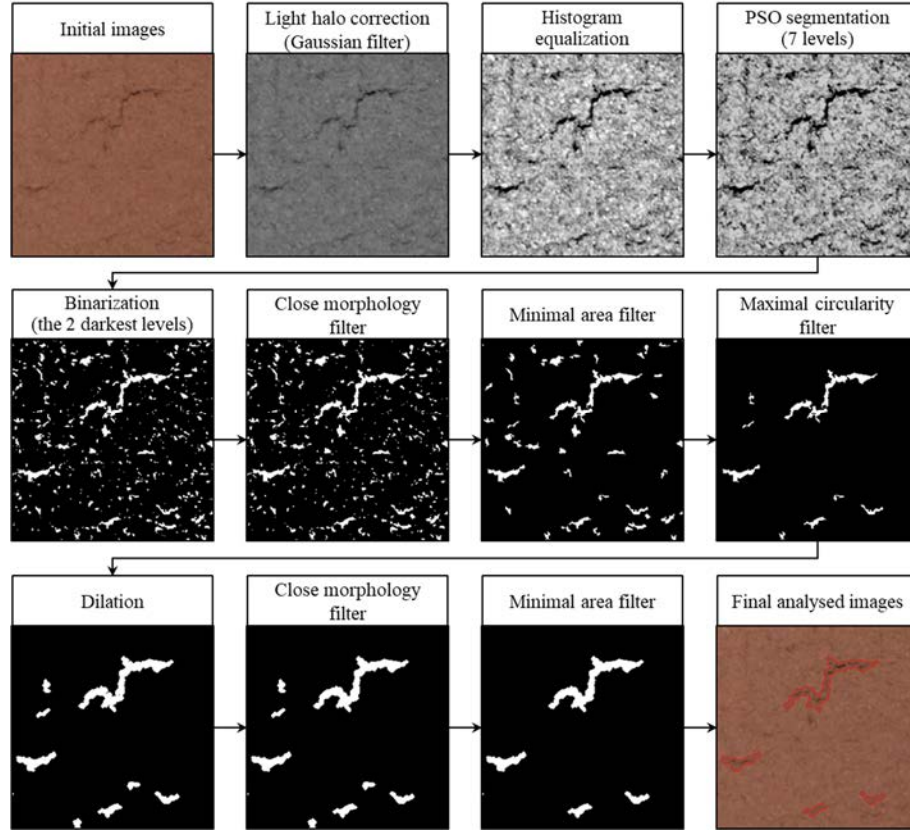


Figure 4.1. Matlab software analysis steps.

The shrinkage test was conducted according to the procedure proposed in [54]: an earth plaster is considered to be of acceptable mechanical quality if, after shrinkage, there are no cracks through which water can penetrate into the wall and if the plaster is not detached (even partially) from the substrate.

2.3.2. Coating adherence

The shear test aimed to evaluate the bond of an earth plaster with the bio-based concrete wall. A tensile stress was applied by a direct load perpendicular to the surface of plastering mortar on the substrate. The tensile load was applied to a circular specimen by means of a bucket suspended on the test area of the mortar surface by a cord. This system ensured good contact with the upper part of the specimen without any contact with the wall. Samples were loaded by a 2 kg device, which corresponded to the plaster self load with a safety coefficient of 10, considering a thickness of 30 mm. If, after 30 seconds, all specimens resisted the load, it was considered that the substrate had been well prepared and that the mortar was of sufficient quality [55].

2.3.3. Mercury porosimetry

Mercury Intrusion Porosimetry (MIP) consists of applying pressure to force mercury into the voids of a porous material, as mercury does not wet most substances and will not spontaneously penetrate pores by capillary action. The mercury fills the largest pores first. As pressure increases, the filling proceeds to smaller and smaller pores.

The Young-Laplace equation relates the applied pressure to the diameter of the pore (assumed to be cylindrical) using the contact angle between the mercury and the material, and the surface tension:

$$r = \frac{2\gamma\cos\alpha}{P}$$

r , radius of pores [m],

γ , surface tension of mercury [N/m],

α , contact angle of mercury with the material [°],

P , imposed pressure [Pa].

Tests were performed using an AutoPore IV 9500 (Micromeritics) mercury porosimeter, which has a measuring range of 0.0007-420 MPa. Common values of γ and α were used [56]–[58]: the mercury surface tension was 485 J/m² and the contact angle was 140°. The contact angle, α , was assumed to be constant during intrusion and extrusion. Total porosity and pore size distribution were obtained over the entire operating diameter range (from 0.4 nm to 400 µm). Before testing, samples were dried in an oven at 50°C.

Two samples of each material were tested to check that the mercury intrusion behaviour was similar for both.

2.3.4. Hygric properties

Sorption isotherms

Dynamic Vapour Sorption (DVS) is a gravimetric technique that measures the amount of water that is adsorbed by a sample at equilibrium. First, the test specimens were dried in the DVS for 3 hours at 60°C. The sorption isotherm was measured at 23°C, according to the standard EN NF ISO 12571 [59]. The amount of water adsorbed was measured at successive stages of increasing relative humidity: 0, 20, 40, 60, 80 and 95% RH. The water content was calculated from the dry mass of the specimen. For each step, moisture balance was considered to be reached in the specimen when the mass variation [%] over the period of time (dm/dt) was less than 5.10⁻⁵%/min over a ten-minute period or in a maximum time interval of 720 min for the first three steps, 1440 min for 60 and 80% RH and 2160 min for the last step.

Water vapour permeability

Tests were performed on three cylindrical specimens 6 cm in height and 11 cm in diameter. Both the wet and dry cup methods were applied as specified in standard NF EN ISO 12572 [60]. Before testing, samples were stored and were initially in equilibrium with air at 25 ± 1°C and 60 ± 5% RH. The criterion for equilibrium was that the weight of the sample must have stabilized so that two successive daily determinations (24 hours apart) of the weight agreed to within 0.1% of the mass of the test specimen.

The specimen was positioned in an aluminium cup in such a way as to avoid contact with the saline solution, which was placed at the bottom of the cup (**Figure 4.2**). The whole set-up was

surrounded by an aluminium tape at the junction of the support and the specimen. The system was placed in a climatic chamber regulated at $25 \pm 1^\circ\text{C}$ and $60 \pm 5\%$ RH and ventilated so that the air velocity at the surface of each specimen was greater than 2 m/s. The relative humidity in the cup was controlled by a saturated salt solution of potassium nitrate ($93.58 \pm 0.55\%$ at 25°C) for the wet cup and of sodium hydroxide ($8.24 \pm 2.1\%$ at 25°C) for the dry cup, while the relative humidity around the cup was controlled by air conditioning. The gradient of relative humidity created an outgoing flow of water vapour in the case of the wet cup and an incoming flow with the dry cup.

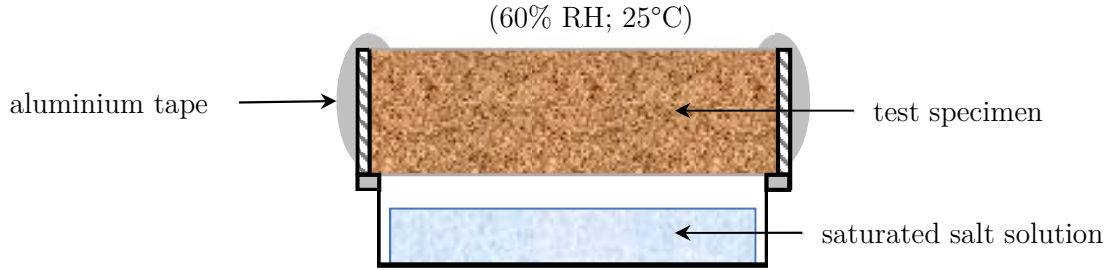


Figure 4.2. Test cup scheme adapted from Vololonirina and Perrin [61].

The systems were weighed regularly until a steady-state vapour flux was reached. The transmission rate of water vapour through the sample, G , determined by linear regression of the kinetics of mass and the water vapour permeability, δ_p , was then deduced:

$$G = \frac{\Delta m}{\Delta t}$$

$$\delta_p = \frac{e}{\frac{A \cdot \Delta P_v}{G} - \frac{d_a}{\delta_{p,a}}}$$

where G is the mass flow rate [kg/s],

Δm , mass variation [kg],

t , time [s],

$\delta_{p,a}$, water vapour permeability [kg/(m.s.Pa)],

d , thickness of the specimen [m],

d_a , thickness of the air gap [m]

A , exposed surface area [m²],

ΔP_v , vapour pressure difference [Pa].

The vapour pressure was calculated using:

$$P_v = (RH_2 - RH_1) * 610.5 * e^{\frac{17.269T}{237.3+T}}$$

where RH_1 and RH_2 are the relative humidity inside and outside the cup, respectively [%], T is the temperature [K] and $\delta_{p,a}$ is the water vapour permeability in air [kg/(m.s.Pa)]. The air

permeability can be expressed by the Schirmer formula. At 25°C and standard atmospheric pressure, $\delta_{p,a} = 1.96 \cdot 10^{-10} \text{ kg}/(\text{m.s.Pa})$.

The water vapour diffusion resistance factor, μ , corresponds to the ratio of the diffusion coefficients of water vapour in air and in the building material. Thus, it represents the factor by which the vapour diffusion in the material is impeded with respect to diffusion in stagnant air. For very permeable materials, such as mineral wool, the resistance factor is close to 1 whereas impermeable materials show a much higher value. For instance, polyethylene sheet resistance factor ranges from 50 000 to 320 000.

Moisture buffer value

The moisture buffering performances of the specimens were assessed according to the NORDTEST protocol [62]. Measurements were conducted on $7.5 \times 7.5 \times 15 \text{ cm}^3$ specimens of bio-aggregate-based materials coated with 1 cm of earth-based plaster. Before testing, the test specimens were sealed on all but the coated side with aluminium tape. Then they were stored and initially in equilibrium with the air at $23 \pm 5^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\% \text{ RH}$. The test specimens were placed in a climatic chamber where the air velocity was about $0.1 \pm 0.05 \text{ m/s}$, set to expose samples to a daily relative humidity cycle (8 hours at 75% RH - 16 hours at 33% RH). The temperature was kept constant at 23°C.

The weight gains and losses of samples were tracked with an accuracy of 0.01 g using an adaptation of the NORDTEST protocol: instead of the frequently recommended technique, the samples were weighed twice per cycle, immediately before the change of RH step, to minimize the disturbances caused by frequent opening of the climatic chamber.

The NORDTEST protocol determined the MBV value at the steady state, i.e. when, for three consecutive cycles, the material satisfied the following conditions: change in mass, Δm [g], less than 5% between the last three cycles; and difference between weight gain and weight loss within each cycle less than 5% of Δm . In each cycle, Δm was determined as the average of the weight gain during the moisture uptake branch of the cycle and the weight loss during drying.

2.3.5. Thermal properties

Thermal conductivity

The thermal conductivity of the dried materials was measured by the hot wire transient method. This technique consists of placing a shock probe between two pieces of material so that power can be broadcast and the rise of temperature within the material can be measured.

This transient method only allows local measurements. To tackle the question of accuracy and representativeness for heterogeneous materials such as plant concrete, thermal conductivity was defined as the average of at least ten measurements. For each formulation, the device was placed at several locations on different samples.

A Neotim-FP2C hot wire apparatus was used for this study. The heat flow and heating time were chosen so that a temperature rise higher than 5°C and a correlation coefficient between experimental data and theoretical behaviour higher than 0.999 could be reached.

Specific heat capacity

The specific heat capacity of a material is its ability to store thermal energy. The method used was based on detecting the changes of temperature and heat flow caused by endothermic and exothermic processes of the materials. A direct measurement was made by means of differential scanning calorimetry (DSC) on each component of earth plaster and sunflower based concrete.

DSC measurements followed standard ISO 11357-4 [63], using a continuous-scan programme in which the temperature increased from about 16°C to 140°C. The heating rate was 20 K/min. One measurement was performed for each material. The specific heat capacity was then determined at 23°C.

To overcome problems of the representativeness of small samples taken from composite materials, determination of the heat capacity of the composite materials in the dry state was based on the specific heat capacities of each component:

$$c_p^{dry} = \sum_i x_i c_{p,i}$$

From the dry specific heat capacity, the heat capacity at 50% RH could be estimated:

$$c_p = \frac{1}{1+u} c_p^{dry} + \frac{u}{1+u} c_{p,water}$$

with u the moisture content [kg/kg] and $c_{p,water}$ the specific heat capacity of water ($c_{p,water} = 4187 \text{ J/(kg.K)}$). This method of calculation was previously used and validated by Seng *et al.* [64].

3. Numerical simulation

The experimentally measured properties of the two materials were used as input data for the numerical simulations. The model was implemented in the FEM software COMSOL, using the Partial Differential Equations module.

3.1. Heat and mass transfer

The model developed by Seng *et al.* [1] was used for the heat and moisture transfer in 1D through the earth plaster and sunflower concrete layers in the wall. The resulting system of equations describing the moisture transfer, energy transfer and moisture phase change rate are the following:

$$\begin{cases} \frac{\partial w}{\partial P_C} \frac{\partial P_C}{\partial t} = -\nabla \left[\left(\delta_{P,l} + \delta_{P,v} \frac{\rho_v}{\rho_l} \right) \nabla P_C - \delta_{P,v} \left(RH \frac{\partial P_v^{sat}}{\partial T} - p_v \frac{\ln(RH)}{T} \right) \nabla T \right] \\ \left(\rho_s c_{p,s} + \sum_i w_i c_{p,i} \right) \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T - [(c_{p,l} - c_{p,v})T - L_v] S_l - \sum_i w_i \mathbf{v}_i c_{p,i} \nabla T \\ \left(\frac{1}{1 - \rho_v/\rho_l} \right) \frac{\partial w}{\partial t} = -\nabla(\delta_{P,l} \nabla P_C) + S \end{cases}$$

where w is the total moisture content [kg/m³] and w_i the moisture content [kg/m³] with $i = l$ for liquid water and $i = v$ for water vapour,
 $\delta_{P,l}$ and $\delta_{P,v}$ are respectively the liquid and vapour permeabilities [kg/(m.s.Pa)],
 ρ_l , ρ_v and ρ_s are respectively the liquid water, the water vapour and the material apparent densities [kg/m³],
 P_v is the vapour pressure [Pa] and P_v^{sat} is the saturated vapour pressure [Pa],
 $c_{p,i}$ is the specific heat capacity of water vapour or liquid water [J/(kg.K)],
 λ is the material thermal conductivity [W/(m.K)],
 $\mathbf{v}_i$ is the velocity of water vapour or liquid water [m/s] and L_v is the latent heat of vaporisation [J/kg].

The parameters studied were the capillary pressure P_C [Pa], the temperature T [K] and the source term S , which corresponds to the moisture phase change rate [kg of moisture/m³ of material/s].

3.2. Initial values and boundary conditions

The boundary conditions between the outer wall layer and the air in the climatic chamber were described with a convective heat flux q_{conv} [W/m²] and a convective mass transfer flux g_m [kg/(m².s)].

$$\begin{cases} q_{conv} = h_{conv} (T_{surf} - T_{air}) \\ g_m = h_m (P_{v,surf} - P_{v,air}) \end{cases}$$

where h_{conv} is the convective heat transfer coefficient (= 2.5 W/(m².K) based on NF EN 15026 [65]) and h_m is the convective mass transfer coefficient [kg/(m².s.Pa)].

Temperature and capillary pressure continuity were considered at the interface between material and air cavity:

$$\begin{cases} T_{air} = T_{surf} \\ P_{c,air} = P_{c,surf} \end{cases}$$

As a multi-layered building material, the coated sunflower concrete wall requires us to focus on the interface when choosing the contact. Even though there may be some air pockets at the interface between the two composites, the contact is assumed to be perfect. In consequence, heat

and moisture flows are continuous between layers, which implies that vapour and capillary pressures are continuous across the interface.

4. Results and discussion

4.1. Sunflower-based concrete hygrothermal characterisation

4.1.1. Hygric properties

Vegetal concrete adsorption isotherms were determined in a previous work [46]. From this measurement, it was possible to determine the moisture capacity in the 33-75%RH range: this value is of 0.057 kg/kg, which demonstrates the great hygroscopicity of the material.

Complementary tests were carried out to characterise the hygric behaviour of the sunflower-based concrete. Water vapour permeability tests were conducted according to both the wet and the dry cup methods. Average values are given in **Table 4.1**.

	Water vapour permeability, δ [$\times 10^{11}$ kg/(m.s.Pa)]	Water vapour diffusion resistance factor, μ [-]
Dry cup (8-60% RH)	15.02 ± 5.19	1.40 ± 0.43
Wet cup (60-93% RH)	13.89 ± 4.42	1.51 ± 0.45

Table 4.1. Average water vapour permeability and resistance factor of sunflower concrete.

While surprisingly close, the water vapour permeability values obtained with the two assembly types attest to the high permeability of the tested material to water vapours. This result is consistent with the very open porous structure ($71.5 \pm 5.3\%$ of open pores) revealed by both mercury intrusion porosimetry and X-ray tomography in [46].

The diffusion resistance values are in accordance with the results obtained previously [46], for the same material mix design used for a different batch. The values were found to be much lower than factors from the literature [13], [21], [23]–[25], ranging from 4 to 12. This difference can be attributed to test parameters as stated by Vololonirina and Perrin [61], in particular to the relative humidities applied. Tests were conducted under 10/60%RH and 60/93%RH conditions here, while most authors determine water vapour permeability under 0/50%RH and/or 50/93%RH. Due to surface diffusion and capillary condensation, which become noticeable at higher humidities, the variation of local relative humidity from the values found in literature is likely to explain the higher values of water vapour permeability encountered in the present study. As evidenced by Chamoin *et al.* [22], for hygroscopic materials, the water vapour permeability increases with relative humidity.

4.1.2. Thermal performances

The thermal conductivity value of concrete was determined in [46]. It is recalled, along with the measured and calculated heat capacities of the sunflower and metakaolin-based concrete, in Table 4.2.

		Bio-based concrete	
		Metakolin-based binder paste	Sunflower aggregate
Mass ratio [%]		0.69	0.31
Specific heat capacity at 23°C [J/(kg.K)]		870	1541
Heat capacity [J/(kg.K))	dry state	1078	
	50% RH	1184	
Density [kg/m ³]		461.71 ± 16.27	
Thermal conductivity [W/(m.K)]		0.128 ± 0.009 [46]	

Table 4.2. Thermal properties of the vegetal concrete.

The specific heat capacity of the self-insulating material is consistent with results from other studies. In the literature, the specific heat capacity of bio-based concretes varies between 770 and 1560 J/(kg.K) [8], [13], [56], [66], [67].

4.2. Clay-rich plaster

4.2.1. Optimal plaster formulation research

The objective of this work phase was to define an earth-based coating formulation that was richer in clay minerals than a reference formulation (5% of clay minerals) and not stabilized, without compromising its mechanical behaviour. Thanks to the effect of additives, a higher clay content in plaster should improve the hygric performance of earthen materials.

To check that the mechanical performances of the plaster were not compromised, two tests were carried out: the shrinkage cracking of dry plasters was evaluated before the adhesion between the plaster and its substrate was tested. This methodology, developed by Hamard *et al.* [54], aims to assess the validity of a coating formulation and its compatibility with the substrate. A plaster is valid from a mechanical standpoint when, after drying, it shows no cracks through which water could penetrate and is not detached, even partially, from the support.

In order to guarantee the maximum objectivity of the comparative analysis of mortar cracking, a Matlab program was developed. Two elements were considered to quantify the cracking network: the cumulative length of cracks on a plaster specimen and the percentage of cracked surface compared to the total surface area of the wall coated were evaluated. Thus, for each formulation tested, quantified data were obtained, cumulating crack lengths or surface areas for the two 250 x 250 mm² plaster specimens.

Table 4.3 summarizes the formulations tested to maximise the clay content in plaster while guaranteeing the absence of shrinkage defects.

	Earth content [%]	Admixture	Cracking
Reference formulation	15	-	no
Cracking reduction test formulations	20	-	first non-stabilised formulation exhibiting cracks
	20	0.5% flax fibres	no
	20	1% glycerol carbonate	no
	33	-	yes
	33	0.75% flax fibres + 2% glycerol carbonate	few small cracks
Optimised	33	0.75% flax fibres + 1% glycerol carbonate	no

Table 4.3. Summary of the tested formulations.

The effect of the adjuvants on the cracking of the plasters was first assessed in relation to the mortar having a 20% soil content (**Figure 4.3**), which was the first non-stabilised formulation exhibiting cracks potentially compromising the durability of the wall. **Figure 4.4** shows the evolution of cracking on the surface of the plaster specimens thanks to the addition of 0.5% by mass of the solid phase in the form of flax fibres or 1% of glycerol carbonate.

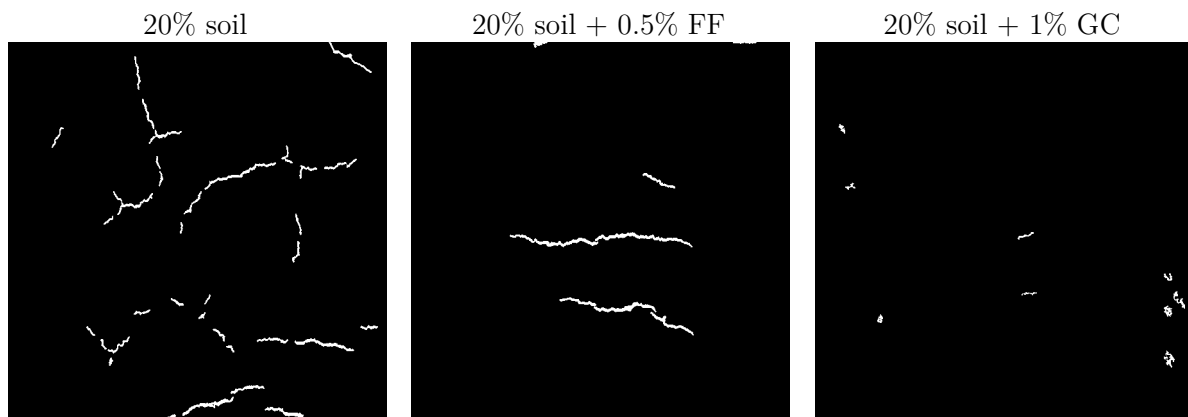


Figure 4.3. Shrinkage test binarised images.

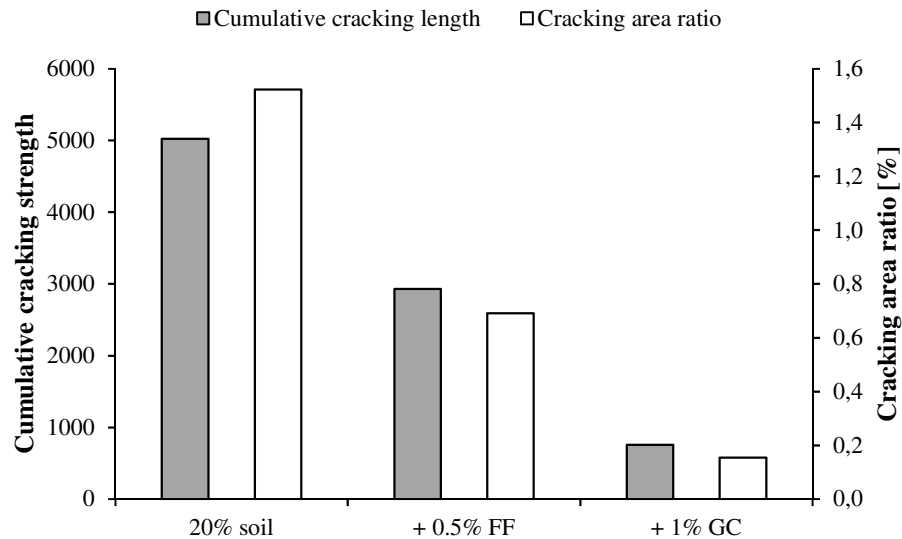


Figure 4.4. Evaluation of the reinforcement effect of flax fibres (FF) and glycerol carbonate (GC) through cumulative cracking length and cracking area ratio assessment.

These measurements highlight the efficacy of the two adjuvants tested in reducing the cracking of 20% soil plasters. The cumulative length of the cracks is halved as a result of flax fibre reinforcement, while the glycerol carbonate allows a reduction by a factor of 10 compared to the non-adjuvanted formulation. These additives therefore have a high potential for decreasing the cracking of earth plasters.

For the formulations richest in clay, a search for the optimal amount of adjuvant was undertaken. For 33% soil plaster, the fibre content had to be increased - but without exceeding 0.75% in order to meet workability requirements. The effect of glycerol carbonate, introduced at 1% or 2%, was also investigated. **Figure 4.5** shows the impact of glycerol carbonate content on the 33% soil mix reinforced with 0.75% flax fibres.

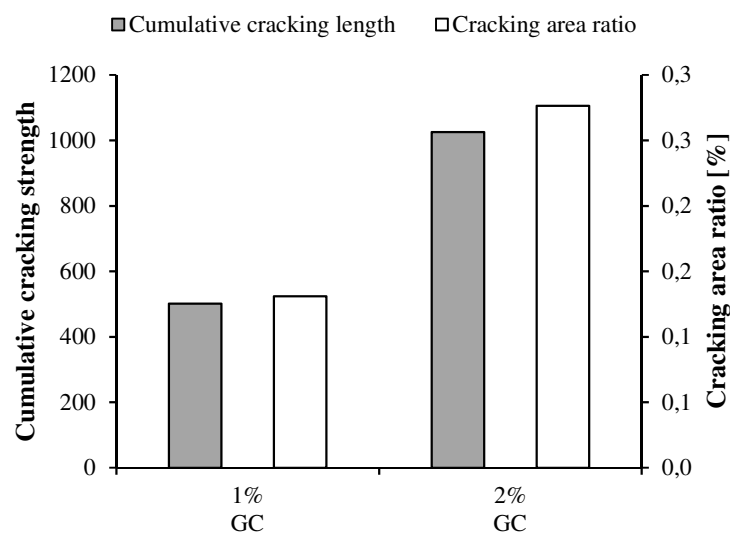


Figure 4.5. Evaluation of the impact of glycerol carbonate on the cracking reduction of 33% soil + 0.75% FF formulation.

It has emerged from this numerical assessment that increasing the surfactant content does not necessarily have a beneficial effect on reducing cracking. While the addition of 1% glycerol carbonate greatly helps the reduction of shrinkage cracks, doubling the dose is likely to have a deleterious effect.

This observation was also expressed by Magniont *et al.* [16] regarding pozzolanic-based binder paste. The incorporation of up to 1% glycerol carbonate induces an increase in the amount of water evaporated from the capillary pores, generating limited shrinkage as the evaporation of the capillary water leads to only little capillary tension, due to the larger diameter of the capillary pores [68]. Magniont *et al.* demonstrated the existence of a limit concentration of glycerol carbonate, beyond which the total shrinkage of the admixed paste rose again. The dose was about 1.5% for pozzolanic binder. This outcome is consistent with the trends found in present study.

In view of the cracking analyses carried out, the formulation containing 33% of earth, admixed with 1% of glycerol carbonate and reinforced with 0.75% of flax fibres was selected as the optimal formulation.

To ensure its validity, a shear stress test was conducted. The compatibility with the substrate (i.e. the sunflower-based concrete characterised in Section 4.14.1) was tested for both the non-admixed 15% earth-based plaster and the optimised formulation plaster. Since no specimen collapsed under loading, the plasters are considered as satisfactory with regard to their mechanical behaviour. Their hygrothermal performances can therefore be evaluated.

4.2.2. Physical and hygrothermal characterisation

Porous structure and apparent density

The porous structure was evaluated by means of mercury porosimetry measurements. The results, along with apparent density values, are given in **Table 4.4**.

	Apparent density [kg/m ³]		Total porosity [%]
	measured by MIP	geometrical measurement	
15% earth-based plaster	1917 ± 22	1881 ± 39	31.19 ± 0.35
33% earth-based admixed plaster	1593 ± 46	1601 ± 38	41.19 ± 0.77

Table 4.4. Physical properties of earth-based plasters studied.

The density of the materials is in the 1500 - 2000 kg/m³ range, and thus in accordance with the results available in literature on clayish coatings [43], [45], [69]–[77]. The effect of clay content on density differences was not obvious. While Lima *et al.* [75] witnessed a slight upward trend in bulk density when the clay fraction was greater, Gomes *et al.* [73] noted the opposite effect.

On the other hand, the addition of vegetal particles tends to lower the density of earthen plasters [43], [73], [77]–[79], as agroresources, occupying a volume no longer filled with clay matrix, have a lower density than the latter, so the plaster density is logically lowered.

Moreover, the porosity exploration within plasters epitomized the evolution of the volume of voids between the non-stabilised formulation and the optimised one. In the range of pores explored, the total porosities of the coatings were found to be $31.19 \pm 0.35\%$ for the raw mix and $41.19 \pm 0.77\%$, for the optimised formulation. These total porosity values are in agreement with studies by other authors, which generally report open porosities ranging from 25 to 40% [43], [72], [73], [76], [77], [80], [81].

In particular, the present results show that the optimised formulation clearly has a greater quantity of void than the non-stabilised mortar does, with a variation of 32%. To better understand the origin of this change in the porous structure, the pore distributions of the two plasters are presented in **Figure 4.6**.

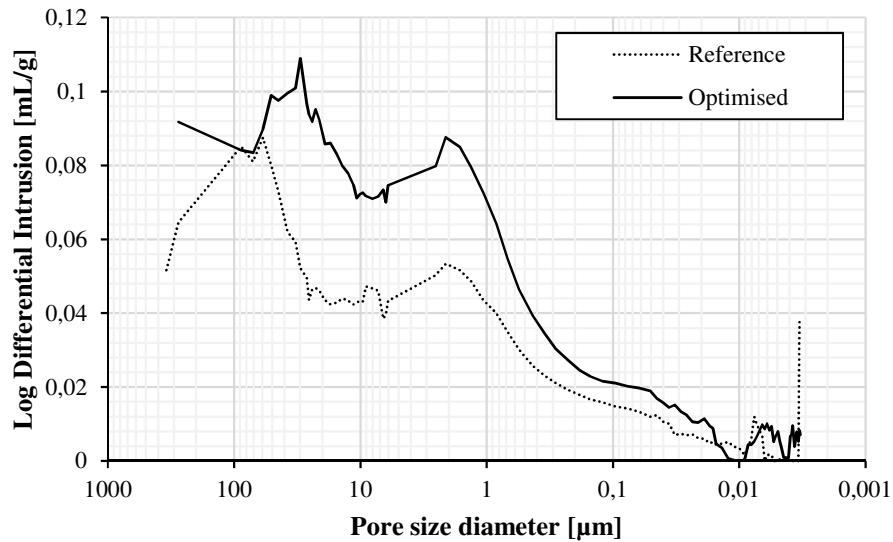


Figure 4.6. Pore size distributions, with and without optimisation of earth-based plasters.

In both cases, two main pore families can be identified: a peak between 1 and 6 μm and a second one corresponding to pores larger than 20 μm are evidenced. It can be noted that the pore distribution of the plaster without admixture is largely preserved despite the organic additions. Regarding the pore families, only the peak related to cavities with a diameter ranging from 30 to 300 μm on the 15% soil-based plaster is shifted; their size is reduced, passing into the 10-70 μm range when stabilised.

The figure shows a clear increase in the amount of voids irrespective of the size. More specifically, the greater presence of pores with diameters larger than 100 μm can be pointed out. This finding is consistent with the values obtained regarding the total porosity of materials.

Thanks to their large porous network, earth plasters have the ability to capture, store and transport both water and heat.

Sorption isotherms

The sorption capacities of plasters are plotted in **Figure 4.7**.

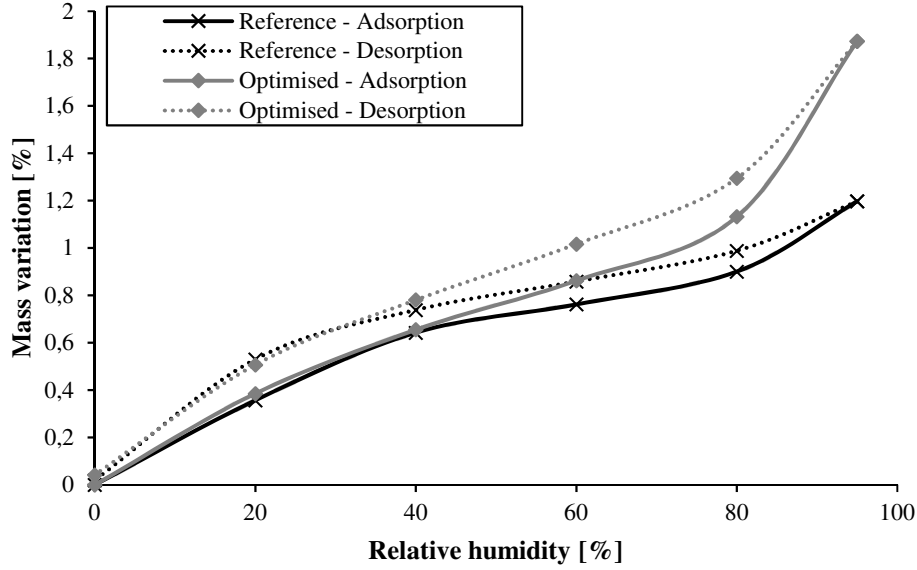


Figure 4.7. Sorption isotherms of basic plaster without admixture and optimised coating formulation.

The sorption curves show the same sigmoidal shape, type II according to the IUPAC classification [82], characteristic of macro- and mesoporous media. At low and medium humidities, the two formulations tested achieve similar sorption capacities with, at 40% RH, a moisture content of approximately 0.7% in the adsorption phase and 0.8% in desorption. Beyond 40% RH, the optimised material has higher moisture storage capacity than the plaster without admixture, reaching nearly 2% at saturation state, compared with 1.2% in the case of the sandy mix design. In the range of 33-75%RH, the moisture capacity of the optimised formulation (0.0124 kg/kg) is about twice as high as the reference one (0.0066 kg/kg).

This behaviour is in agreement with the adsorption capacities of earthen plaster described by McGregor *et al.* [44] and confirmed by the greater void content in optimised plasters as evidenced by the mercury porosimetry measurements. The difference between the moisture-trapping properties of the two tested clayish materials is consistent with the increased clay content between the benchmark formulation and the optimised mortar, the amount of clay in the latter being twice as high as in the former. The sorption capacities of earthen materials are known to be mainly dictated by clay minerals: the decrease in clay content in plasters, due to sand additions, leads to a significant decrease in the hygroscopic properties of the material [75]. The presence of vegetal particles would also tend to promote moisture absorption according to some authors [43], [81], [83], [84].

Water vapour permeability

The permeability measurements were carried out according to both the wet and the dry cup methods. The values of permeability and water vapour diffusion resistance factors are given in Table 4.5.

Formulation	Water vapour permeability [x 10 ¹¹ kg/(m.s.Pa)]		μ [-]	
	dry cup	wet cup	dry cup	wet cup
Reference	3.97 ± 0.95	6.33 ± 2.14	5.16 ± 1.32	3.29 ± 1.11
Optimised	3.39 ± 0.11	5.89 ± 2.24	5.80 ± 0.20	3.40 ± 0.59

Table 4.5. Test results of the water vapour permeability and diffusion resistance factor obtained by dry and wet cup methods.

The difference in water vapour permeability values between the two formulations are within the measurement margin of error. It is therefore not possible to formally conclude on the evolution of the moisture transfer capacities of the optimised plaster formulation compared to non-admixed mortar. These mixed results might be explained by the fact that the previously evidenced increase in porosity, thanks to adjuvantation, can be counterbalanced by the effects of the plant particle additions. Such additions are likely to reduce the connectivity of the capillary pores, thus lowering their ability to transport moisture, as observed by Laborel-Préneron [85].

The water vapour resistance factor is about 3 for the wet cup test, while it ranges from 5.9 to 6.3 when the dry cup test is used. As mentioned in Evrard *et al.* [13], the vapour permeability measured with the wet cup method is usually higher than dry cup results. In the opinion of the authors, referring to Krus [1996], the difference between moist and dry values is due to a liquid flow superimposed on vapour diffusion.

Moreover, the values obtained in this study are below values found in the literature for earthen plasters, where the factors generally vary between 4 and 15 for the wet cup test. This difference may also be justified by the moisture transportation modes involved, among other things. In the same way as for bio-based concrete, this parameter is directly dependent on the choice of the hygrometries applied on either side of the material. The increase in vapour permeability with the ambient humidity leads to surface liquid diffusion, in a first phase, followed by a capillary condensation for the moistest conditions [22]. In the literature, the relative humidity on the outer side of the material under test is usually 50% RH (0-50% RH for the dry cup and 50-93%RH for the wet cup). Here, the outside humidity was set at 60% RH and the inside value was 8%RH. It can therefore be supposed that the liquid transport occurring along with vapour diffusion is greater at 60% RH than at 50% RH, leading to higher water vapour permeability values.

Finally, a strong dispersion of the measurements can also be noted. It can be explained by the heterogeneity of air velocity inside the climatic chamber, which can differ from one specimen to another.

Thermal conductivity

Table 4.6 shows the thermal conductivity of earth plasters.

Formulation	Density [kg/m ³]	Thermal conductivity [W/(m.K)]
Reference	1881 ± 39	0.629 ± 0.051
Optimised	1601 ± 38	0.518 ± 0.036

Table 4.6. Density and thermal conductivity of earth plasters in dry conditions.

With a thermal conductivity of approximately 0.5-0.7 W/(m.K), the earth plasters studied cannot be considered as thermal insulators. The values obtained are consistent with scientific literature data regarding earth plasters [43], [45], [72]–[75], [77]–[79]. Insulating properties have been found to be highly dependent on the density, even though density alone does not allow the thermal conductivity of earthen plasters to be defined.

The thermal conductivities of the two coatings can therefore be largely explained by their composition. Although sandy materials have better insulating properties than highly clayish plasters [73], [79], due to the presence of plant fibres, the reference formulation exhibits higher thermal conductivity than the optimised mix design, richer in clay particles. This result is mainly explained by the increase in porosity and, thus, the decrease in mortar density.

Specific heat capacity

Based on the mass ratios and specific heat capacities of the mortar constituents, the heat capacity of earth plasters can be determined. **Table 4.7** summarises the 50% RH heat capacity calculations.

Composite	Raw material	Mass ratio [%]	Specific heat capacity at 23°C [J/(kg.K)]	Heat capacity [J/(kg.K)]	
				Dry state	50% RH
Reference	sand	0.15	679	979	1001
	earth	0.85	1032		
Optimised	sand	0.66	679	742	766
	earth with 1% GC	0.33	843		
	flax fibres	0.01	1789		

Table 4.7. Heat capacity and emissivity determination based on specific heat capacity measurements.

The heat capacity values obtained for earth plasters are higher for the reference formulation than for the optimised one. This finding underlines their greater ability to store thermal energy. These values are consistent with results from the literature, which vary between 640 and 1000 J/(kg.K) for earthen materials [40], [77]–[82].

4.3. Moisture buffering capacity of the coated wall

4.3.1. Comparison between simulation and experimentation

The Moisture Buffer Value calculated according to the Nordtest protocol is given in **Figure 4.8**.

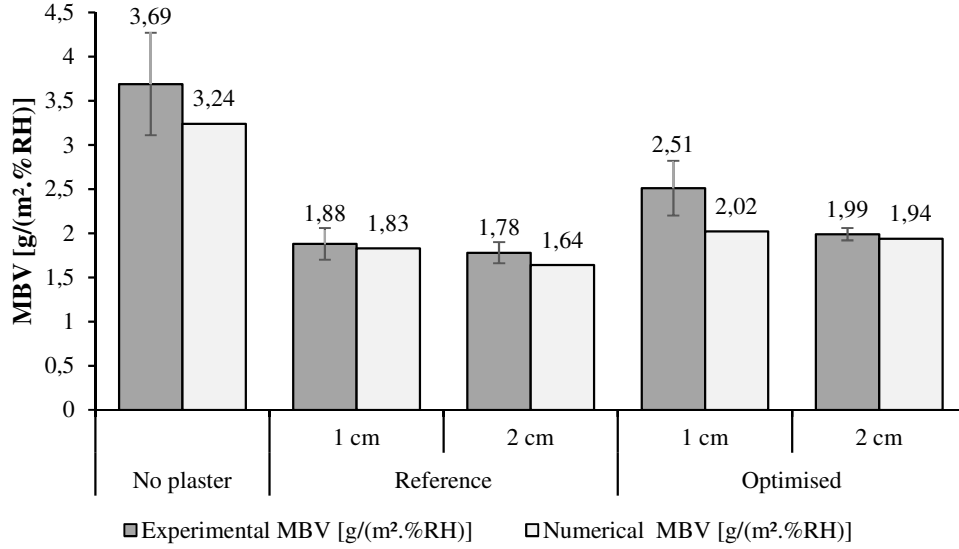


Figure 4.8. Experimental estimations and experimental results of the moisture buffer value of bilayer walls.

Both methods agree on the fact that the tested wall assemblies can be considered as good – or, in some cases, even excellent – hygric buffering materials.

Numerical moisture buffer values for the wall assemblies give results that are quite satisfactory compared to experimental findings since boundary conditions were not strictly identical and, given the heterogeneity of the materials (composition, air velocity and thickness) and the experimental uncertainty, theoretical values differ from the experimental results to a certain extent, particularly for the 1 cm optimised wall assembly. Except for the last-mentioned formulation, the deviation between the simulation and experimentation data is within the experimental margin of error.

4.3.2. Influence of plastering

A value of 3.69 ± 0.58 g/(m².% RH) was measured experimentally for uncoated sunflower concrete. When the concrete substrate was coated with an earth-based plaster, the MBV was reduced by 32 to 52%, to a value ranging from 1.7 to 2.5 g/(m².% RH), depending on the thickness and formulation of the coating. A similar trend was observed with numerical values: the MBV was reduced by 30 to 40%. This confirms that the coating with less hygroscopic and permeable materials reduces the moisture buffer value of building materials. When comparing hemp concrete coated with lime-based plasters to uncoated concrete, Lelièvre *et al.* [92] observed a 40% deviation. Despite these moisture buffering capacity decreases, the performances recorded for the sunflower and earth-based wall assemblies still fall within the good, or even excellent, class of the moisture buffering materials classification.

From a plaster formulation standpoint, both experimental results and numerical simulations are likely to present a higher MBV of the assemblies with optimised plaster than the ones with the reference mortar formulation, as intended. The higher clay content and the fibre additions contribute an MBV increase of about 10 and 30% for the 1 cm and 2 cm coated walls, respectively, compared to the reference coated assembly wall.

Finally, both experimental and numerical outcomes underline the impact of plaster thickness on the MBV of the wall assemblies. As the coating is less hygroscopic than the sunflower substrate, the moisture buffering capacity is lowered when the plaster thickness increases from 1 to 2 cm, regardless of the coating formulation. Thus, the experimental MBVs are reduced by 5 to 20%, for the reference and optimised plasters respectively. The impact of plaster thickness has already been reported in the literature [33], [35], [38].

5. Conclusion

The present paper focused on investigating the hygrothermal behaviour of bio- and geo-based bilayer wall assemblies. The sunflower formulated concrete developed in a previous work [46] was characterised for a wall filling application. Its highly hygroscopic and thermal insulating properties make this plant-based concrete a promising building material.

However, bio-based materials are usually coated to satisfy aesthetic requirements within a building. Therefore, the finishing layer must be considered when investigating the hygrothermal behaviour of building materials. In earth-based plasters, the clayey phase gives the global cohesion of the plaster and is responsible for the dry strength, the water vapour permeability and the sorption capacity of earthen plasters. However, clay also induces drying shrinkage of the mortar, leading to cracking of the plaster. One of the objectives of this work was to improve the moisture buffer capacity of earthen plaster by increasing its clay content without jeopardizing the general behaviour of plasters. Based on numerical cracking control and a shear test, an optimised formulation was developed. Organic admixture and plant fibre addition allowed the clay content to be more than doubled. The optimised material was assessed on its hygrothermal properties, comparing its performances with a non-stabilized, low-clay-content earth plaster.

Finally, a coupled heat and moisture transfer 1D-model developed by Seng *et al.* [1] was applied to simulate the hygrothermal behaviour of the coated sunflower concrete specimen with earth-based plaster. The experimentally determined hygrothermal properties of each layer (sunflower concrete and plasters) were included in the model. Perfect contact was assumed between the two layers. The comparison of numerical moisture buffer values with experimental data for the wall assembly gave satisfactory results in spite of the materials' heterogeneity and the experimental uncertainty. As expected, the numerical results showed that the bilayer structure with the optimised plaster had higher moisture buffer capacities than the one with the reference formulation. The use of such a model could be an alternative to experimental measurements of the MBV to estimate the moisture buffering capacity of bilayer walls with variable coating layer compositions more quickly. Further investigations could be carried out to increase the model accuracy, taking hysteresis and temperature/humidity dependencies into consideration for all input data.

6. References

- [1] B. Seng, S. Lorente, and C. Magniont, ‘Scale analysis of heat and moisture transfer through bio-based materials — Application to hemp concrete’, *Energy and Buildings*, vol. 155, pp. 546–558, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.enbuild.2017.09.026.
- [2] M. R. Ahmad and B. Chen, ‘Influence of type of binder and size of plant aggregate on the hygrothermal properties of bio-concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 251, p. 118981, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118981.
- [3] E. P. Aigbomian and M. Fan, ‘Development of Wood-Crete building materials from sawdust and waste paper’, *Construction and Building Materials*, vol. 40, pp. 361–366, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.11.018.
- [4] M. Bederina, L. Marmoret, K. Mezreb, M. M. Khenfer, A. Bali, and M. Quéneudec, ‘Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: Experimental study and modelling’, *Construction and Building Materials*, vol. 21, no. 3, pp. 662–668, Mar. 2007, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2005.12.008.
- [5] H. Binici, O. Aksogan, and C. Demirhan, ‘Mechanical, thermal and acoustical characterizations of an insulation composite made of bio-based materials’, *Sustainable Cities and Society*, vol. 20, pp. 17–26, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.scs.2015.09.004.
- [6] V. Cérézo, ‘Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique’, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Lyon, 2005.
- [7] M. Chabannes, J.-C. Bénézet, L. Clerc, and E. Garcia-Diaz, ‘Use of raw rice husk as natural aggregate in a lightweight insulating concrete: An innovative application’, *Construction and Building Materials*, vol. 70, pp. 428–438, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.025.
- [8] F. Collet, ‘Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux’, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Rennes, 2004.
- [9] F. Collet and S. Pretot, ‘Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content’, *Construction and Building Materials*, vol. 65, pp. 612–619, Aug. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.
- [10] P. de Bruijn and P. Johansson, ‘Moisture fixation and thermal properties of lime–hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 47, pp. 1235–1242, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.006.
- [11] R. del Valle-Zermelo, J. E. Aubert, A. Laborel-Préneron, J. Formosa, and J. M. Chimenos, ‘Preliminary study of the mechanical and hygrothermal properties of hemp–magnesium phosphate cements’, *Construction and Building Materials*, vol. 105, pp. 62–68, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.12.081.
- [12] S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancrét, Y. Scudeller, and L. Goudet, ‘Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hempcrete”) manufactured by a projection process’, *Construction and Building Materials*, vol. 22, no. 10, pp. 2116–2123, Oct. 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.07.016.
- [13] A. Evrard, ‘Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials’, Université catholique de Louvain, Louvain, 2008.
- [14] E. Gourlay and L. Arnaud, ‘Comportement hygrothermique des murs de béton de chanvre’, in *Actes du congrès SFT*, Le Touquet, France, 2010, p. 7.
- [15] B. Haba, B. Agoudjil, A. Boudenne, and K. Benzarti, ‘Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 154, pp. 963–971, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.08.025.
- [16] C. Magniont, ‘Contribution à la formulation et à la caractérisation d’un écomatériau de construction à base d’agroressources’, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2010.
- [17] B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot, and J. Chamoin, ‘Hygric and thermal properties of hemp–lime plasters’, *Building and Environment*, vol. 96, pp. 206–216, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.11.013.
- [18] T. T. Nguyen, ‘Contribution à l’étude de la formulation et du procédé de fabrication d’éléments de construction en béton de chanvre’, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, 2010.

- [19]D. Samri, ‘Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique’, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 2008.
- [20]D. Taoukil, A. El bouardi, F. Sick, A. Mimet, H. Ezbakhe, and T. Ajzoul, ‘Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite’, *Construction and Building Materials*, vol. 48, pp. 104–115, Nov. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.067.
- [21]R. Walker and S. Pavía, ‘Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes’, *Construction and Building Materials*, vol. 64, no. Supplement C, pp. 270–276, Aug. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.04.081.
- [22]J. Chamoin, ‘Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation’, INSA de Rennes, 2013.
- [23]F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot, and C. Lanos, ‘Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes’, *Energy and Buildings*, vol. 62, pp. 294–303, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.enbuild.2013.03.010.
- [24]M. Rahim *et al.*, ‘Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity’, *Energy and Buildings*, vol. 88, pp. 91–99, Feb. 2015, doi: 10.1016/j.enbuild.2014.11.043.
- [25]M. Rahim, O. Douzane, A. D. Tran Le, G. Promis, and T. Langlet, ‘Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 102, pp. 679–687, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.11.021.
- [26]A. D. Tran Le, ‘Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (sous-titre : simulation numérique et approche expérimentale)’, Université de Reims Champagne-Ardenne, Reims, 2010.
- [27]F. Collet and S. Pretot, ‘Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete’, *Construction and Building Materials*, vol. 36, pp. 58–65, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.04.139.
- [28]E. Latif, M. Lawrence, A. Shea, and P. Walker, ‘Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp–lime’, *Building and Environment*, vol. 93, pp. 199–209, Nov. 2015, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.07.011.
- [29]M. Palumbo, A. M. Lacasta, N. Holcroft, A. Shea, and P. Walker, ‘Determination of hygrothermal parameters of experimental and commercial bio-based insulation materials’, *Construction and Building Materials*, vol. 124, pp. 269–275, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.07.106.
- [30]R. V. Ratiarisoa, C. Magniont, S. Ginestet, C. Oms, and G. Escadeillas, ‘Assessment of distilled lavender stalks as bioaggregate for building materials: Hygrothermal properties, mechanical performance and chemical interactions with mineral pozzolanic binder’, *Construction and Building Materials*, vol. 124, no. Supplement C, pp. 801–815, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.08.011.
- [31]T. Colinart, D. Lelievre, and P. Glouannec, ‘Experimental and numerical analysis of the transient hygrothermal behavior of multilayered hemp concrete wall’, *Energy and Buildings*, vol. 112, pp. 1–11, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.enbuild.2015.11.027.
- [32]F. Collet and S. Pretot, ‘Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall’, *Building and Environment*, vol. 82, pp. 459–466, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.09.018.
- [33]M. Bart, S. Moissette, Y. Ait Oumeziane, and C. Lanos, ‘Transient hygrothermal modelling of coated hemp-concrete walls’, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 18, no. 8, pp. 927–944, Sep. 2014, doi: 10.1080/19648189.2014.911122.
- [34]F. Collet and S. Prétot, ‘Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete’, in *The Second International Conference on Building Energy and Environment*, Boulder, United States, Aug. 2012, pp. 878–885, Accessed: Jan. 25, 2019. [Online]. Available: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00767893>.
- [35]Y. Aït Ouméziane, S. Moissette, M. Bart, and C. Lanos, ‘Effect of coating on the hygric performance of a hemp concrete wall’, in *5th IBPC*, Kyoto, Japan, May 2012, pp. 109–116, Accessed: Apr. 24, 2020. [Online]. Available: <https://core.ac.uk/reader/48210579>.
- [36]C. Maalouf, A. D. T. Le, S. B. Umurigiwa, M. Lachi, and O. Douzane, ‘Study of hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope under summer conditions in France’, *Energy and Buildings*, vol. 77, pp. 48–57, Jul. 2014, doi: 10.1016/j.enbuild.2014.03.040.

- [37]A. D. Tran Le, C. Maalouf, T. H. Mai, E. Wurtz, and F. Collet, 'Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope', *Energy and Buildings*, vol. 42, no. 10, pp. 1797–1806, Oct. 2010, doi: 10.1016/j.enbuild.2010.05.016.
- [38]M. Labat, C. Magniont, N. Oudhof, and J.-E. Aubert, 'From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential', *Building and Environment*, vol. 97, pp. 69–81, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2015.12.004.
- [39]A. Evrard and A. De Herde, 'Hygrothermal Performance of Lime-Hemp Wall Assemblies', *Journal of Building Physics*, vol. 34, no. 1, pp. 5–25, Jul. 2010, doi: 10.1177/1744259109355730.
- [40]Y. Aït Oumeziane, 'Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre', p. 354, 2013.
- [41]S. Liuzzi, M. R. Hall, P. Stefanizzi, and S. P. Casey, 'Hygrothermal behaviour and relative humidity buffering of unfired and hydrated lime-stabilised clay composites in a Mediterranean climate', *Building and Environment*, vol. 61, pp. 82–92, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.buildenv.2012.12.006.
- [42]P. Melià, G. Ruggieri, S. Sabbadini, and G. Dotelli, 'Environmental impacts of natural and conventional building materials: a case study on earth plasters', *Journal of Cleaner Production*, vol. 80, pp. 179–186, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.jclepro.2014.05.073.
- [43]S. Liuzzi *et al.*, 'Hygrothermal properties of clayey plasters with olive fibers', *Construction and Building Materials*, vol. 158, pp. 24–32, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.10.013.
- [44]F. McGregor, A. Heath, A. Shea, and M. Lawrence, 'The moisture buffering capacity of unfired clay masonry', *Building and Environment*, vol. 82, pp. 599–607, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.09.027.
- [45]M. Palumbo, F. McGregor, A. Heath, and P. Walker, 'The influence of two crop by-products on the hygrothermal properties of earth plasters', *Building and Environment*, vol. 105, pp. 245–252, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2016.06.004.
- [46]M. Lagouin, C. Magniont, P. Sénéchal, P. Moonen, J.-E. Aubert, and A. Laborel-préneron, 'Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes', *Construction and Building Materials*, vol. 222, pp. 852–871, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.06.004.
- [47]M. Lagouin, A. Laborel-Préneron, C. Magniont, S. Geoffroy, and J.-E. Aubert, 'Effects of organic admixtures on the fresh and mechanical properties of earthbased plasters', *Journal of Building Engineering*, p. 24, 2020.
- [48]T. M. Dinh, 'Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant', 2014.
- [49]C. Magniont, G. Escadeillas, C. Oms-Multon, and P. De Caro, 'The benefits of incorporating glycerol carbonate into an innovative pozzolanic matrix', *Cement and Concrete Research*, vol. 40, no. 7, pp. 1072–1080, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.cemconres.2010.03.009.
- [50]DIN, 'Lehmputzmörtel e begriffe, anforderungen, prüfverfahren'. Aug. 2013.
- [51]G. Blanc, C. Tribout, G. Escadeillas, S. Geoffroy, and T. Soum-Fontez, 'Determination of the proportion of anhydrous cement using SEM image analysis', *Construction and Building Materials*, vol. 126, pp. 157–164, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.09.037.
- [52]J. Kennedy and R. Eberhart, 'Particle swarm optimization', in *Proceedings of ICNN'95 - International Conference on Neural Networks*, Perth, WA, Australia, 1995, vol. 4, pp. 1942–1948, doi: 10.1109/ICNN.1995.488968.
- [53]P. Ghamisi, M. S. Couceiro, J. A. Benediktsson, and N. M. F. Ferreira, 'An efficient method for segmentation of images based on fractional calculus and natural selection', *Expert Systems with Applications*, vol. 39, no. 16, pp. 12407–12417, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.eswa.2012.04.078.
- [54]E. Hamard, J.-C. Morel, F. Salgado, A. Marcom, and N. Meunier, 'A procedure to assess the suitability of plaster to protect vernacular earthen architecture', *Journal of Cultural Heritage*, vol. 14, no. 2, pp. 109–115, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.culher.2012.04.005.
- [55]FFB, RESEAU écobâtir, Fédération des SCOPBTP, and École Nationales des Travaux Publics de l'État, 'Règles professionnelles pour la mise en oeuvre des enduits sur supports composés de terre crue', *Recherche et développement métier*, 2012.

- [56] A. Bourdot *et al.*, 'Characterization of a hemp-based agro-material: Influence of starch ratio and hemp shive size on physical, mechanical, and hygrothermal properties', *Energy and Buildings*, vol. 153, pp. 501–512, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.enbuild.2017.08.022.
- [57] F. Collet, M. Bart, L. Serres, and J. Miriel, 'Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials', *Construction and Building Materials*, vol. 22, no. 6, pp. 1271–1280, Jun. 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018.
- [58] Y. Jiang, M. Lawrence, M. P. Ansell, and A. Hussain, 'Cell wall microstructure, pore size distribution and absolute density of hemp shiv', *Royal Society Open Science*, vol. 5, no. 4, p. 171945, Apr. 2018, doi: 10.1098/rsos.171945.
- [59] AFNOR, 'Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de sorption hygroscopique'. Oct. 2000.
- [60] AFNOR, 'Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau - Méthode de la coupelle'. Oct. 2016, Accessed: Sep. 16, 2020. [Online]. Available: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=73KMzdInqI81>.
- [61] O. Vololonirina and B. Perrin, 'Inquiries into the measurement of vapour permeability of permeable materials', *Construction and Building Materials*, vol. 102, pp. 338–348, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.10.126.
- [62] C. Rode *et al.*, *Moisture buffering of building materials*, Department of Civil Engineering Technical University of Denmark. 2005.
- [63] AFNOR, 'Plastiques - Analyse calorimétrique différentielle (DSC)', Aug. 30, 2014. <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=HjkiSN-4r141> (accessed Aug. 24, 2020).
- [64] B. Seng, C. Magniont, and S. Lorente, 'Characterization of a precast hemp concrete. Part I: Physical and thermal properties', *Journal of Building Engineering*, vol. 24, p. 100540, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.job.2018.07.016.
- [65] AFNOR, 'Performance hygrothermique des composants et parois de bâtiments - Évaluation du transfert d'humidité par simulation numérique'. Apr. 2008, Accessed: Sep. 18, 2020. [Online]. Available: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=vFxyuHtjubw1>.
- [66] E. Gourlay, P. Glé, S. Marceau, C. Foy, and S. Moscardelli, 'Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes', *Construction and Building Materials*, vol. 139, pp. 513–523, May 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.018.
- [67] B. Seng, 'Etude expérimentale et numérique du comportement hygrothermique de blocs préfabriqués en béton de chanvre', Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, Toulouse, 2018.
- [68] A. M. Neville, *Propriétés des bétons*, 1ère édition. Eyrolles, 2000.
- [69] T. Ashour and W. Wu, 'An experimental study on shrinkage of earth plaster with natural fibres for straw bale buildings', *International Journal of Sustainable Engineering*, vol. 3, no. 4, pp. 299–304, Dec. 2010, doi: 10.1080/19397038.2010.504379.
- [70] R. Delinière, J. E. Aubert, F. Rojat, and M. Gasc-Barbier, 'Physical, mineralogical and mechanical characterization of ready-mixed clay plaster', *Building and Environment*, vol. 80, pp. 11–17, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.05.012.
- [71] A. Fabbri, F. McGregor, I. Costa, and P. Faria, 'Effect of temperature on the sorption curves of earthen materials', *Materials and Structures*, vol. 50, no. 6, Dec. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1122-7.
- [72] P. Faria, T. Santos, and J.-E. Aubert, 'Experimental Characterization of an Earth Eco-Efficient Plastering Mortar', *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 28, no. 1, p. 04015085, Jan. 2016, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001363.
- [73] M. I. Gomes, P. Faria, and T. D. Gonçalves, 'Earth-based mortars for repair and protection of rammed earth walls. Stabilization with mineral binders and fibers', *Journal of Cleaner Production*, vol. 172, pp. 2401–2414, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.11.170.
- [74] J. Lima, P. Faria, and A. S. Silva, 'Earth-based plasters: the influence of clay mineralogy', in *5th Historic Mortars Conference HMC2019*, Pamplona, Spain, Jul. 2019, pp. 21–35.
- [75] J. Lima, P. Faria, and A. Santos Silva, 'Earthen Plasters Based on Illitic Soils from Barrocal Region of Algarve: Contributions for Building Performance and Sustainability', *KEM*, vol. 678, pp. 64–77, Feb. 2016, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.678.64.

- [76]T. Santos, P. Faria, and V. Silva, ‘Can an earth plaster be efficient when applied on different masonries?’, *Journal of Building Engineering*, vol. 23, pp. 314–323, May 2019, doi: 10.1016/j.job.2019.02.011.
- [77]T. Santos, L. Nunes, and P. Faria, ‘Production of eco-efficient earth-based plasters: Influence of composition on physical performance and bio-susceptibility’, *Journal of Cleaner Production*, vol. 167, pp. 55–67, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.08.131.
- [78]A. Laborel-Préneron, J. E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, and A. Bertron, ‘Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review’, *Construction and Building Materials*, vol. 111, pp. 719–734, May 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119.
- [79]J. Lima and P. Faria, ‘Eco-Efficient Earthen Plasters: The Influence of the Addition of Natural Fibers’, in *Natural Fibres: Advances in Science and Technology Towards Industrial Applications*, vol. 12, R. Figueiro and S. Rana, Eds. Dordrecht: Springer Netherlands, 2016, pp. 315–327.
- [80]U. Röhlen and C. Ziegert, *Earth Building Practice: Planning - Design - Building*. Beuth Verlag, 2011.
- [81]L. Randazzo, G. Montana, A. Hein, A. Castiglia, G. Rodonò, and D. I. Donato, ‘Moisture absorption, thermal conductivity and noise mitigation of clay based plasters: The influence of mineralogical and textural characteristics’, *Applied Clay Science*, vol. 132–133, pp. 498–507, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.clay.2016.07.021.
- [82]K. S. W. Sing, ‘Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984)’, *Pure and Applied Chemistry*, vol. 57, no. 4, pp. 603–619, Jan. 1985, doi: 10.1351/pac198557040603.
- [83]T. Ashour, H. Georg, and W. Wu, ‘An experimental investigation on equilibrium moisture content of earth plaster with natural reinforcement fibres for straw bale buildings’, *Applied Thermal Engineering*, vol. 31, no. 2, pp. 293–303, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2010.09.009.
- [84]M. Maddison, T. Muring, K. Kirsimäe, and Ü. Mander, ‘The humidity buffer capacity of clay–sand plaster filled with phytomass from treatment wetlands’, *Building and Environment*, vol. 44, no. 9, pp. 1864–1868, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.buildenv.2008.12.008.
- [85]A. Laborel-Préneron, ‘Formulation and characterization of unfired clay bricks with plant aggregates’, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2017.
- [86]L. Soudani *et al.*, ‘Assessment of the validity of some common assumptions in hygrothermal modeling of earth based materials’, *Energy and Buildings*, vol. 116, pp. 498–511, Mar. 2016, doi: 10.1016/j.enbuild.2016.01.025.
- [87]F. McGregor, A. Heath, E. Fodde, and A. Shea, ‘Conditions affecting the moisture buffering measurement performed on compressed earth blocks’, *Building and Environment*, vol. 75, pp. 11–18, May 2014, doi: 10.1016/j.buildenv.2014.01.009.
- [88]M. Hall and D. Allinson, ‘Assessing the effects of soil grading on the moisture content-dependent thermal conductivity of stabilised rammed earth materials’, *Applied Thermal Engineering*, vol. 29, no. 4, pp. 740–747, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2008.03.051.
- [89]P. M. Touré, V. Sambou, M. Faye, A. Thiam, M. Adj, and D. Azilnon, ‘Mechanical and hygrothermal properties of compressed stabilized earth bricks (CSEB)’, *Journal of Building Engineering*, vol. 13, pp. 266–271, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.job.2017.08.012.
- [90]D. Medjelekh *et al.*, ‘Characterization of the coupled hygrothermal behavior of unfired clay masonries: Numerical and experimental aspects’, *Building and Environment*, vol. 110, pp. 89–103, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.buildenv.2016.09.037.
- [91]B. Jiang, T. Wu, W. Xia, and J. Liang, ‘Hygrothermal performance of rammed earth wall in Tibetan Autonomous Prefecture in Sichuan Province of China’, *Building and Environment*, vol. 181, p. 107128, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.buildenv.2020.107128.
- [92]D. Lelièvre, T. Colinart, and P. Glouannec, ‘Modeling the Moisture Buffering Behavior of a Coated Biobased Building Material by Including Hysteresis’, *Energy Procedia*, vol. 78, pp. 255–260, Nov. 2015, doi: 10.1016/j.egypro.2015.11.631.
- [93]WUFI, ‘Wärme und Feuchte instationär’. <https://wufi.de/en/> (accessed Oct. 03, 2020).

Synthèse

Les solutions bicouches à faible impact environnemental envisagées dans cette partie sont obtenues par assemblage de deux matériaux : un béton végétal et un enduit en terre. Dans une première approche, chaque couche est étudiée indépendamment. Les formulations optimisées sont associées dans un second temps.

Le béton végétal, étudié dans la deuxième partie du manuscrit fait l'objet, ici, d'une caractérisation complémentaire de ses performances hygrothermiques. Mis en œuvre sous forme de blocs autoporteurs, l'agrobéton à base de tournesol et liant pouzzolanique sert de support à l'application d'un enduit en terre, riche en argile.

L'étude réalisée dans la troisième partie du travail présenté a permis d'identifier des composés organiques susceptibles d'étendre les domaines d'application des sols argileux comme enduits. L'association de fibres de lin et de carbonate de glycérol dans des proportions adaptées permet de formuler un enduit ne présentant aucun défaut à sa surface et une adhérence suffisante au support d'application.

Les performances hygrothermiques de deux formulations d'enduit sont comparées : un mortier non-stabilisé (contenant 5% d'argile minéralogique) et un enduit stabilisé (ayant 12% d'argile). L'enduit adjuvanté présente une plus forte hygroscopicité aux moyennes et hautes humidités relatives que l'enduit de référence. Ses valeurs de conductivités thermiques sont également plus faibles tandis que les valeurs de perméabilité à la vapeur d'eau sont comparables.

Enfin, les deux matériaux sont associés pour constituer un complexe bicouche aux propriétés d'atténuation des variations hygriques élevées, tout en maintenant des performances mécaniques compatibles avec son usage. Ces performances ont été évaluées expérimentalement et numériquement. L'application du modèle développé par Seng [2018] à la paroi bicouche, permet de prédire la capacité tampon hygrique de complexes constructifs, avec des formulations et des épaisseurs d'enduit variables, selon le protocole établi dans le projet NORDTEST. Les parois étudiées présentent une bonne capacité d'échange de l'humidité avec l'air. La paroi ayant l'enduit le plus argileux, de plus faible épaisseur, présente le plus haut potentiel d'atténuation des variations hygriques ambiantes.

Conclusion générale et perspectives

Cette étude est basée sur une approche expérimentale multi-usage d'une paroi bicouche bio et géosourcée. Elle visait deux objectifs majeurs :

- l'évaluation du potentiel de valorisation de déchets et co-produits, disponibles localement, pour la formulation de matériaux de construction à faible impact environnemental ;
- la caractérisation et l'optimisation des formulations, à l'échelle de la microstructure et celle du matériau, au regard de leurs performances hygrothermiques et mécaniques.

Un complexe constructif bicouche a ainsi été développé. Chaque épaisseur du matériau répond à une fonction hygrothermique spécifique. Le comportement mécanique est évalué afin de garantir les performances minimales liées à l'application visée des matériaux. Les couches bio et géosourcées constitutives de la paroi sont caractérisées et optimisées séparément, puis associées dans une dernière phase de travail.

Les agrobétons sont des matériaux hétérogènes, formulés par association de particules végétales à un liant minéral. L'analyse des caractéristiques propres des agroressources et pâtes de liant est indispensable pour comprendre et optimiser les propriétés des matériaux composites. Ces bétons légers se distinguent des bétons conventionnels notamment par leur porosité ouverte élevée. De ce fait, la présence d'air dans le matériau confère des valeurs de conductivité thermique aux agrobétons proches de $0,1 \text{ W/(m.K)}$, adaptées à de l'isolation répartie. Selon la nature des granulats et leur arrangement dans la pâte de liant, la porosité, et donc le pouvoir isolant des bétons végétaux, sont susceptibles d'être affectés. La plus grande porosité inter-particulaire du composite de maïs conduit ainsi à des valeurs de conductivité thermique plus faibles que celles des bétons de tournesol.

Au niveau des propriétés hygriques, le comportement des agrobétons est principalement dicté par la nature de la matrice liante : une différence marquée de capacité tampon hygrique apparaît entre les composites de chaux formulée et ceux de liant pouzzolanique. Le béton à base de chaux présente une capacité de régulation de l'humidité bien en deçà de celle des composites pouzzolaniques. Ce résultat est à relier à la perméabilité à la vapeur de ces composites. Déterminée par l'essai à la coupelle humide, elle est presque deux fois plus élevée pour les composites formulés à partir du liant pouzzolanique que pour ceux à base de chaux, alors même que leur porosité totale est du même ordre de grandeur. Les matériaux formulés à partir de liant pouzzolanique sont donc à préconiser pour la régulation hygrique des ambiances.

Par ailleurs, l'utilisation d'agroressources de maïs ne permet pas de satisfaire aux exigences mécaniques d'agrobétons autoporteurs. Contrairement aux formulations de tournesol qui présentent un comportement mécanique semblable à celui des bétons de chanvre, le béton de maïs se comporte comme un empilement de particules végétales en raison d'interactions maïs/liant délétères à la prise et au durcissement du liant.

Habituellement, les parois en béton végétal ne sont pas laissées à l'état brut dans un bâtiment. Ici, l'effet d'un enduit en terre est évalué. Un enduit en terre est obtenu par association d'un sol argileux, d'eau et éventuellement de sable. La fraction argileuse contenue dans le sol assure la cohésion du matériau tout en participant au captage et au stockage de l'humidité ambiante. Fortement hygroscopiques, les argiles peuvent avoir un potentiel gonflant élevé qui dépend à la fois de leur état hygrique et de leur nature minéralogique. Ces variations volumiques importantes peuvent conduire à une fissuration de l'enduit au séchage ou à son décollement (partiel ou total) du support. Réduire la quantité d'argile par adjonction de sable permet de réduire la fissuration mais compromet, par ailleurs, la capacité tampon hygrique du matériau. Afin de maximiser cette propriété hygrique, une large variété de composants organiques a été testée pour stabiliser des enduits riches en argile, en association avec quatre terres, extraites directement de terrains naturels ou co-produits de la transformation de granulats en carrière (fines de lavage). L'évolution des performances à l'état frais et durci des enduits non-adjuvantés peut être appréciée au regard de paramètres de caractérisation géotechnique des sols tels que la limite de liquidité, la capacité d'échange cationique ou encore la surface spécifique BET.

L'évaluation des besoins en eau, des résistances mécaniques et des états de fissuration des mortiers stabilisés pour les quatre terres, a notamment permis de mettre en évidence les effets dispersants et/ou d'amélioration de la résistance en traction des biopolymères et additions végétales employées. Ce travail a ainsi souligné le potentiel des fibres végétales pour la réduction de la fissuration. Associées à du carbonate de glycérol dans des proportions adaptées, elles permettent le développement d'un enduit riche en argile et satisfaisant aux exigences en termes d'adhérence et de fissuration.

Fortement hygroscopique, cette formulation d'enduit présente des valeurs de perméabilité à la vapeur comparables à celles d'un enduit plus sableux du fait de la présence de fibres, susceptible de réduire la connectivité des pores capillaires.

Dans une dernière phase de travail, le complexe bicouche est caractérisé. Sa capacité tampon hygrique est mesurée expérimentalement. Basé sur des équations physiques fondamentales (conservation de la masse, première loi de la thermodynamique et relation de Kelvin) et exploitant les propriétés hygrothermiques mesurées précédemment, un modèle de simulation numérique développé par Seng [2018] et implémenté dans le logiciel à éléments finis COMSOL, permet de simuler les échanges d'humidité de la paroi bicouche avec l'air environnant soumis à des sollicitations cycliques en humidité relative. Cette approche confrontée et confirmée par les résultats expérimentaux souligne l'aptitude élevée des parois bicouches testées à échanger l'humidité avec l'air environnant. La paroi bicouche formulée à partir de matériaux bio et géosourcée présente une excellente capacité d'atténuation des variations hygriques ambiantes.

En définitive, le travail réalisé, basé sur la nécessité d'employer des matériaux locaux à faible impact environnemental pour le développement de matériaux de construction a permis de souligner l'importance de la prise en compte et de l'optimisation du comportement hygrothermique de l'enveloppe du bâtiment pour diminuer la consommation énergétique des bâtis et assurer le confort des usagers.

D'autre part, divers éléments de caractérisation des matériaux, d'évaluation et d'optimisation de leurs performances ont été abordés au cours du travail réalisé. De nombreux aspects, dans chacun des axes explorés, n'ont cependant pu être traités et pourraient faire l'objet d'études complémentaires.

Parmi ces perspectives, nous retiendrons notamment la possibilité d'établissement d'une méthode d'évaluation du potentiel de valorisation de sous-produits agricoles comme granulats végétaux. Un tel référentiel, systématiquement appliqué, devrait prendre en considération des critères écologiques et économiques (disponibilité, accessibilité locale, analyse du cycle de vie, coût), des paramètres physiques des granulats (granulométrie, teneur en fines, masse volumique apparente, porosité), chimiques (composition, nature des hydrosolubles) et hygrothermiques (conductivité thermique, absorption d'eau liquide, capacité d'adsorption).

Le dosage en liant des agrobétons n'a pas fait ici l'objet d'une recherche d'optimisation. Il convient donc d'envisager une définition de la quantité de liant minéral nécessaire à l'amélioration des performances hygrothermiques des agrobétons et permettant le maintien d'un niveau suffisant de résistance mécanique.

De nouveaux outils de caractérisation de matériaux poreux et déformables, tels que la tomographie à rayons X, permettraient par ailleurs de suivre et de comprendre à l'échelle microstructurale les phénomènes de vieillissement/carbonatation des agrobétons.

L'étude des interactions biopolymères/argiles devrait également être réalisée. Ce travail permettrait de mieux comprendre et optimiser l'utilisation des différents adjuvants organiques répertoriés de sorte à limiter les variations dimensionnelles de l'enduit terre.

Tout comme pour les granulats végétaux, l'idée d'effectuer une étude d'opportunité et, éventuellement, d'instaurer un référentiel de caractérisation des stabilisants organiques permettrait le développement raisonné de matériaux terre performants à faible impact environnemental. Des critères tels que la disponibilité (accessibilité et possibilité de valorisation de déchets ou co-produits des industries agroalimentaires notamment), le coût, l'énergie grise ou encore la nature des interactions avec les argiles y seraient, entre autres, pris en compte.

La stabilisation des enduits terre n'ayant pu être optimisée pour chaque biopolymère envisagé, il semble intéressant d'envisager une poursuite de recherche dans ce sens. Une plus large quantité d'adjuvants organiques devrait également être étudiée.

Par ailleurs, le travail de caractérisation des sols et d'identification des grandeurs géotechniques capables de prédire le comportement d'enduits en terre devrait être poursuivi. L'effet de la nature du sol sur les propriétés hygrothermiques des enduits pourrait également être évalué. Un plus grand nombre de sols pourrait, de plus, être employé pour confirmer les tendances mises en évidence au cours de la thèse.

L'outil de caractérisation de la fissuration par analyse d'images, développé au cours de cette thèse, pourrait également permettre de quantifier l'évolution de la fissuration des enduits (ouverture, orientation et longueur développée de fissures) au cours du séchage.

Le travail réalisé sur le développement du matériau bicouche laisse entrevoir le potentiel hygrique des enduits riches en argile. La même méthodologie de travail pourrait de ce fait être appliquée à des enduits formulés à partir de différentes natures de terre. Il conviendrait également

de déterminer la capacité tampon hygrique d'enduits enrichis en argile sans addition végétale : les fibres réduisant la connectivité des pores capillaires, la perméabilité de mortiers non-fibrés est donc susceptible d'être améliorée.

Le travail de simulation numérique du comportement hygrique des parois bicouches pourrait être approfondi par la prise en compte des phénomènes d'hystérésis, de sollicitations en température ou couplées température/humidité. Les dépendances en température et/ou humidité pour toutes les données d'entrée devraient alors être déterminées.

Enfin, pour ces matériaux, une qualification sanitaire (impact potentiel sur la qualité de l'air intérieur) mais aussi de durabilité doivent être désormais menées. L'effet des phénomènes de vieillissement/carbonatation sur les propriétés hygrothermiques et mécaniques pourraient alors être évalué. Une fois les formulations et procédés de fabrication/mise en œuvre fixés, il conviendra de réaliser une analyse du cycle de vie de ces produits, seule garantie de la dimension écologique de ces matériaux. Le travail réalisé à l'échelle du matériau pourrait être étendu par un changement d'échelle : celle de la paroi ou encore du bâti.