HAL open science

Évaluation du potentiel de co-produits agricoles locaux valorisables dans le domaine des matériaux de construction (PALOMAC)

Herinjaka Haga Ratsimbazafy

To cite this version:

Herinjaka Haga Ratsimbazafy. Évaluation du potentiel de co-produits agricoles locaux valorisables dans le domaine des matériaux de construction (PALOMAC). Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2022. Français. NNT : 2022TOU30005 . tel-03699668

HAL Id: tel-03699668

https://theses.hal.science/tel-03699668v1

Submitted on 20 Jun 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Université Fédérale
Toulouse Midi-Pyrénées

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présentée et soutenue par :
Herinjaka Haga RATSIMBAZAFY

Le vendredi 07 janvier 2022

Titre :

Évaluation du Potentiel de co-produits Agricoles LOcaux valorisables dans le domaine des MAtériaux de Construction (PALOMAC)

École doctorale et discipline ou spécialité :
ED MEGEP : Génie civil

Unité de recherche :
Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions

Directeur/trice(s) de Thèse :
Philippe EVON, Aurélie LABOREL-PRENERON et Camille MAGNIONT

Jury :

Philippe EVON	Ingénieur de Recherche HDR, INPT	Co-directeur de thèse
Aurélie LABOREL-PRÉNERON	Maîtresse de Conférences, UT3	Co-encadrante
Christophe LANOS	Professeur des Universités, UR1	Président du jury
Thibaut LECOMPTE	Maître de Conférences HDR, UBS	Rapporteur
Camille MAGNIONT	Professeure des Universités, UT3	Directrice de thèse
Evelyne TOUSSAINT	Professeure des Universités, UCA	Rapportrice

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier chaleureusement mes encadrants : Aurélie Laborel-Préneron, Camille Magniont et Philippe Evon, pour leur investissement et leur disponibilité, ainsi que la confiance et la patience qu'ils m'ont accordées. Sans leur soutien, je n'aurais pas pu arriver au terme de ces travaux. Les richesses scientifiques qu'ils m'ont partagées à travers leurs conseils et leurs remarques, ont permis de développer les miennes. C'était un honneur d'avoir pu réaliser ce travail avec eux.

Ensuite, je remercie également tous les membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'avoir accepté de juger ce travail, témoignant ainsi de l'intérêt qu'ils portent à mes travaux, les rapporteurs Thibaut Lecompte et Evelyne Toussaint ainsi que le président du Jury Christophe Lanos.

Ces travaux de thèse ont été réalisés au Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC). Je remercie vivement son directeur Jean-Paul Balayssac de m'avoir accueilli 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 pour leur collaboration, leur appui technique et administratif. Une pensée particulière à toute l'équipe tarbaise, pour son dynamisme, son investissement et sa bonne humeur qui a illuminé mon quotidien. Un petit clin d'œil à mes deux collègues de thèse Mahmoud Saad et Méryl Lagouin qui ont fait un bon bout de chemin avec moi.

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

Je tiens également à remercier les entités suivantes pour leur partenariat et/ou leur financement à cette thèse : l'entreprise Ovalie Innovation, l'IUT de Tarbes, la Région Occitanie, la communauté d'agglomération Tarbes-Lourdes-Pyrénées, le centre d'imagerie à rayons X de Pau (DMEX : Développement de Méthodologies expérimentales) et l'entreprise Vicat.

Pour leur précieuse aide, j'adresse un grand merci à Thierry Véronèse et Stéphane Ballas d'Ovalie Innovation, à Peter Moonen et Pascale Sénéchal de DMEX, à Laurent Labonne, Asma Chaabani, Guyonne de Langalerie et Jean-Baptiste Bory du LCA/Agromat, à Vincent Sabathier et Didier Bire du LMDC/IUT Tarbes. J'exprime également toute ma gratitude aux deux stagiaires, Bastien Blanchard et Myrène Ngamouyi, qui sont passés au laboratoire pendant mes trois années de thèse et qui m'ont énormément aidé lors des campagnes expérimentales.

Enfin, j'ai une pensée particulière pour ma famille, en particulier ma femme qui a dû subir mes moments de doutes, mais qui était toujours à mes côtés et m'a témoigné d'un amour inconditionnel.

MERCI A TOUS !!!

Abstract

The building industry should reconsider its activities, due to its negative environmental impacts. The use of bio-based construction materials such as bio-aggregates based concretes, known for their insulating property and their capacity to regulate indoor humidity, has been proposed for twenty years to improve the less-than flattering environmental record of this sector. Hemp concrete is the most studied material in this field. However, hemp shives are not the most available agroresources in southwestern France.

In view of this context, and in partnership with an agricultural research and development company called Ovalie Innovation, the objective of this thesis is to set up relevant characterization methods for the plant aggregates that can be used in construction, in order to assess the potential of these local agricultural co-products, to allow the formulation of prefabricated vegetal concrete blocks, and to correlate the use properties of the composites to those of the raw materials used in their formulation.

Nine local aggregates and a hemp shiv, chosen as reference aggregate, were subjected to a series of chemical, multi-physical and mechanical characterizations proposed or adapted from existing recommendations in the literature. These nine local aggregates are flax shiv, sunflower pith and bark from stalk, coriander straw, wheat straw, wheat chaff, corn shuck, miscanthus stem and vine shoot. For chemical characterizations, it has been shown that the amount of water-solubles at pH 12 is more relevant than that at pH 7 to assess the detrimental effect of these constituents on composites with reactive binders. With regard to the physical characterizations, the implemented experimental plan allowed to validate the various methods of determination of the densities and intra and interparticle porosities, the dry density of aggregates compacted in wet state and the real water absorption after compaction which have been proven to be good formulation parameters for composites. The mechanical behavior in compression of the stacks of plant aggregates allowed to identify two families of aggregates depending on the rupture or the stiffening of the entanglement of the particles.

After the manufacture of composites formulated from previously defined parameters, their thermal and mechanical use properties were evaluated. Two mixing sequences and two types of binder were also studied. The thermal conductivity of the composites is influenced by the dry density compacted in wet state, the particle density and the thermal conductivity of the aggregates but it is not affected by the mixing sequence or the binder type. The mechanical performance in compression and flexion of composites is influenced simultaneously by the interparticle porosity, the elastic modulus of the compacted stack and the amount of water-solubles of the aggregates. In view of these use properties, the reference hemp shiv, flax shiv and sunflower pith and bark were selected and combined with three types of binder for further study. The porous microstructures of aggregates and composites have been explored in order to relate them to the hygrothermal and mechanical performances of the composites.

The work carried out within the framework of this thesis contributes to the establishment of a benchmark for the characterization of agroresources workable to the various agricultural co-

products available in each region and to the constitution of a database of valuable agricultural co-products in construction. The use of locally available raw materials is indeed a major parameter of the environmental impact of bio-based construction materials. In order to complete this characterization benchmark, additional work on the Life Cycle Analysis (LCA) of plant aggregates will therefore be necessary.

Keywords: vegetal concrete; plant aggregate; multi-physical characterization; building materials; hygrothermal properties; mechanical properties.

Résumé

À la fois principal consommateur d'énergie et de matières premières non renouvelables, et premier producteur de dioxyde de carbone et de déchets, le secteur de la construction doit reconsidérer l'impact environnemental de ses activités. L'usage de matériaux de construction biosourcés comme les agrobétons, connus pour leurs propriétés isolantes et leur capacité de régulation d'humidité intérieure, a été proposé depuis une vingtaine d'années pour améliorer le bilan environnemental peu flatteur de ce secteur. Le béton de chanvre est le matériau le plus étudié dans le domaine. Cependant, les chènevottes de chanvre utilisées pour leur fabrication ne sont pas les agroressources les plus disponibles dans le Sud-Ouest de la France.

Au regard de ce contexte, et en partenariat avec une entreprise de recherche et développement agricole, Ovalie Innovation, l'objectif de cette thèse est de mettre en place des protocoles de caractérisation adéquats pour les granulats végétaux utilisables dans la construction, et ce afin d'évaluer le potentiel de ces co-produits agricoles locaux, de formuler des blocs de bétons végétaux préfabriqués, et de relier les propriétés d'usage des composites à celles des matières premières entrant dans leur formulation.

Neuf granulats locaux et une chènevotte, étudiée comme granulat de référence, ont été soumis à une série de caractérisations chimiques, multi-physiques et mécaniques proposées ou adaptées à partir des recommandations existantes dans la littérature. Ces neuf granulats sont les anas de lin oléagineux, la moelle et l'écorce de la tige de tournesol, la paille de coriandre, la paille de blé, les menues pailles de blé, les spathes de maïs, la tige de miscanthus et les sarments de vigne. Pour les caractérisations chimiques, il a été montré que la quantité d'hydrosolubles à pH 12 est plus pertinente que celle à pH 7 pour évaluer l'effet néfaste de ces constituants sur les composites avec des liants réactifs. En ce qui concerne les caractérisations physiques, le plan d'expériences mis en œuvre a permis de valider les diverses méthodes de détermination des masses volumiques et des porosités intra et inter-particulaires, de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchée et de l'absorption réelle d'eau après compaction qui se sont avérées être de bons paramètres de formulation des composites. Le comportement mécanique à la compression des empilements des granulats végétaux a permis de distinguer deux familles de granulats selon la rupture ou la rigidification de l'enchevêtrement des particules.

A l'issue de la fabrication des composites formulés à partir des paramètres précédemment définis, leurs propriétés d'usage, thermiques et mécaniques, ont été évaluées. Deux séquences de malaxage et deux types de liants minéraux ont également été étudiés. La conductivité thermique des composites est influencée par la masse volumique compactée, la porosité particulaire et la conductivité thermique des granulats mais elle n'est pas affectée par la séquence de malaxage ni par le type de liant. Les performances mécaniques en compression et en flexion des composites sont influencées simultanément par la porosité inter-particulaire, le module élastique de l'empilement compacté et la quantité d'hydrosolubles des granulats. Au vu de ces propriétés d'usage, la chènevotte de référence, les anas de lin oléagineux, la moelle et

l'écorce de tournesol ont été retenus et combinés avec trois types de liant pour une étude plus approfondie. Les microstructures poreuses des granulats et des composites formés ont été explorées afin de les relier aux performances hygrothermiques et mécaniques des composites.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse contribuent à l'établissement d'un référentiel de caractérisation des agro-ressources applicable aux différents co-produits agricoles disponibles dans chaque région et à la constitution d'une base de données des co-produits agricoles valorisables en construction. L'usage de matières premières disponibles localement constitue en effet un paramètre prépondérant de l'impact environnemental des matériaux de construction biosourcés. Afin de compléter ce référentiel de caractérisation, des travaux additionnels concernant l'Analyse de Cycle de Vie (ACV) des granulats végétaux seront donc nécessaires.

Mots-clés : béton végétal ; granulat végétal ; caractérisation multi-physique ; matériaux de construction ; propriétés hygrothermiques ; propriétés mécaniques.

Table des matières

Remerciements 3
Abstract 4
Résumé 6
Table des matières 8
Liste des figures 14
Liste des tableaux 21
Liste des symboles 23
Introduction générale 27
Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les propriétés multi-physiques des granulats végétaux utilisés pour des bétons végétaux 33
Préambule 35
A review of the multi-physical characteristics of plant aggregates and their effects on the properties of plant-based concrete 36
1. Introduction 37
2. Overview of Plant Aggregates Used with Mineral Binder 38
2.1. Definition of the Term “Plant Aggregate” 38
2.2. Classification, Nature, and Processing of By-products Considered as Plant Aggregates in Plant-based Concrete 40
2.2.1. Fiber Plant Wastes 43
2.2.2. Wood Transformation Residues (Wood Chips) (18 Papers out of 120) 44
2.2.3. Cereal Straws 44
2.2.4. Oilseed Straws 46
2.2.5. Cereal plant wastes other than straw 46
2.2.6. Wild Plants 47
2.2.7. Sugar Plant Wastes 47
2.2.8. Energy Crop Residues (Miscanthus Stem, 3 Papers out of 120) 48
2.2.9. Aromatic Plant Straws (Lavender Straw, 3 Papers out of 120) 48
2.3. Availability of By-Products Used as Plant Aggregates in Plant-based Concrete in France 48
2.4. Characterization Methods and Properties of Plant Aggregates 50
2.4.1. Physical Properties of Plant Aggregates 50

2.4.2. Hygro-thermal Properties of the Plant Aggregates 65
2.4.3. Chemical Properties of the Plant Aggregates 68
2.4.4. Conclusions 72
3. Effects of Various Parameters of the Plant Aggregates on the Properties of Plant-based Concrete 75
3.1. Effects of the Content and the Nature of the Plant Aggregates on the Properties of Plant-based Concrete 75
3.1.1. Effects on the Physical Properties of the Plant-based Concrete 75
3.1.2. Effects on the Mechanical Properties of the Plant-based Concrete 77
3.1.3. Effects on the Thermal Properties of the Plant-based Concrete 80
3.1.4. Effects on the Hygric Properties of the Plant-based Concrete 82
3.1.5. Effects on the Acoustical Properties of the Plant-based Concrete 84
3.2. Effects of the Characteristics of the Plant Aggregates on the Properties of the Plant-based Concrete 85
3.2.1. Effects on the Physical Properties of the Plant-based Concrete 85
3.2.2. Effects on the Mechanical Properties of the Plant-based Concrete 87
3.2.3. Effects on the Thermal Properties of the Plant-based Concrete 92
3.2.4. Effects on the Hygric Properties of the Plant-Based Concrete 94
3.2.5. Effects on the Acoustic Properties of Plant-Based Concrete 95
4. General Conclusion 95
Conclusion et démarche du travail de thèse 111
Chapitre 2 : Sélection et caractérisation multi-physique des granulats végétaux 115
1. Sélection des agroressources 118
1.1. Critères de sélection des agroressources 118
1.2. Granulats végétaux retenus 118
1.3. Processus de transformation des agroressources pour l'obtention des granulats végétaux. 121
2. Caractéristiques chimiques 123
2.1. Méthodes 123
2.1.1. Teneur en constituants pariétaux 123
2.1.2. Teneur en hydrosolubles à pH 7 et 12 124
2.2. Résultats 125
2.2.1. Teneur en constituants pariétaux 125
2.2.2. Teneur en hydrosolubles à pH 7et 12 126
3. Taille et morphologie 129
3.1. Méthode de granulométrie par analyse d'image 129

3.2. Résultats des analyses granulométriques 130
4. Masses volumiques et porosités 135
4.1. Méthodes 135
4.1.1. Masse volumique en vrac 135
4.1.2. Masse volumique des particules 136
4.1.2.1. Matériels et matériaux de l'essai 137
4.1.2.2. Protocole de l'essai et validation 137
4.1.3. Masse volumique du solide 139
4.1.4. Masse volumique compactée à l'état humide puis séchée 140
4.1.4.1. Matériels et matériaux de l'essai 141
4.1.4.2. Protocole de l'essai 141
4.1.5. Porosités 143
4.1.5.1. Porosités inter-particulaire, intra-particulaire et totale de l'arrangement en vrac de granulats 143
4.1.5.2. Porosité particulaire 144
4.2. Résultats 144
4.2.1. Masse volumique en vrac 144
4.2.2. Masse volumique des particules 146
4.2.3. Masse volumique du solide 150
4.2.4. Masse volumique compactée à l'état humide puis séchée 152
4.2.5. Porosités 153
4.2.5.1. Porosités totale, inter-particulaire et intra-particulaire de l'arrangement en vrac des granulats 153
4.2.5.2. Porosité particulaire 154
5. Absorption d'eau 156
5.1. Méthodes 156
5.1.1. Absorption d'eau avec la méthode recommandée par le TC RILEM 236-BBM 156
5.1.2. Absorption réelle d'eau après compaction 157
5.2. Résultats 157
5.2.1. Absorption d'eau 157
5.2.2. Absorption réelle d'eau après compaction 160
6. Conductivité thermique 162
6.1. Méthode de mesure de la conductivité thermique au fil chaud 162
6.2. Résultats 163
7. Caractéristiques mécaniques 165

7.1. Méthode 165
7.1.1. Résistance caractéristique en compression 165
7.1.2. Module élastique 166
7.2. Résultats des caractéristiques mécaniques 166
8. Discussion 169
8.1. Influence de l'élongation sur la porosité inter-particulaire des granulats 169
8.2. Impact de la porosité particulaire sur l'absorption d'eau des granulats 169
8.3. Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac et la porosité totale 170
8.4. Corrélation entre les paramètres de caractérisation mécanique en compression des empilements de granulats et l'axe majeur des particules 172
8.5. Impact de la porosité inter-particulaire sur le module élastique de l'empilement des granulats compactés 173
9. Conclusion 174
Chapitre 3 : Méthode de formulation des bétons végétaux et impact des propriétés des granulats, des séquences de malaxage et des types de liant sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites 177
1. Méthodes de formulation et de mise en œuvre des bétons végétaux 180
1.1. Matériaux 180
1.1.1. Granulats végétaux 180
1.1.2. Liants minéraux et adjuvants 180
1.1.2.1. Chaux formulée (CF) 180
1.1.2.2. Liant pouzzolanique (LP) 181
1.2. Méthode de formulation et de mise en œuvre des bétons végétaux 182
1.2.1. Méthode de formulation 182
1.2.2. Procédé de vibro-compaction en laboratoire 186
1.2.3. Conditions de conservation des éprouvettes 186
1.2.4. Synthèse des éprouvettes fabriquées pour chaque formulation et répartition par essai de caractérisation effectué 187
1.3. Conclusion 189
2. Caractérisation thermique des bétons végétaux 189
2.1. Méthode 189
2.2. Influence des propriétés des granulats 190
2.2.1. Influence des masses volumiques 191
2.2.2. Influence de la porosité particulaire 193
2.3. Influence de la masse volumique du composite 194

2.4. Influence des séquences de malaxage et des types de liant 195
3. Caractérisations mécaniques des bétons végétaux 199
3.1. Compression cyclique 199
3.1.1. Méthode de caractérisation 199
3.1.2. Influence des propriétés des granulats 200
3.1.3. Influence des séquences de malaxage 205
3.1.4. Influence du type de liant 206
3.1.5. Influence de l'âge du composite 207
3.2. Flexion trois points 207
3.2.1. Méthode 207
3.2.2. Corrélation entre la résistance en flexion et la résistance en compression ... 208
3.2.3. Influence des hydrosolubles à pH 12 209
3.2.4. Influence des séquences de malaxage 210
4. Discussion et présentation des formulations retenues 211
5. Conclusion 215
Chapitre 4 : Etude du potentiel des anas de lin oléagineux, de la moelle et de l'écorce de tournesol en tant que granulats végétaux pour la construction 219
1. Matériaux 222
1.1. Granulats végétaux 222
1.2. Liants minéraux 223
1.2.1. Chaux formulée (CF) 223
1.2.2. Ciment Naturel Formulé (CNF) 224
1.2.3. Fines de lavage (FL) 224
1.3. Pâtes de liant 224
1.4. Bétons végétaux 225
2. Caractérisation de la microstructure par tomographie 229
2.1. Méthode 229
2.2. Résultats 231
2.2.1. Particules brutes avant et après compaction à l'état humide puis séchées ... 231
2.2.2. Arrangement de granulats compactés à l'état humide puis séchés 235
2.2.3. Composites 239
2.3. Conclusion 242
3. Caractérisation thermique 243
3.1. Méthode 243
3.2. Influence de la nature des granulats et des types de liant 243

3.3. Influence des paramètres de fabrication et de formulation 244
3.3.1. Influence du prétraitement des granulats 244
3.3.2. Influence du dosage en liant 245
3.3.3. Influence du type de vibrocompactage 245
3.4. Evolution des performances thermiques des composites dans le temps 246
3.5. Conclusion 247
4. Caractérisation mécanique 248
4.1. Méthode 248
4.2. Influence de la nature des granulats et du type de liant 248
4.3. Influence des paramètres de fabrication et de formulation 250
4.3.1. Influence du prétraitement des granulats 250
4.3.2. Influence du dosage en liant 251
4.3.3. Influence du type de vibrocompactage 252
4.4. Evolution des performances mécaniques des composites dans le temps 252
4.5. Conclusion 253
5. Caractérisations hydriques 255
5.1. Isotherme de sorption de vapeur 255
5.1.1. Méthode 255
5.1.2. Influence de la nature des granulats 255
5.1.3. Influence du type de liant 257
5.1.4. Conclusion 258
5.2. Capacité tampon hygrique (MBV) 259
5.2.1. Méthode 259
5.2.2. Influence de la nature des granulats 260
5.2.3. Influence des types de liant 261
5.2.4. Conclusion 262
6. Conclusion 262
Conclusion générale et perspectives 265
Références 275

Liste des figures

Figure 1.1. Semantics of plant fibers [10]. 39
Figure 1.2. The graph depicting the variation in the inverse of the particle's aspect ratio (AR) as a function of its diameter [14]. 39
Figure 1.3. The inverse of the particle's aspect ratio (1/AR) as a function of its minor axis [7, 15-62]. 40
Figure 1.4. Location of published studies using agricultural by-products as plant aggregates in plant-based concrete and representation of the corresponding number of studies published per country (based on publications between 1986 and 2020). 42
Figure 1.5. Comparison of the total quantities of by-products in France possibly usable as plant aggregates in plant-based concrete and the number of papers about each of them. 49
Figure 1.6. SEM cross-sectional images of (a) hemp shiv, (b) flax shiv, (c) barley straw, (d) wheat straw, (e) sunflower pith, (f) rape straw, (g) corn cob, (h) rice husk, (i) miscanthus stem, and (j) lavender straw [7, 30, 31, 38, 45, 60, 64]. 51
Figure 1.7. (a) 3D tomography reconstruction and (b) section images of (1) hemp shiv, (2) corn bark, and (3) sunflower bark [43, 64]. 52
Figure 1.8. Extreme minor and major axis curves obtained by image analysis for seven different plant aggregates [7, 30, 38, 53, 56, 62, 82]. 54
Figure 1.9. Circularity of hemp shives (H3: hemp shiv (batch number 3), H4: hemp shiv (batch number 4)), corn bark (Co), and sunflower (S) [65]. 56
Figure 1.10. Illustration showing the calculation for bulk density, apparent density, and skeleton density of the plant aggregate. 56
Figure 1.11. Mean of bulk density as a function of the mean of aspect ratio (AR) of plant aggregates. 61
Figure 1.12. Water absorption as a function of the logarithm of time in hemp shiv, barley straw, and corn cob [7]. 63
Figure 1.13. Sorption capacity of various plant aggregates (HS, hemp shiv; SP, sunflower pith; SB, sunflower bark; CB, corn bark; CC, corn cob; BS, and barley straw) [32, 41, 43, 45, 69, 79, 114]. 66
Figure 1.14. Thermal conductivities of plant aggregates versus their bulk densities (HS: hemp shiv, FS: flax shiv, WC: wood chip, RH: rice husk, BS: barley straw, WS: wheat straw, RS: rape straw, CC: corn cob, RH: rice husk, LS: lavender straw) [28, 30, 42, 45, 53, 56, 60, 70, 106]. 68
Figure 1.15. Structural composition of bio-aggregates (C: cellulose, H: hemicelluloses, L: lignins; HS: hemp shiv, HF: hemp fiber, Cc: corn cob, CSt: corn stalk, SSt: sunflower stalk, SS: marrow-less sunflower, SP: sunflower pith, FS: flax shiv, FF: flax fiber, LBr: lavender branches, LL: lavender leaves, LF: lavender flowers, and WS: wheat straw) [5]. 69
Figure 1.16. Evolution of the hydration delay of the model pastes and elastic modulus of plant-based concrete as a function of the extractives content of the bio-aggregates (H: hemp shiv, S: sunflower bark, Co: corn bark, HC: hemp concrete, SC: sunflower bark concrete, and CoC: corn bark concrete) [65]. 71
Figure 1.17. Evolution of dry density of the plant-based concrete as a function of the plant aggregate content for various studies (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley

straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; CB: corn cob; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [18, 22, 23, 28–31, 38, 41, 45, 49, 61, 67, 77, 97, 99, 102]..... 76
Figure 1.18. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of the plant-based concrete as a function of plant aggregate content (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [18, 23, 28, 30, 31, 38, 41, 45, 49, 61, 77, 97, 102]. 78
Figure 1.19. Strain-stress diagram (FWAS: fines from washing aggregate sludge; SX, HX, and CCX, respectively composites with barley straw, shiv hemp, and corn cob at Xwt.% (2.5wt.% or 5wt.%) [42]. 79
Figure 1.20. Strain-stress diagram of different hemp concrete formulations with different wt.% of hemp shiv at 1 year (ROOF: 25,1%; A4–1: 17.3%; A3–0.75: 16.9%; WALL: 16.5; FLOOR: 14.2; A3–1: 14.8; A4–1.5: 14.4; A3–1.5: 11.9; A3–2: 9.9) [28]. 80
Figure 1.21. Evolution of thermal conductivity of the plant-based concrete as a function of the plant aggregate content in various studies (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; RH: rice husk; and CC: corn cob) [18, 23, 28, 30, 30, 38, 41, 45, 49, 61, 67, 77, 97, 99, 102]..... 81
Figure 1.22. Water adsorption isotherms of earth plaster made with wheat straw, barley straw, and wood shavings, and without straw at 20 °C with (a) 9wt.%, (b) 3wt.% and (c) 1wt.% of aggregate content [157]. 82
Figure 1.23. (a) Moisture buffer value (MBV) of the flax concrete, (b) its standard deviations (Fi-j: formulation with i (1: mix of medium and large, 2: medium, 3: large) flax shives size and j (1: 11.5%, 2: 14.5%, 3: 17.5%) flax shives mass content) [23]. 84
Figure 1.24. Acoustical absorption of different hemp concrete formulations in 10 cm thick samples [28]. 84
Figure 1.25. Evolution of the density of plant-based concrete as a function of (a) the bulk density, and (b) the median particle length of plant aggregates (HS: hemp shiv; FS: flax shiv, 16% of content; FS1: flax shiv, 11.5% of content; FS2: flax shiv, 14.5% of content; FS3: flax shiv, 17.5% of content; WC: wood chip; BS: barley straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH, rice husk; CB, corn bark; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [15, 17, 20, 23, 25, 30–32, 42, 46, 55, 61, 84]. 86
Figure 1.26. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of plant-based concrete as a function of the plant aggregate bulk density (HS: hemp shiv; CB: corn bark; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RS: rape straw; and RH, rice husk) [15, 25, 30, 42, 43].88
Figure 1.27. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of plant-based concrete as a function of the plant aggregate median particle length (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; BS: barley straw; CB: corn bark; and RH, rice husk) [15, 17, 20, 23, 30, 42, 52, 61, 84]. 89
Figure 1.28. Compressive strength of model pastes after seven days as a function of water-soluble mass content (HS: hemp shiv; SB: sunflower bark; LS: lavender straw; and CB: corn bark) [65, 72, 119]. 91
Figure 1.29. Evolution of the thermal conductivity of plant-based concrete as a function of (a) the bulk density and (b) the median particle length of plant aggregates (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; CB: corn bark; RS: rape straw; and RH: rice husk) [15, 17, 23, 30, 32, 42, 55, 61, 61, 84]. 92

Figure 1.30. The thermal conductivity of plant-based concrete as a function of the thermal conductivity of bulk aggregates (HS: hemp shiv; BS: Barley straw; RS: rape straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; CC: corn cob) [15, 25, 30, 42, 53]..... 93
Figure 1.31. Sorption isotherms of flax concrete made from shives of three different sizes [23]. 94
Figure 1.32. Plan du travail de thèse (CHEN : chènevotte de chanvre, AL : anas de lin, MT : moelle de tournesol, ET : écorce de tournesol, PC : paille de coriandre, PB : paille de blé, MP : menues pailles de blé, SM : spathes de maïs, TM : tige de miscanthus, SV : sarments de vigne). 114
Figure 2.1. Schéma de transformation depuis le co-produit agricole brut jusqu'au granulat végétal final. 121
Figure 2.2. Illustration des aspects visuels des granulats végétaux retenus (CHEN : chènevotte, AL : anas de lin oléagineux, MT, moelle de tournesol, ET : écorce de tournesol, PC : paille de coriandre, PB : paille de blé, MP : menues pailles de blé, SM : spathes de maïs, TM : tige de miscanthus, SV : sarments de vigne). 122
Figure 2.3. Principe de la méthode de Van Soest et Wine (Hc: Hémicelluloses, C: Cellulose, L: Lignines). 123
Figure 2.4. Extracteurs Foss Fibertec (a) à chaud FT 122 et (b) à froid FT 121. 124
Figure 2.5. Teneur en hydrosolubles à pH 7 et 12 des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre croissant de leur teneur en hydrosolubles à pH 7). 127
Figure 2.6. Masses d'hydrosolubles à pH 7 et 12 dans 1 m^3 de granulats compactés humides puis séchés. 128
Figure 2.7. Scan sur fond noir des étalements de particules de menues pailles. 129
Figure 2.8. Pourcentage de surface de particules pour chaque intervalle de circularité, représentant trois types (1, 2 et 3) de circularité observée pour les granulats végétaux. 131
Figure 2.9. Circularités (a) et distributions granulométriques (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 1. 132
Figure 2.10. Circularités (a) et distributions granulométriques (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 2. 133
Figure 2.11. Circularité (a) et distribution granulométrique (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 3. 134
Figure 2.12. Inverse de l'élongation des granulats végétaux en fonction de leur axe mineur (Laborel-Préneron et al., 2016). 135
Figure 2.13. Récipient cylindrique de 12,0 cm de diamètre et de 28,3 cm de hauteur utilisé pour déterminer la masse volumique en vrac des granulats végétaux. 136
Figure 2.14. Principales étapes de détermination de la masse volumique des particules. 137
Figure 2.15. Moule cubique 15 × 15 × 15 cm^3 (gauche), rehausse de 7,5 cm (milieu) et piston (droite) utilisés pour la détermination de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchée et la fabrication des futurs blocs de bétons végétaux. 141
Figure 2.16. Principales étapes de détermination de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchée. 141
Figure 2.17. Comparaison des résultats de masse volumique des particules, obtenus avec quatre méthodes différentes et sur huit chènevottes différentes (Glé et al., 2021). 148
Figure 2.18. Différences entre les masses volumiques des particules de chènevottes vieillies et brutes (Glé et al., 2021). 149

Figure 2.19. Comparaison des résultats de masse de volumique du solide, obtenue avec cinq méthodes différentes sur deux chènevottes différentes (L et LM) (Glé et al., 2021)..... 151
Figure 2.20. Comparaison de la masse volumique compactée humide puis séchée et de la masse volumique en vrac des granulats végétaux..... 152
Figure 2.21. Schéma de principe des différents comportements des granulats : gonflement et/ou foisonnement sous compaction à l'état humide (à gauche), arrangement en vrac (au milieu), et réarrangement et écrasement sous compaction à l'état humide (à droite)..... 153
Figure 2.22. Fraction volumique de pore inter-particule, de pore intra-particule et de partie solide dans un arrangement en vrac des granulats végétaux sélectionnés pour l'étude..... 153
Figure 2.23. Comparaison entre porosité totale et porosité particulaire. 156
Figure 2.24. Cinétique d'absorption d'eau des granulats végétaux en échelle logarithmique de temps et droite de régression associée..... 158
Figure 2.25. Comparaison des IRA par volume de granulat et par masse de granulat (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des IRA par volume de granulat).. 160
Figure 2.26. Comparaison de l'IRA et de l'absorption d'eau réelle des granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de l'absorption réelle d'eau après compaction). 161
Figure 2.27. Comparaison de l'absorption réelle d'eau après compaction, par volume de granulats compactés et par masse de granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des absorptions réelles d'eau par volume de granulats compactés). 162
Figure 2.28. Mesure de conductivité d'un échantillon de granulat végétal. 163
Figure 2.29. Eprouvette faite des granulats seuls prête pour l'essai de compression. 165
Figure 2.30. Contrainte à 1,5% de déformation et module élastique (E) des empilements de granulats compactés séchés, définie comme étant la pente de la partie linéaire entre 0% et 0,5 % de déformation. 166
Figure 2.31. Courbes contrainte (σ) – déformation (ε) illustrant le comportement mécanique en compression des granulats végétaux compactés. 167
Figure 2.32. Porosité inter-particulaire en fonction de l'élongation des granulats..... 169
Figure 2.33. K1 en fonction de la porosité particulaire des granulats..... 170
Figure 2.34. Conductivité thermique en fonction de la masse volumique en vrac (a) et de la porosité totale (b). 171
Figure 2.35. Contrainte σ (ε = 1,5%) (a) et module élastique E (b) des empilements compactés de granulat végétaux en fonction de leur axe majeur..... 172
Figure 2.36. Module élastique E des empilements compactés de granulat végétaux en fonction de la porosité inter- particulaire. 174
Figure 3.1. (a) Trois couches à vibro-compacter dans un moule cubique, (b) mise en œuvre par vibro-compactage sur table vibrante, et (c) éprouvette à l'état frais après démoulage immédiat. 186
Figure 3.2. Acquisition des données de température et d'humidité relative de la zone de stockage du laboratoire pendant les 4 premiers mois..... 187
Figure 3.3. (a) Eprouvette cubique, (b) plan de sciage de l'éprouvette cubique pour l'obtention des éprouvettes parallélépipédiques, et (c) éprouvette parallélépipédique obtenue..... 188
Figure 3.4. Mesure de la conductivité thermique entre deux éprouvettes de 15 × 15 × 15 cm^3. 190

Figure 3.5. Comparaison entre conductivité thermique sèche et conductivité thermique à l'équilibre avec l'ambiance (histogramme plein : formulation avec de la chaux formulée ; histogramme hachuré : formulation avec liant pouzzolanique). 191
Figure 3.6. Conductivité thermique sèche des composites en fonction (a) de la masse volumique en vrac et (b) de la masse volumique compactée des granulats. 192
Figure 3.7. Conductivité thermique sèche des composites en fonction de la porosité particulaire des granulats. 193
Figure 3.8. Conductivité thermique des composites en fonction (a) de leur masse volumique sèche et (b) de leur masse volumique à l'équilibre avec l'ambiance. 194
Figure 3.9. Conductivité thermique du composite en fonction de sa masse volumique à l'état sec. 195
Figure 3.10. (a) Évolution de la conductivité thermique sèche des bétons végétaux en fonction de leur masse volumique sèche pour les valeurs expérimentales mesurées dans la présente étude, les résultats de la littérature (Al Rim et al., 1999; Ashour et al., 2010; Benmahiddine et al., 2020; Brouard et al., 2017; Cérézo, 2005; Chabannes, 2015; Dinh, 2014; Giroudon et al., 2019; Lagouin, 2020; Magniont, 2010; Mazhoud, 2015; Ratiarisoa et al., 2016) et la prédiction du modèle autocohérent et linéaire de Cérézo (2005) ; (b) Zoom sur la gamme des masses volumiques inférieures à 700 kg.m^{-3} et comparaison des modèles. 198
Figure 3.11. Mise en place de l'éprouvette de béton végétal entre les plateaux de la presse et les contreplaqués avant l'essai de compression cyclique. 200
Figure 3.12. Courbes contrainte-déformation dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au compactage. 201
Figure 3.13. Faciès de fissuration en compression dans la direction parallèle des blocs de bétons formés avec des granulats (a) de type écorce et (b) paille, et faciès de fissuration dans la direction (c) perpendiculaire (cas du béton d'anas de lin CF-AL-M1). 202
Figure 3.14. Comparaison (a) des modules flottants E et (b) des contraintes σ (ε=1,5%) dans les sens parallèle et perpendiculaire au sens de compactage. 203
Figure 3.15. Module flottant (E) du composite dans le sens parallèle au sens de compactage en fonction (a) de la porosité inter-particulaire du vrac des granulats et (b) du module élastique de l'empilement compacté des granulats. 204
Figure 3.16. Comparaison des modules flottants (E) des formulations avec les malaxages M1 et M2 dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au sens de compactage. 205
Figure 3.17. Comparaison entre les modules flottants (E) des formulations avec de la chaux formulée (CF) et du liant pouzzolanique (LP) dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au sens de compactage. 206
Figure 3.18. Comparaison entre les modules flottants (E) à 120 j et 365 j. 207
Figure 3.19. Schéma de l'emplacement de l'éprouvette 5 × 7,5 × 15 cm^3 sur le banc de flexion. 208
Figure 3.20. Résistance en flexion ($\sigma_{flexion}$) à 365 j en fonction de la résistance en compression (σ (ε=1,5%)) à 365 j des composites. 209
Figure 3.21. Résistance en flexion en fonction de la quantité en hydrosolubles à pH 12 dans le composite. 210
Figure 3.22. Comparaison des résistances en flexion des formulations selon les deux séquences de malaxage testées (M1 et M2). 211
Figure 3.23. Comparaison des formulations en fonction des volumes de granulats disponibles (VGD), et de leurs propriétés thermiques et mécaniques. 213

Figure 3.24. (a) Formulations avec des granulats les moins disponibles ; (b) Formulations avec des granulats disponibles mais des propriétés thermiques et mécaniques faibles ; (c) Formulations avec des granulats les moins performant mécaniquement ; (d) Formulations présentant une disponibilité des granulats et des paramètres thermique et mécanique supérieurs à la moyenne. 213
Figure 3.25. Module flottant (E //) en fonction de la conductivité thermique sèche des composites. 215
Figure 4.1. Eprouvettes cylindriques de (a) CF-ET, (b) CF-MT et (c) CF-MTt pour les essais de tomographie à rayons X. 227
Figure 4.2. (a) Plan de sciage de l'éprouvette cubique pour l'obtention des éprouvettes parallélépipédiques utilisées pour les essais MBV, et (b) éprouvette parallélépipédique de 7,5 × 7,5 × 15 cm^3 obtenue avec son couvert d'aluminium adhésif sur toutes les faces sauf la face d'échange. 227
Figure 4.3. Principe de fonctionnement de la tomographie à rayon X (Limodin et al., 2009). 230
Figure 4.4. Images 2D d'une particule d'écorce de tournesol (a) avant et (b) après compaction, dans le plan (1) transversal et (2) longitudinal. 232
Figure 4.5. Images 2D d'une particule de moelle de tournesol (a) avant et (b) après compaction, dans le plan (1) transversal et (2) longitudinal. 233
Figure 4.6. Images 2D dans le plan transversal (a) des écorces de tournesol compactées, (b) des moelles de tournesol compactées, et (c) des moelles de tournesol prétraitées puis compactées. 235
Figure 4.7. Ellipsoïde représentant le granulat et repère cartésien (X_1,X_2,X_3) de localisation. 236
Figure 4.8. Paramètres de forme et d'orientation des particules d'écorce de tournesol compactées humides puis séchées. 238
Figure 4.9. Images 2D dans un plan transversal des formulations à base (a) d'écorce de tournesol, (b) de moelle de tournesol et (c) de moelle de tournesol prétraitée. 239
Figure 4.10. Image 2D segmentée de la formulation CF-MTt (bleu : enrobages + pâtes liantes ; vert : pores inter-particulaires; rouge : particules de moelle de tournesol). 240
Figure 4.11. Paramètres de forme et d'orientation des particules d'écorce de tournesol dans le composite. 242
Figure 4.12. Conductivité thermique en fonction de la masse volumique sèche des formulations ayant le même dosage en liant de 258 $kg.m^{-3}$. 243
Figure 4.13. Comparaison des conductivités thermiques des formulations avec et sans prétraitement des granulats. 244
Figure 4.14. Comparaison des conductivités thermiques des formulations en fonction de leurs dosages en liant. 245
Figure 4.15. Comparaison entre les conductivités thermiques des blocs de mêmes paramètres de formulation fabriqués en laboratoire et en industrie. 246
Figure 4.16. Comparaison des conductivités thermiques des formulations à 60 j et 120 j. 246
Figure 4.17. Conductivité thermique sèche des composites en fonction de leur masse volumique sèche à 60 j (échéance supérieure à 365 j pour les blocs BIOSYS). 247
Figure 4.18. Courbes contrainte-déformation dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au compactage, et module flottant dans les directions (c) parallèle et (d) perpendiculaire au compactage des formulations ayant un dosage en liant de 258 $kg.m^{-3}$. 249

Figure 4.19. Comparaison des modules flottants des formulations avec et sans prétraitement des granulats. 251
Figure 4.20. Comparaison des modules flottants des formulations en fonction de leurs dosages en liant. 251
Figure 4.21. Comparaison entre les modules flottants des blocs de mêmes paramètres de formulation fabriqués en laboratoire et en industrie. 252
Figure 4.22. Comparaison des modules flottants et des masses volumiques sèches des formulations à échéances différentes (60 j, 120 j et 365 j). 253
Figure 4.23. Module flottant des composites sollicités dans la direction parallèle à la direction de compaction en fonction de leur masse volumique sèche à 60 j (échéance supérieure à 365 j pour les blocs BIOSYS). 254
Figure 4.24. Courbes de sorption de vapeur d'eau des granulats (a) en teneur massique et (b) en quantité d'eau adsorbée par 1 m^3 de composite. 256
Figure 4.25. Comparaison des courbes de sorption de vapeur d'eau des formulations avec différents granulats contenant tous de la chaux formulée (CF) en guise de liant. 256
Figure 4.26. Comparaison des isothermes de sorption de vapeur d'eau des pâtes de CF et de LF. 257
Figure 4.27. Comparaison des isothermes de sorption de vapeur d'eau des bétons de chanvre et de moelle de tournesol avec deux liants différents (CF : chaux formulée ; FL : fines de lavage). 258
Figure 4.28. Présentation graphique des classes de MBV (Rode et al., 2005)..... 260
Figure 4.29. Comparaison des MBV des formulations avec différents granulats..... 260
Figure 4.30. Comparaison des MBV des formulations avec des liants différents. 261

Liste des tableaux

Tableau 2.1. Classification et notation des granulats végétaux issus des co-produits agricoles retenus avec leurs critères de sélection. 120
Tableau 2.2. Composition chimique des granulats végétaux (teneurs exprimées en % de leur masse sèche ; les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur teneur en cellulose). 125
Tableau 2.3. Moyennes et écart-types de l'élongation, des axes majeur et mineur, du diamètre équivalent surface (DES) et de la circularité des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur circularité). 131
Tableau 2.4. Valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques des composants chimiques des matériaux ligno-cellulosiques issues de la littérature et utilisées pour la détermination de la masse volumique du solide. 140
Tableau 2.5. Comparaison des masses volumiques en vrac mesurées des granulats végétaux sélectionnés avec les résultats existant dans la littérature (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces masses volumiques). 145
Tableau 2.6. Masses volumiques des particules des granulats végétaux sélectionnés (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces masses volumiques). 146
Tableau 2.7. Valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques du solide des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des moyennes ces masses volumiques). 150
Tableau 2.8. Porosités particulaires des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces porosités particulaires). 155
Tableau 2.9. Paramètres d'absorption d'eau des granulats végétaux (IRA : Initial Rate of Absorption ; K1 : taux de diffusion dans une particule ; R^2 : coefficient de corrélation). 158
Tableau 2.10. Paramètres d'absorption d'eau des granulats végétaux par volume de granulat (IRA : Initial Rate of Absorption ; K1 : taux de diffusion dans une particule). 159
Tableau 2.11. Conductivités thermiques à l'état sec des granulats et comparaison avec la littérature (les granulats végétaux ont été classés par ordre croissant des conductivités thermiques à l'état sec). 164
Tableau 2.12. Paramètres de caractérisation mécanique en compression des granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur module élastique). 168
Tableau 3.1. Etapes des deux séquences de malaxage ; M1 : avec préparation au préalable d'un lait de liant, M2 : introduction des liants anhydres après prémouillage des granulats. 182
Tableau 3.2. Synthèse des formulations fabriquées. 182
Tableau 3.3. Paramètres de formulation des mélanges étudiés et masses volumiques sèches des composites mesurées expérimentalement. 185
Tableau 3.4. Nombre d'éprouvettes testées pour chaque formulation et par caractérisation. 188
Tableau 3.5. Synthèse des quantités d'hydrosolubles à pH 12 dans 1 m^3 de granulats compactés. 205
Tableau 3.6. Résumé des volumes de granulats disponibles (VDG), des conductivités thermiques sèches ($\lambda_{sèche}$) et des modules flottants parallèles (E //) pour chaque formulation. 212
Tableau 4.1. Synthèse des propriétés des granulats végétaux. 223

Tableau 4.2. Caractéristiques des fines de lavage (Lagouin, 2020). 224
Tableau 4.3. Proportion des composants des pâtes de liant. 225
Tableau 4.4. Paramètres de prétraitement des granulats. 225
Tableau 4.5. Paramètres de formulation des mélanges étudiés. 226
Tableau 4.6. Nombre et dimension des éprouvettes testées pour chaque formulation et pour chaque type de caractérisation. 228
Tableau 4.7. Masse volumique sèche des composites. 229
Tableau 4.8. Porosités des particules d'écorce et de moelle de tournesol avant et après compaction par tomographie aux rayons X, et par estimation à partir des masses volumiques. 233
Tableau 4.9. Proportions des particules et des pores inter-particulaires pour l'écorce de tournesol compactée et pour la moelle de tournesol prétraitée puis compactée. 237
Tableau 4.10. Porosités des écorces de tournesol compactées et des moelles de tournesol prétraitées puis compactées, obtenues par tomographie aux rayons X (n_{inter}, n_{intra} et n_{totale} : porosités inter-particulaire, intra-particulaire et totale). 238
Tableau 4.11. Proportion des pâtes de liant, des particules et des pores inter-particulaires dans le béton d'écorce de tournesol (CF-ET) et dans le béton de moelle de tournesol prétraitée (CF-MTt). 240
Tableau 4.12. Comparaison entre les porosités obtenues par tomographie aux rayons X et par estimation à partir des masses volumiques dans le béton d'écorce de tournesol (CF-ET) et dans celui de moelle de tournesol prétraitée (CF-MTt) ($n_{inter\text{-}particule}$, $n_{intra\text{-}particule}$: porosités inter- et intra-particulaire ; $n_{intra\text{-}liant}$: porosité intra-liant ; et $n_{totale\ composite}$: porosité totale du composite). 241
Tableau 1. Référentiel de caractérisation des granulats végétaux pour la construction, constitué par un catalogue de méthodes de caractérisation et des limites pour chaque paramètre en fonction de leurs utilisations (CF : chaux formulée commerciale ; CNF : ciment naturel formulé et FL : fines de lavages). 273

Liste des symboles

Symboles latins

A	Aire projetée d'une particule	(mm^2)
Apl	Aplatissement	(-)
AR	Aspect ratio	(-)
b	Largeur de l'éprouvette parallélépipédique pour essai de flexion	mm
C	Circularité	(-)
D50	Diamètre médian des granulats	µm
D90	Diamètre médian des granulats	µm
DES (ou EAD)	Diamètre équivalent surface	mm
dosage (E)	Dosage en eau	($kg.m^{-3}$)
dosage $(E)_i$	Dosage en eau de la formulation i	($kg.m^{-3}$)
dosage $(E_{liant})_i$	Dosage en eau d'hydratation de liant pour la formulation i	($kg.m^{-3}$)
dosage $(E_{liant})_{réf}$	Dosage en eau d'hydratation de liant pour la formulation de béton de chanvre de référence	($kg.m^{-3}$)
dosage $(E_{prémouillage})_i$	Dosage en eau de prémouillage de granulats pour la formulation i	($kg.m^{-3}$)
dosage $(E_{prémouillage})_{réf}$	Dosage en eau de prémouillage de granulats pour la formulation de béton de chanvre de référence	(($kg.m^{-3}$)
dosage (G)	Dosage en granulat	($kg.m^{-3}$)
dosage $(G)_i$	Dosage en granulat de la formulation i	($kg.m^{-3}$)
dosage $(G)_{réf}$	Dosage en granulat de la formulation de béton de chanvre de référence	($kg.m^{-3}$)
dosage (L)	Dosage en liant	($kg.m^{-3}$)
dosage (L)i	Dosage en liant de la formulation i	($kg.m^{-3}$)
dosage $(L)_{ref}$	Dosage en liant de la formulation de béton de chanvre de référence	($kg.m^{-3}$)
E	Module élastique de l'empilement compacté des granulats ou module flottant des composites	(kPa ou MPa)
El	Elongation	(-)
e_t	Epaisseur totale de l'échantillon et de la boîte plastique	(m)
F	Effort maximal de flexion	N
h	Epaisseur de l'éprouvette parallélépipédique pour essai de flexion	mm
HR (ou RH)	Humidité relative	(%)
HR_{basse}	Humidité relative la plus basse d'un cycle de l'essai de MBV	%HR
HR_{haute}	Humidité relative la plus haute d'un cycle de l'essai de MBV	%HR

Hydr pH 12	Quantité d'hydrosoluble à pH 12	$kg_{Hydr\ pH12}.m^{-3}$ granulats compactés
IRA	Taux d'absorption d'eau initiale	(%)
K	Constante incluant la diffusivité thermique du matériau	(-)
k	Rapport entre la masse de particules et la masse de liant dans un composite	$(kg.m^{-3})$
K_1	Taux de diffusion dans une particule	$(\%.Log(min)^{-1})$
L	Distance entre les appuis du banc de flexion	mm
m	Masse de l'échantillon	(kg)
M	Teneur en matière minérale	(%)
m_0	Masse de matière sèche	(kg)
MBV	Capacité tampon hygrique	$(g.m^{-2}.\%HR^{-1})$
m_e	Masse d'eau équivalent aux granulats en vrac	kg
m_{ghum}	Masse des échantillons des granulats compactés humides	kg
m_{gsec}	Masse des échantillons des granulats compactés humides puis séchés	kg
m_p	Masse des particules	kg
m_{s+p}	Masse du sable fin et de particules de 1000ml de volume	kg
m_{sseul}	Masse du sable fin compacté seul de 1000 ml de volume	kg
m_v	Masse des granulats en vrac	kg
n_{inter}	Porosité inter-particulaire	(%)
n_{intra}	Porosité intra-particulaire	(%)
n_p	Porosité particulaire	(%)
n_{totale}	Porosité totale	(%)
P	Pression pour porosimétrie au mercure	(Pa)
P	Périmètre d'une particule	(mm)
q	Flux de chaleur par mètre	$(W.m^{-1})$
Q	Apport de chaleur	(W)
R_a	Rayon du sphère concentrique délimitant l'air dans le modèle autocohérent	mm
R_l	Rayon du sphère concentrique délimitant le liant dans le modèle autocohérent	mm
R_p	Rayon du sphère concentrique délimitant la particule dans le modèle autocohérent	mm
S	Surface d'une coupe transversale d'une éprouvette	m^2
v_{gsec}	Volume des échantillons des granulats compactés humides puis séchés	m^3
v_p	Volume des particules	m^3
v_{sseul}	Volume du sable fin compacté seul (1000 ml)	m^3
v_v	Volume des granulats en vrac	m^3
w	Teneur en eau	(%)
w_i	Proportion massique d'un composant chimique i	(-)

$w_{réelle}$	Quantité ou teneur d'absorption réelle d'eau	$kg_{eau}.m^{-3}{}_{granulats\ compactés}$ ou %
X	Grand axe de l'ellipsoïde représentant une particule	mm
Y	Axe moyen de l'ellipsoïde représentant une particule	mm
Z	Petit axe de l'ellipsoïde représentant une particule	mm

Symboles grecs

Δm	Quantité d'eau adsorbée/libérée pendant une phase du cycle de MBV	(g)
ΔT	Différence de température	(°)
α	Coefficient d'absorption acoustique	(-)
γ	Tension de surface du mercure	($N.m^{-1}$)
δ	Concentration volumique du modèle autocohérent à inclusion tricomposite	(-)
ε	Déformation	(%)
θ	Angle de contact entre le mercure et l'échantillon	(°)
θ	Ange entre un axe dans le plan horizontal et la projection d'une particule dans ce plan	(°)
θ	Concentration volumique du modèle autocohérent à inclusion tricomposite	(-)
λ	Conductivité thermique	($W.m^{-1}.K^{-1}$)
λ_a	Conductivité thermique de l'air	($W.m^{-1}.K^{-1}$)
λ_l	Conductivité thermique du liant	($W.m^{-1}.K^{-1}$)
λ_p	Conductivité thermique de la particule	($W.m^{-1}.K^{-1}$)
$\lambda_{sèche}$	Conductivité thermique sèche des granulats ou des composites	($W.m^{-1}.K^{-1}$)
ρ	Masse volumique du composite	($kg.m^{-3}$)
ρ_{comp}	Masse volumique compactée humide puis séchée	($kg.m^{-3}$)
ρ_{comp_i}	Masse volumique compactée humide puis séchée d'un granulat i	($kg.m^{-3}$)
$\rho_{comp_réf}$	Masse volumique compactée humide puis séchée de la chènevotte de référence	(($kg.m^{-3}$)
ρ_e	Masse volumique de l'eau	($kg.m^{-3}$)
$\rho_{fraîche}$	Masse volumique à l'état frais des composites	($kg.m^{-3}$)
ρ_i	Masse volumique d'un composant chimique i	($kg.m^{-3}$)
ρ_l	Masse volumique du liant	($kg.m^{-3}$)
ρ_p	Masse volumique des particules	($kg.m^{-3}$)
ρ_s	Masse volumique du solide	($kg.m^{-3}$)
$\rho_{sèche}$	Masse volumique à l'état sec des composites	($kg.m^{-3}$)

ρ_{sseul}	Masse volumique du sable fin compacté seul	(kg.m^{-3})
ρ_v	Masse volumique en vrac	(kg.m^{-3})
σ	Contrainte de compression	(MPa)
σ (ε= 1.5%)	Contrainte de compression à 1,5% de déformation de l'empilement compacté des granulats ou des composites	(kPa ou MPa)
$\sigma_{flexion}$	Résistance en flexion des composites	(MPa)
φ	Angle entre l'axe vertical et le grand axe X de l'ellipsoïde représentant la particule	(°)

Acronymes

ADEME	Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
ADF	Acid Detergent Fiber
AIL	Acid Insoluble Lignin
ASL	Acid Soluble Lignin
BBM	Bio-aggregates-based Building Materials
CenC	Construire en Chanvre
DVS	Dynamic Vapor Sorption
FRD	Fibres Recherche Développement
GES	Gaz à Effet de Serre
MIP	Mercury Intrusion Porosimetry
NDF	Neutral Detergent Fiber
R&D	Recherche et Développement
REV	Representative Elementary Volume
SEM	Scanning Electron Microscopy
SIAEP	Syndicat Intercommunal d'Alimentation d'Eau Potable
SSS	Satured Salt Solution
TAPPI	Technical Association of Pulp and Paper Industry
TC RILEM	Technical Commitee of the International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems, and Structures

Introduction générale

Le réchauffement climatique est une problématique mondiale qui touche presque tous les secteurs d'activité. Pour l'Europe, en particulier, le secteur de la construction est à lui seul responsable de la consommation de 40% d'énergie et de l'émission de 36% des gaz à effet de serre (GES). Dans ce contexte, le Conseil européen s'est engagé à réduire son taux d'émission de GES de 80% d'ici 2050 en comparaison de son niveau d'émission de 1990 (European Commission, 2014).

Afin d'atteindre cet objectif ambitieux, la France se doit d'apporter sa contribution. Pour l'Hexagone, les parts du secteur de la construction sur la consommation d'énergie et sur l'émission de GES sont respectivement de 43% et 23% (Ministère de la Transition écologique, 2020). Par ailleurs, ce secteur est le premier dans la consommation de matières premières non renouvelables et dans la production de déchets (ADEME, 2018).

De ce fait, il est nécessaire que le secteur de la construction se tourne vers l'utilisation de matériaux de construction à faible impact environnemental. Dans ce domaine, les bétons végétaux répondent, au moins en partie, à la problématique. Il s'agit de mélanges d'un liant minéral, de particules de co-produits végétaux et d'eau. Les co-produits végétaux, autrement appelés granulats végétaux ou biosourcés, utilisés dans ces matériaux sont renouvelables, constituent des puits de carbone, et pourraient être biodégradés en fin de vie. Par ailleurs, les bétons végétaux étant utilisés en isolation répartie, ils permettent une réduction significative de la consommation d'énergie des bâtiments au cours de leur durée de vie et peuvent participer à l'amélioration du confort hygrothermique des usagers grâce à leur caractère hygroscopique et à leur contribution à l'inertie thermique.

Les bétons végétaux ont été l'objet de nombreuses études depuis plusieurs années afin de mieux comprendre leur comportement et leurs propriétés d'usage. La France a développé de nombreuses recherches sur les bétons végétaux avec une large majorité des publications portant sur les bétons de chanvre. Cependant, Laborel-Préneron et al. (2018) ont mis en évidence que les co-produits issus du chanvre ne représentaient que moins de 0,02% des co-produits de culture en France. Ils sont même quasiment absents dans certaines régions de France, notamment dans le Sud-Ouest de la France où se sont déroulés les travaux de recherche de la présente thèse. L'identification et la qualification des co-produits agricoles disponibles localement et qui pourraient être utilisés en tant que granulats pour la construction, en substitution des chènevottes de chanvre, sont donc indispensables afin de pérenniser le développement de ces matériaux de constructions durables dans le Sud-Ouest.

Au vu du contexte et avec l'aide d'un partenaire industriel, Ovalie Innovation (filiale R&D des deux groupes coopératifs Maïsadour et Vivadour), l'objectif principal de cette thèse de doctorat est d'élaborer des protocoles de caractérisation pertinents pour les granulats végétaux afin d'apprécier la possibilité de valoriser ces co-produits agricoles locaux dans la construction.

Pour cela, la connaissance des méthodes existantes de caractérisation des granulats végétaux est nécessaire. Il est également indispensable d'avoir une méthode de formulation des bétons végétaux qui soit applicable et répétable sur tout type de granulats végétaux, selon leur disponibilité locale, permettant ainsi leur comparaison. L'évaluation du potentiel de chaque granulat végétal doit également se faire sur la base de la comparaison des propriétés d'usage des composites obtenus à partir de ces granulats. Selon les fonctions visées pour les bétons végétaux, les propriétés d'usage à étudier sont des propriétés hygrothermiques et mécaniques.

Il est important que le composite final assure bien sa fonction d'isolant thermique, tout en garantissant le confort des usagers au travers de la régulation de l'humidité intérieure et en ayant une tenue mécanique acceptable pour sa mise en œuvre ou son transport pour le cas des bétons végétaux préfabriqués. Ces derniers constituent les produits finaux attendus dans cette étude. Selon la méthode de fabrication mise en œuvre ou le liant utilisé, les propriétés d'usage des composites peuvent également varier. Il est important de prendre en considération cette diversité, en appliquant des méthodes de fabrication variées et en utilisant différents types de liant, réactifs ou non, afin d'étoffer le référentiel de caractérisation des granulats à mettre à place.

Au regard du contexte présenté ci-dessus, ce travail de thèse est structuré en quatre grands chapitres, le premier étant consacré à une étude bibliographique autour de notre thème de recherche et les trois autres constituant les chapitres expérimentaux à proprement parler.

Le premier chapitre (chapitre bibliographique) se présente sous la forme d'une review, publiée dans le journal *Recent Progress in Materials* en juin 2021 et retranscrite dans sa version intégrale dans le présent manuscrit. Il fait un bilan des connaissances sur les propriétés multi-physiques des granulats végétaux déjà utilisés dans les matériaux de construction en association avec une matrice minérale et des corrélations existant entre ces propriétés et celles des composites associés.

Le second chapitre s'intéresse à la sélection et à la caractérisation multi-physique des granulats végétaux utilisés dans cette étude. Il présente dans un premier temps les critères de sélection des co-produits agricoles et le processus de transformation utilisé afin d'obtenir les granulats à étudier. Dans un second temps, des propositions de méthodes de caractérisation chimique, physique et mécanique sont présentées et les résultats sur les granulats végétaux sont analysés afin d'évaluer leur pertinence. Certaines de ces méthodes sont des recommandations du TC RILEM 236-BBM. D'autres sont des méthodes tirées de précédentes études et appliquées dans leurs versions originales ou adaptées, et les dernières ont été spécifiquement développées dans le cadre de cette thèse. Les liens entre ces propriétés sont également discutés.

Le troisième chapitre traite de l'impact des propriétés des granulats précédemment déterminées sur les propriétés d'usage des composites (propriétés thermiques et mécaniques, en compression et en flexion). Une méthode de formulation permettant la comparaison du potentiel des granulats entre eux sur les composites formés est d'abord présentée. Outre les propriétés des neuf granulats sélectionnés et d'une chènevotte de chanvre utilisée comme granulat de référence, les influences de deux séquences de malaxage et de deux liants réactifs (de la chaux formulée commerciale et un liant pouzzolanique à base de métakaolin) sur les propriétés d'usage des composites sont également étudiées. À l'issue de l'analyse des résultats, les trois meilleures formulations répondant à la fois aux critères de disponibilité des granulats et de performance thermique et mécanique des composites sont présentées et retenues pour une étude plus approfondie dans la suite de l'étude.

Enfin, le dernier chapitre est consacré à l'étude du potentiel des trois granulats végétaux les plus prometteurs (anas de lin oléagineux, moelle et écorce de tournesol) pour une utilisation dans la construction. En plus de deux chènevottes différentes en guise de références, les trois granulats retenus sont associés à deux liants réactifs distincts : de la chaux formulée commerciale et un ciment naturel formulé utilisé par la société Vicat, partenaire de ce projet,

pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS disponibles sur le marché, et un liant non réactif constitué de fines de lavage issues d'une carrière locale. Après une étude microstructurale de deux granulats de natures bien différentes (moelle et écorce de tournesol) et des composites formés, les propriétés hygrothermiques et mécaniques des composites sont discutées. L'impact de divers paramètres liés aux granulats, aux liants, à la fabrication et à la formulation est également analysé dans cette partie du travail.

En conclusion de cette étude, une synthèse générale des résultats obtenus est effectuée. Elle propose une contribution à l'élaboration d'un référentiel de caractérisation des granulats végétaux pour la construction. En particulier, elle contient le catalogue des diverses méthodes développées de caractérisation multi-physique des granulats et les limites de chaque paramètre de caractérisation selon la nature du liant à utiliser dans le mélange. Enfin, des perspectives de recherche sont également suggérées afin d'améliorer le référentiel initié pour les années à venir.

Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les propriétés multi-physiques des granulats végétaux utilisés pour des bétons végétaux

Préambule

Cette thèse ayant pour but d'évaluer le potentiel des co-produits agricoles locaux en tant que matériaux de construction, notamment incorporés dans des liants minéraux, nous nous proposons dans ce premier chapitre, consacré à la bibliographie en lien avec le travail de thèse, de faire un point sur les agroressources déjà utilisées dans des bétons végétaux, sur leurs propriétés et les méthodes de caractérisation correspondantes, ainsi que sur leurs impacts sur les propriétés des composites les incorporant. Ce chapitre se présente sous la forme d'une review qui a été publiée dans *Recent Progress in Materials* (ISSN 2689-5846) en juin 2021 (doi:10.21926/rpm.2102026). Celle-ci est basée sur cent vingt références principales couvrant les propriétés des granulats végétaux et leurs corrélations avec les propriétés des bétons végétaux formés. Elle est structurée en deux grandes parties.

La première partie donne un aperçu des granulats végétaux utilisés avec des liants minéraux. Tout d'abord, le terme « granulat végétal » est défini afin d'éviter toute confusion, les dénominations pouvant varier selon les auteurs. Ensuite, les granulats végétaux sont recensés et classés suivant leur origine tout en précisant leur localisation (tant des plantes que des études), leur disponibilité et les processus de transformation et de traitement. Dans un second temps, une discussion sur la disponibilité des granulats végétaux en France et le nombre d'études sur chacun d'eux est proposée. Enfin, les méthodes de caractérisation et les propriétés des granulats végétaux sont développées afin de faire un bilan des connaissances sur chacune des agroressources et sur les techniques de caractérisation.

La deuxième partie est consacrée aux impacts des divers paramètres liés aux granulats sur les propriétés physiques, mécaniques, thermiques, hydriques et acoustiques des composites. Dans un premier temps, les impacts de la teneur et de la nature des granulats sont évoqués. Ensuite, ce sont les éventuels effets des propriétés multi-physiques et chimiques qui sont analysés.

Cette review permet d'avoir une synthèse des connaissances déjà acquises sur le sujet et des questions qui restent en suspens dans la littérature concernant les impacts des granulats végétaux sur les bétons végétaux. Nous nous appuierons sur le contenu de cette review afin d'élaborer la démarche de travail de cette thèse.

A review of the multi-physical characteristics of plant aggregates and their effects on the properties of plant-based concrete

Published in Recent Progress in Materials, Volume 3, June 2021, https://doi.org/10.21926/rpm.2102026

Herinjaka Haga Ratsimbazafy[1, *], Aurélie Laborel-Préneron[1], Camille Magniont[1], Philippe Evon[2]

[1] Université de Toulouse, INSA, UPS, LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions), 135 avenue de Rangueil, 31 077 Toulouse Cedex 04, France
[2] Université de Toulouse, INP, INRAe, ENSIACET, LCA (Laboratoire de Chimie Agro-industrielle), 4 allée Emile Monso, BP 44362, 31030 Toulouse Cedex 4, France
Correspondence: Herinjaka Haga Ratsimbazafy; E-Mail: ratsimba@insa-toulouse.fr

Abstract

The use of plant aggregates obtained from agricultural co-products mixed with mineral binders to form eco-friendly insulating building materials has been initiated for a few years to bring environmentally friendly solutions to the construction sector. Several studies on different agro-resources have already been carried out, providing various information about the properties of plant aggregates and plant-based concrete. However, the characteristics of the agricultural co-product, which allow it to qualify as a plant aggregate for plant-based concrete, are not yet very clear despite the multitude of data, especially on hemp concrete. Therefore, it is important to gather numerous but very disparate pieces of information available in the literature concerning the properties of plant aggregates and their correlations with composites. This review is based on the results of 120 articles and aims to identify the characterization methods and the multi-physical properties of plant aggregates affecting those of plant-based concrete and to propose additional factors that could influence the properties of the composites. A total of 18 plant aggregates of different origins used for plant-based concrete have been listed in the literature. In France, hemp shiv is the most studied one, but its quantity is quite low unlike cereal or oilseed straws and wood transformation residues. With the existence of several characterization methods, properties like microstructure, particle size distribution, bulk density, water absorption capacity, and chemical composition of aggregates are easily and frequently determined. In contrast, data on the apparent density of particles, the skeleton density, and the hygro-thermal properties of aggregates are rare. The particle size, density, and porosity have been identified as important parameters influencing the properties of the composites. Other parameters related to the behavior of the aggregates under wet compaction and compression of their stacking can also predict the physical and mechanical properties of the obtained plant-based concrete. Dosages of the constituents should be preferred as formulation parameters for future studies assessing the impact of the aggregate properties on the composites.

Keywords

Multi-physical properties; building materials; agricultural by-products; plant aggregates; plant-based concrete

1. Introduction

Climate change is one of the biggest threats faced globally and also a tough social and economic issue [1, 2]. Considering its harmful effects, the construction sector has to face four major environmental issues including, Greenhouse gas (GHG) emissions, energy consumption, consumption of non-renewable resources, and waste production. Plant-based materials are alternative solutions due to their unique ecological benefits, home comfortability (humidity, thermal and acoustic regulation), and material sustainability [3]. Since prehistoric times, people have already used plant fibers as reinforcing materials by incorporating straws into bricks during the reign of Pharaoh [4]. However, scientific studies on fiber-reinforced concrete (FRC) made from plant fibers started at the end of the 20th century. The defibration process of certain plant stems such as hemp, and textile flax generates woody particles (called shives) used for a long time as animal litter or combustion (*i.e.*, for energy production). For about 30 years, to improve the environmental concerns linked to the construction sector, these plant particles or "plant aggregates" have been used as thermal insulating building materials, either in their bulk state or incorporated into mineral binders to form "plant-based concrete". Several plant aggregates including hemp shiv, flax shiv, coconut coir, wood chip, cereal or oilseed straws, rice husk, corn cob, diss stem, bamboo stem, cane bagasse, sugar beet pulp, miscanthus stem, and lavender straw have been already tested with mineral binders, but most of the studies on plant-based concrete were majorly concentrated on hemp shiv due to the development of the hemp industry [5]. Although France is the first European producer of hemp [6], hemp shiv is much less available than some agricultural by-products such as cereal straws [7]; thus, more research is required for the locally available plant by-products. Due to the highly diverse plant aggregates used in plant-based concrete, their multi-physical properties also vary with a multitude of characterization methods proposed by different researchers. Presently, no universal standard is available to govern the characterization of plant aggregates used in building materials. In turn, the work of RILEM (International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems, and Structures) TC (Technical Committee) 236-BBM (bio-aggregates-based building materials) was dedicated to this area. This work is relatively centered on the basic characteristics of hemp shiv as it is one of the most studied and widely used bio-aggregate in construction materials [5]. The properties and methods of characterization of hemp shiv and hemp concrete are the best known in the literature. Because of these observations, this review intends to identify all the aggregates of plant-based concrete mentioned in the literature as well as the correlation between their properties and those of the composites to understand the key parameters related to the aggregates thereby, assessing their potentials. This information can help in developing plant-based concrete that can be largely developed from available and compatible local agricultural resources.

In recent years, with the rapid growth of green construction technology, several studies based on the properties of plant-based concrete, including literature reviews, have been published. Lately, Sáez-Pérez *et al*. studied the factors such as the quality of the aggregate, the choice of the binder, the dosage of the constituents, and the manufacturing methods affecting the properties and performance of hemp aggregate concrete [8]. Similarly, Jami et al. published another review based on the properties of hemp concrete [9]. Interestingly, apart from discussing the usual properties of hemp concrete, they related mixing and manufacturing

processes to each other and also addressed the possible applications of hemp concrete in the construction sector.

The present review discusses the multi-physical properties of plant aggregates and their effects on the properties of plant-based concrete. It summarizes 120 published articles based on the properties of plant aggregates and their impact on the characteristics of the composite formed with mineral binders. It is structured in two main parts. The first part is dedicated to the generalities of plant aggregates used with mineral binders. Firstly, the term *"plant aggregate"* was discussed and defined, followed by a classification of the listed plant aggregates according to their origins. Besides, their transforming process was indicated. Next, the availability of plant aggregates in France was briefly discussed. Lastly, a comprehensive review of the literature was carried out on the multi-physical properties of plant aggregates used in construction and the variety of methods applied to characterize them. The second part of the review treats the impact of diverse factors related to plant aggregates, such as their mass content, nature, and properties. Literature showed that the physical, mechanical, hygrothermal, and even acoustical properties of the composites may be affected by all these parameters.

2. Overview of Plant Aggregates Used with Mineral Binder

2.1. Definition of the Term "Plant Aggregate"

According to the fields of use, different terms have been used in the literature to designate vegetal additions into a mineral matrix. Since, for the first half of the 20th century, the term "fiber" has been used to classify the vegetal additions into a cement matrix for the manufacture of prefabricated fiber-cement profiled elements, historically based on asbestos fibers but then substituted by vegetal fibers of different origins for various health reasons. The plant fibers incorporated in these materials have micro or nano dimensions and are used for the mechanical reinforcement of the cement matrix. The term "fiber" is also used in the formulation of cement-bonded particle boards. The particles used in these formulations are in millimeters, and the prefabricated elements obtained are mainly used as elements of exterior walls or partitions. For 15 years, the term "plant aggregate" has been preferred over fibers to define particles with high intra-particle porosity and incorporated into the mineral matrix to improve its thermal insulation performance.

According to the FRD (Fibres Recherche Développement) report published in 2011 [10], to create the same semantic for plant fibers common to all sectors, a plant aggregate was defined as the part of the plant corresponding to the marrow or the ligneous parts of stems, obtained from post-decortication or post-refining separation, with millimeter to centimeter length varying according to the defibrated plant and customer demand (Figure 1.1). However, this was an incomplete definition because other parts of plants like coir [11], husk [12], cob [7], or pulp [13] are also considered aggregates. In addition, the length of the particles alone is not enough to differentiate the fibers from the aggregates because a few lengths are common in both of them, as shown in Figure 1.1.

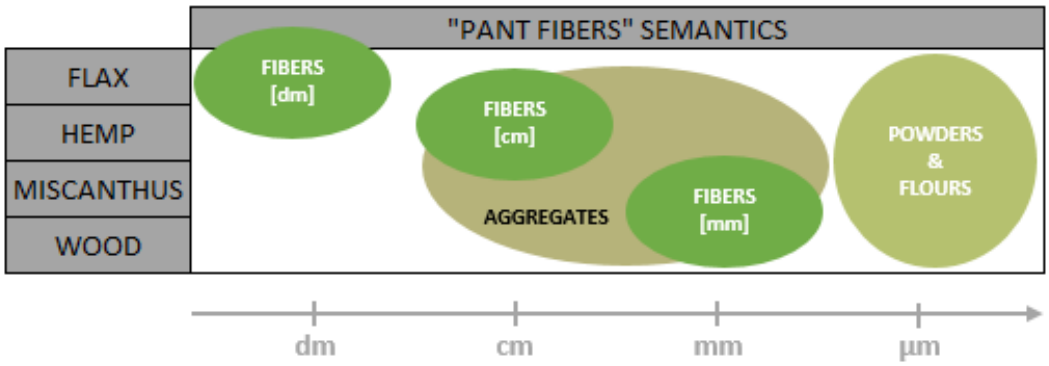

Figure 1.1. Semantics of plant fibers [10].

To complete this definition, Laborel-Préneron et al. (2016) defined two geometrical parameters, including the inverse of aspect ratio (1/AR, with AR defined as the ratio of length to diameter) and the diameter (Figure 1.2). It made it possible to differentiate the fibers with the smallest 1/AR ratio and diameter values from the aggregates with 1/AR higher than 0.10. However, the straws located between the fibers and aggregates were much more difficult to classify according to this criterion.

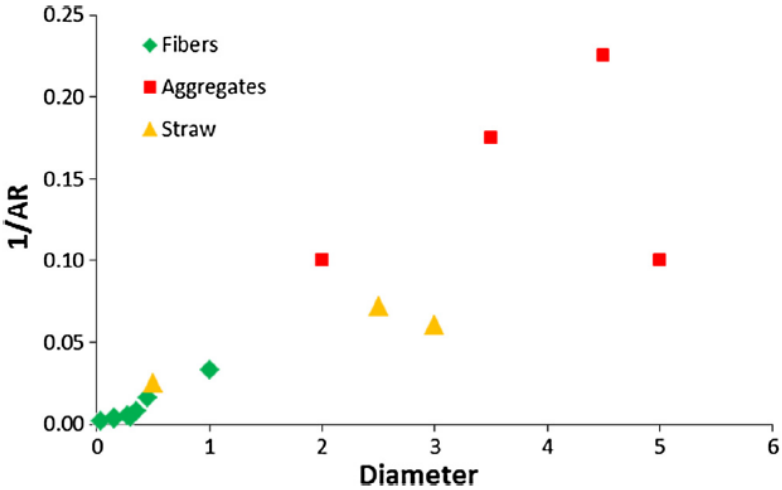

Figure 1.2. The graph depicting the variation in the inverse of the particle's aspect ratio (AR) as a function of its diameter [14].

The inverse of the AR (1/AR) as a function of the minor axis of all the plant aggregates incorporated in a mineral binder presented in this review is shown in Figure 1.3 and compared with those of the fibers reviewed in earlier studies [14]. Contradictory, the plant residues considered in this review and, which will be called here as "plant aggregates" were less elongated with an inverse AR higher than 0.05 and a minor axis (minor axis of the ellipse shape fitted to the particle) higher than 0.5 mm in comparison to fibers, after undergoing a decortication or a grinding process followed by sieving. The particles not included between these intervals were the small particles of hemp shiv (minor axis less than 0.5 mm) and were not certified for construction uses [15].

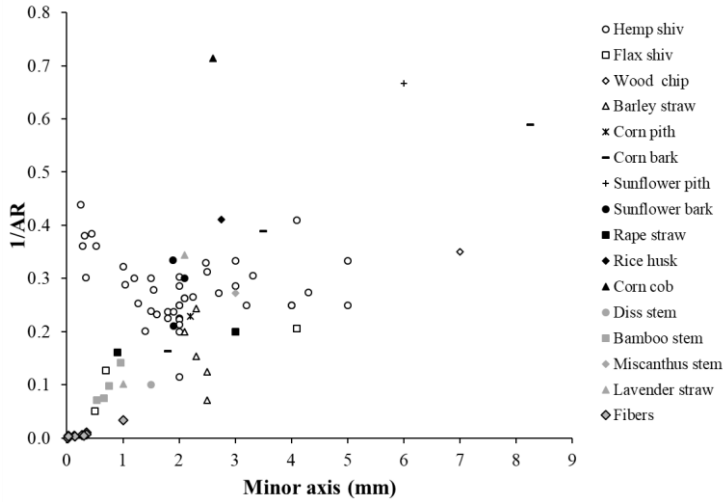

Figure 1.3. The inverse of the particle's aspect ratio (1/AR) as a function of its minor axis [7, 15-62].

Plant aggregates are derived from various parts of the plants and are often agricultural by-products. To identify the nature and the processing of the by-products valued as plant aggregates in plant-based concrete, a classification based on their origin is presented in the following paragraph.

2.2. Classification, Nature, and Processing of By-products Considered as Plant Aggregates in Plant-based Concrete

A total of 120 papers covering the properties of 18 plant aggregates and/or the properties of composites formed with mineral binders were reviewed. They were related to 18 different agricultural by-products, which were further classified into nine categories according to their origin as follows: fiber plant wastes, wood transformation residues, cereal straws, oilseed straws, wastes from cereal plants other than straws, wild plants, sugar plant wastes, energy crop residues, and aromatic plants. These plant aggregates are listed in Table 1.1.

Table 1.1. Classification of by-products used as plant aggregates in plant-based concrete and location of the related studies.

Origins	Plants	Fractions	Locations of published studies	References	Number of references
Fiber plant wastes	Hemp	Shiv	France, UK, Slovakia, Sweden, Spain, Canada	[7, 15, 16, 20, 28, 29, 32, 35, 36, 41, 42, 44-46, 49-54, 59-89]	51
	Flax	Shiv	France, Canada, Poland	[23, 27, 40, 54, 60, 81, 90-94]	11
	Coconut	Coir	Thailand, Brazil	[11, 95, 96]	3
Wood transformation residues	Wood	Chip	France, Algeria, Brazil, Australia, Nigeria, Turkey, Egypt, USA	[18, 28, 97-112]	18
Cereal straws	Barley	Straw	France, Algeria, Egypt	[7, 22, 24, 38, 41, 42, 99, 113, 114]	9
	Wheat	Straw	France, Egypt	[24, 60, 88, 99]	4
	Corn	Stem	France, China	[16, 17, 43, 65]	4
	Rice	Straw	Egypt, China	[115-117]	3
Oilseed straws	Sunflower	Stem	France	[16, 25, 26, 29, 43, 45, 53, 65, 118, 119]	10
	Rape	Straw	France, UK	[25, 26, 54, 55, 60, 82]	6
Wastes from cereal plants other than straws	Corn	Cob	France, Portugal, Italy	[7, 41, 42, 120]	7
	Rice	Husk	France, Spain, UK, Vietnam	[12, 29, 30, 121-123]	6
Wild plants	Diss	Stem	Algeria, France	[58, 124-126]	4
	Bamboo	Stem	Brazil, Nigeria, Malaysia	[33, 127-129]	4
Sugar plant wastes	Sugar cane	Bagasse	France, Malaysia, UK	[121, 130-133]	5
	Sugar beet	Pulp	France	[13, 134]	2
Energy crop residues	Miscanthus	Stem	France, china	[31, 135, 136]	3
Aromatic plant straws	Lavender	Straw	France	[38, 56, 119]	3

Figure 1.4 exhibits the location of the reviewed articles as well as the nature of the studied plant aggregates. They were from different countries all over the world. However, most published studies were based in Europe, especially France.

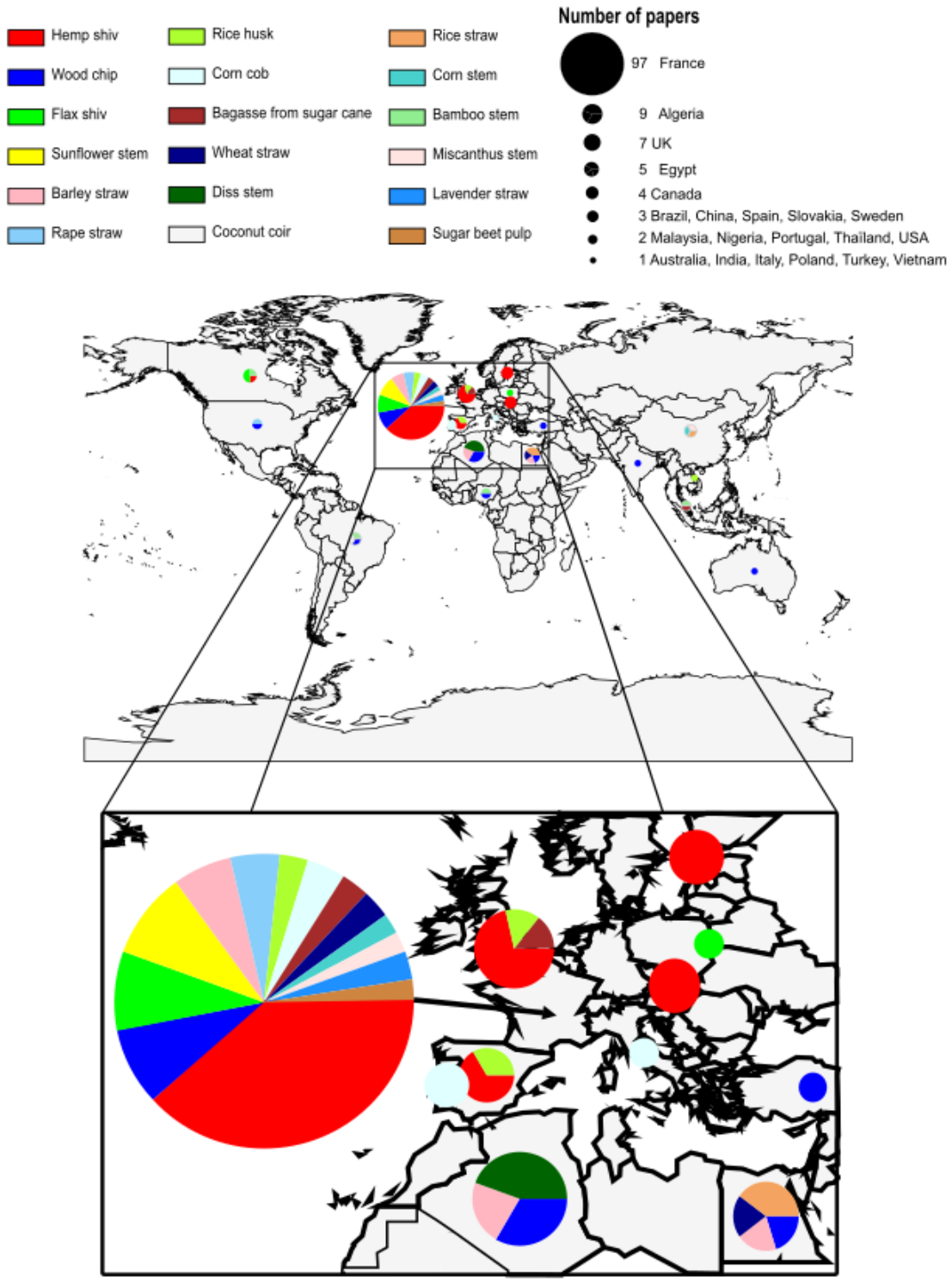

Figure 1.4. Location of published studies using agricultural by-products as plant aggregates in plant-based concrete and representation of the corresponding number of studies published per country (based on publications between 1986 and 2020).

For each by-product, general information about the plant, its geographical location, and processing methods are detailed below.

2.2.1. Fiber Plant Wastes

Hemp shiv (51 papers out of 120). Hemp, scientifically called *Cannabis Sativa* L., is an annual plant from the *Cannabaceae* family with height varying from 1 to 3 m. It is very popular for the quality of its fibers and is used in the automotive, paper, and textile industries or for producing ropes. In general, *Cannabis Sativa* L. species is found in Central Asia and especially in Europe. It is grown in temperate climates.

As shown in Table 1.1, the studies based on the use of hemp shiv with mineral binder were mainly done in France, UK, Slovakia, Sweden, Spain, and Canada. Hemp shiv is the by-product of the hemp defibration process and corresponds to the inner part of the fragmented stem, representing 40 to 60% (w/w) of the *Cannabis Sativa* L. plant. Depending on whether the defibration process was done before grinding (*i.e.*, complete or partial), pure shiv or fibered hemp shiv (*i.e.*, shiv containing fiber impurities) can be obtained. In industry, whether the mechanical defibration is preceded or not by a retting process affects the chemical composition of hemp shives, especially the content of pectins. This can impact the hemp shiv/binder chemical interactions (setting delay), the hemp shiv/binder interface, and the mechanical properties of the manufactured hemp concrete [72]. In addition to untreated hemp shives (with or without pre-wetting with water) mixed with an enhanced mineral matrix, several treatments for hemp shives are presented in the literature to address these problems. The most common solution is the coating of the aggregates using mineral binder [35, 53], linseed oil [59], or water-repellent sol-gel [79]. Other treatments, such as the leaching of the hemp shives using a neutral or alkaline solution, were also studied [53, 83]. All these treatments conducted on the hemp aggregates can have different impacts on the multi-physical properties of the composite.

Flax shiv (11 papers out of 120). Flax (*Linum usitatissimum* L.) is a member of the genus *Linum* in the *Linaceae* family. Flax is an annual plant and is cultivated for its fibers and/or seeds. It is cultivated in the cooler regions of the world. The world production of flax (linseed) was 2.95 Mt, led by Russia, Canada, Kazakhstan, and China [137]. The textile flax is 1.2 m tall with slender stems. Flax shives are obtained from the inner part of the flax stem and are produced as a by-product of flax fiber production from the textile industry [92]. In the case of oleaginous flax, the main final product is the seed. To avoid the lodging of the plants before the seed harvesting, a plant-growth regulator is thus most often applied, resulting in plants with much lower stem heights (less than 60 cm). However, straws from oleaginous flax can also be valorized for their textile fibers [138], and the obtained shives can thus remain available as plant aggregates after the extraction of those fibers.

France, Canada, and Poland have majorly published research on flax concrete (Table 1.1). As for the hemp shives, the flax shives are the by-products obtained from the defibration of the flax stem, with or without retting before mechanical defibration and sieving. A few particle coating treatments to optimize the water absorption and the chemical interactions between flax shives and lime or cement have been reported in the literature. These included coating using a mixture of cement and sucrose [40], a PEC elastomer, [94], and linseed oil [93]. These

treatments improve the mechanical properties and behavior of flax concrete in water and slightly reduce their thermal performance.

Coconut coir (3 papers out of 120). The coconut is the fruit obtained from the tree named *Cocos nucifera* L. It belongs to the family of palms, or *Arecaceae*, and can attain a height of 25 m. The coconut tree gives its first fruit at the age of five or six years and reaches its maximum production after about 15 years. An adult coconut tree can produce between 50 and 500 coconuts per year. Coconut coir is the fruit of the coconut palm, and it surrounds and protects the coconut. Its pith and short fibers are the by-products obtained from the extraction of long fibers. Coconuts grow abundantly in coastal areas of tropical countries [121]. Most of them are found in the Southeast of Asia, *e.g.*, Indonesia, Philippines, and India, the leading producer with 70% of the world production. World production of coconuts is around 40 to 50 Mt/y, producing around 15 to 20 Mt/y of coir husk. Coconut coir is thus a widely available by-product in tropical countries.

Thailand and Brazil are the main countries that have researched the mixture of coconut coir and cement (Table 1.1). Coconut coir is extracted by beating it using an automated mechanical extraction machine. After sieving, the by-product obtained is immediately mixed with cement or pretreated by washing it with tap water followed by drying in the sun [11]. The pretreatment can be done in two ways, washing-boiling-drying [95] or boiling-washing-drying [11]. Results have shown that pretreatment involving boiling majorly improves most of the mechanical properties of the composite.

2.2.2. Wood Transformation Residues (Wood Chips) (18 Papers out of 120)

Wood is the most abundant raw material in nature. There are two main types of wood: softwood and hardwood. Softwood refers to wood that comes from evergreen or coniferous trees like pine, spruce, cedar, and redwood, whereas hardwoods are obtained from deciduous trees like ash, oak, teak, birch, walnut, and mahogany. Wood is used for many purposes and in many forms, such as lumber, industrial, and energy wood. Russia, Canada, Brazil, and the USA are the leaders in terms of forest area, with 50% of the total forest area worldwide (39,000,000 km^2). Several countries like France, Algeria, Brazil, Australia, Nigeria, Turkey, Egypt, and the USA have studied the mixing of wood chips with the mineral binder (Table 1.1). Wood chips result from all kinds of woodworking activities. Several treatments of wood chips are proposed in the literature to solve the problems associated with their chemical interaction with the hydraulic binder and swelling. These include treatment with cold or hot water [97, 106, 109, 111], coating with hydraulic lime or linseed oil [106], and thermal treatment by mild pyrolysis under a nitrogen atmosphere [102, 104, 108].

2.2.3. Cereal Straws

Barley straw (9 papers out of 120). Barley, or *Hordeum vulgare*, is a cereal that belongs to the grass family. Globally, the use of barley grain is divided between animal feed (55 to 60%), malt production (30 to 40%), seed production (5%), and human nutrition (2 to 3%). Barley is harvested once or twice a year. It is currently popular in temperate areas where it is grown as a summer crop and in tropical areas where it is sown as a winter crop. In 2016, the world production of barley grain was 141 Mt/y, led by the European Union, producing 41% of the

world's total production. Research articles dealing with the mixing of barley straw with earth or Portland limestone cement are mainly from France, Algeria, and Egypt (Table 1.1). Barley straw is the stem rejected during seed harvesting. Apart from crushing and sieving, no special treatment is applied to the barley straw when combined with an earth binder. On the contrary, when mixed with Portland-limestone cement, several treatments, including immersing barley straw for some time in boiling water, gas oil, varnish, or waste oil of car engines, are applied to improve the straw/binder interface [113].

Wheat straw (4 papers out of 120). Wheat is a grass widely cultivated for its seed and cereal grain that is a worldwide staple food. Several species of wheat together form the genus *Triticum*, and among them, the most widely grown is common wheat (*T. aestivum*). The two current important varieties include durum wheat or *Triticum turgidum* L. (mostly grown in Europe, North America, and the Middle East) and soft wheat or *Triticum aestivum* (grown in mid-latitude countries like China, India, United States, Russia, France, Canada, and Germany). Wheat is grown on a larger land area than any other food crop (220.4 million ha in 2014). In 2016, the global wheat production was estimated as 749 Mt led by EU (157.3 Mt/y) and followed by China (131.7 Mt/y), India (93.5 Mt/y), Russia (73.3 Mt/y), and the USA (62.9 Mt/y). Articles based on the mixing of wheat straw with a mineral binder are originated from France and Egypt (Table 1.1). Like other straws, wheat straw is also the rejected part after seed harvesting. Aggregates are obtained by grinding and sieving. In the four reviewed references, wheat straws obtained did not undergo any specific treatment, but they were directly mixed with earth. No study was conducted on wheat straws mixed with any other mineral binder apart from earth, such as lime, cement, or pozzolanic binders.

Corn stem (4 papers out of 120). Corn (*Zea mays* L.) is an annual tropical herbaceous plant of the *Poaceae* family (grasses), widely grown as a cereal for its starch-rich grains but also, in some cases, as a forage plant. It is mainly used for animal feed, human food, and agro-food industries for the production of alcohol as biofuel, biogas, or bioplastics. Corn is the most widely produced grain in the world, with grain production slightly ahead of rice and wheat. The top two producers are the USA and China, accounting for nearly 60% of the world's total production (1,038 Mt/y between 2014 and 2016). France and China are the countries mainly studying corn stem (pith, bark, or the whole stem) and mineral binder mixtures (Table 1.1). The corn stems are ground in the first stage after harvesting to obtain aggregates of corn pith, bark, or stem (mix of pith and bark). Following it, in the case of corn pith or bark alone, mechanical separation is done using a tilted conveyor belt and a blowing system. Finally, sieving on a 1 mm sieve is done to remove the fines. No particular treatments are carried out on these aggregates as reported in the literature. Instead, they are directly mixed with either cement, lime, or pozzolanic binder [17, 43, 65].

Rice straw (3 papers out of 120). Rice is the seed of the grass species *Oryza sativa* (Asian rice) and *Oryza glaberrima* (African rice). As a cereal grain, it is the most widely consumed staple food of a large part of the world's population, especially in Asia. In 2016, the world production of rice grain was 741 Mt, led by China and India with a combined 50% of the total production. The cultivation of rice generates a lot of straw (60 to 85% of the plant aerial part). Egypt and China are doing extensive research on the use of rice straw particles as plant aggregates in combination with mineral binders. Like the first two cereal straws, the aggregates from rice

straw are obtained after grinding and sieving. Treatment, such as immersion in water or sodium hydroxide, can be done on the rice straws according to ASTM-D1109–84 [139] to improve their compatibility with the cement [117].

2.2.4. Oilseed Straws

Sunflower stem (10 papers out of 120). Sunflower (*Helianthus annuus* L.), an annual plant of the *Asteraceae* family, is a native of North America. It is widely cultivated in all the continents, especially for its seeds rich in vegetable oil for cooking applications. The world's total harvest of sunflower seeds in 2016 was 42.1 Mt. Its main producers are Russia and Ukraine, with a production of 21.0% and 15.5%, respectively, of the total produce. Nine papers found in the literature about the properties of sunflower aggregates used in plant-based concrete were all from France. Sunflower straw is composed of a rigid external part named "bark" and a lightweight inner part with a honeycomb-like structure named "pith". Sunflower pith and bark are obtained by the same process of grinding, separation, and sieving as that used in the case of corn. No treatment applicable on the mixture of sunflower pith and mineral binder is proposed in the literature. However, several treatments are used with the sunflower bark, such as washing in clear water [53], soaking in a calcic lime solution, or coating with linseed oil or a paraffin wax [118]. The purpose of these treatments is to improve the aggregate/binder interface and, consequently, their compatibility.

Rape straw (6 papers out of 120). Rapeseed or *Brassica napus* L. is an annual plant with yellow flowers of the *Brassicaceae* family. It is widely grown for its seeds and is used as animal feed and for the production of edible oil or biofuel. Rape is a global crop and is mainly cultivated in cool temperate zones. France and UK are the major countries that published articles about rape straw concrete. Rape straw is considered a waste resulting from the harvest of the seed part but can be milled to form aggregates. After sieving to remove fine particles, they are directly incorporated into the earth or lime binder to form the composite.

2.2.5. Cereal plant wastes other than straw

Corn cob (7 papers out of 120). The generalities of corn have already been discussed in the paragraph dedicated to corn stem. Countries involved in research on corn cob are France, Portugal, and Italy (Table 1.1). Corn cob is the central part of the maize ear, once cleared of its grains. It is then crushed to obtain aggregates. The corn cob is made up of three layers. The hardest inner layer is the only one used after a centrifuge-based separation process (the particles in each layer have different densities and are separated easily) [42]. In some other cases, all the crushed aggregates are used after removing fines [140, 141], although the aggregates obtained absorb much more water.

Rice husk (6 papers out of 120). The general discussion on rice has already been conducted in the paragraph dedicated to rice straw. The main applications of rice husks include landfills in the soil and energy sources for the production of electricity or heat because of their high heating value [30]. In the construction sector, they have been the subject of research on ash from calcination. In Table 1.1, the rice husks studied in the articles (6 out of 120) came from France, Spain, UK, and Vietnam. Rice husks are the agro-industrial by-products resulting from the rice hulling, and they represent 20% (w/w) of the whole paddy rice grain harvested. They are mixed

in their natural state with mineral binder [30], pre-soaked for 24 h to solve the water absorption problem [12], or even pre-treated with a lime solution before being used to improve the mechanical performance of the composite [122].

2.2.6. Wild Plants

Diss Stem (4 Papers out of 120). Diss also called *Ampelodesmos mauritanicus*, is from the *Poaceae* family. It is a very luxuriant monocotyledonous plant growing in a wild state around the Mediterranean basin. This plant has been used previously in the realization of vernacular constructions due to its natural mechanical and hydric qualities [124]. Algeria and France are the two countries researching aggregates produced from the stem of diss. Aggregates from diss stem are obtained after the grinding and sieving process. They are mixed with cement or clay binders; however, their mixture with cement undergoes a setting problem due to the presence of water-soluble substances contained in the plant. As a result, the diss aggregates are preferably boiled in water [58, 124] or covered with linseed oil before mixing with cement [58].

Bamboo stem (4 papers out of 120). The bamboos are evergreen perennial flowering plants in the *Bambusoideae* subfamily of the *Poaceae* grass family. Bamboo is one of the fastest-growing plants in the world due to a unique rhizome-dependent system. The internodal regions of the stem are usually hollow, and the vascular bundles in the cross-section are scattered throughout the stem instead of a cylindrical arrangement. Bamboo has been and is still widely used as an ornamental plant or for producing serving utensils and various materials. Apart from its structural use in the building industry (*e.g.*, for the erection of scaffolds in Asia), it can also be used in the form of aggregates mixed with cement. Most of the bamboo species are of Asian and American origin, found at varying altitudes up to 3,000 m in the Himalayas. Besides, a few species naturally occur in continental Africa and Oceania, while none in Europe. Only three articles were found in the literature on the use of bamboo's stem aggregates with cement and were from Brazil, Nigeria, and Malaysia (Table 1.1). Bamboo stem aggregates are obtained via the grinding and sieving process, and prior use may be washed in water at 45 °C followed by air drying [127].

2.2.7. Sugar Plant Wastes

Bagasse from sugar cane (5 papers out of 120). Sugar cane corresponds to several species of tall perennial true grasses of the genus *Saccharum*, tribe *Andropogoneae*. It is used for sugar production. It has stout, jointed, and fibrous stalks rich in sugar (sucrose) and is accumulated in the stalk internodes. Global production of sugar cane in 2016 was 1.9 billion tons, with Brazil producing 41% of the world's total production, followed by India (18%). The sugar cane industry produces large quantities of bagasse. It is estimated that world bagasse production is about 250 Mt/y. Five articles from France, Malaysia, and the UK on the compatibility of sugar cane bagasse aggregates with cement were found in the literature (Table 1.1). Bagasse is the fibrous residue of the sugar cane that is passed through the mill to extract the juice containing sugar. This by-product is then cut for use with a mineral binder. Two treatments, including a heat treatment by pyrolysis under a nitrogen gas flow [130, 131, 133] and chemical treatment with an alkaline solution made of calcium hydroxide [133], were found in the literature to improve the setting of the composite and its thermal performance.

Sugar beet pulp (2 papers out of 120). Beet, also known as *Beta vulgaris*, is a subspecies of the plants belonging to the *Amaranthaceae* family. They are grown for their fleshy roots and used for the production of sugar, as a vegetable in the human diet, fodder plants, and more recently as a fuel source to produce bioethanol. Pulp is a by-product obtained from the processing of sugar beet and is mainly used as fodder for horses and other livestock. Recently, in France, studies have been done for their use as plant aggregates for concrete after drying [13, 134]. The aggregates are covered with cement or linseed oil to make them inert to the mineral matrix and reduce their strong affinity for water [13].

2.2.8. Energy Crop Residues (Miscanthus Stem, 3 Papers out of 120)

Miscanthus is a genus of perennial herbaceous plants of the *Poaceae* family (*Gramineae*) and native to Africa and South Asia. Some species of miscanthus (so-called “elephant grass” or *Miscanthus giganteus*) are gaining significant attention in the agricultural, industrial, and energy sectors for their productivity and energy value (biomass energy). Research on the use of miscanthus aggregates for plant-based concrete is mainly done in France and China (Table 1.1). The miscanthus aggregates are obtained by drying, milling, and sieving the stems after harvest. Several treatments on miscanthus aggregates are carried out to improve the mechanical performance of the resulting plant-based concrete. These include enzymatic scarification with a cocktail made of cellulase, β-glucosidase, and xylanase after two distinct pre-treatments with sulfuric acid or ammonia [135, 136] and saturation with water and impregnation with cement [31].

2.2.9. Aromatic Plant Straws (Lavender Straw, 3 Papers out of 120)

Lavender (*Lavandula*) is a genus of plants of the *Lamiaceae* family. They are dicotyledonous shrubs, mostly purple, and arranged in spikes. Most of them are highly fragrant, thus widely used in all branches of perfumery. Formerly, lavender was grown in France and some countries of the Mediterranean basin. Then the culture spread in Eastern Europe (Bulgaria, Russia, Ukraine, etc.) and even in Tasmania or Canada, where mutated plants could now resist freezing. The three articles about the mixing of lavender aggregates with a mineral binder found in the literature were from France (Table 1.1). Lavender straw is a by-product of the production of lavender essential oil, extracted through hydrodistillation, and corresponds to the crushed stems. The obtained by-product is mixed with earth or with a pozzolanic binder. To limit the detrimental chemical interactions observed between the water-soluble components of the lavender straw and the pozzolanic binder, a mineral pretreatment based on a pozzolanic binder has been reported in the literature [56]. Nevertheless, the mechanical performance of composites formulated from these pretreated aggregates remained very limited.

2.3. Availability of By-Products Used as Plant Aggregates in Plant-based Concrete in France

France is the most productive country in terms of publications on plant-based concrete (68 papers, Figure 1.4); hence, in this section, we mainly focused on the availability of the distinct by-products in France. Some existing studies assessed and compared the number of available by-products in a country [7, 142], which in turn took account of the non-harvestable parts

(necessary to maintain soil fertility or inaccessible parts) and those allocated for other uses (*e.g.*, litter, animal feed, energy, etc.). This assessment was essential before assessing a by-product.

Figure 1.5 compares the total quantities of the by-products available in France that can be used as plant aggregates in plant based-concrete and the number of articles published for each of them. Notably, due to the limited data available for each by-product instead, the total quantity was presented in the graph, and the numbers of articles published are mentioned wherever applicable. The data for this study was collected from earlier studies [6] and [143].

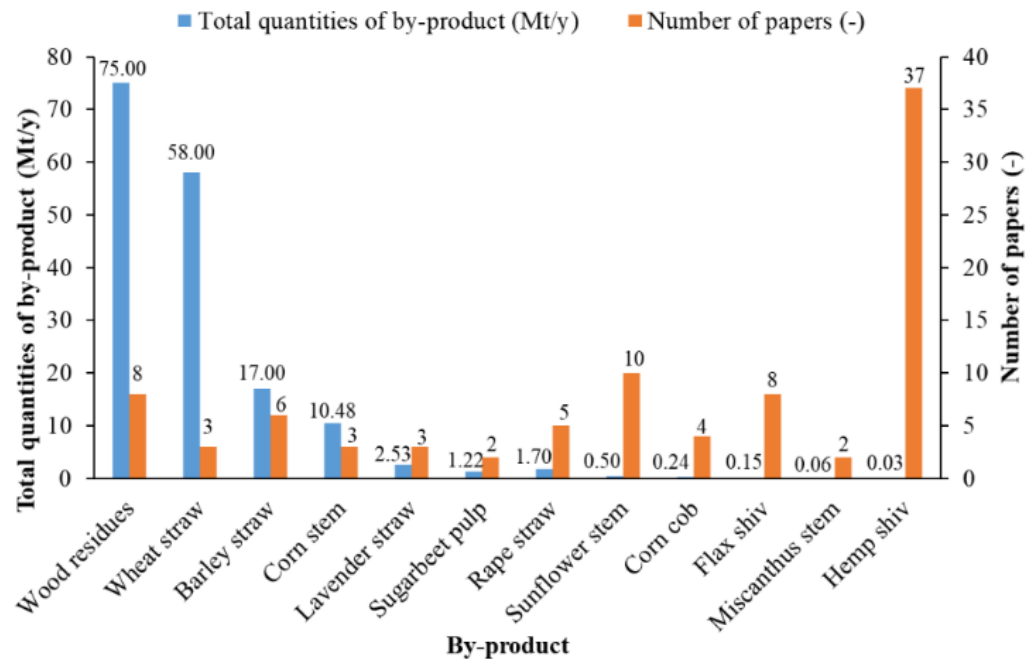

Figure 1.5. Comparison of the total quantities of by-products in France possibly usable as plant aggregates in plant-based concrete and the number of papers about each of them.

The results plotted in Figure 1.5 revealed that the number of published papers and the total quantities of agricultural by-products were uncorrelated. Widespread by-products such as wood residues and cereal straws have been studied very little. On the contrary, hemp shives (0.03Mt/y), which represent only 0.02% of the total by-products in France, have been the most studied plant aggregates. This could be explained by the fact that the hemp sector was the first one to be established in France, in particular under the leadership of the "Construire en Chanvre" association. As a result, a lot of publications on the professional rules of hemp construction were published in 2007 and were last updated in 2012. The low availability of hemp shiv in several regions of France adds an economic and environmental additional cost in their transportation; thus, limiting the expansion of the hemp sector. This necessitates the diversification of the widely available by-products and their complete characterization regarding their possible use as plant aggregates in plant-based concrete. Thus, it would be of great interest to focus more research on the most available by-products such as wood chips, cereal straws, and even flax shives.

The diversification of these agricultural co-products raises the problem of their characterization. Indeed, in the case of material science, there is no standard protocol for the

characterization of these plant additions. Between 2010 and 2016, some work was carried out by teams from 20 laboratories within the framework of TC-Rilem 236 BBM, which partially resolved this problem by publishing recommendations in 2017 concerning the multi-physical characterization of plant aggregates [144]. However, these recommendations were based on the tests conducted only on hemp shives, and also several properties of plant particles were not addressed. The characterization of hemp shives and alternative plant aggregates are presented in the following section.

2.4. Characterization Methods and Properties of Plant Aggregates

This part summarizes the multi-physical characterization and properties of plant aggregates encountered in the literature. The most used bio-aggregate characterization protocols are those recommended by RILEM TC 236-BBM [5] and are based on hemp shives. However, there are also other ways for conducting such characterizations both on hemp shives and other plant aggregates. The various physical, hygro-thermal, and chemical characterizations of these plant aggregates are mentioned below.

2.4.1. Physical Properties of Plant Aggregates

Microstructure. Several methods have been proposed by RILEM TC 236-BBM [5] to analyze the microscopic structure of the plant aggregates. The most used are the imaging methods like scanning electron microscopy (SEM) and X-ray tomography. These methods can determine the pore size and its distribution, porosity, and microstructural morphology of the plant aggregates. SEM is a 2D technique carried out with a scanning electron microscope fitted with field emission and a secondary electron detector. Whereas X-ray tomography is a 3D image analysis including an X-ray source, a rotation state on which the object is fixed, an X-ray detector, and reconstruction software [5].

SEM requires at least two sections to analyze the microstructure of the plant aggregates, whereas X-ray tomography can do it directly. SEM analysis provides detailed structural information such as the shape and size of individual pores inside plant aggregates, but these are the representatives of only pores visible in the image. The X-ray tomography quantifies the pore size distribution, porosity, and tortuosity of the porous network. However, it does not apply to extremely large samples and pores much smaller than the resolution as they cannot be distinguished in such a situation. SEM and X-ray tomography methods together may determine the microstructural parameters of the plant aggregates more precisely. The combined SEM and X-ray tomographic Figure 1.6 and Figure 1.7 show the microstructural differences between various plant aggregates. Details about pore diameter and particle porosity of 12 plant aggregates are mentioned in Table 1.2 wherever data are available.

Apart from imaging methods, mercury intrusion porosimetry (MIP) can also be used to evaluate the pore size distribution of the internal open porosity of particles. In this method, mercury is inserted inside a particle by applying increasing pressures. The higher the pressure, the more the mercury will fill the small pores. The Wasburn equation relates the injection pressures to the pores accessible, as shown in Eq. (1)

$$P = \frac{-2\gamma \cos\theta}{r} \quad (\mathbf{1})$$

where P is the imposed pressure (Pa), γ is the interfacial energy (surface tension) of mercury (N/m), θ is the contact angle of mercury with the tested material (°), and r is the radius of the pore (m).

MIP method has two limitations, 1) the pores are rarely cylindrical, unlike what is taken as a hypothesis, and 2) the particle walls can be modified under the effect of pressures.

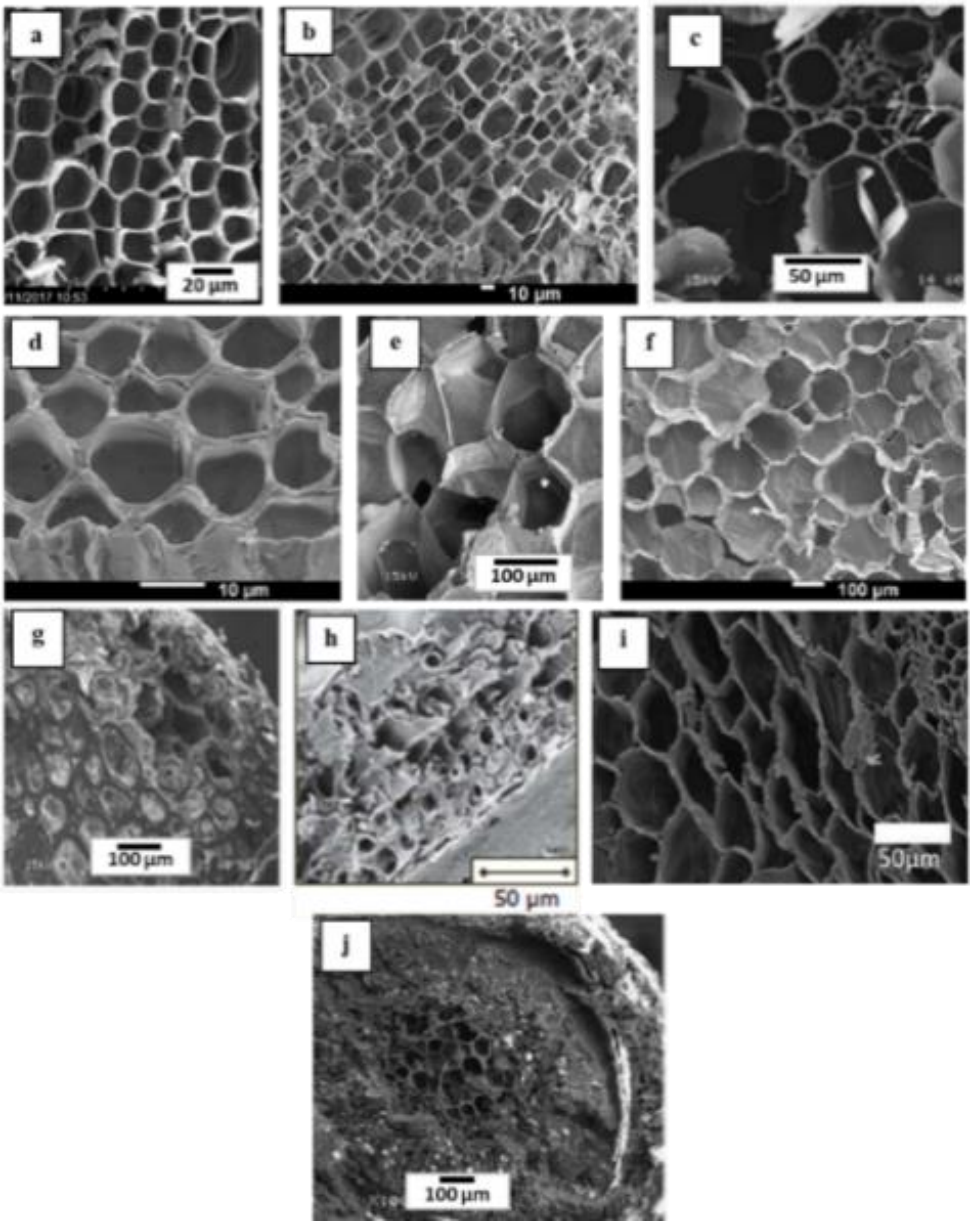

Figure 1.6. SEM cross-sectional images of (a) hemp shiv, (b) flax shiv, (c) barley straw, (d) wheat straw, (e) sunflower pith, (f) rape straw, (g) corn cob, (h) rice husk, (i) miscanthus stem, and (j) lavender straw [7, 30, 31, 38, 45, 60, 64].

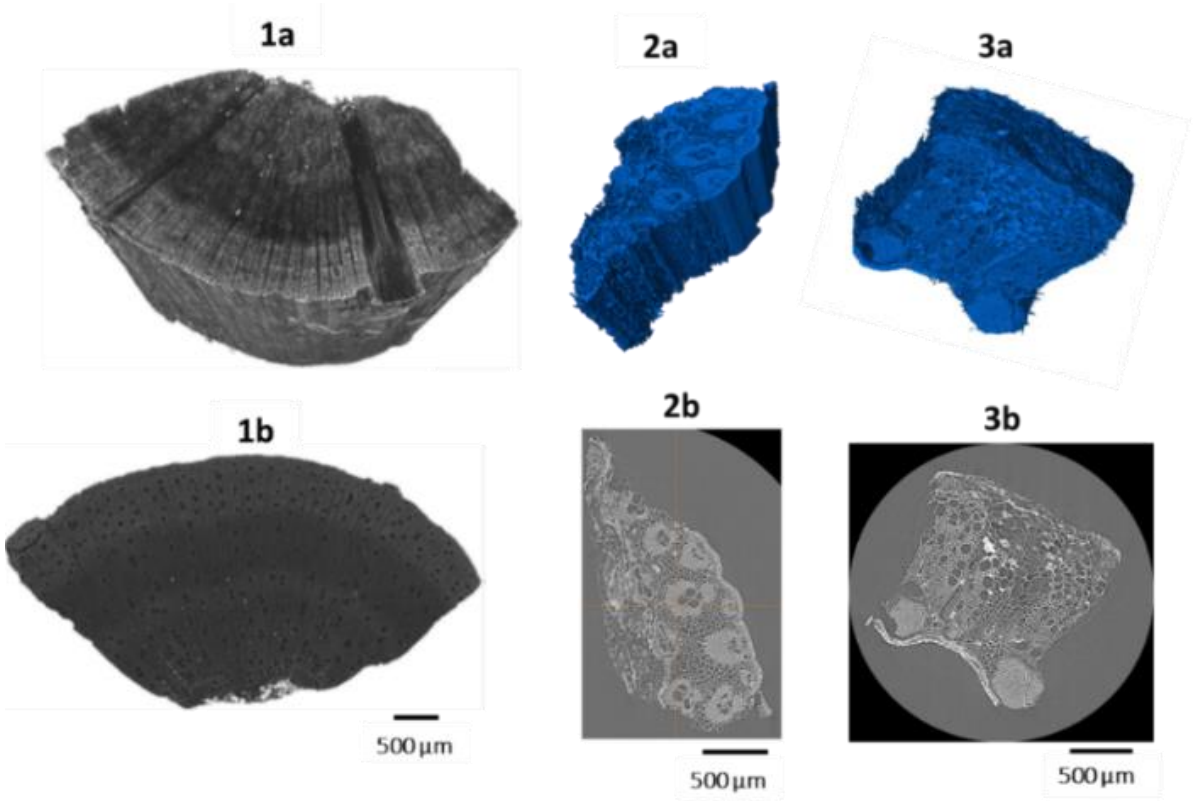

Figure 1.7. (a) 3D tomography reconstruction and (b) section images of (1) hemp shiv, (2) corn bark, and (3) sunflower bark [43, 64].

All the plant aggregates exhibited a highly porous structure, however, with some differences (Figure 1.6 and Table 1.2). Hemp shiv had a tubular microstructure with pore diameters ranging from 5 to 60 µm and a cell wall thickness of about 4 µm. The 3D tomography reconstitution of Hemp shiv in Figure 1.7 showed longitudinal open pores with a particle porosity between 72% and 83%. Flax shiv pores were also organized in the form of capillaries parallel to the growth direction of the plant, with pore diameters varying only from 15 to 33 µm. The particle porosity of flax shiv calculated in earlier studies [81] was around 71%. Straws also exhibited a tubular microstructure with very thin cell walls (< 2 µm). Their pore diameters varied from 2 to 100 µm in barley straw, from 6 to 30 µm in wheat straw, and from 10 to 50 µm in rape straw. 3D representations of both corn and sunflower bark showed a tubular and an alveolar structure (Figure 1.7) with the same pore diameters ranging from 10 to 80 µm. The particle porosity of corn bark was between 51 and 64%, while that of sunflower bark could vary between 58% and 80%. Sunflower pith had a particularly alveolar structure, with an average pore diameter greater than 100 µm and thin cell walls. This large and high-porous structure of the sunflower pith could explain its lightness. With a tubular and an alveolar microstructure and pore diameters ranging from 20 to 80 µm, corn cob is different from other plant aggregates as its cell wall thickness is up to 45 µm. This structure makes the corn cob denser than all the other plant aggregates. Pore diameters varying from 1 to 30 µm were detected in a single thin rice husk (about 80 µm), but its solid phase was predominant, and particle porosity varied from 34% to 50%. Miscanthus stem showed tubular microstructure with pore diameters ranging from 30 to 50 µm and a larger number of pores inside than outside thereby, making it denser (Figure 1.6). The porosity of miscanthus stem particles was around 82% to 84%. SEM image of lavender

straw in Figure 1.6 shows a concentrically organized tubular structure. All the biggest pores between 30 and 60 µm were located in the center, surrounded by small square pores with a size ranging from 7 to 9 µm, which in turn were surrounded with a dense envelope containing pores of varying sizes. The cell wall thickness was between 1.5 and 2 µm.

Table 1.2. Pore diameter and particle porosity of 12 plant aggregates.

Plant aggregates	Pore diameter (µm)	Particle porosity (%)	References
Hemp shiv	5-60	72-83	[7, 20, 28, 29, 34, 35, 45, 49, 50, 53, 55, 60, 63, 64, 69, 74, 86, 89]
Flax shiv	15-33	71	[23, 40, 60, 81]
Barley straw	2-100	-	[7, 24, 38]
Wheat straw	6-30	-	[24, 60]
Corn bark	10-80	51-64	[43]
Sunflower pith	> 100	-	[25, 45]
Sunflower bark	10-80	58-80	[25, 43, 53]
Rape straw	10-50	78	[25, 54, 55, 60]
Corn cob	20-80	-	[7, 140, 141]
Rice husk	1-30	34-50	[30, 122]
Miscanthus stem	30-50	82-84	[31]
Lavender straw	7-60	-	[38, 56]

The above results showed that the microstructure of the plant aggregates is a characteristic feature, which is often studied in the literature and varies significantly from one plant aggregate to another. Besides, the microstructure impacts other properties of aggregates, such as their density or their water absorption capacity, as discussed in the following paragraphs.

Particle size distribution and shape of the plant aggregates. Two main methods are recommended by the RILEM TC 236-BBM [5] to determine particle size in plant aggregates, such as mechanical sieving and image analysis. Mechanical sieving uses sieves with standardized square meshes to study soil and mineral aggregates (NF ISO 3310–1 [145] and ASTM E-11–95 [146]). This method only finds the width of the particles as they can pass through the sieve in the direction of their length. Thus, only spherical plant aggregates like corn cob particles are suitable for this method but not the elongated ones such as straw. Image analysis is more adapted for the majority of the elongated plant aggregates. In this method, firstly, the particles are sieved at 500 µm to remove dust. They are then homogenized before being scanned on a black background to obtain better contrast for the image analysis by using

the software. However, this method is only performed with a small number of particles. So, the precision of the results can be limited by the representativeness of the sample. Moreover, the dimensions obtained are only related to the 2D projection of the particles. Geometrical parameters obtained via image analysis include major and minor axis, equivalent area diameter (EAD) are based on a particle with a perfect circular cross-section, circularity, and AR (AR, ratio of major length to the minor length). Figure 1.8 presents the extreme major and minor axis length curves (*i.e.*, the maximum limits of the major axis and the minimum limits of the minor as observed in the literature) of seven different plant aggregates and shows the extent of each particle size. Nevertheless, in terms of shape and size, two hemp shives of different origins differed more significantly than a hemp shiv compared with a corn or sunflower bark [65]. Indeed, the particle size of plant aggregates is an easily adjustable parameter according to the calibration process. A list of median values of the length, width, and AR of plant aggregates found in the literature is also presented in Table 1.3.

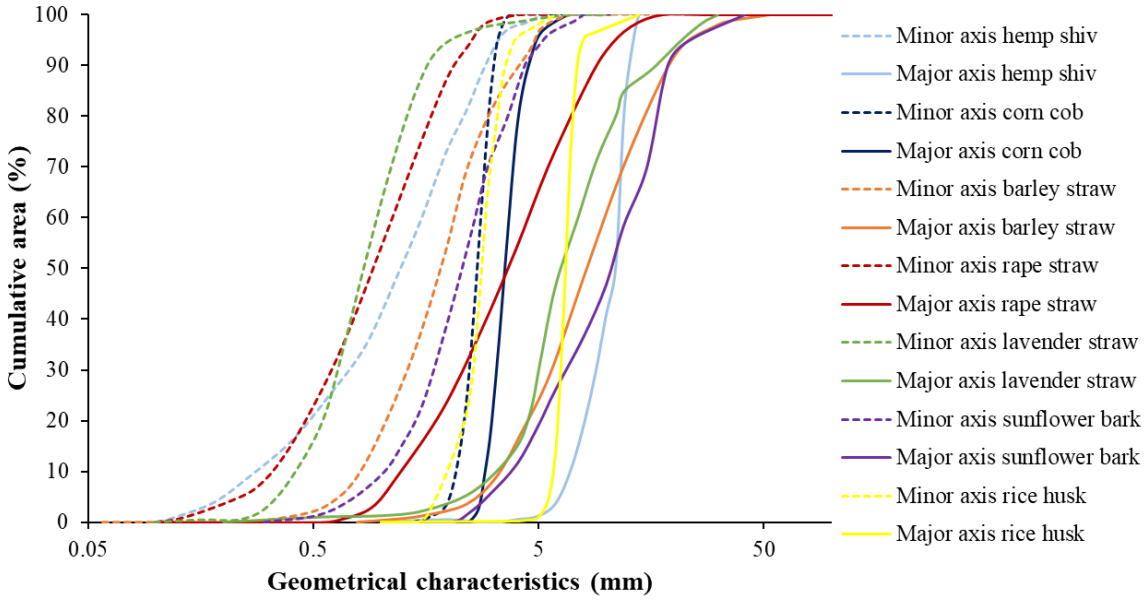

Figure 1.8. Extreme minor and major axis curves obtained by image analysis for seven different plant aggregates [7, 30, 38, 53, 56, 62, 82].

Table 1.3. Median length, width, and AR values of the plant aggregate particles.

Plant aggregates	Median particle length (mm)	Median particle width (mm)	Aspect ratio AR (-)	References
Hemp shiv	0.7 – 30.0	0.25 – 5.0	2.28 – 8.75	[7, 15, 20, 28, 29, 32, 35, 41, 42, 45, 50-54, 60-62, 65, 69, 70, 82, 88]
Flax shiv	5.5 – 20.0	0.5 – 4.1	4.87 – 20.00	[23, 55, 60, 93]
Wood chip	20.0	7.0	2.86	[18, 97]
Barley straw	7.6 – 35.0	2.0 – 2.5	4.10 – 14.00	[7, 41, 42]
Wheat straw	9.0 – 12.00	1.1 – 1.2	8.18 – 10.00	[60]
Corn bark	9.0 – 14.0	1.8 – 8.3	1.70 – 6.11	[17, 43, 65]
Sunflower pith	9.0	6.0	1.50	[45]
Sunflower bark	5.7 – 9.0	1.8 – 8.3	2.99 – 4.74	[43, 53, 65, 118]
Rape straw	3.9-15.0	0.9-3.0	5.00 – 6.20	[54, 60, 82]
Corn cob	3.6 – 5.0	2.6-3.7	1.40 – 1.50	[7, 41, 42, 60]
Rice husk	6.7	2.7	2.44	[29, 30]
Diss stem	10.0 – 15.0	1.5	10.00	[58]
Bamboo stem	6.8 – 8.8	0.5 – 1.0	7.09 – 14.17	[33, 127]
Miscanthus stem	11.0	3.0	3.67	[31]
Lavender straw	5.0 – 30.0	1.5 – 3.0	3.33 – 10.00	[38, 56]

The very small space between the major and minor axes of corn cob explained the similarity between these two dimensions. In addition, the steepness of their slope indicated a little variation in the dimensions. The AR value of the corn cob was very close to 1 (between 1.40 and 1.50 in Table 1.3), indicating a nearly circular cross-section. Rice husk also exhibited a similar steep spindle, but the distance between the two curves was larger than that of the corn cob, which indicated that major and minor axes were quite regular but not the same. This resulted in an AR value higher than 1 (i.e., between 2 and 3 in Table 1.3), thereby explaining the elongation in the particle. The grading curves of the remaining five aggregates were quite similar. Their ARs were superior to that of rice husk (*i.e.*, from 2 to 14), indicating highly elongated particles of straws and stem barks.

Apart from the AR, circularity has also been used to validate the difference in shape between two or more aggregates. It varies between 0 (elongated shape) and 1 (circular shape). For example, the difference in circularity between two hemp shives and two bark particles from

corn and sunflower is shown in Figure 1.9. Besides, the shape of the particles impacts their granular arrangement and consequently their bulk density.

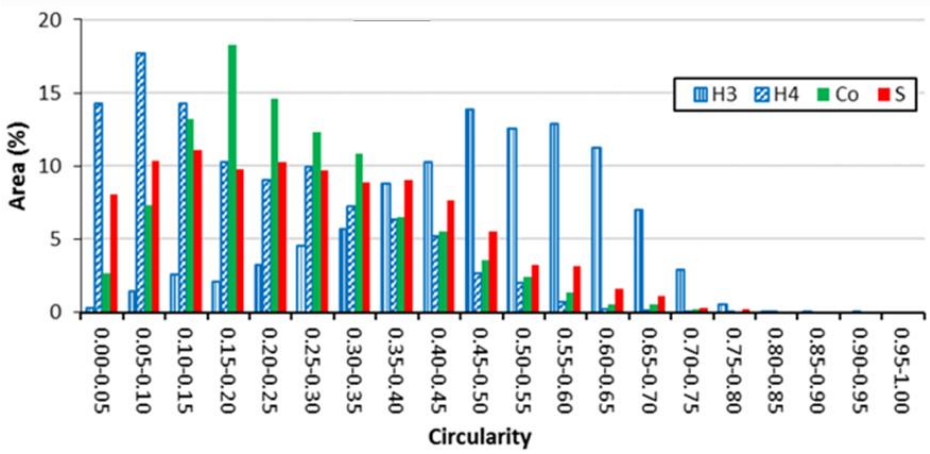

Figure 1.9. Circularity of hemp shives (H3: hemp shiv (batch number 3), H4: hemp shiv (batch number 4)), corn bark (Co), and sunflower (S) [65].

Densities. The plant aggregates have three distinguishable densities, namely, the bulk density of the particle arrangement, the apparent density of particles, and the skeleton density. As illustrated in Figure 1.10, in a bulk arrangement of plant aggregates, the bulk density is considered as the ratio of the mass to the volume of the solid particles along with the intra-and inter-particle voids. For the apparent density of the particles, the volume includes that of the solid plus the intra-particle voids. Lastly, the skeleton density takes into account the volume of the solid part only.

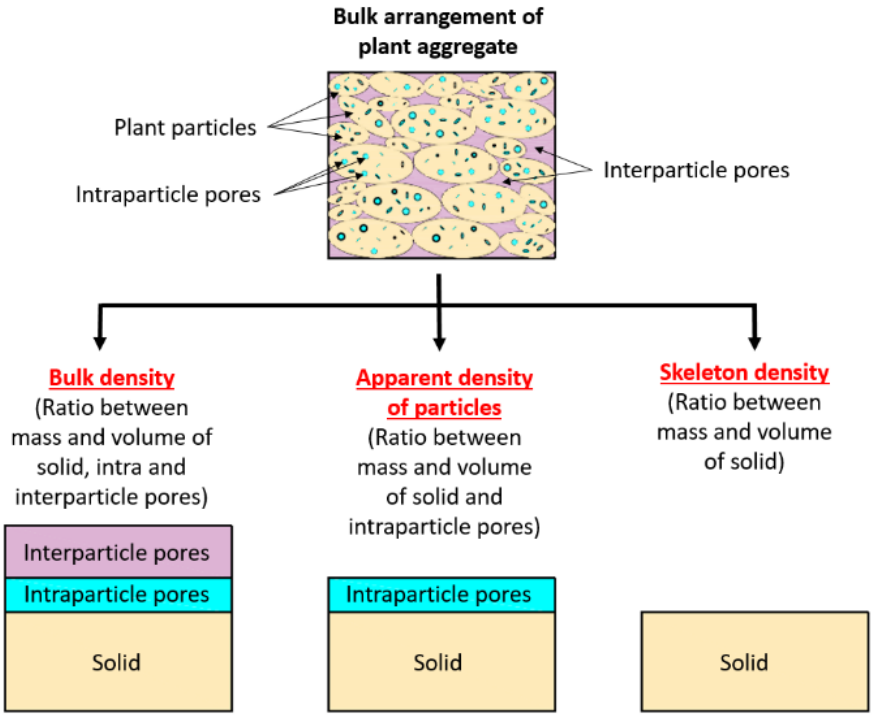

Figure 1.10. Illustration showing the calculation for bulk density, apparent density, and skeleton density of the plant aggregate.

It is possible to determine all kinds of porosities existing in a plant aggregate arrangement from all three densities. The total porosity of the bulk arrangement of plant aggregates is the sum of the inter-particle (the volume percentage of voids between particles in a bulk aggregate arrangement) and the intra-particle porosity (the volume percentage of voids inside the particles). The results of these previously defined parameters for each plant aggregate are presented in Table 1.4.

Table 1.4. The bulk density, the apparent density of particles, skeleton density, total porosity, and inter and intra-particle porosity values of the plant aggregates available in the literature.

Plant aggregates	Bulk density (kg/m^3)	Apparent density of particles (kg/m^3)	Skeleton density (kg/m3)	Total porosity (%)	Inter-particle porosity (%)	Intra-particle porosity (%)	References
Hemp shiv	70 – 163 (37 references)	250 – 320 (7 references)	1259 – 1500 (9 references)	90 – 92 (9 references)	55 – 61 (7 references)	32 – 37 (5 references)	[7, 15, 16, 20, 28, 29, 32, 35, 41, 42, 45, 46, 50–54, 60–63, 65, 66, 69–71, 74, 76, 80, 82-89]
Flax shiv	90 – 141 (9 references)	374 (1 reference)	1270 – 1342 (2 references)	90 – 93 (2 references)	76 (1 reference)	17 (1 reference)	[23, 40, 55, 60, 90–94]
Coconut coir	-	-	1125 (1 reference)	-	-	-	[96]
Wood chip	50 – 280 (5 references)	233 – 690 (5 references)	1100 – 1200 (1 references)	82 – 87 (1 reference)	52 – 70 (3 references)	-	[18, 99–101, 105, 106, 111]
Barley straw	47 – 107 (5 references)	-	870 (1 references)	94 (1 references)	-	-	[7, 24, 41, 42, 99]
Wheat straw	25 – 54 (2 references)	-	865-1478 (2 references)	96 – 98 (2 references)	-	-	[24, 60]
Corn pith	18 (1 reference)	-	-	-	-	-	[16]
Rice straw	96–160 (1 reference)	-	-	-	-	-	[117]

Corn bark	75 – 120 (3 references)	-	-	-	-	-	[17, 43, 65]
Sunflower pith	14 – 20 (2 references)	35 (1 reference)	-	-	43% (1 reference)	-	[16, 45]
Sunflower bark	98 – 168 (4 references)	296 (1 reference)	1540 (1 reference)	94 (1 reference)	67 (1 reference)	27 (1 reference)	[43, 53, 65, 118]
Rape straw	73 – 125 (4 references)	256 (1 reference)	1162 – 1411 (2 reference)	89 – 94 (2 reference)	49 (1 reference)	40 (1 reference)	[54, 55, 60, 82]
Corn cob	212 – 497 (5 references)	-	1333 (1 reference)	72 (1 reference)	-	-	[7, 41, 42, 60, 141]
Rice husk	98 – 122 (3 references)	453 (3 references)	690 – 780 (3 references)	82 – 87 (3 references)	73 – 78 (3 references)	9 – 10 (3 references)	[29, 30, 122]
Diss stem	37 – 50 (2 references)	-	-	-	-	-	[58, 124]
Bamboo stem	298 (1 reference)	500 – 780 (1 reference)	-	-	-	-	[33, 127]
Miscanthus stem	78 – 119 (1 reference)	222 – 250 (1 reference)	1400 – 1406 (1 reference)	92 – 94 (1 reference)	52 – 65 (1 reference)	30 – 39 (1 reference)	[31]
Lavender straw	64 (2 references)	-	-	-	-	-	[38, 56]

Several results for bulk density in contrast to the low number of results for the apparent density of particles and skeleton density of all the plant aggregates were observed in Table 1.4. For example, in the case of hemp shiv, there were 37 references for bulk density and only 7 and 9 references for the apparent density of particles and skeleton density, respectively. This difference was explained by the existence of a protocol well defined by the RILEM to determine the bulk density of plant aggregates, while there was no recommendation for the two other densities. The methods of calculating and the results of each kind of density of the plant aggregates were developed in the following subsections.

Bulk density. The most widely used method present in the literature for determining the bulk density of plant aggregates was proposed by the RILEM TC 236-BBM [144]. In this method, bulk density is measured in a dry state (specimens are dried at 60 °C until their weight becomes constant). The measurement is performed with a cylindrical mold (height at least twice the diameter and the diameter is at least equal to 10 cm). Other methods are also cited in the literature [18, 31, 67, 92], but the principle remains the same, *i.e.*, drying the material and measuring its mass by knowing its apparent volume. Nevertheless, differences between certain values could be related to the fact that whether the aggregates were compressed or not in the container before being weighed. For example, in the case flex shiv, the density of 90 kg/m^3 value was calculated without compaction [81], while the value of 141 kg/m^3 was obtained after compaction with a tamping rod (25 strokes on each of the two layers of aggregates) [91]. Thus, the 141 kg/m^3 density was much closer to a tapped density value. This indicated that the proposed protocol must have a comparable level of compaction as in the case of the RILEM protocol (with ten shakes of the cylinder from top to bottom to ensure a loose arrangement).

In general, the results showed that the pith particles and some straws had the lowest bulk densities (sunflower pith 14–20 kg/m^3, wheat straw 25–54 kg/m^3, diss stem 37–50 kg/m^3, barley straw 47–107 kg/m^3, lavender straw 64 kg/m^3, and rape straw 73–125 kg/m^3) [7, 16, 24, 41, 42, 45, 54–56, 58–60, 99, 124]. Hemp shiv, corn bark, miscanthus stem, flax shiv, wood chip, rice straw, sunflower bark, and rice husk had medium bulk density values (between 70 and 168 kg/m^3). On the opposite, corn cob and bamboo stem were the heaviest aggregates (more than 200 kg/m^3). These results were aligned with the microstructures observed previously and were associated with the inter-particle pores, which in turn were linked to the elongation of the particles. In addition to the intra-particle porosity, the inter-particle one could be enhanced by a more elongated shape of the plant particles. Figure 1.11 presents the mean of the bulk density as a function of the mean of the AR for all plant aggregates when both parameters are available. The results showed that the more the particles are elongated, the greater the inter-particle porosity and, therefore, the lower the bulk density. The low densities of corn and sunflower pith were ascribed to their high particle porosity due to their highly porous microstructure.

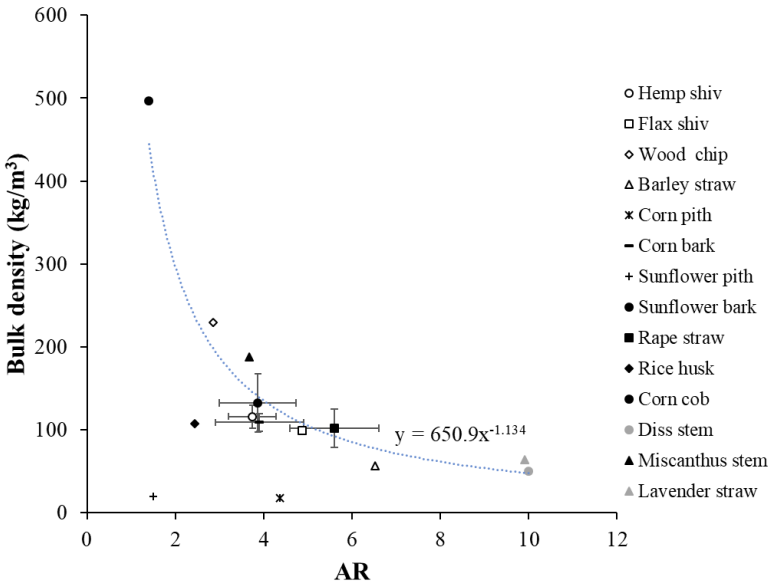

Figure 1.11. Mean of bulk density as a function of the mean of aspect ratio (AR) of plant aggregates.

Bulk density allows characterizing plant aggregates as loose-fill insulating materials. However, aggregates rearrange themselves when they are mixed with a binder and compacted in the wet state in a composite, thereby limiting their inter-particle porosity that would also be partially filled by the binder. This necessitates the measurement of the apparent density of the particles to determine the particle porosity.

The apparent density of the particles. The apparent density of the particles has been previously measured based on a straight section of stem and the corresponding area determined by image analysis and the measured height [5]. Other methods encountered in the literature include mercury intrusion porosimetry (MIP), X-ray tomography estimation [43], the water displacement method or Archimedes method [31, 105], and utilization of fine sand less than 250 µm, which eliminates the voids surrounding the particles and allows to determine their exact volume [13, 147].

All these methods are limited by the reliability of the volume of the particles or stem obtained. In the case of the method proposed in earlier studies [118], the fact that the walls of the stem are not perfectly parallel and the uncertainty in the accuracy of the perpendicularity of the section probably lead to an error in the value of the stem volume. In MIP, the particle volume is determined from the volume of solid and open pores, while the closed pores are neglected. The volume estimation from X-ray tomography may be biased due to the imprecision in resolution. With Archimedes method, first immersion in the water swells up the particle, thereby changing its volume. In the fine sand method, the compressing of the particles may modify the volume; thus, it is necessary to ensure the same level of compaction in the sand from one measurement to another. Nevertheless, this method could be interesting if the protocol and the representative elementary volume (REV) are properly implemented.

The majority of apparent densities of particles identified in the literature were between 250 kg/m^3 for hemp and up to 780 kg/m^3 for bamboo stems (Table 1.4). On the contrary, sunflower

pith had a very low value of 35 kg/m^3 due to the presence of several and very large pores and thin cell walls, resulting in a low apparent density of the particles. Hence, it could be said that the apparent density of the particles is closely related to their microstructure. It is to be noticed that results for the apparent density of particles varied widely, depending on the method used or the treatments experienced by the particles. For future research and development, a standardized method would be required to avoid diversification of the results so that they can have more precision.

Skeleton density. The skeleton density of plant aggregates is measured with a manual pycnometer method [24, 29–32, 49, 50, 55, 60, 86, 87]. Successive weightings of pycnometer (*i.e.*, pycnometer with dry aggregates, pycnometer with aggregates filled with filling fluid, and pycnometer filled with water) give the mass of solid aggregates and their volume. Nozahic *et al*. (2012) estimated the value of the skeleton density of lignocellulosic aggregates, and the latter was equal to that of the cellulose (1540 kg/m^3) [53]. It depends on the constituents of the cell walls. The majority of identified values were between 1100 and 1540 kg/m^3, which was in agreement with the real densities of the pure chemical components of the cell walls. The low values recorded for rice husk (690–780 kg/m^3) [29, 30, 122] might be due to the closed pores, which were not detected by the pycnometer method. The volume of the solid was thus overestimated, thereby reducing the resulted skeleton density.

Table 1.4 indicated that for the majority of aggregates arranged in bulk, the inter-particle porosity is always higher than the intra-particle due to the elongated shapes of the aggregates, which generate a lot of intergranular voids. Sunflower pith has the lowest inter-particle porosity (43%) due to its circular shape, resulting in fewer intergranular voids, whereas rice husk has the greatest inter-particle porosity (73–78%) due to its convex and elongated shape, leading to widely spaced particles aggregates. In the composite, the inter-particle porosity is filled by the rearrangement of the aggregates and the binder matrix. The intra-particle porosity data of the sunflower pith is not available in the literature. However, it should be the highest one in particular due to its original porous microstructure. For the rest of the aggregates, this parameter is between 9% for rice husk and 40% for rape straw. In terms of total porosity, it could be said that bulk plant aggregates are porous materials. Corn cob, which is the densest aggregate, is also least porous with 72% of total porosity, followed by wood chip and rice husk (82–87%). Shiv, straw, and stem are the most porous aggregates with more than 90% of total porosity. The porosity of plant aggregates generally plays an important role in their water absorption capacity, as discussed below.

Water absorption. The water absorption capacity $w(t)$ of a plant aggregate is defined as the quantity of water it can absorb per unit of time and is calculated according to Eq. (2) mentioned below:

$$w(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} * 100 \qquad (\mathbf{2})$$

where $m(t)$ is the wet mass of the aggregates (kg) for an immersion time t and m_0 is the initial dry mass (kg).

Water absorption is an essential parameter for plant aggregates when they are mixed with a mineral binder. In most cases, plant aggregates have very high water absorption rates, which

creates a competition between the water absorbed by the aggregates and that required for the hydration of the binder. This competition can thus induce a disturbance in the setting of the binder [20, 28, 49].

The most widely used method in the literature to determine the water absorption of plant aggregates was the one proposed by RILEM TC 236-BBM [144]. The water absorption measurements are carried out at several time intervals to determine the evolution of the absorption kinetics of the aggregates. This allows the prediction of their short-term behavior (*i.e.*, in the initial minutes) during the first contact of the water/aggregate/binder mixture and also their behavior at saturation. Nozahic *et al*. (2012) proposed a model for the kinetics of water absorption in plant aggregates as a logarithmic function of time:

$$w(t) = IRA + K_1.Log(t) \quad (\mathbf{3})$$

where IRA is the initial rate of absorption, corresponding to the water absorption rate after 1 min and representing the absorption of water only on the surface of the particles (%), and K_1 is the coefficient of water absorbed by the particle over time (%.Log(min)$^{-1}$).

Laborel-Préneron *et al*. (2018) represented the water absorption as a function of the logarithm of time for three different aggregates (hemp shiv, barley straw, and corn cob), as shown in Figure 1.12. This representation of water absorption in mass percentage suggested that barley straws have the highest absorption capacity (IRA of 247%), followed by hemp shiv (IRA of 218%) and corn cob (IRA of 48%). However, the dosage of aggregates in the plant-based concrete formulation might be very different, which means that the mass representation of water absorption is not a good parameter for predicting its impact on the formulation of the composite. Instead, the volume representation would be much more consistent.

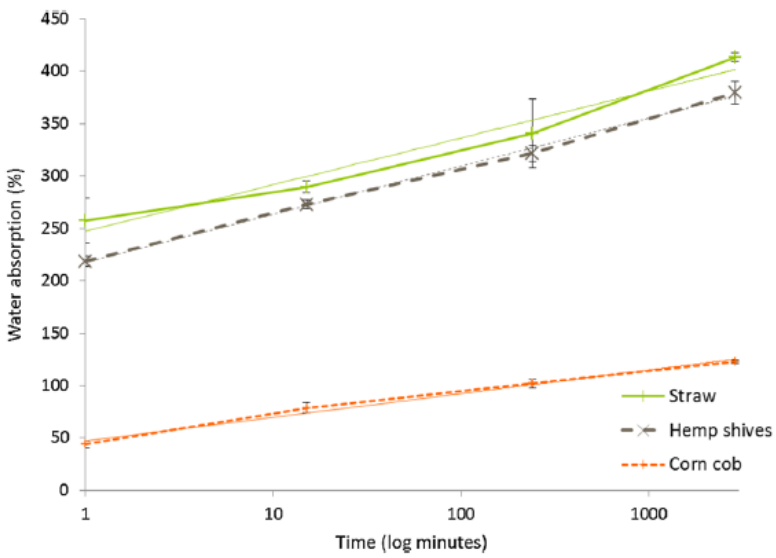

Figure 1.12. Water absorption as a function of the logarithm of time in hemp shiv, barley straw, and corn cob [7].

Table 1.5 presents, wherever applicable, the IRA and K_1 data of different plant aggregates obtained through RILEM and other methods. Most of the hemp shiv aggregates had higher water absorption at IRA (122–218%) in comparison to values obtained by the RILEM method

(190–240%). This difference could be explained based on the fact that other methods did not use salad spinner before weighing [28, 49, 118] or just used an absorbent paper to remove water from the aggregate surface [31]. Consequently, an additional amount of water could be present between the aggregates and might increase the absorption value. Diverse results have also been observed with the RILEM method due to different origins of the hemp, which might differ the size, and the spin might also vary from one operator to another. As expected, the same RILEM method provided the lowest absorption capacity (IRA of 48%, and K_1 of 9.8%.Log $(min)^{-1}$) of the corn cob due to its low porosity as compared with other plant aggregates, followed by lavender straw (IRA of 100%, and K_1 of 12.5%.Log $(min)^{-1}$). All other straws, shives, and barks, with higher porosities revealed higher water absorption capacity (IRA > 100% and K_1 > 17%.Log $(min)^{-1}$). According to the definition of K_1, a correlation could be expected between it and the apparent density of the particles. However, this hypothesis could not be verified due to the lack of data. Indeed, the density of the particles was rare in the literature and it was only very recently that the kinetics of water absorption was represented as a function of the logarithm of time. It is thus necessary to find a standardized method which can easily determine the apparent density of the particles.

Table 1.5. IRA and K_1 values of different plant aggregates found in the literature.

Plant aggregates	**RILEM method**			**Other methods**		
	IRA (%)	**K1 (%.Log(min)$^{-1}$)**	**References**	**IRA (%)**	**K1 (%.Log(min)$^{-1}$)**	**References**
Hemp shiv	122–218	19.5–50.0	[7, 35, 69, 76]	190–240	20.1	[28, 50, 53, 73]
Barley straw	247	19.4	[41]	300	-	[24]
Wheat straw	-	-	-	180-225	-	[24]
Corn bark	105–106	18.5–19.8	[43, 65]	-	-	-
Sunflower bark	141–148	17.8–18.5	[43, 65]	216	57.3	[53]
Rape straw	218	23.9	[82]	-	-	-
Corn cob	48	9.8	[7]	-	-	-
Beet pulp	-	-		160	-	[13]
Lavender straw	100	12.5	[56]	-	-	-

The studies reported in the literature showed that the physical properties of plant aggregates also influence their hygro-thermal properties, as discussed in the next section.

2.4.2. Hygro-thermal Properties of the Plant Aggregates

Plant aggregates are used as insulating materials. Thus, to ensure indoor comfort apart from their physical properties, their hygro-thermal properties are also important. These properties are discussed in the following section.

Sorption-desorption isotherms. The sorption-desorption isotherm property links the moisture content of the material at equilibrium to the ambient relative humidity (RH) at a given temperature. It is evaluated by using the saturated salt solution (SSS) technique or the dynamic vapor sorption (DVS) method. The standard NF EN ISO 1270 [148] governs the SSS technique. Briefly, plant aggregates samples are dried at 40 °C [24, 32, 69, 114] in an oven until mass stabilization (change in mass less than 0.1% between two weighings in 24 h). Following this, at least 10 g of the material to be tested is put in a container that is not sensitive to humidity variation (glass cups, for example) and then kept in a ventilated sealed desiccator or box at 23 °C in which the RH is controlled by saturated salt solutions. Samples are tested gradually with the salt solutions after stabilization from the dry state to the saturated state for sorption and conversely for desorption isotherm.

In the DVS method, few particles between 10 and 100 mg are put on a microbalance kept inside a sealed thermostatically controlled chamber at a constant temperature of 20 ° C [28], 23 °C [7, 32, 43, 114], or 25 °C [45, 69]). Each study followed its way of programming the DVS, but the idea is to regulate the RH inside the controlled chamber in a step-wise manner from zero to more than 95% in the case of sorption and the reverse path for desorption. Literature showed three different ways to program the moisture equilibrium to move to the next level of relative humidity. The first one was a time criterion assuming stabilization of the sample (360 min, 720 min, 1,440 min, or 2,160 min). The second one considered a percentage change in the mass per unit time (dm/dt) over a period of more than 10 min, below which it was assumed that the moisture attains a balance. Lastly, the third one was the combination of the two previous criteria.

Bui *et al*. (2017) carried out a comparative study of the two methods (SSS and DVS) on the barley straw. They concluded that sorption isotherms measured with the two methods were very close (a difference lower than 0.1%). However, many factors inherent to the protocol of the SSS method led to greater disparities in the measurements, while the automatic weighing of the DVS method allowed more stability in the measurement of the kinetics of the water uptake. Unlike the SSS method, the DVS one allowed faster measurements, but for one sample only. However, it was limited by mass and volume, which could be problematic for porous building materials like concrete [114].

Sorption isotherms were obtained by plotting mass change against RH and illustrated the water vapor sorption capacity as a function of the relative humidity. Figure 1.13 shows different sorption curves of various plant aggregates measured with a DVS machine.

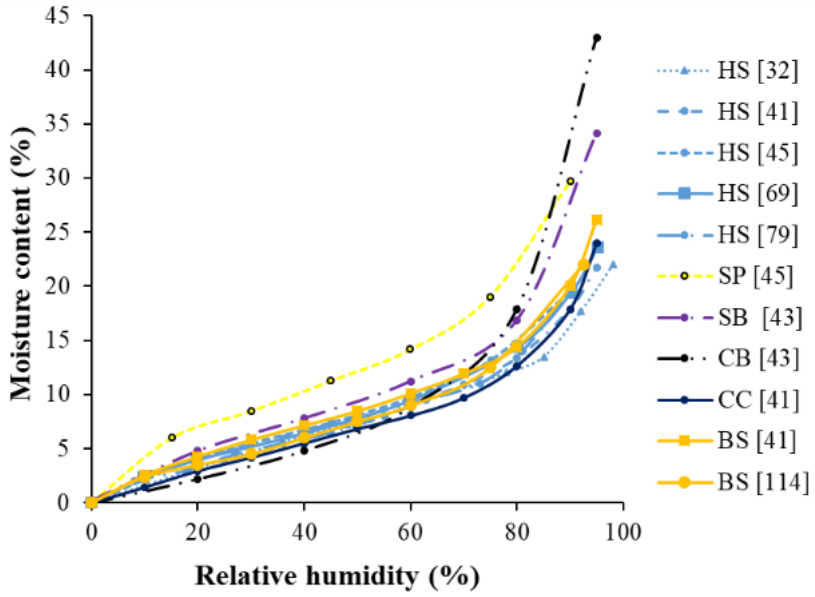

Figure 1.13. Sorption capacity of various plant aggregates (HS, hemp shiv; SP, sunflower pith; SB, sunflower bark; CB, corn bark; CC, corn cob; BS, and barley straw) [32, 41, 43, 45, 69, 79, 114].

In general, sorption curves in Figure 1.13 are similar to type II or type III curves according to the IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) classification and are common for lignocellulosic materials. For relative humidities ranging from 0% to 50%, sunflower pith had the highest sorption value, followed by sunflower bark, barley straw, hemp shiv, corn cob, and corn bark. This could be explained by the high amount of open porosities in the sunflower pith aggregates. In the capillary condensation domain (> 85% RH), the water uptake for corn bark was the highest due to the presence of a greater number of smaller pores inside it. Notably, only the sorption curves are shown in Figure 1.13; however, several authors [7, 24, 28, 45, 78, 149] also took desorption measurements. All the authors observed a hysteresis phenomenon between the sorption and desorption curves. This phenomenon is usually explained by capillary condensation, the ink-bottle effect, and the contact angle difference between adsorption and desorption [149]. The sorption values for all these plant aggregates were higher than 20% at 95% RH. In general, plant aggregates have high sorption capacity inducing good moisture buffering and thus indoor comfort.

Thermal conductivity. The thermal conductivity λ (W/m.K) is a common parameter used to characterize the insulating or conducting power of building materials. Indeed, the thermal conductivity of bulk plant aggregates is measured as a useful property when they are proposed as loose-fill insulation materials for buildings. Several methods are used to measure thermal conductivity, but the two most encountered methods in the literature include the hot wire [29, 53, 55, 60, 88] and hot plate [7, 35, 41, 45, 56, 99, 106] method.

In the hot wire method, the five-centimeter-long hot wire sensor is embedded between two containers filled with bulk aggregates, and the heat is passed to attain a temperature rise (ΔT) of more than 10 °C during a given heating time (t). These parameters are used to give a high correlation coefficient (R^2) between the experimental data and the fitting curve as described in Eq. (4).

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

where q is the heat flow per meter ($W.m^{-1}$), and K is a constant representing the thermal diffusivity of the material.

Whereas, in the hot plate method, the specimen is placed in a thin plastic box with a temperature difference (ΔT) aroused due to the hot and cold plate of the device. The steady-state is assumed to reach when the change in conductivity is less than 1% in 60 min. At this point, the thermal conductivity of the specimen can be deduced from the apparent density of the system and the dimensions and thermal conductivity of the plastic box from Eq. (5),

$$\lambda_{app} = \frac{Q.e_t}{\Delta T.S} \quad (\mathbf{5})$$

where λ_{app} is the apparent thermal conductivity of the specimen within the thin plastic box (W/(m.K)), Q is the heat input (W), e_t is the total thickness (m), and S is the cross-section of the specimen (m^2).

Figure 1.14 shows the variation of thermal conductivity as a function of bulk density. In general, the thermal conductivity increases with the bulk density because of the decrease in the porosity (intra-particle pores and inter-particle voids between plant aggregates) of the aggregates. The variations observed in some results might be due to the disparity in the environmental conditions (temperature and relative humidity) at the time of recording the measurements. The thermal conductivity of these plant aggregates is highly sensitive to the variation in temperature and relative humidity. The hot plate measurement method is less exposed to temperature and relative humidity variation compared to the hot wire measurement, and it must be done in a hygro-thermally stable environment. The differences observed between lavender and barley straws, even though they had roughly the same densities, might be due to the heat transfer by convection through the large inter-particle pores between the arrangement of the lavender aggregates [56]. All the plant aggregates are very good insulating materials with thermal conductivities always less than 0.08 $W.m^{-1}.K^{-1}$ except for corn cobs, which are very dense aggregates. In addition to this bulk property, the mixing of plant aggregates with reactive mineral binder also requires knowledge of their chemical properties.

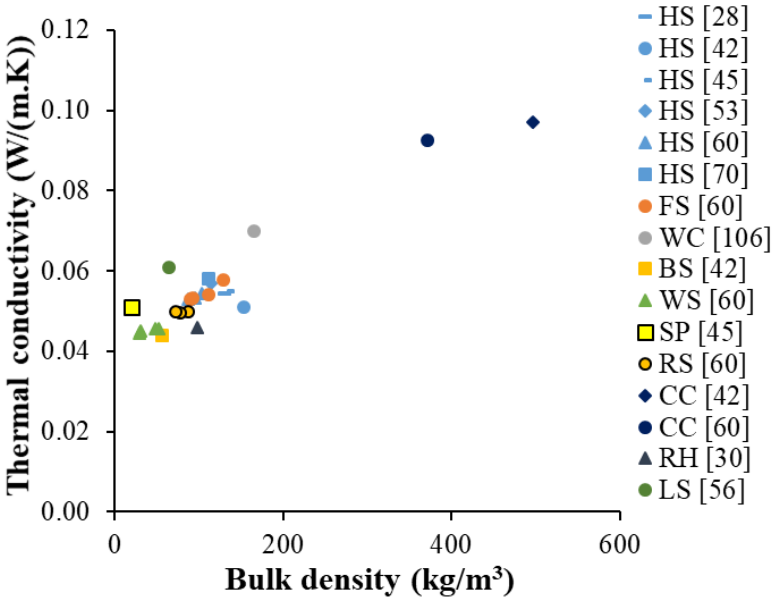

Figure 1.14. Thermal conductivities of plant aggregates versus their bulk densities (HS: hemp shiv, FS: flax shiv, WC: wood chip, RH: rice husk, BS: barley straw, WS: wheat straw, RS: rape straw, CC: corn cob, RH: rice husk, LS: lavender straw) [28, 30, 42, 45, 53, 56, 60, 70, 106].

2.4.3. Chemical Properties of the Plant Aggregates

The properties of the plant aggregates are influenced by their chemical composition. Depending on the quantity and nature of the chemical components present in the aggregate, the hardness or compressibility, and durability of the latter may be affected. While mixing with a reactive mineral binder, the chemical components of the bio-aggregate can also react with the binder and impact its drying time like-wise the hydration mechanism; thus, affecting the overall mechanical properties and durability of the composite.

Magniont and Escadeillas (2017) reviewed the chemical composition of bio-aggregates and their interactions with mineral binders [150]. As bio-resources, the three main structural components of bio-aggregates are cellulose (C), hemicelluloses (H), and lignins (L), coupled with other secondary components like ash, pectins, wax, proteins, and various extractives. They characterized the bio-aggregates as per consecutively decreasing ranking of their three structural components as proposed by Vassilev *et al.* (2010) [151], who found that the bio-aggregates are of either CHL or CLH types (Figure 1.15) depending on their nature, *i.e.*, wood residues (hemp and flax shives) and herbaceous or agricultural by-products (straws, stalks or fibers). Table 1.6 lists the chemical components of plant aggregates mentioned in this review. Indeed, all the plant aggregates are rich in cellulose, which is linked to their mechanical performance [152]. Hemicelluloses are easily dissolved under alkaline attack. Thus, corn cob with the highest quantity of hemicelluloses (37–41%) is not suitable to mix with an alkaline mineral binder. Coconut coir, rice husk, and bamboo stem have the highest lignin contents as 30–46%, 26–31%, and 18–32%, respectively. Since Lignin is a polymer protecting the stem of the plant from chemical and physical aggressions, therefore, these aggregates rich in high lignin could have the longest durability.

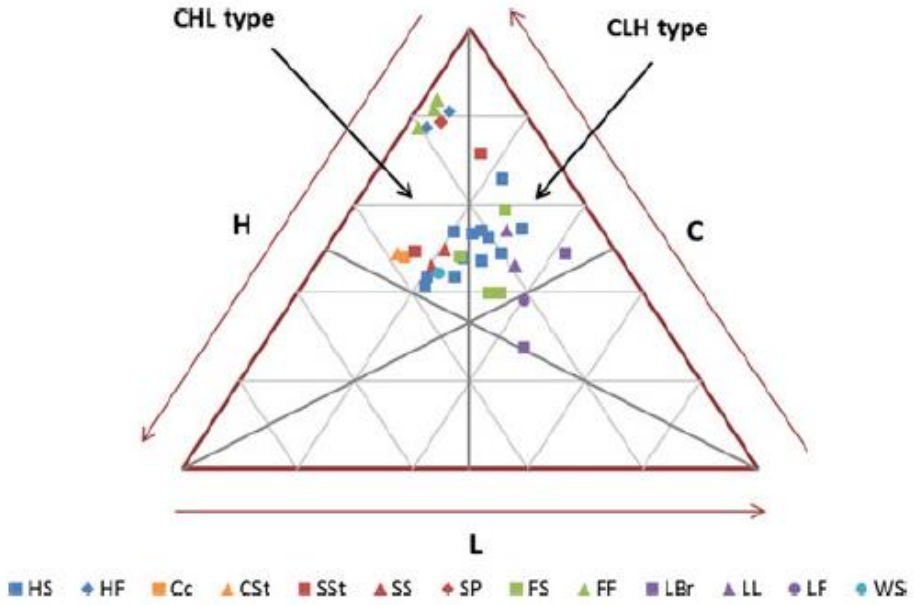

Figure 1.15. Structural composition of bio-aggregates (C: cellulose, H: hemicelluloses, L: lignins; HS: hemp shiv, HF: hemp fiber, Cc: corn cob, CSt: corn stalk, SSt: sunflower stalk, SS: marrow-less sunflower, SP: sunflower pith, FS: flax shiv, FF: flax fiber, LBr: lavender branches, LL: lavender leaves, LF: lavender flowers, and WS: wheat straw) [5].

Table 1.6. The list of the chemical components of the plant aggregates (contents are expressed in mass proportion of the dry matter).

Origins	Plants	Fractions	References	Cellulose (%)	Hemi-cellulose (%)	Lignin (%)	Other chemicals (ash, pectins, wax, proteins, etc.) (%)
Fiber plant wastes	Hemp	Shiv	[7, 29, 32, 35, 42, 50, 53, 60, 69, 72, 74, 83]	34.0-62.5	9.0-37.0	4.0-28.0	5.5-28.0
	Flax	Shiv	[60, 90]	44.6	24.41	21.0-22.0	7.6-22.8
	Coconut	Coir	[11, 95]	34.9-52.1	0.3-33.7	29.8-45.8	10.2-26.8
Cereal straws	Barley	Straw	[7, 24, 42]	37.7	26.7-34.9	5.5-15.8	-
	Wheat	Straw	[22, 60]	37.6-43.0	29.7-34.9	5.2-15.8	11.7-21.2
	Rice	Straw	[116, 117]	28.0-48.0	19.8-31.6	7.2-16.0	11.6-28.8
Oilseed straws	Sunflower	Bark	[29, 53, 118, 119]	38.6-47.4	9.4-30.0	3.5-18.6	8.9-26.4
	Rape	Straw	[60]	53.1	18.1	9.6	18.5
Wastes from cereal plants other than straws	Corn	Cob	[7, 42, 60, 141]	32.5-48.1	37.2-40.7	3.3-14.7	7.0-19.8
	Rice	Husk	[29, 30]	25.0-35.0	18.0-21.0	26.0 –31.0	17.0-30.0
Wild plants	Diss	Stem	[58]	30.3-40.0	2.72-11.1	-	30.78
	Bamboo	Stem	[127]	52.8	29.0	24.1	5.4
Sugar plant wastes	Sugar cane	Bagasse	[133]	48.7-49.4	18.5-25.6	19.8-23.1	1.88-3.92
Aromatic plant straws	Lavender	Straw	[119]	33.7	13.9	14.7	30.4

Apart from agronomic, environmental, and processing parameters, the same bio-aggregate showed variable results (Figure 1.15) due to the differences in the commonly used indirect time consuming gravimetric methods proposed by Klason (1922) [153], Saeman *et al*. (1954) [154], or Van Soest and Wine (1968) [155] to analyze the biomass composition. Sluiter *et al*. (2010) [156] identified numerous parameters that may give varying results in the case of the method based on sulfuric acid hydrolysis. These parameters include,

– the drying method (air-dried, dried at 100 °C, or 105 °C),

– the nature of the extracting solvents (alcohol/benzene, hot and cold water, acetone/water, etc.),

– the extraction time,

– the sample amount, and

– the temperature, time, biomass to acid ratio, and H_2SO_4 concentration of primary and secondary hydrolysis.

Other methods based on infrared microscopy [63, 72, 96, 116, 118], thermogravimetric analysis [24], and X-ray diffraction [96] are also available in the literature to obtain results in less time with high accuracy and low cost.

All the studies agreed with the detrimental effects of extractives on mineral binders, such as disruption of the early setting and hardening mechanism, modifying the mechanical performance in the hardened state, and influencing the long-term durability [56, 65, 72, 119]. Bourdot *et al*. (2019) prepared binder pastes by mixing the pozzolanic binder with the extractives of five different hemp shives, sunflower and corn bark, and also the plant aggregates from them. As shown in Figure 1.16, in the case of the five tested hemp shives, the hydration delay in the model paste and the mechanical performance of the hemp concrete were directly related to the extractives content of the shiv. However, for different species, this conclusion was no longer valid because the nature of the water-soluble extractives or that of the products of the bio-aggregates obtained from the alkaline hydrolysis by the mineral binder would also intervene.

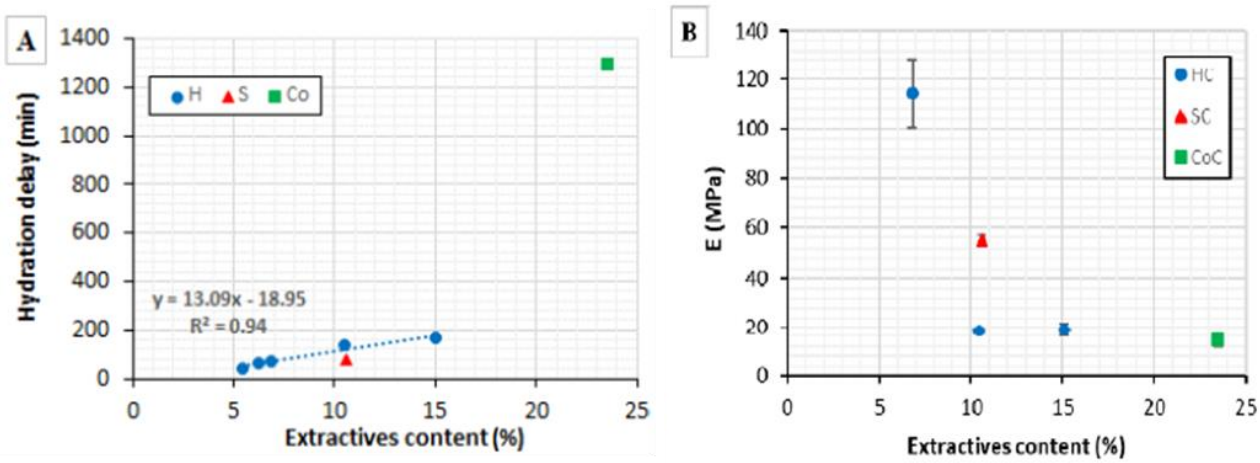

Figure 1.16. Evolution of the hydration delay of the model pastes and elastic modulus of plant-based concrete as a function of the extractives content of the bio-aggregates (H: hemp shiv, S: sunflower bark, Co: corn bark, HC: hemp concrete, SC: sunflower bark concrete, and CoC: corn bark concrete) [65].

In addition to these proposed conclusions, the difference between the number of the extractives and the intensity of the setting delay could be due to the differences in the extractable compounds obtained through neutral extraction (pH 7) and extractions done at a more basic pH (up to 12 inside the mineral binder at an early age). Extractions at pH 9 and 12 must be performed for comparison. On the other hand, the representation of the extractives content as a mass percentage (kg of extractives/kg of aggregates) appeared as not the best indicator, given

the fact that the aggregates do not have the same dosages in the composite mixture. It would be more judicious to seek another representation relative to the quantity of binder. Details related to the mechanisms of the chemical interactions impacting the properties of composites will be discussed in section *3.2.2.*

2.4.4. Conclusions

Table 1.7 summarizes the properties of each plant aggregate that have been previously studied and the corresponding number of papers reported based on these studies.

Hemp shiv (51 references) is the most studied plant aggregate in the literature, and its properties are the best known, followed by wood chip (18 references), flax shiv (11 references), sunflower stem (10 references), and barley straw (9 references). Data concerning the other straws are reported less, while these straws are widely available in France. Thus, they could be developed as potential plant aggregates for plant-based concrete. Apart from these straws, comparatively very little data are available for wild plants, sugar plant waste, miscanthus, lavender, and coconut. The chemical properties, microstructure, particle size distribution, bulk density, and water absorption capacities of the plant aggregates are all systematically measured. The chemical compositions of all the plant aggregates reviewed in this paper were well investigated. The data for other physical properties of the plant aggregates, such as the apparent density of particles and the skeleton density, are scarce in the literature with unusual characterization methods, while they could have a predominant impact on the performance of the composite. Plant-based concretes are intended to be used for thermal insulation and moisture regulation. Mostly their hygro-thermal properties such as the sorption-desorption isotherm and thermal conductivity have been measured; however, there are a few measurements on plant aggregates alone, whereas these properties could also influence the properties of the final composite. In the following part, the impacts of the properties of plant aggregates on the composites are discussed in detail.

Table 1.7. Summary of the number of articles on the properties of the plant aggregates used with a mineral binder.

Origins	Plants aggregates	Number of references	Physical properties					Hygro-thermal properties			Chemical properties
			Micro-structure	Particle Size Distribution	Bulk density	Apparent density of particles	Skeleton density	Water absorption	Sorption-desorption isotherm	Thermal conductivity	Chemical composition
Fiber plant waste	Hemp shiv	51	18	29	37	7	9	19	8	7	13
	Flax shiv	11	6	4	9	1	2	3	0	0	2
	Coconut coir	3	1	1	0	0	1	0	0	0	2
Wood transformation residues	Wood chip	18	2	7	5	5	1	3	0	1	4
Cereal straws	Barley straw	9	5	6	5	0	1	3	3	3	3
	Wheat straw	4	2	4	2	0	2	1	1	1	1
	Rice straw	3	0	1	1	0	0	0	0	1	2
	Corn stem	4	2	3	4	0	0	2	1	0	1
Oilseed straws	Sunflower stem	10	7	7	4	1	1	5	2	2	4

	Rape straw	6	2	3	4	0	1	2	0	0	1
Cereal plant waste other than straw	**Corn cob**	7	5	5	5	0	1	4	1	2	5
	Rice husk	6	2	2	3	3	3	3	0	2	2
Wild plants	**Diss stem**	4	4	2	2	0	0	2	0	0	1
	Bamboo stem	4	1	3	1	1	0	0	0	0	1
Sugar plant waste	**Bagasse from sugar cane**	5	0	1	0	0	0	1	0	1	1
	Sugar beet pulp	2	1	1	0	0	0	1	0	0	0
Energy crop residues	**Miscanthus stem**	3	1	2	1	1	1	1	0	0	1
Aromatic plant straws	**Lavender straw**	3	2	2	1	0	0	1	0	1	1
TOTAL		153	61	83	84	19	23	51	16	21	45

3. Effects of Various Parameters of the Plant Aggregates on the Properties of Plant-based Concrete

Literature shows that various parameters related to plant aggregates could influence the properties of plant-based concrete. In this section, (i) the evolution of the factors such as the amount and nature of the plant aggregates, and (ii) their characteristic effects on the properties of the obtained composites are discussed. This analysis will allow distinguishing the preponderant parameters linked to plant aggregates having impacts on the properties of plant-based concrete.

3.1. Effects of the Content and the Nature of the Plant Aggregates on the Properties of Plant-based Concrete

3.1.1. Effects on the Physical Properties of the Plant-based Concrete

As a lightweight building material, density is an important property of plant-based concrete. Several authors have studied the evolution of the density of the composite by varying the amount of plant aggregate in the composite [18, 22, 23, 25, 28, 30–32, 38, 41, 45, 49, 61, 67, 77, 97, 99, 102]. However, it was difficult to compare the results from the different studies. Since the formulation and the manufacturing parameters varied, the densities of the plant aggregates were different; besides, the dosages of the plant aggregate and binder (kg of constituents per m^3 of composites in the fresh state) were rarely known. These difficulties only allowed investigating the evolution of the densities of the composites as a function of the variation in the amount of the plant aggregates (Figure 1.17). Notably, the references taken into account in this figure were only those containing mixtures with a varying amount of plant aggregate. The "plant aggregate content" is defined as the mass percentage of the plant aggregate compared to the sum of all the constituents (aggregate, binder, and water) in the initial fresh state. It is directly given as a formulation parameter in the articles or deduced from the masses of all the constituents, or the A/B and W/B ratios (A for aggregate, B for binder, and W for water). In Figure 1.17, the points corresponding to the results obtained from the same study using the same plant aggregate were linked together to highlight the trend in the evolution of the densities of the composites as a function of the mass percentage of the plant aggregates.

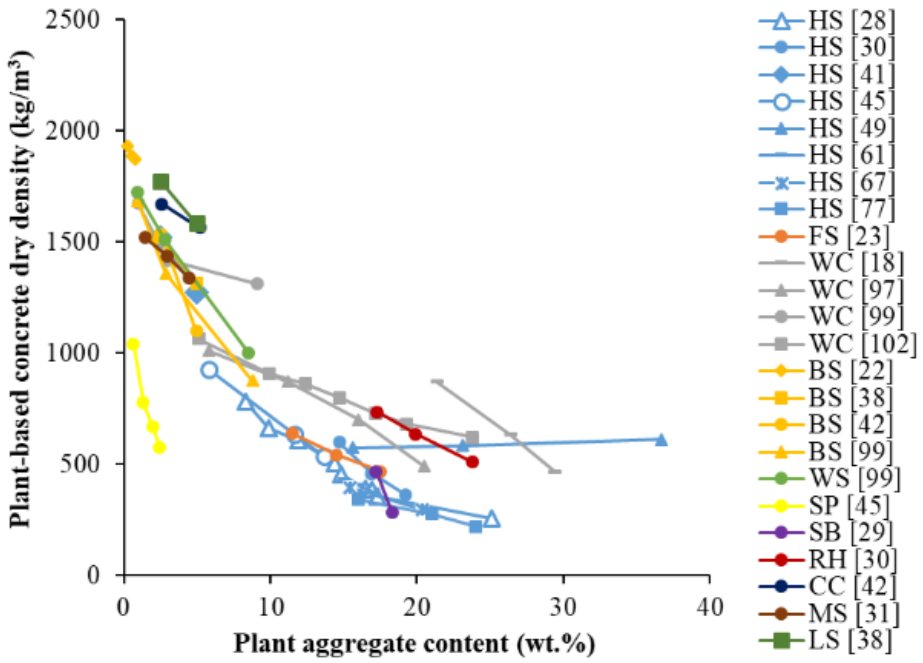

Figure 1.17. Evolution of dry density of the plant-based concrete as a function of the plant aggregate content for various studies (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; CB: corn cob; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [18, 22, 23, 28–31, 38, 41, 45, 49, 61, 67, 77, 97, 99, 102].

All authors except Nguyen *et al*. (2010) [49] showed that for any type of plant aggregate, the density of the composite decreased with the increasing content of the plant aggregate. This was attributed to the low bulk density of plant aggregates (from 20 kg/m^3 for sunflower pith to 497 kg/m^3 for corn cob) compared to that of mineral binder (above 1000 kg/m^3). However, this trend was different from the results found in the work of Nguyen *et al*. (2010) on hemp concrete. The latter showed an increase in the density of the composite with the increase in the amount of the hemp shiv. This result could be explained by the increase in the compaction stresses with the increase in the aggregate content during the sample manufacturing, resulting in the decrease in the intra-and inter-granular porosity of the plant aggregates and thus the increase in the density of the composite. Indeed, in the case of hemp shiv content varying from 15.6% to 36.7%, the compaction stress used in this study varied from 0.30 MPa to 1.60 MPa; thus, the density of the hemp concrete ranged from 575 to 612 kg/m^3. These results showed that the plant aggregate content (mass percentage in the fresh state) is not a good parameter to indicate the evolution of the density of the composite if the level of compaction is not taken into the account. Indeed, a plant aggregate dosage (mass of aggregate in kg per volume of composite in m^3) would be much more relevant.

Even if the density of plant-based concrete generally follows the same decreasing trend as a function of the content of plant aggregate (mass percentage), some authors have pointed out a difference depending on the type of aggregate used. The raw earth composites with low contents of hemp shiv, barley straw, and corn cob (2.5wt.% and 5wt.%), Laborel-Préneron *et al*. (2018) [41] showed that densities of the composites with corn cob (1878 kg/m^3 and 1754 kg/m^3) were higher compared to those with hemp shiv (1603 kg/m^3 and 1221 kg/m^3) and

barley straw (1519 kg/m^3 and 1315 kg/m^3). Giroudon *et al.* (2019) [38] also found high-density values for raw earth composites incorporated with lavender straw (1772 kg/m^3 and 1585 kg/m^3) compared to those made from barley straw (1519 kg/m^3 and 1315 kg/m^3). Ashour et al. (2011) observed no significant difference in the density of the composites with a low aggregate content of less than 1wt.% in the earthen plasters comprised of barley straw, wheat straw, or wood shaving. On the contrary, with an aggregate content of about 9wt.%, the composite made from wood shaving showed high density in comparison to those made from barley and wheat straws. These variations in the results were attributed to the differences in the bulk densities of the plant aggregates. However, Chabannes *et al*. (2014) [30] showed that with the same plant aggregate content (19wt.%) and bulk density (about 103 kg/m^3), the dry density of rice husk concrete was much higher than that of the hemp concrete (634 kg/m^3 and 364 kg/m^3, respectively). Besides, even with the same content and bulk density of the plant aggregate, the rice husks and hemp shives behaved completely differently in their wet states and under compaction during the concrete production. Rice husks compacted easily compared to hemp shives, which required the addition of more material. Thus, it could be concluded that apart from bulk density, it is highly important to analyze other parameters as well, representing the real behavior of the aggregates in the composite. For the sake of comparison, it is also more relevant to use dosage (mass of constituents (in kg) per volume of concrete (in m^3)) and/or volume percentage (%) as formulation parameter instead of mass percentage, which does not control the real dosage of the binders in composites and also compare the eventual impacts of the nature and properties of the plant aggregates.

The density of plant-based concrete is closely linked to its porosity. The density of the composite decreases as the plant aggregate content increases implies an increase in the composite's porosity. Plant aggregates have a porous structure; hence, by increasing their quantity, the porosity of the composite also increases, keeping all the other parameters constant. Moreover, an increase in the amount of the aggregate contributes more to inter-granular porosity, which also enhances the porosity of the composite. For example, Benmahiddine *et al*. (2020) [23] showed an increase in the porosity of flax concrete from 72% to 76% when the content of flax shiv was increased in the range of 12wt.% to 18wt.%.

3.1.2. Effects on the Mechanical Properties of the Plant-based Concrete

For their application as insulating materials, plant-based concrete requires a minimum of mechanical strength to be self-supporting and to handle the stresses during transport and implementation. Previously reported studies showed that the compressive strength and Young's modulus of the plant-based concrete decreased as a function of the plant aggregate mass content (Figure 1.18) [18, 23, 31, 38, 42, 45, 61, 77, 97, 102].

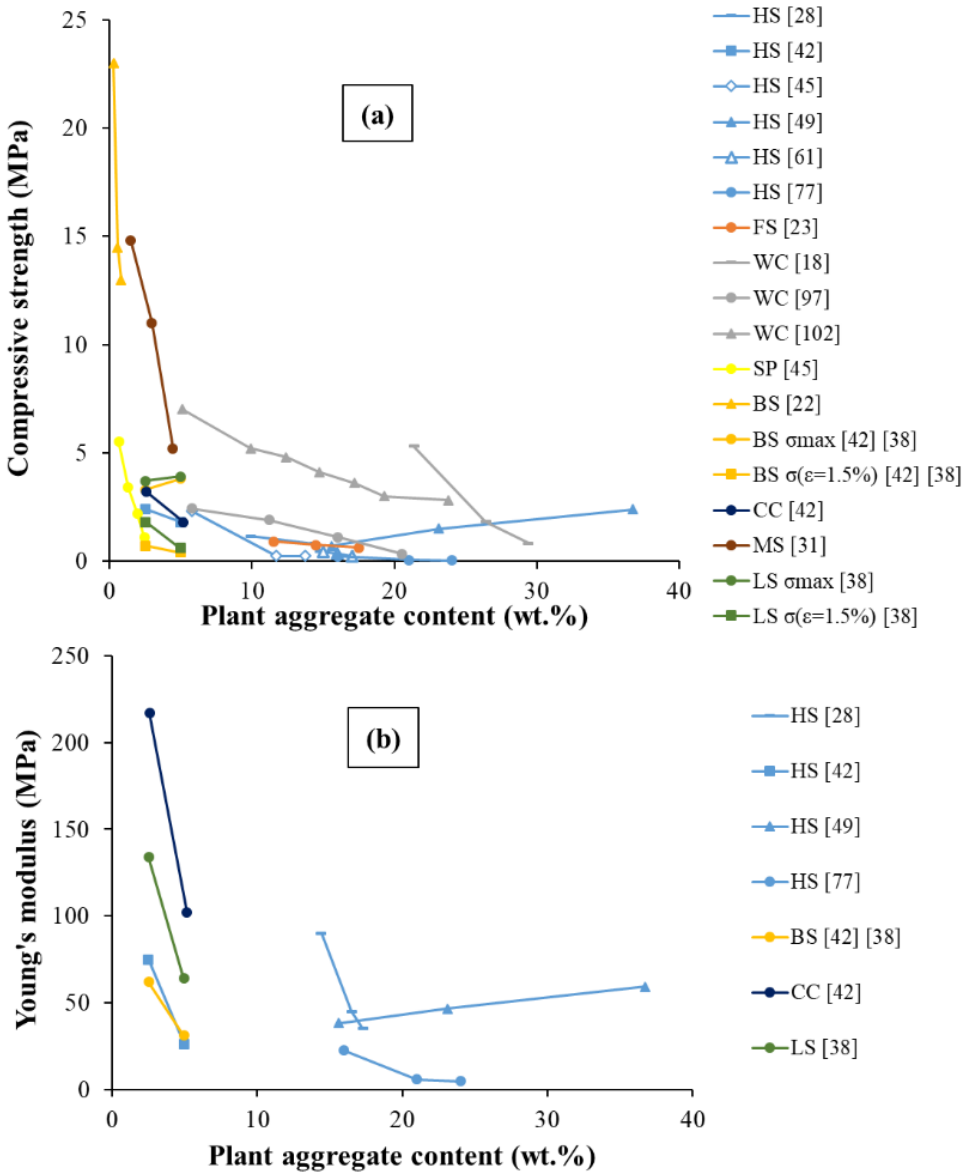

Figure 1.18. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of the plant-based concrete as a function of plant aggregate content (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [18, 23, 28, 30, 31, 38, 41, 45, 49, 61, 77, 97, 102].

The results were attributed to the impact of the porosity of the added aggregates, reducing the mechanical strength and stiffness of the composite. Moreover, Niyigena *et al*. (2018) [15] assumed that the increase in the aggregates content enhanced the specific surface area of the aggregates, resulting in a weak bonding at the interface between the binder and plant particles, thus, reducing the compressive strength. However, some results deviated from this trend and emphasized that it is not possible to compare results from different studies. For example, Nguyen *et al*. (2010) [49] observed an increase in the compressive strength due to the increased compaction level at the initial state, which also decreased the porosity. The raw earth composites made from elongated plant particles of barley and lavender straw [38, 42] showed that the maximum compressive strengths slightly increased from 3.3 MPa to 3.8 MPa,

and from 3.7 MPa to 3.9 MPa, respectively. Laborel-Préneron (2017) *et al*. and Giroudon *et al*. (2019) [38, 42] ascribed this increase to a consolidated phenomenon due to the high compressibility of the straws. The elongated shape of the aggregates could also increase the compressive strength by limiting the crack openings. Also, this increase in the maximum stress was accompanied by an increase in the corresponding strain, which went up from 8% to 20% for barley straw and from 4% to 9% for lavender straw, respectively for a 2.5% and 5% plant aggregate content. These results showed that the maximum compressive stress was not a good indicator of the use of composites. Consequently, other indicators corresponding to the stresses in the elastic behavior phase (the strain equal to 1.5% or 5%) were proposed in the literature to have comparable results representing the performance of the composites in use [15, 38, 42, 43, 65]. The decreasing trend of the compressive strength corresponding to a stress level of 1.5% with the content of aggregates is shown in Figure 1.18.

Concerning the nature of the aggregate, the raw earth composites with corn cob, hemp shiv, and barley straw showed varying mechanical behaviors during compression depending on the types of aggregates used (Figure 1.19) [42]. Also, with the same plant aggregate mass content, the rigidity of the composite formed with corn cobs was much higher in comparison to the composite formed with hemp shiv and barley straw. Besides, the strain level at maximum stress of the barley straw composite was quite high compared to those of the other two composites because of its high compressibility. Chabannes *et al*. (2014) [30] (between hemp and rice husk concrete) and Brouard *et al*. (2018) [25] (between sunflower pith, sunflower bark, and rape straw concrete) also concluded that the nature of aggregate had a strong influence on the mechanical behaviors during the compression of the composites. The impact of the characteristics of the plant aggregates on the mechanical performance of the composites is discussed in section 3.2.2.

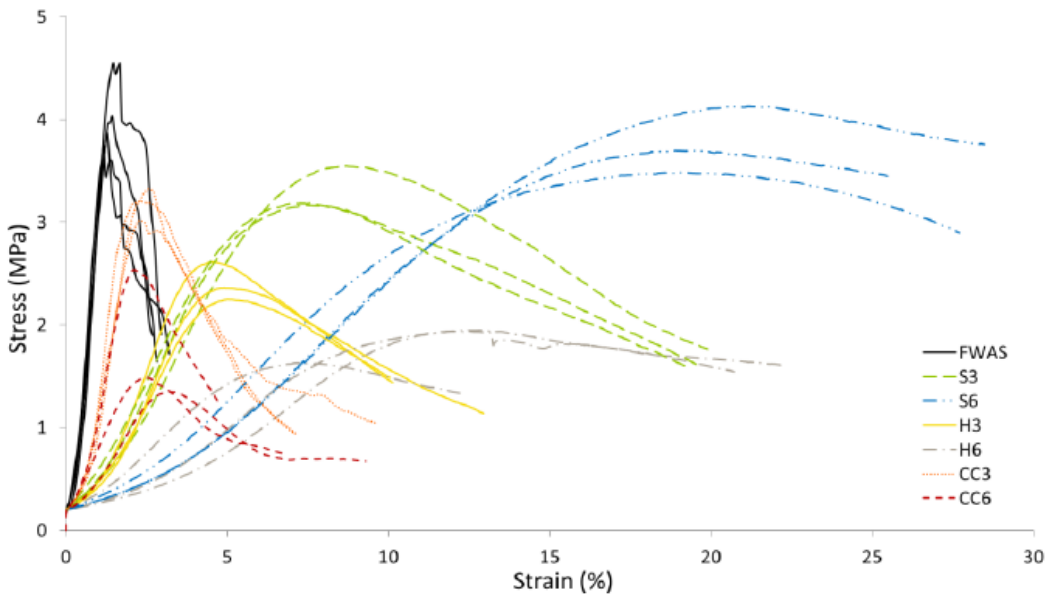

Figure 1.19. Strain-stress diagram (FWAS: fines from washing aggregate sludge; SX, HX, and CCX, respectively composites with barley straw, shiv hemp, and corn cob at Xwt.% (2.5wt.% or 5wt.%) [42].

Cérézo (2005) [28] is one of the few researchers who compared the compression behavior of hemp concrete with different hemp shiv contents to the compression behavior of a slightly compacted 16 cm diameter × 32 cm high specimen made of only dry hemp shiv. She concluded that for a roof formulation (25.1% hemp shiv mass content), the behavior of the concrete was identical to the ductile performance of the aggregates alone, with no peak and low mechanical resistance (Figure 1.20). The mechanical behavior improved as the aggregate content decreased from 17.3% for A4–1 to 9.9 for A3–2 and became much similar to the behavior of the binder alone. The mechanical behavior of aggregates stacks could therefore be a good indicator of the behavior of the composite at low binder dosage.

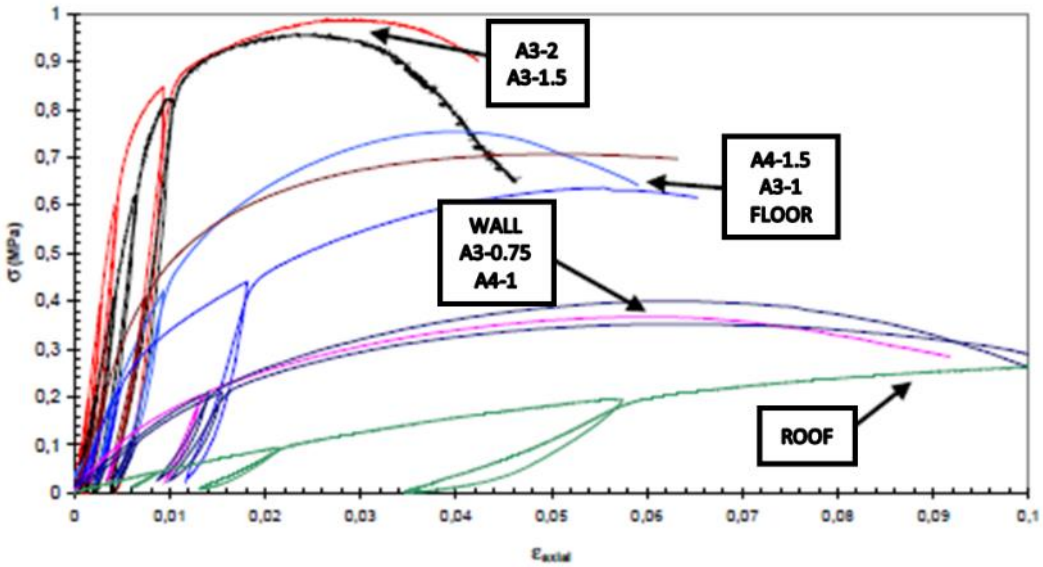

Figure 1.20. Strain-stress diagram of different hemp concrete formulations with different wt.% of hemp shiv at 1 year (ROOF: 25,1%; A4–1: 17.3%; A3–0.75: 16.9%; WALL: 16.5; FLOOR: 14.2; A3–1: 14.8; A4–1.5: 14.4; A3–1.5: 11.9; A3–2: 9.9) [28].

3.1.3. Effects on the Thermal Properties of the Plant-based Concrete

Several studies have shown a quasi-linear relationship between the density and the thermal conductivity of the plant-based concrete [11, 25, 28, 30, 35, 38, 45, 56, 61, 97, 99, 102]. In Section 3.1.1, it was found that the density of the plant-based concrete decreased with the increasing plant aggregate content. Figure 1.21, therefore, logically highlights a reduction in the thermal conductivity of the plant-based concrete with the increasing plant aggregate content.

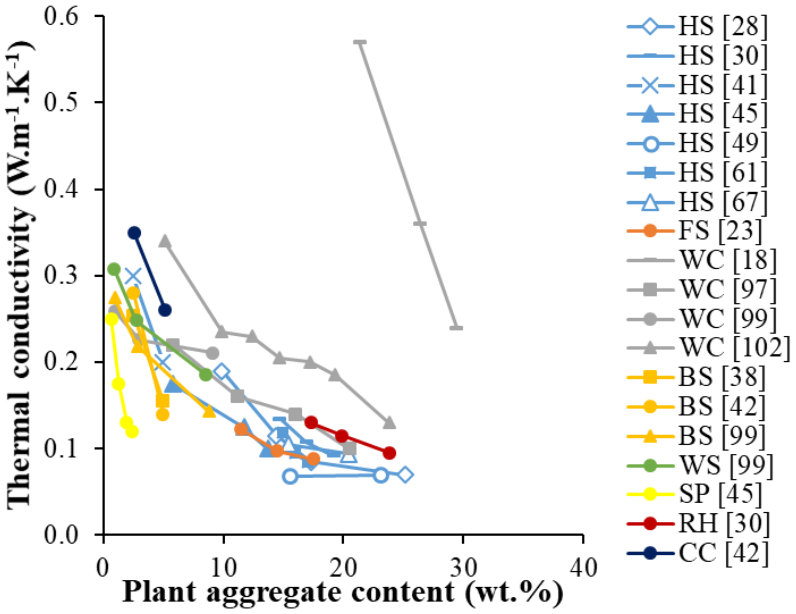

Figure 1.21. Evolution of thermal conductivity of the plant-based concrete as a function of the plant aggregate content in various studies (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; WC: wood chip; BS: barley straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; RH: rice husk; and CC: corn cob) [18, 23, 28, 30, 30, 38, 41, 45, 49, 61, 67, 77, 97, 99, 102].

A lot of explanations are available for this phenomenon. First, the addition of the porous plant aggregates increases the porosity of the composite, which in turn improves its thermal performance. Simultaneously, an increase in the amount of aggregate decreases the amount of binder, which is a good thermal conductor; thus, decreasing the thermal conductivity of the composite. Exceptionally, the increase in thermal conductivity was ascribed to an increased density of the composite due to stronger compaction stress at an initial state with the increase in the amount of aggregates [49]. A difference in the thermal conductivity between the composites depending on the type of aggregate, the binder used, and the density of the composite due to the level of compaction was observed at the same aggregate content [49, 50]. Moreover, Brouard *et al.* (2018) [25] showed that even with the same plant aggregates mass content of 54wt.% the thermal conductivity of the plant-based concrete formed with different kinds of plant aggregates was very different (0.071 $W.m^{-1}.K^{-1}$ for rape straw concrete and 0.158 $W.m^{-1}.K^{-1}$ for sunflower bark concrete), although these differences were not only due to the nature of the aggregates. Even with the same mass content of constituents or the same A/B ratio, the dosages ($kg.m^{-3}$) of all the constituents were different, especially that of the binders, which significantly impacted the thermal conductivity. The dry densities of each composite were, therefore, very different (438 $kg.m^{-3}$ for rape straw concrete and 714 $kg.m^{-3}$ for sunflower bark concrete) like-wise their thermal conductivities. Thus, it could be concluded that to study the impact of the nature of the aggregates; it is necessary to work with a constant dosage and/or volume percentage of constituents (kg of constituents per m^3 of composites or volume percentage of constituents).

3.1.4. Effects on the Hygric Properties of the Plant-based Concrete

The literature shows that plant-based concrete has moisture regulation capacities. Since the sorption capacity of the aggregate is greater than that of the binder, the sorption capacity of the composite increases simultaneously with the content of the plant aggregate [25, 41, 55, 157].

Ashour *et al*. (2011) showed that at a low aggregate content of 1wt.%, the sorption curves of the composites made by incorporating barley straw, wheat straw, and wood shavings in a mixture of clay and sand were not significantly different. The difference began to be more significant at 3wt.% and was very pronounced at 9wt.% [157]. The composite made of barley straw had the greatest sorption capacity, followed by wheat straw and wood shavings (Figure 1.22).

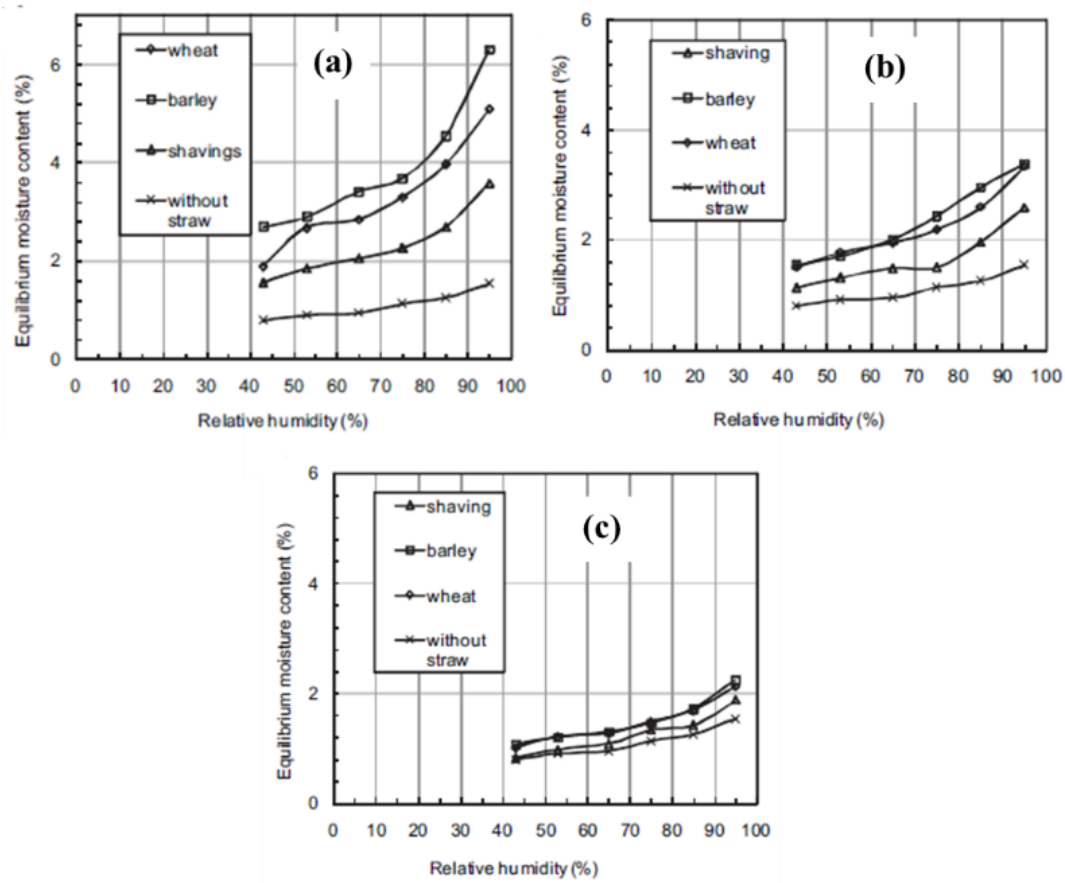

Figure 1.22. Water adsorption isotherms of earth plaster made with wheat straw, barley straw, and wood shavings, and without straw at 20 °C with (a) 9wt.%, (b) 3wt.% and (c) 1wt.% of aggregate content [157].

For the same aggregate mass contents (2.5wt.% and 5wt.%), Laborel-Préneron *et al*. (2018) showed that there was little difference between the sorption curves of composites made from barley straw, hemp shiv, and corn cob [41]. Brouard *et al*. (2018) also made the same observation in rape straw and sunflower bark concrete at 54wt.% aggregates mass content [25]. Rahim *et al*. (2015) found that the difference between the sorption curves of hemp concrete and flax concrete was not remarkable at low RH, but it was much more pronounced

at above 70%. Especially at 95% RH, the moisture density was 95 kg/m^3 and 160 kg/m^3 for hemp and flax concrete, respectively [81].

Few studies investigated the impact of the formulation on the water absorption capacity of plant-based concrete. Water absorption test was carried out by capillarity based on the AFPC-AFREM protocol [158], ASTM C 67–03 standard [159], or ISO 15148 standard [160]. It was observed that if the capillary absorption of the plant aggregate was higher than that of the binder, absorption kinetics increased with the plant aggregate content [45, 161]. For example, Magniont *et al*. (2012) [45] reported the absorption coefficients of hemp concrete with 5.8wt.%, 11.8wt.%, and 32wt.% of hemp shiv as 5.7 kg/m^2, 9.5 kg/m^2, and 16.0 kg/m^2, respectively at 15 min. Similarly, plant-based concrete made from sunflower pith had less but not negligible absorption capacities of 1.75 kg/m^2, 2.75 kg/m^2, and 2.75 kg/m^2 compared to that of hemp concrete, even at very low proportions of pith particles equal to 0.7wt.%, 1.3wt.% and 2.0wt.%, respectively. When the binder absorption capacity was greater than that of the aggregate [32, 85], the absorption coefficient decreased with the increase in the amount of the aggregate. For example, the capillary absorption coefficient of plant-based concrete made from hemp shiv and earth binder decreased from 0.058 kg.m^{-2}.s$^{-1/2}$ to 0.031 kg.m^{-2}.s$^{-1/2}$ when the dry mass content of the plant aggregate increased from 42% to 53% [32].

The water vapor permeability measured with the wet cup method (NF EN ISO 12572) evaluated the hygric performance of the plant-based concrete. Laborel-Préneron *et al*. (2018) [41] and Abbas *et al*. (2020) [16] have shown that the nature of aggregate and binder impacted the water vapor diffusion resistance factor. For example, Abbas et al. (2020) showed that the water vapor diffusion resistance factor of the plant-based concrete (using HB binder: mix of cement and lime) made with sunflower pith (HB-S, $\mu = 4.7 \pm 0.3$) and maize pith (HB-M, $\mu = 5.1 \pm 0.6$) with the same mass proportions of aggregates (5wt.%) were of the same order of magnitude while that made with hemp shiv (HB-H, $\mu = 4.0 \pm 0.3$) was slightly lower even with higher mass proportion (15wt.%). Lagouin *et al*. (2019) concluded that the water vapor permeability of sunflower bark concrete (MS, $\mu = 1.35 \pm 0.16$) and maize bark concrete ($\mu = 1.40 \pm 0.20$) was not significantly influenced by the nature of the aggregate [43]. However, this similarity could come from the fact that both the aggregates used were from the bark with similar properties.

The moister buffer value (MBV) is another parameter to assess the capacity of a material to moderate the variation in RH. As shown in Figure 1.23, Benmahiddine *et al*. (2020) [23] concluded that MBV of flax concrete increased with the increase in the flax shiv content. The MBV values for the formulations F1–1, F1–2, and F1–3 with 11.5wt.%, 14.5wt.%, and 17.5wt.% flax shiv, were 2.18 ± 0.15 g/(m^2.%RH), 2.45 ± 0.10 g/(m^2.%RH), and 2.82 ± 0.21 g/(m^2.%RH), respectively. This was due to the high moisture regulation capacity of flax shives. However, the results varied in the literature depending on the combination of binder and plant aggregate used. Laborel-Préneron *et al*. (2018) and Rahim *et al*. (2016), [41, 55] worked with three different aggregates, and Ratiarisoa *et al*. (2016) worked with two different aggregates [56]). The results showed that the MBV depended both on the water vapor permeability and the sorption capacity of the composites, which were, as shown above, influenced by the nature and the dosage of plant aggregates. Thus, it could be concluded that the nature of the aggregate influences the moisture buffering capacity of the composite.

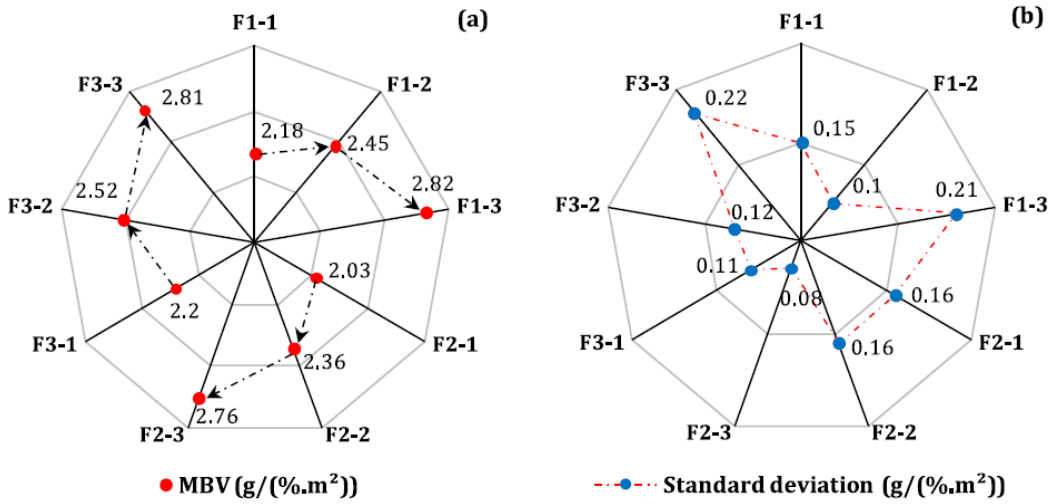

Figure 1.23. (a) Moisture buffer value (MBV) of the flax concrete, (b) its standard deviations (Fi-j: formulation with i (1: mix of medium and large, 2: medium, 3: large) flax shives size and j (1: 11.5%, 2: 14.5%, 3: 17.5%) flax shives mass content) [23].

3.1.5. Effects on the Acoustical Properties of the Plant-based Concrete

Three papers studied the impact of the content of plant aggregates on the acoustical properties of plant-based concrete. This was done by measuring the acoustical absorption coefficient with Kundt or impedance tubes [28, 31, 162]. All of them showed that the sound absorption peak shifted to a higher frequency, depending on the amount of the plant aggregate.

Cérézo (2005) observed two peaks in the case of hemp concrete, as shown in Figure 1.24. This observation was consistent with the others results of hemp concrete reported in the literature [163, 164]. The first peak corresponding to the coating and roof formulations shifted from 300 Hz to 500 Hz with aggregate contents of 8.3% and 25.1%, respectively. The amplitude of the second peak located at 1500 Hz decreased until it almost disappeared at very low aggregate content.

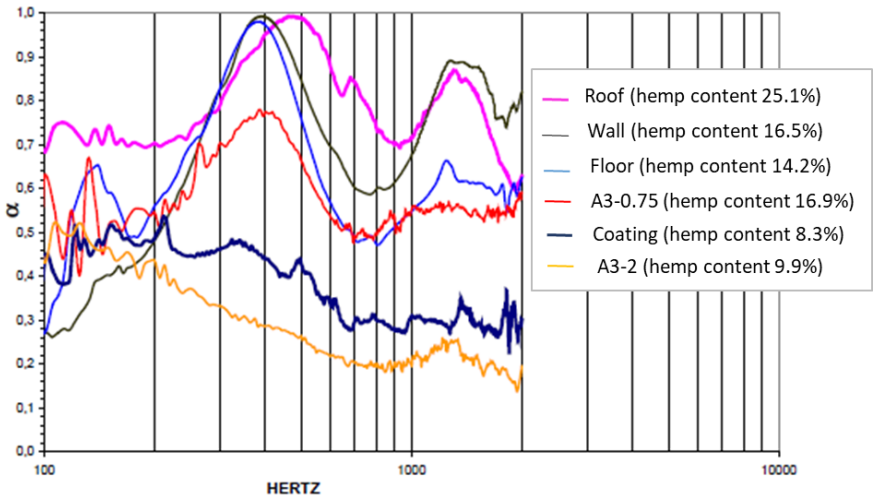

Figure 1.24. Acoustical absorption of different hemp concrete formulations in 10 cm thick samples [28].

Similarly, Chen *et al*. (2017) [31] observed a single peak for miscanthus concrete that shifted from 700 Hz to 1300 Hz. The addition of plant aggregates increased the open porosity inside the composite, which improved its acoustical performance. In addition, it was observed that in the case of the composites made from the composed binder (mixture of hydraulic lime, calcareous charges, hydrophobic, and rheological admixtures) and hemp shiv (C2-H*), and sunflower pith (C2-S), the air resistivity of the composites varied from one aggregate to another [165] and was equal to 11625 $N.s.m^{-4}$ and 36250 $N.s.m^{-4}$ for C2-H* and C2-S, respectively. However, as mentioned previously, the unknown dosages ($kg.m^{-3}$) of binder in the two mixtures made the comparison difficult. Thus, it is more rationale to consider a dosage of the constituents as a formulation parameter to compare different composites; thus, capable of isolating and studying the effect of the nature of the aggregate.

The properties of aggregates, their size, and porosity may bring these acoustical differences between the composites and are discussed in the following part. Nevertheless, various studies showed that the type and amount of the binder and the degree of compaction are the principal parameters influencing sound absorption [76, 163, 164, 166, 167].

3.2. Effects of the Characteristics of the Plant Aggregates on the Properties of the Plant-based Concrete

3.2.1. Effects on the Physical Properties of the Plant-based Concrete

The bulk density, size of the particles, and compressibility of the plant aggregates impacted the density of the composites [15, 17, 20, 23, 25, 30-32, 42, 46, 55, 61, 84]. However, all the results reported in the literature were not consistent since the composites have different types of binder, dosages of binder, and levels of compaction. Figure 1.25 shows the evolution of densities of the plant-based concrete as a function of the bulk density and the medium length of the used particles, and the points of the same study are linked together for those which showed a similar trend.

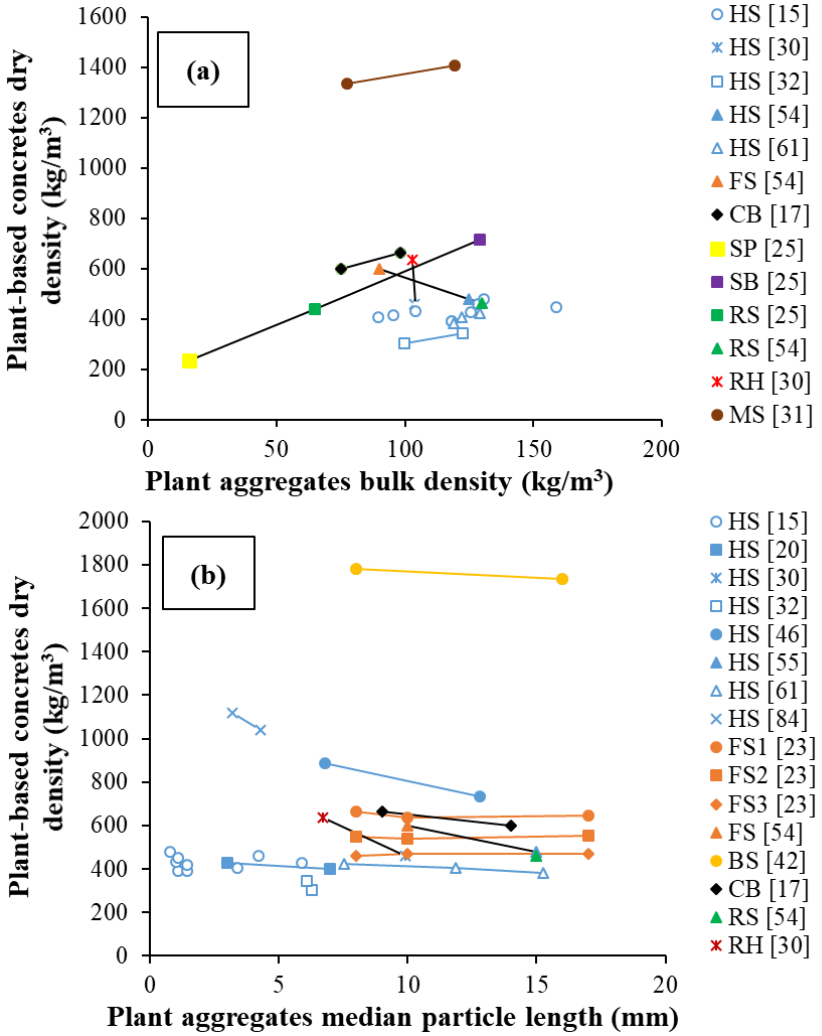

Figure 1.25. Evolution of the density of plant-based concrete as a function of (a) the bulk density, and (b) the median particle length of plant aggregates (HS: hemp shiv; FS: flax shiv, 16% of content; FS1: flax shiv, 11.5% of content; FS2: flax shiv, 14.5% of content; FS3: flax shiv, 17.5% of content; WC: wood chip; BS: barley straw; WS: wheat straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH, rice husk; CB, corn bark; MS: miscanthus stem; and LS: lavender straw) [15, 17, 20, 23, 25, 30–32, 42, 46, 55, 61, 84].

The results shown in Figure 1.25a were contradictory to each other. Some authors found that increasing the bulk density of aggregates increased the density of the composite [25,31,32,61]. At first glance, these results appeared logical as a denser aggregate will contribute to a denser composite. However, other authors observed opposite results [30, 55]. For example, in the case of concrete made with hemp shiv, flax shiv, and rape straw, Rahim et al. (2016) observed a decrease in the density of the composite when the bulk density of the aggregates increased. The respective bulk densities of flax shiv, hemp shiv, and rape straw were 90 kg/m^3, 125 kg/m^3, and 130 kg/m^3, whereas the dry densities of the obtained composites were 598 kg/m^3, 478 kg/m^3, and 462 kg/m^3, respectively. This might be due to the difference in the compaction behavior of the aggregates in the composites. Although, the same mass proportion of aggregate (16wt.%) and binder (36wt.%) was considered for each mixture, the highly compressed flax shiv increased the dosages (kg/m^3) of binders and aggregates in

the composite. Hence, the density of flax shiv concrete was higher compared to those of hemp and rape straw. The variability in the dosages of binder therefore did demonstrate the real influences of the properties of the aggregates. Considering this difference in the compaction behavior of the aggregates, it could also be said that the dosages (kg/m^3) of the constituents are much more relevant formulation parameters compared to the mass proportions (%). Besides, it is well known that during the manufacture of composites, the interparticle porosities are mainly filled and reduced by the binder and rearrangement of the aggregates under compaction, therefore it is necessary to characterize the intrinsic properties of the aggregates including particle porosity and density. Recently, Niyigena *et al*. (2018) compared hemp concrete made from hemp shives of different origins, sizes, and densities [15]. The influence of the aggregate bulk density on that of concrete did not follow any particular trend. Hence, it could be said that the bulk density of aggregate could not be correlated with the density of the composite since it did not reflect the true behavior of the aggregates in the composites. It was alsoobserved that each aggregate reacted differently under compaction in the wet state in the composite, but no test currently allows to quantify the capacity of the aggregates to rearrange and compress. So, this necessitates developing a testing method to quantify and understand the behavior of different plant aggregates and optimize their amounts for the formulation of plant-based concrete.

Most of the studies found that the density of the composites generally decreased [17, 20, 30, 42, 46, 55, 61, 84] or remained constant [23] with the increase in the median length of the aggregates (Figure 1.25b]. This decrease was attributed to the fact that longer aggregates provide more inter-particle porosity. However, given that the inter-particle porosity was partially reduced in the composite after compaction and addition of binder, the decrease in the density of the composite was often very less [20, 61] or even absent [23]. Hence, the median length of the particles could be considered as a parameter influencing the density of the composites, but its impact was less significant than the dosage and the nature of the aggregates.

3.2.2. Effects on the Mechanical Properties of the Plant-based Concrete

Although the mechanical properties of the composite followed a decreasing trend with the increase in the plant aggregate mass content, the results found in the literature were much more divided concerning the correlation between the plant aggregate properties and mechanical performances of the composite. Several studies have already been carried out to determine, directly or indirectly, the effects of bulk density, the size of the particles, and the chemical composition of the plant aggregates on the mechanical properties of plant-based concrete. Unfortunately, due to the variation in the several parameters (formulation, specimen shapes, and mechanical test procedures), it was very difficult to conduct a global comparison of the results found in the literature. Thus, in Figure 1.26 and Figure 1.27, the results of only those articles which studied the impact of bulk density and median particle length of plant aggregates on the compressive strength and Young’s modulus of plant-based concrete, respectively, are presented.

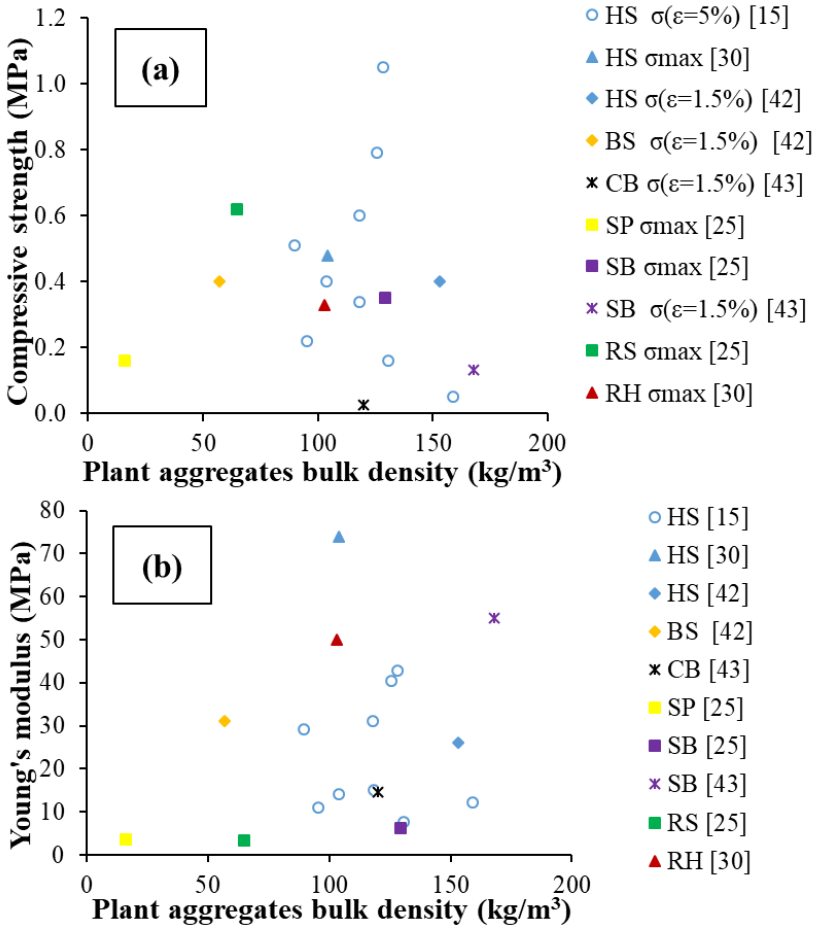

Figure 1.26. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of plant-based concrete as a function of the plant aggregate bulk density (HS: hemp shiv; CB: corn bark; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RS: rape straw; and RH, rice husk) [15, 25, 30, 42, 43].

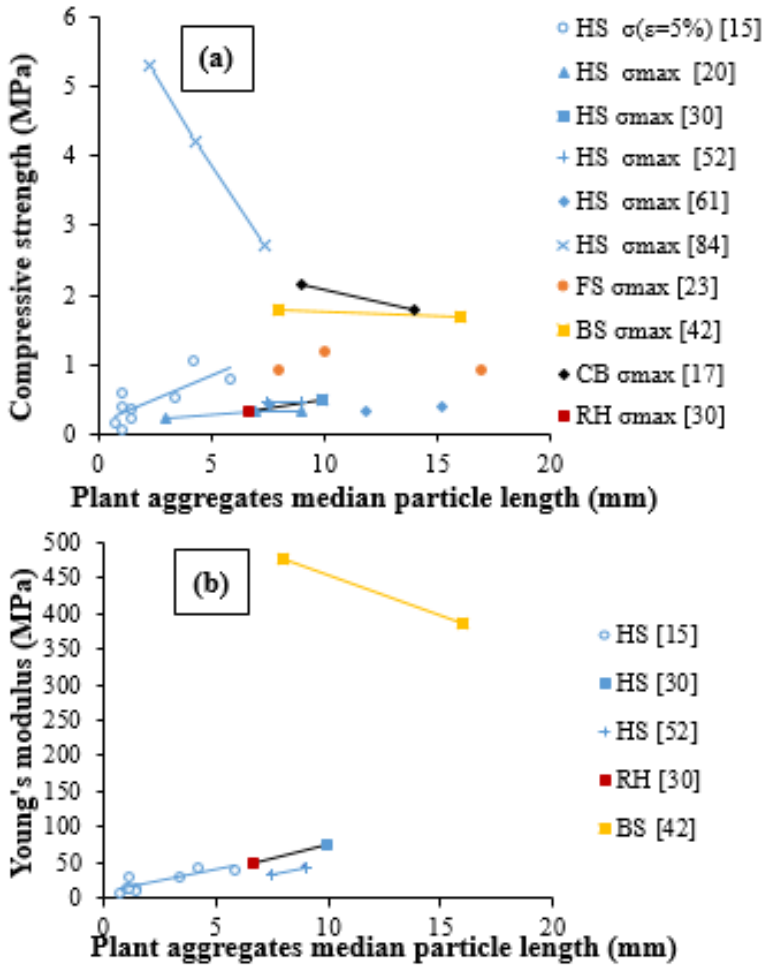

Figure 1.27. Evolution of (a) compressive strength and (b) Young's modulus of plant-based concrete as a function of the plant aggregate median particle length (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; BS: barley straw; CB: corn bark; and RH, rice husk) [15, 17, 20, 23, 30, 42, 52, 61, 84].

Irrespective of the nature of the plant aggregates [15, 25, 30, 42, 43], many studies showed that the bulk density of plant aggregates was not correlated with the compressive strength and Young's modulus of the composite. For instance, Niyigena *et al*. (2018) observed highly scattered results for both compressive strength (σ(ε= 1.5%)) and Young's modulus in the case of several varieties of hemp with different bulk densities (Figure 1.26). Similarly, for aggregates of different nature but the same mass proportions in the composite, Brouard *et al*. (2018) [25] showed that the differences in the bulk density of sunflower pith (16 kg/m^3), rape straw (65 kg/m^3), and sunflower bark (129 kg/m^3) did not show any particular trend in the mechanical properties of the resulting plant-based concrete (0.16 MPa, 0.62 MPa, and 0.35 MPa, respectively for maximum compressive strength (σmax), and 3.7 MPa, 3.3 MPa and 6.2 MPa for Young's modulus). Although the comparison based on the maximum stress was not adequate as it did not represent the useful property of the composite (cf. § 3.1.2), the comparison of Young's modulus clearly showed that the rape straw concrete was least rigid even with a bulk density between the other two plant aggregates. Hence, the bulk density of the aggregate could not be correlated with the mechanical performance of the plant-based concrete. Also, the characterization of the bulk particle arrangement did not predict the

behavior of the vibro-compacted particles in the composite. However, in the future, the characterization of a stack of moistened and compacted particles can be considered for better improvement.

In Figure 1.27a, the influence of the median particle length on the compressive strength did not show any trend due to the varying compressive strengths and several phenomena with opposite effects described in the literature [17, 20, 42, 84]. Increasing the median particle length of aggregates might increase the inter-granular porosity and weaken the mechanical performance of the composite [17, 42, 84], but in the short term (*i.e.*, at 28 days) for plant-based concrete made of aerial lime with large size of particles, it might facilitate the diffusion of CO_2 which is responsible for the setting and hardening of the binder and increases the mechanical performance of the composite [20].

The increase in the median particle length of the aggregates stiffened the composites [15, 30, 52] (Figure 1.27b). It could be due to the decrease in the specific surface area of the larger aggregates, making them more coated with the binders, unlike the smaller aggregates, or entanglement of the long particles within the composite acting as fiber reinforcers. In the case of hemp shiv and rice husk concrete [30], apart from the size of the aggregates, the compression behavior of the granular pile could also be an important parameter. The rice husk with a lot of inter-particle porosities due to its convex shape was easy to compress and could influence the stiffness of the composite. The contradictory behavior encountered in the case of barley straws in ref [42] could be due to the low mass proportion of the aggregates used (2.5wt.%) in the composite.

The literature also mentions interactions between the water-soluble components inside plant aggregates and the mineral components of the binder, impacting the mechanical properties of the plant-based concrete. Magniont and Escadeillas (2017) [150] reviewed the interactions between bio-aggregates and mineral binders and highlighted the disturbing effects on the setting and hardening mechanisms of the mineral binder at an early age and medium and long term based modification of the properties and the durability of the composites. Diquélou *et al*. (2015) [72], via FTIR analysis, observed at an early age (3 days) a halo corresponded to some non-hydrated cement surrounding the hemp particles. Magniont and Escadeillas (2017) [150] listed several families of extractable chemicals identified as retarding agents for mineral binder hydration, *e.g.*:

– Monosaccharides such as glucose, galactose, mannose, rhamnose, arabinose, and xylose;

– Non-cellulosic polysaccharides such as sucrose, arabinogalactan, xylan, starch, hemicelluloses, and pectins;

– Phenolic compounds such as tannins;

– Terpenes;

– Organic acids such as acetic acid or fatty acids.

Mostly, calorimetric measurements are conducted to assess the negative effect of the chemicals present in plant aggregates on the setting and hardening of the cement paste by comparing the heat released from a binder paste made with pure water and leaching solutions of plant particles or water mixed with powder of the plant particles. Figure 1.28 shows the

compressive strengths of model pastes as a function of the water-soluble content of the aggregates after seven days. The results of the same study with the same binder were interrelated.

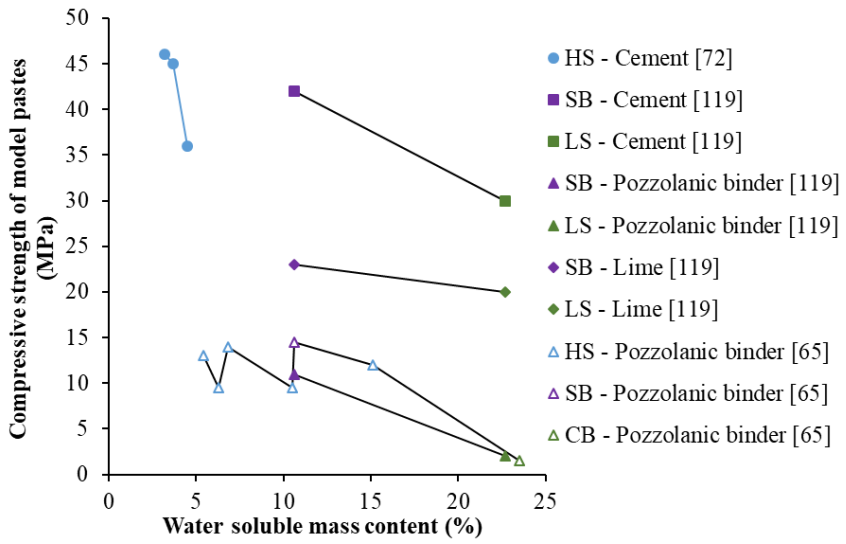

Figure 1.28. Compressive strength of model pastes after seven days as a function of water-soluble mass content (HS: hemp shiv; SB: sunflower bark; LS: lavender straw; and CB: corn bark) [65, 72, 119].

Diquélou *et al*. (2015) correlated the delaying of the setting for three cement pastes made from the leaching solutions of the three different hemp shives with the compressive strength of the model pastes [72]. The compressive strength was found to decrease with the increase in the water-soluble mass content. However, in the worst case, they reported a decrease in compressive strength by 25% after seven days due to the reduced amount of hydrates (C-S-H and portlandite). Sabathier *et al*. (2017) also observed the same trend with model pastes made from the solutions containing sunflower bark or lavender straw extractives and three different binders [119]. In all the cases, the water-soluble content of sunflower bark (10.6%) had little effect on the compressive strength of the binder pastes made with cement or a pozzolanic binder. On the contrary, the effects of the water-soluble content of lavender straw (22.7%) were very significant. The compressive strengths of cement paste and pozzolanic paste were decreased by 25% and 50%, respectively, after seven days. In contrast, the extractives from sunflower bark and lavender had no significant effect on the compressive strength of the lime-based binder pastes. The authors assumed that the water-soluble compounds did not influence the aerial setting due to the carbonation of $Ca(OH)_2$. Bourdot *et al*. (2019) observed the same correlation between the water-soluble mass content of plant aggregates and the compressive strengths of the binder pastes, and the influence of the nature of water-soluble compounds in the case of the extractives taken from five different hemp shives, sunflower bark, and corn bark [65]. Finally, it could be inferred from these results on the model pastes that the mechanical performance of the composites could be correlated with the dosage and the nature of the water-soluble compounds in the aggregates. The various binders used to make plant-based concrete also indicated the necessity to study the effects of components resulting from basic extraction (pH9 and 12).

To conclude, the bulk density of the plant aggregate could not represent the behavior of plant aggregate in the composite. Thus, it is important to find a suitable indicator capable of quantifying the behavior of aggregates under compaction in the wet state during the manufacture of plant-based concrete. The analysis of the results suggested that it is difficult and purposeless to compare the mechanical properties as the characteristic parameters varied from one study to another. Nevertheless, Young's modulus increased as a function of median particle length. Lastly, water-soluble compounds of the plant aggregates, depending on their nature and quantity, reacted with the binders and significantly reduced the compressive strength.

3.2.3. Effects on the Thermal Properties of the Plant-based Concrete

Bulk density, particle size, and thermal conductivity of plant aggregates were correlated with the thermal conductivity of the plant-based concrete in the literature. Figure 1.29 illustrates the variation of the thermal conductivity of plant-based concrete as a function of the bulk density and median particle length of the plant aggregate.

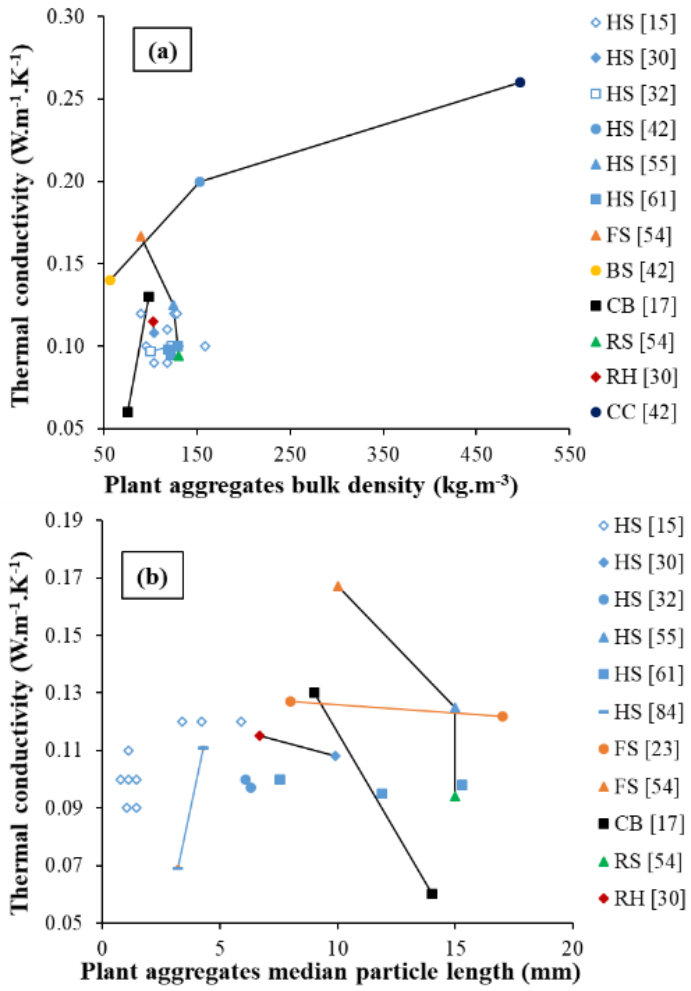

Figure 1.29. Evolution of the thermal conductivity of plant-based concrete as a function of (a) the bulk density and (b) the median particle length of plant aggregates (HS: hemp shiv; FS: flax shiv; CB: corn bark; RS: rape straw; and RH: rice husk) [15, 17, 23, 30, 32, 42, 55, 61, 61, 84].

No trend was observed in the case of the variation of the thermal conductivity of the composite with the bulk density of the aggregate (Figure 1.29a). Besides, the results of one study contradicted the results of another study. A few studies reported an increasing trend [17, 32, 41], while some a decreasing trend [30, 55] or no trend at all [15, 61] in the results obtained. These contradictions were explained by the fact that the bulk density of the aggregates does not represent the behavior of the aggregates in the composite. It is, therefore, necessary to characterize the aggregates by the particle density and porosity, which could be much more relevant in predicting the thermal conductivity of the composite.

In general, the thermal conductivity of hemp concrete decreased with the size of the aggregates as (Figure 1.29b) [17, 23, 32, 55]. The increased size of the aggregates offered more inter-granular porosity, which reduced the conductivity of the composite. The contradictory results of Stevulova *et al*. (2013) [84] and Niyigena *et al*. (2018) [15] were attributed to the different varieties of the hemp shiv aggregates used and the level of compaction experienced by the samples.

As mentioned in paragraph 2.4.2, the thermal properties of plant aggregates were not systematically measured, contrary to the thermal properties of the composites formed. Nevertheless, some studies measured the thermal conductivity of different plant aggregates and composites formed with the same mass proportion of aggregates, as shown in Figure 1.30 [25, 30, 42, 53].

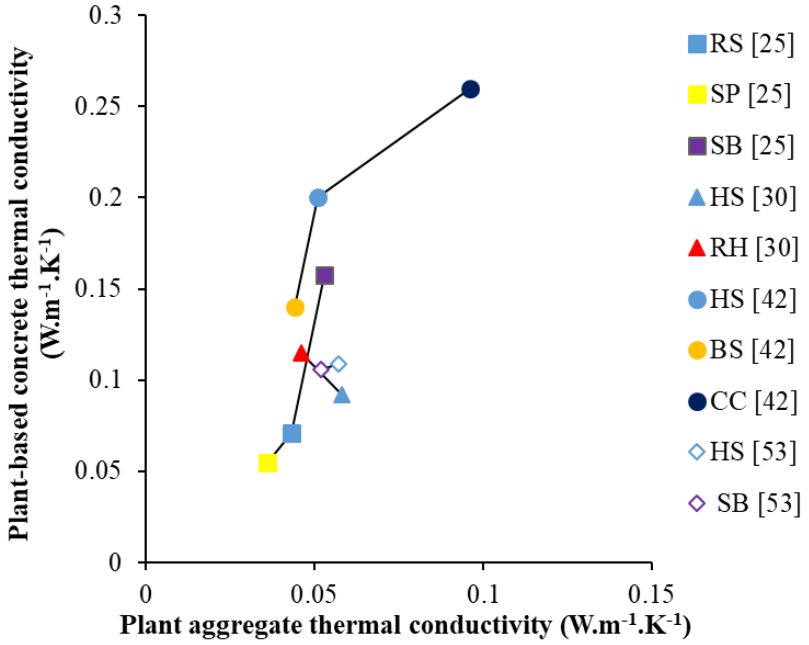

Figure 1.30. The thermal conductivity of plant-based concrete as a function of the thermal conductivity of bulk aggregates (HS: hemp shiv; BS: Barley straw; RS: rape straw; SP: sunflower pith; SB: sunflower bark; RH: rice husk; CC: corn cob) [15, 25, 30, 42, 53].

Generally, the thermal conductivity of the composite increased with that of the aggregate. For example, Brouard et al. (2018) [25] investigated the correlation between these two properties and found that with thermal conductivities of 0.036 $W.m^{-1}.K^{-1}$ for sunflower pith, 0.043 $W.m^{-1}.K^{-1}$ for rape straw, and 0.053 $W.m^{-1}.K^{-1}$ for sunflower bark, the thermal

conductivities of the concrete formed were 0.055 $W.m^{-1}.K^{-1}$, 0.071 $W.m^{-1}.K^{-1}$ and 0.157 $W.m^{-1}.K^{-1}$, respectively. In contrast, Chabannes *et al*. (2014) observed a decrease in the thermal conductivities of the composites as a function of thermal conductivities of the aggregates (rice husk and hemp shiv) [30]. The rice husks compressed more during manufacture, had a higher density (637 kg/m^3) than that of the hemp concrete (459 kg/m^3), even for the same A/B ratio of 1.5. The higher the level of compaction, the more difficult it would be to relate the performance of the bulk particle arrangement to that of the composite.

To summarize, the thermal conductivity of plant-based concrete increased with the particle length, but it was not influenced by the density and thermal conductivity of the bulk aggregates. On the contrary, the bulk density of an aggregate is not its real density inside the plant-based concrete, as it also depends on the compressibility and behavior of the aggregate with respect to water (settling or swelling). However, for future studies, density expressing the true behavior of each aggregate in the concrete could be a good parameter.

3.2.4. Effects on the Hygric Properties of the Plant-Based Concrete

Generally, for the same type of plant aggregate, its size does not affect the sorption and desorption isotherms of the resulting concrete. Benmahiddine *et al*. (2020) [23] made similar observations in the case of flax concrete comprised of flax shives with their average length varying from 8 mm to 17 mm (Figure 1.31).

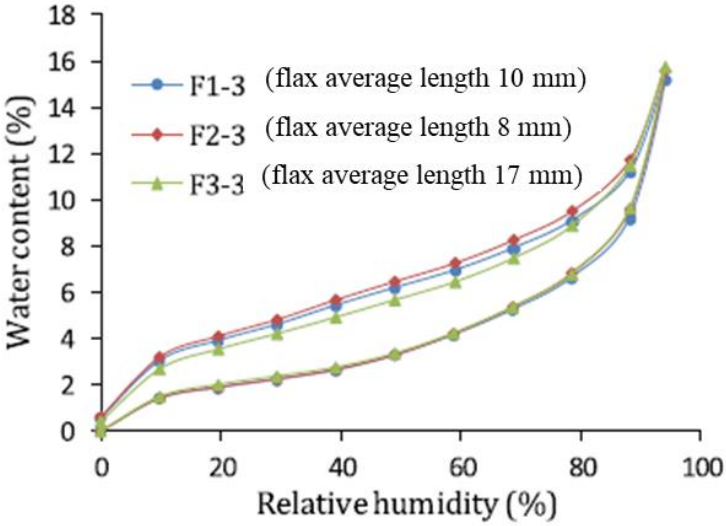

Figure 1.31. Sorption isotherms of flax concrete made from shives of three different sizes [23].

Similar results were obtained by Ahmad and Chen in the case of corn stalk concrete with a slight 1% water content difference in favor of the concrete made from coarse aggregates at 95% RH [17]. As mentioned in paragraph 3.1.3, the difference in sorption and desorption isotherms of plant-based concrete manufactured with different aggregates is not remarkable for low plant aggregate content [26, 41, 81, 157]. However, it increases with the increase in the aggregate dosage and is significantly higher at high RH. Rahim *et al*. (2015) explained the difference between the sorption curves of hemp and flax concrete at high RH based on the size of the pores inside the flax shiv particles, which are smaller compared to those inside the

hemp shiv, leading to more capillary condensation [81]. Ashour *et al*. (2011) also explained that the equilibrium moisture contents of plasters reinforced with barley and wheat straws are higher than that obtained with wood shavings due to the high moisture absorbing capacity of the pores of straws [157].

The capillary absorption of plant-based concrete also increased with the decrease in the particle size of the aggregates due to the increase in the specific surface area of the aggregates [84]. The capillary absorption coefficient varied with the plant-based concrete, depending on the type of plant aggregate used. Rahim *et al*. (2015), reported the capillary absorption coefficients of rape straw and hemp-lime concrete as 0.062 $kg.m^2 s^{-0.5}$ and 0.267 $kg.m^2 s^{-0.5}$, respectively [81]. The authors assumed that the porosity of rape straw lime concrete was more adapted to a capillary diffusion. The hydric properties of plant-based concrete were strongly linked to the particle size and the porosity of the aggregates, especially with high contents [157]. Apparently, the porous structure of plant aggregates such as straws, sunflower pith, and flax shiv increased the sorption capacity of the concrete.

3.2.5. Effects on the Acoustic Properties of Plant-Based Concrete

Cérézo (2005) [28] and Chen *et al*. (2017) [31] emphasized that the plant aggregates with open porosities like hemp shiv and miscanthus stem improved the sound absorption when incorporated into a binding matrix. Thus, it could be assumed that an aggregate with more open porosity should increase the acoustic absorption of concrete. Besides, hemp and miscanthus stem concrete exhibited different acoustical absorption responses (double peaks and single peaks) [28, 31]. This observation estimated that the pore-scale of plant aggregates might be a parameter influencing the acoustical properties of plant-based concrete. However, so far, no conclusion could be made regarding the effect of the aggregate's physical properties on the acoustical properties of the composite.

4. General Conclusion

One hundred twenty articles on 18 different plant aggregates mixed with mineral binders were reviewed in this paper. This comprehensive review summarized the characteristics of the plant aggregates studied so far and the various associated experimental methods. It further explored the correlation of these properties with the useful properties of the obtained composites. However, this correlation was obscure; thus, it is necessary to find characterization methods for relevant indicators to easily correlate the properties of the aggregates with those of the composites.

The following points summarize the results of this analysis:

- The 18 plant aggregates mentioned in the literature were classified based on their origins. The comparison between the total number of the co-products and articles published in France showed an inconsistency. A third bibliography dealt with hemp shiv and represented only 0.02% of the total co-products. Therefore, future research should focus more on the available agro-resources such as wood chips, cereal straws, sunflower stem, or flax shiv.

- The microstructure and porosity of plant aggregates could be well assessed by combining SEM and X-ray tomography. These two imaging methods evidenced that the plant aggregates had highly porous structures, but their porosity, pore-scale, and cell pore characteristics were all different for each type of aggregates and could influence other properties like density and water absorption. In the case of the elongated aggregates, image analysis was often preferred instead of mechanical sieving to determine the particle size distribution and shape of plant aggregates, even though it only allowed 2D representation of the particles.

- The bulk density of plant aggregates was the most well-known property in the literature; however, it could not represent the aggregates in the composite. Hence, for future studies, it is necessary to explore other density-related parameters like the density of particles and the skeleton one. Knowledge of the three densities of plant aggregates assisted in estimating various porosities such as total porosity, inter-particle, intra-particle, and particle porosity, which would be very useful to understand the properties of the composites.

- Several methods were mentioned in the literature to determine the water absorption of plant aggregates. However, they had highly variable results and did not estimate the real water requirements of the aggregates during the manufacture of the composites. Thus, it is necessary to develop methods to determine the true water absorption of each type of aggregate in a composite and optimize the formulation of plant-based concrete.

- Two methods were listed in the literature to perform the sorption-desorption test on plant aggregates: the SSS technique and the DVS method. The second method gave the most precise results but used only a small quantity of material which could raise the problem of representativeness.

- The hot wire and hot plate guarded methods recommended by TC RILEM 236-BBM were the most used methods in the literature to determine the thermal conductivity. The hot wire method was faster and easier to implement, while the second took a long time but gave results with more precision. All the studies claimed that the thermal conductivity of plant aggregates increased as a function of the bulk density. Except for corn cob, the thermal conductivities of all the plant aggregates were less than 0.08 $W.m^{-1}.K^{-1}$, implying that these aggregates could be used as bulk insulating materials because of their very good insulating capacity.

- It is more appropriate to represent the amount of water-soluble compounds in terms of dosage ($kg.m^{-3}$) than mass proportion. These water-solubles were found to be responsible for the set delay of the binders in the composite. Also, it is preferable to use alkaline solutions (pH 9 and 12) instead of the usual neutral water solution (pH 7) used in the literature to determine the water-soluble content in the aggregates since the medium of reactive binders in which the aggregates are incorporated are often alkaline.

- In the literature, the common parameters used to describe a plant-based concrete formulation were either the mass content or the aggregate-to-binder ratio. The dosage of the constituents ($kg.m^{-3}$) was supposedly more relevant to evaluate the effect of aggregates or binders on the composites with more precision. In general, a

simultaneous increase in the dosage of aggregates and a decrease in the dosage of binder could lighten plant-based concrete by increasing its porosity and improve its hygro-thermal and acoustic properties. However, it could adversely affect their mechanical performance. Nevertheless, depending on the nature of the aggregates, the impact levels of the dosages of aggregates on the composites might vary with their properties. Apart from the aggregate dosage and nature, many other parameters such as the implementation methods, the curing conditions, and the age of the tested samples could also influence the properties of the composite, thereby making the study of an isolated parameter more difficult. Therefore, standardized curing and characterization methods are needed to study the impact of the nature and dosage of the aggregates.

- A variable binder dosage (kg/m^3) was found to be an arduous method to assess the impact of the aggregate properties on the composite performances. Hence, it is necessary to find a suitable formulation method to keep a constant binder dosage for any type of aggregates to determine their impact on the composites.
- Despite the limitations associated with the simultaneous variation of many formulation parameters, an analysis was carried out to identify the aggregate parameters directly affecting the composite. The bulk densities, as well as the thermal conductivities of the bulk arrangement of plant aggregates, were not good indicators of the properties of composites. In contrast, the density and the porosity of the particles were intrinsic to the aggregates and could strongly affect all the properties of the composite.
- It was also observed aggregates under compaction in a wet state (as is the case during the manufacture of composites) behaved differently. Therefore, it is necessary to determine an indicator to quantify the influence of this phenomenon on the properties of plant-based concrete. In addition to this indicator, it would also be interesting to study the compression behavior of the compacted granular stacking without a binder, which seemed to influence the compression behavior of the composite.
- It was observed that when the median particle length of the aggregates increased, the density and the thermal conductivity of the composite decreased along with the increase in its Young's modulus. On the other hand, it did not affect the sorption-desorption isotherm of the composite.
- The mechanical parameters of plant-based concrete varied significantly from one study to another, thereby preventing any rigorous comparison between them. So, it would be important to define a unique compressive strength value by setting, for example, the same level of deformation to allow the comparisons.
- Extractives from plant aggregates and their chemical nature significantly influenced the mechanical performances of model pastes, which could also impact the properties of the composites.

This review demonstrated multiple properties of plant aggregates but not all relevant to the properties of the plant-based concrete. Thus, in the future, it would be important to find accurate indicators related to aggregates to assess the potential of local resources for producing green building materials.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge the Occitanie Region, Ovalie Innovation, the Tarbes-Lourdes-Pyrénées conurbation community and the IUT Tarbes for the funding of this project.

Author Contributions

HH. Ratsimbazafy wrote the manuscript with support from A. Laborel-Préneron, C. Magniont and P. Evon.

Competing Interests

The authors have declared that no competing interests exist.

References

1. IPCC — The Intergovernmental Panel on Climate Change [Internet]. Available from: https://www.ipcc.ch/.
2. The new urban agenda [Internet]. Habitat III; 2016 [cited 2016 October 17-20]. Available from: https://habitat3.org/the-new-urban-agenda/.
3. Amziane S, Arnaud L, Challamel N. Bio-aggregate-based building materials. 1st ed. New York: John Wiley & Sons; 2013
4. Mwaikambo L. Review of the history, properties and application of plant fibres. Afr J Sci Technol. 2006; 7: 120-133.
5. Amziane S, Collet F. Bio-aggregates based building materials: State-of-the-art report of the RILEM technical committee 236-BBM. Berlin: Springer; 2017.
6. L'observatoire national des ressources en biomasse: Évaluation des ressources disponibles en France [Internet]. FranceAgriMer; 2016 [cited 2016 December 17]. Available from: https://www.franceagrimer.fr/Actualite/Filieres/Cereales/2016/L-observatoire-de-la-biomasse-evaluation-des-ressources-disponibles-en-France-edition-decembre-2016.
7. Laborel-Préneron A, Magniont C, Aubert JE. Characterization of barley straw, hemp shiv and corn cob as resources for bioaggregate based building materials. Waste Biomass Valorization. 2018; 9: 1095-1112.
8. Sáez-Pérez MP, Brümmer M, Durán-Suárez JA. A review of the factors affecting the properties and performance of hemp aggregate concretes. J Build Eng. 2020; 31: 101323.
9. Jami T, Karade SR, Singh LP. A review of the properties of hemp concrete for green building applications. J Clean Prod. 2019; 239: 117852.
10. FRD. Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France (ADEME) [Internet]. Available from: https://librairie.ademe.fr/energies-renouvelables-reseaux-et-stockage/3557-evaluation-de-la-disponibilite-et-de-l-accessibilite-de-fibres-vegetales-a-usage-materiaux-en-france.html.

11. Asasutjarit C, Hirunlabh J, Khedari J, Charoenvai S, Zeghmati B, Shin UC. Development of coconut coir-based lightweight cement board. Constr Build Mater. 2007; 21: 277-288.

12. Jauberthie R, Rendell F, Tamba S, Cissé IK. Properties of cement—rice husk mixture. Constr Build Mater. 2003; 17: 239-243.

13. Monreal P, Mboumba-Mamboundou LB, Dheilly RM, Quéneudec M. Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites. Cem Concr Compos. 2011; 33: 301-308.

14. Laborel-Préneron A, Aubert JE, Magniont C, Tribout C, Bertron A. Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review. Constr Build Mater. 2016; 111: 719-34.

15. Niyigena C, Amziane S, Chateauneuf A. Multicriteria analysis demonstrating the impact of shiv on the properties of hemp concrete. Constr Build Mater. 2018; 160: 211-222.

16. Abbas MS, McGregor F, Fabbri A, Ferroukhi MY. The use of pith in the formulation of lightweight bio-based composites: Impact on mechanical and hygrothermal properties. Constr Build Mater. 2020; 259: 120573.

17. Ahmad MR, Chen B. Influence of type of binder and size of plant aggregate on the hygrothermal properties of bio-concrete. Constr Build Mater. 2020; 251: 118981.

18. Akkaoui A, Caré S, Vandamme M. Experimental and micromechanical analysis of the elastic properties of wood-aggregate concrete. Constr Build Mater. 2017; 134: 346-357.

19. Alvarez VA, Vázquez A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites. Compos Part A Appl Sci Manuf. 2006; 37: 1672-1680.

20. Arnaud L, Gourlay E. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. Constr Build Mater. 2012; 28: 50-56.

21. Aruan Efendy MG, Pickering KL. Comparison of harakeke with hemp fibre as a potential reinforcement in composites. Compos Part A Appl Sci Manuf. 2014; 67: 259-267.

22. Belhadj B, Bederina M, Makhloufi Z, Dheilly RM, Montrelay N, Quéneudéc M. Contribution to the development of a sand concrete lightened by the addition of barley straws. Constr Build Mater. 2016; 113: 513-522.

23. Benmahiddine F, Cherif R, Bennai F, Belarbi R, Tahakourt A, Abahri K. Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete. Constr Build Mater. 2020; 262: 120077.

24. Bouasker M, Belayachi N, Hoxha D, Al-Mukhtar M. Physical characterization of natural straw fibers as aggregates for construction materials applications. Materials. 2014; 7: 3034-3048.

25. Brouard Y, Belayachi N, Hoxha D, Ranganathan N, Méo S. Mechanical and hygrothermal behavior of clay - Sunflower (Helianthus annuus) and rape straw (Brassica napus) plaster bio-composites for building insulation. Constr Build Mater. 2018; 161: 196-207.

26. Brouard Y, Belayachi N, Hoxha D, Méo S, Abdallah W. Hygrothermal behavior of clay - sunflower (helianthus annuus) and rape straw (brassica napus) plaster bio-composites for building insulation. Adv Eng Forum. 2017; 21: 242-248.

27. Brzyski P, Barnat-Hunek D, Suchorab Z, Łagód G. Composite materials based on hemp and flax for low-energy buildings. Materials. 2017; 10: 510.

28. Cérézo V. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : Approche expérimentale et modélisation théorique. Lyon: Institut National des Sciences Appliquées; 2005.

29. Chabannes M, Nozahic V, Amziane S. Design and multi-physical properties of a new insulating concrete using sunflower stem aggregates and eco-friendly binders. Mater Struct. 2015; 48: 1815-1829.

30. Chabannes M, Bénézet JC, Clerc L, Garcia-Diaz E. Use of raw rice husk as natural aggregate in a lightweight insulating concrete: An innovative application. Constr Build Mater. 2014; 70: 428-438.

31. Chen YX, Yu QL, Brouwers HJ. Acoustic performance and microstructural analysis of bio-based lightweight concrete containing miscanthus. Constr Build Mater. 2017; 157: 839-851.

32. Colinart T, Vinceslas T, Lenormand H, Menibus AH, Hamard E, Lecompte T. Hygrothermal properties of light-earth building materials. J Build Eng. 2020; 29: 101134.

33. Dagilis TD. Bamboo composite materials for low-cost housing. Kingston, Ontario: Queen's University; 1999.

34. Delannoy G, Marceau S, Gle P, Gourlay E, Gueguen Minerbe M, Amziane S, et al. Evolution of hemp concrete properties exposed to different environments. Proceedings of the SynerCrete'18 International Conference on Interdisciplinary Approaches for Cement-based Materials and Structural Concrete; 2018 October 24-26; Funchal, Portugal.

35. Dinh TM, Magniont C, Coutand M, Escadeillas G. Hemp concrete using innovative pozzolanic binder. Acad J Civ Eng. 2015; 33: 265-270.

36. Fourmentin M, Faure P, Pelupessy P, Sarou-Kanian V, Peter U, Lesueur D, et al. NMR and MRI observation of water absorption/uptake in hemp shives used for hemp concrete. Constr Build Mater. 2016; 124: 405-413.

37. Ghavami K, Toledo Filho RD, Barbosa NP. Behaviour of composite soil reinforced with natural fibres. Cem Concr Compos. 1999; 21: 39-48.

38. Giroudon M, Laborel-Préneron A, Aubert JE, Magniont C. Comparison of barley and lavender straws as bioaggregates in earth bricks. Constr Build Mater. 2019; 202: 254-265.

39. Güllü H, Khudir A. Effect of freeze-thaw cycles on unconfined compressive strength of fine-grained soil treated with jute fiber, steel fiber and lime. Cold Reg Sci Technol. 2014; 106-107: 55-65.

40. Khazma M, El Hajj N, Goullieux A, Dheilly RM, Queneudec M. Influence of sucrose addition on the performance of a lignocellulosic composite with a cementious matrix. Compos Part A Appl Sci Manuf. 2008; 39: 1901-1908.

41. Laborel-Préneron A, Magniont C, Aubert JE. Hygrothermal properties of unfired earth bricks: Effect of barley straw, hemp shiv and corn cob addition. Energy Build. 2018; 178: 265-278.

42. Laborel-Préneron A, Aubert JE, Magniont C, Maillard P, Poirier C. Effect of plant aggregates on mechanical properties of earth bricks. J Mater Civ Eng. 2017; 29: 04017244.

43. Lagouin M, Magniont C, Sénéchal P, Moonen P, Aubert JE, Laborel-préneron A. Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes. Constr Build Mater. 2019; 222: 852-871.

44. Hoong JD, Escadeillas G. R-060 Amélioration du comportement mécanique des bétons biosourcés. Proceedings of the Internationale Francophone NoMaD; 2018 November 8-9; Liège, Belgium.

45. Magniont C, Escadeillas G, Coutand M, Oms-Multon C. Use of plant aggregates in building ecomaterials. Eur J Environ Civ Eng. 2012; 16: s17-s33.

46. Mazhoud B, Collet F, Pretot S, Chamoin J. Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters. Build Environ. 2016; 96: 206-216.

47. Millogo Y, Aubert JE, Hamard E, Morel JC. How properties of kenaf fibers from burkina faso contribute to the reinforcement of earth blocks. Materials. 2015; 8: 2332-2345.

48. Millogo Y, Morel JC, Aubert JE, Ghavami K. Experimental analysis of pressed adobe blocks reinforced with hibiscus cannabinus fibers. Constr Build Mater. 2014; 52: 71-78.

49. Nguyen TT, Picandet V, Carre P, Lecompte T, Amziane S, Baley C. Effect of compaction on mechanical and thermal properties of hemp concrete. Eur J Environ Civ Eng. 2010; 14: 545-560.

50. Nguyen TT, Picandet V, Amziane S, Baley C. Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. Eur J Environ Civ Eng. 2009; 13: 1039-1050.

51. Niyigena C, Amziane S, Chateauneuf A. Assessing the impact of calculation methods on the variability of young's modulus for hemp concrete material. Constr Build Mater. 2019; 198: 332-344.

52. Niyigena C, Amziane S, Chateauneuf A, Arnaud L, Bessette L, Collet F, et al. Variability of the mechanical properties of hemp concrete. Mater Today Commun. 2016; 7: 122-133.

53. Nozahic V, Amziane S, Torrent G, Saïdi K, De Baynast H. Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice-lime binder. Cem Concr Compos. 2012; 34: 231-241.

54. Rahim M, Douzane O, Tran Le AD, Promis G, Langlet T. Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete. Constr Build Mater. 2016; 102: 679-687.

55. Rahim M, Douzane O, Tran Le AD, Langlet T. Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials. Constr Build Mater. 2016; 111: 119-127.

56. Ratiarisoa RV, Magniont C, Ginestet S, Oms C, Escadeillas G. Assessment of distilled lavender stalks as bioaggregate for building materials: Hygrothermal properties, mechanical performance and chemical interactions with mineral pozzolanic binder. Constr Build Mater. 2016; 124: 801-815.

57. Segetin M, Jayaraman K, Xu X. Harakeke reinforcement of soil-cement building materials: Manufacturability and properties. Build Environ. 2007; 42: 3066-3079.

58. Sellami A, Merzoud M, Amziane S. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. Constr Build Mater. 2013; 47: 1117-1124.

59. Sheridan J, Sonebi M, Taylor S, Amziane S. Effect of linseed oil and metakaolin on the mechanical, thermal and transport properties of hemp-lime concrete. Acad J Civ Eng. 2017; 35: 124-132.

60. Viel M, Collet F, Lanos C. Chemical and multi-physical characterization of agro-resources' by-product as a possible raw building material. Ind Crops Prod. 2018; 120: 214-237.

61. Williams J, Lawrence M, Walker P. The influence of constituents on the properties of the bio-aggregate composite hemp-lime. Constr Build Mater. 2018; 159: 9-17.

62. Williams J, Lawrence M, Walker P. A method for the assessment of the internal structure of bio-aggregate concretes. Constr Build Mater. 2016; 116: 45-51.

63. Arizzi A, Cultrone G, Brümmer M, Viles H. A chemical, morphological and mineralogical study on the interaction between hemp hurds and aerial and natural hydraulic lime particles: Implications for mortar manufacturing. Constr Build Mater. 2015; 75: 375-384.

64. Bennai F, Hachem CE, Abahri K, Belarbi R. Microscopic hydric characterization of hemp concrete by X-ray microtomography and digital volume correlation. Constr Build Mater. 2018; 188: 983-994.

65. Bourdot A, Magniont C, Lagouin M, Niyigena C, Evon P, Amziane S. Impact of bio-aggregates properties on the chemical interactions with mineral binder, application to vegetal concrete. J Adv Concr Technol. 2019; 17: 542-558.

66. Bütschi PY, Deschenaux C, Miao B, Srivastava NK. Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction. Proceedings of the Annual Conference of the Canadian Society for Civil Engineering; 2003 June 4-7; Moncton, Nouveau-Brunswick, Canada.

67. de Bruijn P, Johansson P. Moisture fixation and thermal properties of lime-hemp concrete. Constr Build Mater. 2013; 47: 1235-1242.

68. del Valle-Zermeño R, Aubert JE, Laborel-Préneron A, Formosa J, Chimenos JM. Preliminary study of the mechanical and hygrothermal properties of hemp-magnesium phosphate cements. Constr Build Mater. 2016; 105: 62-68.

69. Delannoy G, Marceau S, Glé P, Gourlay E, Guéguen-Minerbe M, Diafi D, et al. Aging of hemp shiv used for concrete. Mater Des. 2018; 160: 752-762.

70. Dinh TM. Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant. Toulouse, France: Université Toulouse-III-Paul-Sabatier; 2014.

71. Diquélou Y, Gourlay E, Arnaud L, Kurek B. Influence of binder characteristics on the setting and hardening of hemp lightweight concrete. Constr Build Mater. 2016; 112: 506-517.

72. Diquélou Y, Gourlay E, Arnaud L, Kurek B. 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. Cem Concr Compos. 2015; 55: 112-121.

73. Dubois V, Wirquin E, Flament C, Sloma P. Fresh and hardened state properties of hemp concrete made up of a large proportion of quarry fines for the production of blocks. Constr Build Mater. 2016; 102: 84-93.

74. Evrard A. Transient hygrothermal behaviour of lime-hemp materials. Louvain-la-Neuve, Belgique: Catholic University of Louvain; 2008.

75. Evrard A. Sorption behaviour of Lime-Hemp Concrete and its relation to indoor comfort and energy demand. Proceedings of the 23rd Conference on Passive and Low Energy Architecture; 2006 September 6-8; Geneva, Switzerland.

76. Gourlay E, Glé P, Marceau S, Foy C, Moscardelli S. Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes. Constr Build Mater. 2017; 139: 513-523.

77. Hirst EA, Walker P, Paine KA, Yates T. Characterisation of low density hemp-lime composite building materials under compression loading. Proceedings of the Second International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies; 2010 June 28-30; Ancona, Italy.

78. Hussain A, Calabria-Holley J, Lawrence M, Jiang Y. Resilient hemp shiv aggregates with engineered hygroscopic properties for the building industry. Constr Build Mater. 2019; 212: 247-253.

79. Hussain A, Calabria-Holley J, Jiang Y, Lawrence M. Modification of hemp shiv properties using water-repellent sol-gel coatings. J Solgel Sci Technol. 2018; 86: 187-197.

80. Kidalova L, Stevulova N, Terpakova E, Sicakova A. Utilization of alternative materials in lightweight composites. J Clean Prod. 2012; 34: 116-119.

81. Rahim M, Douzane O, Tran Le AD, Promis G, Laidoudi B, Crigny A, et al. Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. Energy Build. 2015; 88: 91-99.

82. Sheridan J, Sonebi M, Taylor S, Amziane S. Effect of viscosity modifying agent on the mechanical and transport properties of hemp and rapeseed straw concrete. Acad J Civ Eng. 2017; 35: 73-80.

83. Stevulova N, Cigasova J, Estokova A, Terpakova E, Geffert A, Kacik F, et al. Properties characterization of chemically modified hemp hurds. Materials. 2014; 7: 8131-8150.

84. Stevulova N, Kidalova L, Cigasova J, Junak J, Sicakova A, Terpakova E. Lightweight composites containing hemp hurds. Procedia Eng. 2013; 65: 69-74.

85. Strandberg-de Bruijn P, Johansson P. Moisture transport properties of lime-hemp concrete determined over the complete moisture range. Biosyst Eng. 2014; 122: 31-41.

86. Tronet P, Lecompte T, Picandet V, Baley C. Study of lime hemp concrete (LHC) — Mix design, casting process and mechanical behaviour. Cem Concr Compos. 2016; 67: 60-72.

87. Tronet P, Lecompte T, Picandet V, Baley C. Study of lime hemp composite precasting by compaction of fresh mix — An instrumented die to measure friction and stress state. Powder Technol. 2014; 258: 285-296.

88. Viel M, Collet F, Prétot S, Lanos C. Hemp-straw composites: Gluing study and multi-physical characterizations. Materials. 2019; 12: 1199.

89. Youssef A, Lecompte T, Picandet V, Challamel N. Compressive and shearing behavior of lime and hemp concrete. Acad J Civ Eng. 2015; 33: 405-411.

90. Aamr-Daya E, Langlet T, Benazzouk A, Quéneudec M. Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties. Cem Concr Compos. 2008; 30: 957-963.

91. Garikapati KP, Sadeghian P. Mechanical behavior of flax-lime concrete blocks made of waste flax shives and lime binder reinforced with jute fabric. J Build Eng. 2020; 29: 101187.

92. Garikapati KP, Sadeghian P. Physical and mechanical properties of flax lime concrete. Proceedings of the Leadership in Sustainable Infrastructure; 2018 June 13-16; Fredericton, Canada.

93. Khazma M, Goullieux A, Dheilly RM, Rougier A, Quéneudec M. Optimization of flax shive-cementitious composites: Impact of different aggregate treatments using linseed oil. Ind Crops Prod. 2014; 61: 442-452.

94. Khazma M, Goullieux A, Dheilly RM, Laidoudi B, Queneudec M. Impact of aggregate coating with a PEC elastomer on properties of lightweight flax shive concrete. Ind Crops Prod. 2011; 33: 49-56.

95. Lertwattanaruk P, Suntijitto A. Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications. Constr Build Mater. 2015; 94: 664-669.

96. Brasileiro GA, Vieira JA, Barreto LS. Use of coir pith particles in composites with Portland cement. J Environ Manage. 2013; 131: 228-238.

97. Al Rim K, Ledhem A, Douzane O, Dheilly RM, Queneudec M. Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. Cem Concr Compos. 1999; 21: 269-276.

98. Al Rim K, Ledhem A, de Roodenbeke MQ. Study of parameters in making clayey concretes lightened with wood aggregates. Mat Struct. 1996; 29: 514-518.

99. Ashour T, Wieland H, Georg H, Bockisch FJ, Wu W. The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings. Mater Des. 2010; 31: 4676-4685.

100. Bederina M, Gotteicha M, Belhadj B, Dheily RM, Khenfer MM, Queneudec M. Drying shrinkage studies of wood sand concrete - effect of different wood treatments. Constr Build Mater. 2012; 36: 1066-1075.

101. Bederina M, Marmoret L, Mezreb K, Khenfer MM, Bali A, Quéneudec M. Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: Experimental study and modelling. Constr Build Mater. 2007; 21: 662-668.

102. Bouguerra A, Ledhem A, de Barquin F, Dheilly RM, Quéneudec M. Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement, and wood aggregates. Cem Concr Res. 1998; 28: 1179-1190.

103. Coatanlem P, Jauberthie R, Rendell F. Lightweight wood chipping concrete durability. Constr Build Mater. 2006; 20: 776-781.

104. Govin A, Peschard A, Guyonnet R. Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood. Cem Concr Compos. 2006; 28: 12-20.

105. Karade SR, Irle M, Maher K. Influence of granule properties and concentration on cork-cement compatibility. Eur J Wood Wood Prod. 2006; 64:281-286.

106. Ledhem A, Dheilly RM, Benmalek ML, Quéneudec M. Properties of wood-based composites formulated with aggregate industry waste. Constr Build Mater. 2000; 14: 341-350.

107. Lee AW, Hong ZL, Phillips DR, Hse CY. Effect of cement/wood ratios and wood wood storage conditions on hydration temperature, hydration time and compressive strength of wood-cement mixtures. Wood Fiber Sci. 1987; 19: 262-268.

108. Mougel E, Beraldo AL, Zoulalian A. Controlled dimensional variations of a wood-cement composite. Holzforschung. 1995; 49: 471-477.

109. Oyagade AO. Compatibility of some tropical hardwood species with Portland cement. J Trop For Sci. 1994; 6: 387-396.

110. Semple KE, Cunningham RB, Evans PD. The suitability of five Western Australian mallee eucalypt species for wood-cement composites. Ind Crops Prod. 2002; 16: 89-100.

111. Shiroma L, Camarini G, Beraldo AL, Shiroma L, Camarini G, Beraldo AL. Effect of wood particle treatment on the properties of gypsum plaster pastes and composites. Matéria (Rio J). 2016; 21: 1032-1044.

112. Turgut P. Cement composites with limestone dust and different grades of wood sawdust. Build Environ. 2007; 42: 3801-3807.

113. Bederina M, Belhadj B, Ammari MS, Gouilleux A, Makhloufi Z, Montrelay N, et al. Improvement of the properties of a sand concrete containing barley straws – Treatment of the barley straws. Constr Build Mater. 2016; 115: 464-477.

114. Bui R, Labat M, Aubert JE. Comparison of the saturated salt solution and the dynamic vapor sorption techniques based on the measured sorption isotherm of barley straw. Constr Build Mater. 2017; 141: 140-151.

115. Allam M, Garas G. Recycled chopped rice straw-cement bricks: An analytical and economical study. In: Waste Management and the Environment V. Ashurst, New Forest: WIT Press; 2010.

116. Jin SY, Chen HZ. Near-infrared analysis of the chemical composition of rice straw. Ind Crops Prod. 2007; 26: 207-211.

117. Morsy MI. Properties of rice straw cementitious composite. Darmstadt, Hessen: Technische Universität Darmstadt; 2011.

118. Nozahic V, Amziane S. Influence of sunflower aggregates surface treatments on physical properties and adhesion with a mineral binder. Compos Part A Appl Sci Manuf. 2012; 43: 1837-1849.

119. Sabathier V, Louvel S, Correa G, Magniont C, Evon P, Labonne L. Incidence of the water-soluble compounds contained into lavender and sunflower bioaggregates on the hardening process of mineral binders. Acad J Civ Eng. 2017; 35: 62-68.

120. Asdrubali F, D'Alessandro F, Schiavoni S. A review of unconventional sustainable building insulation materials. Sustain Mater Technol. 2015; 4: 1-17.

121. Panyakaew S, Fotios S. 321: Agricultural waste materials as thermal Insulation for dwellings in Thailand: Preliminary results. Proceedings of the 25th Conference on Passive and Low Energy Architectu; 2008 October 22-24; Dublin, Ireland.

122. Salas J, Alvarez M, Veras J. Lightweight insulating concretes with rice husk. Int J Cem Compos Lightweight Concret. 1986; 8: 171-180.

123. Son NK, Toan NP, Dung TT, Huynh NN. Investigation of agro-concrete using by-products of rice husk in mekong delta of Vietnam. Procedia Eng. 2017; 171: 725-733.

124. Fertikh S, Merzoud M, Benazzouk A, Habita MF. Comportement mécanique et hydrique des composites à matrice cimentaire et argileuse à base de diss «Ampelodesma mauritanica ». 2011. Available from: http://dspace.univ-tlemcen.dz/handle/112/629.

125. Merzoud M, Habita MF. Elaboration de composite cimentaire à base de diss « Ampelodesma Mauritanica ». Afr Sci. 2008; 4:231-245.

126. Merzoud M, Habita MF. Elaboration and characterization of cementitious composites with Diss fibers as masonry units. Asian J Civ Eng. 2008; 9: 367-377.

127. Corrêa AA, Mendes LM, Barbosa NP, de Paula Protásio T, de A Campos N, Tonoli GH. Incorporation of bamboo particles and "synthetic termite saliva" in adobes. Constr Build Mater. 2015; 98: 250-256.

128. Omoniyi T, Akinyemi B. Development of bamboo - rice husk ash and cement mixture for livestock house roofing sheets. Am J Sci Ind Res. 2013; 4: 201-209.

129. Sudin R, Swamy N. Bamboo and wood fibre cement composites for sustainable infrastructure regeneration. J Mater Sci. 2006; 41: 6917-6924.

130. Bilba K, Arsene MA, Ouensanga A. Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. Cem Concr Compos. 2003; 25: 91-96.

131. Bilba K, Ouensanga A. Fourier transform infrared spectroscopic study of thermal degradation of sugar cane bagasse. J Anal Appl Pyrolysis. 1996; 38: 61-73.

132. Loh YR, Sujan D, Rahman ME, Das CA. Sugarcane bagasse—The future composite material: A literature review. Resour Conserv Recycl. 2013; 75: 14-22.

133. Onésippe C, Passe-Coutrin N, Toro F, Delvasto S, Bilba K, Arsène MA. Sugar cane bagasse fibres reinforced cement composites: Thermal considerations. Compos Part A Appl Sci Manuf. 2010; 41: 549-556.

134. Costantine G, Harb E, Bliard C, Maalouf C, Kinab E, Abbès B, et al. Experimental characterization of starch/beet-pulp bricks for building applications: Drying kinetics and mechanical behavior. Constr Build Mater. 2020; 264: 120270.

135. Le Ngoc Huyen T, Queneudec T'Kint M, Remond C, Chabbert B, Dheilly RM. Saccharification of Miscanthus x giganteus, incorporation of lignocellulosic by-product in cementitious matrix. Comptes Rendus Biologies. 2011; 334: 837.

136. Le Ngoc Huyen T, Rémond C, Dheilly RM, Chabbert B. Effect of harvesting date on the composition and saccharification of Miscanthus x giganteus. Bioresour Technol. 2010; 101: 8224-8231.

137. Food and Agriculture Organization of the United Nations statistical pocketbook 2015: world food and agriculture [Internet]. Rome: FAO; 2015. Available from: http://www.fao.org/3/i4691e/i4691e.pdf.

138. Ouagne P, Barthod-Malat B, Evon Ph, Labonne L, Placet V. Fibre extraction from oleaginous flax for technical textile applications: Influence of pre-processing parameters on fibre extraction yield, size distribution and mechanical properties. Procedia Eng. 2017; 200: 213-220.

139. ASTM D1109-84 - Standard test method for 1 % sodium hydroxide solubility of wood [Internet]. ASTM International; 2007. Available from: http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D1109-84R07.

140. Pinto J, Vieira B, Pereira H, Jacinto C, Vilela P, Paiva A, et al. Corn cob lightweight concrete for non-structural applications. Constr Build Mater. 2012; 34: 346-351.

141. Pinto J, Cruz D, Paiva A, Pereira S, Tavares P, Fernandes L, et al. Characterization of corn cob as a possible raw building material. Constr Build Mater. 2012; 34: 28-33.

142. Palumbo M, Avellaneda J, Lacasta AM. Availability of crop by-products in Spain: New raw materials for natural thermal insulation. Resour Conserv Recycl. 2015; 99: 1-6.

143. Toulon A, Bouhaddi F. Statistique agricole annuelle 2018-2019 - Données provisoires [Internet]. France: Agreste; 2020 [cited 2020 April 05]. Available from: https://agreste.agriculture.gouv.fr/agreste-web/disaron/Chd2002/detail/.

144. Amziane S, Collet F, Lawrence M, Magniont C, Picandet V, Sonebi M. 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. Mater Struct. 2017; 50: 167.

145. ISO 3310-1: Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques [Internet]. ISO; 2000. Available from: https://www.iso.org/fr/standard/25147.html.

146. ASTM E11-95 - Standard specification for wire cloth and sieves for testing purposes [Internet]. ASTM International; 1995. Available from: http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E11-95.

147. Karaky H, Maalouf C, Bliard C, Polidori G. Elaboration and physical characterization of an agro-material based on sugar beet pulp and potato starch. Acad J Civ Eng. 2017; 35: 606-612.

148. NF EN 1270: Équipements de jeux - Équipements de basket-ball - Exigences fonctionnelles et de sécurité, méthodes d'essai. Boutique AFNOR; 2006. Available from: https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-1270/equipements-de-jeux-equipements-de-basket-ball-exigences-fonctionnelles-et-de-securite-methodes-d-essai/article/738537/fa125208.

149. Collet F, Bart M, Serres L, Miriel J. Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials. Constr Build Mater. 2008; 22: 1271-1280.

150. Magniont C, Escadeillas G. Chapter 1 chemical composition of bio-aggregates and their interactions with mineral binders. In: Bio-aggregates based building materials: State-of-the-art report of the RILEM technical committee 236-BBM. Berlin: Springer; 2017.

151. Vassilev SV, Baxter D, Andersen LK, Vassileva CG. An overview of the chemical composition of biomass. Fuel. 2010; 89: 913-933.

152. Mohanty AK, Misra M, Drzal LT. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. 1st ed. Boca Raton, Florida: CRC Press; 2005.

153. Klason P. Contribution to a more exact knowledge of the chemical composition of spruce wood. part I. Pap. Trade J. 1922; 74: 45-51.

154. Saeman JF, Moore WE, Mitchell RL, Millet MA. Techniques for the determination of pulp constituents by quantitative paper chromatography. J AOAC. 1954; 37: 336-343.

155. Van Soest PJ, Wine RH. Determination of lignin and cellulose in acid-detergent fiber with permanganate. J AOAC. 1968; 51: 780-785.

156. Sluiter JB, Ruiz RO, Scarlata CJ, Sluiter AD, Templeton DW. Compositional analysis of lignocellulosic feedstocks. 1. Review and description of methods. J Agric Food Chem. 2010; 58: 9043-9053.

157. Ashour T, Georg H, Wu W. An experimental investigation on equilibrium moisture content of earth plaster with natural reinforcement fibres for straw bale buildings. Appl Therm Eng. 2011; 31: 293-303.

158. Ollivier JP, Association française de recherches et d'essais sur les matériaux et les constructions. Durabilité des bétons, méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité: compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM Laboratoire matériaux et durabilité des constructions, Institut National des Sciences Appliquées, Université Paul Sabatier,11 et 12 décembre 1997, Toulouse. France: Toulouse: Laboratoire matériaux et durabilité des constructions; 1997.

159. ASTM C67-03 - Standard test methods for sampling and testing brick and structural clay tile [Internet]. ASTM International; 2003. Available from: http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?C67-03.

160. NF EN ISO 15148: Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination du coefficient d'absorption d'eau par immersion partielle. Boutique AFNOR; 2003. Available from: https://m.boutique.afnor.org/norme/nf-en-iso-15148/performance-hygrothermique-des-materiaux-et-produits-pour-le-batiment-determination-du-coefficient-d-absorption-d-eau-par-immers/article/745949/fa024084.

161. Algin HM, Turgut P. Cotton and limestone powder wastes as brick material. Constr Build Mater. 2008; 22: 1074-1080.

162. Chen YX, Wu F, Yu QL, Brouwers HJ. Bio-based ultra-lightweight concrete applying miscanthus fibers: Acoustic absorption and thermal insulation. Cem Concr Compos. 2020; 114: 103829.

163. Glé P, Gourdon E, Arnaud L. Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several scales of porosity. Appl Acoust. 2011; 72: 249-259.

164. Kinnane O, Reilly A, Grimes J, Pavia S, Walker R. Acoustic absorption of hemp-lime construction. Constr Build Mater. 2016; 122: 674-682.

165. Abbas MS, Gourdon E, Glé P, McGregor F, Ferroukhi MY, Fabbri A. Relationship between hygrothermal and acoustical behavior of hemp and sunflower composites. Build Environ. 2021; 188: 107462.

166. Degrave-Lemeurs M, Glé P, de Menibus AH. Acoustical properties of hemp concretes for buildings thermal insulation: Application to clay and lime binders. Constr Build Mater. 2018; 160: 462-474.

167. Ntimugura F, Vinai R, Harper A, Walker P. Mechanical, thermal, hygroscopic and acoustic properties of bio-aggregates - lime and alkali - activated insulating composite materials: A review of current status and prospects for miscanthus as an innovative resource in the South West of England. Sustain Mater Technol. 2020; 26: e00211.

Conclusion et démarche du travail de thèse

Ce chapitre bibliographique nous a permis de voir que plusieurs agroressources aux propriétés variables ont déjà été étudiées dans la littérature pour une utilisation dans des bétons végétaux. Plus particulièrement, en France, nous avons souligné l'inadéquation entre leur disponibilité et le nombre d'articles scientifiques qui y sont consacrés. En effet, les chènevottes de chanvre sont parmi les moins disponibles mais ce sont de loin les agroressources qui ont fait l'objet du plus grand nombre de publications, s'expliquant par le dynamisme de la filière de construction en chanvre mais également par leurs bonnes performances. Néanmoins, en Occitanie et, plus largement, dans tout le Sud-Ouest de la France, le chanvre est quasiment absent, ce qui nécessite l'identification et la valorisation d'autres co-produits agricoles, disponibles localement, pour une utilisation comme granulats végétaux alternatifs aux chènevottes de chanvre.

En plus de cette problématique liée à la disponibilité des agroressources, nous avons également mis en évidence la variabilité des propriétés des granulats en raison de la diversité de leurs natures et des multiples méthodes de caractérisation rencontrées dans la littérature. À ceci s'ajoute le fait qu'il existe des caractérisations systématiquement effectuées sur les granulats et d'autres bien moins explorées. Par exemple, la masse volumique en vrac (apparente) est bien connue pour la plupart des granulats, contrairement à la masse volumique des particules (réelle) et du solide (absolue) qui sont des propriétés intrinsèques à la matière et donc plus intéressantes pour évaluer le potentiel des granulats. La connaissance de toutes ces masses volumiques permet également de déduire les diverses porosités qui sont caractéristiques de ce type de matières. La masse volumique en vrac n'est par ailleurs pas représentative du comportement des granulats dans le composite, ce qui nécessitera le développement d'une nouvelle méthode permettant d'évaluer le comportement de chaque granulat sous compaction à l'état humide. À propos des compositions chimiques des granulats, il a été mis en évidence que ces paramètres sont plus ou moins connus malgré d'importantes dispersions dans les résultats. En particulier, en ce qui concerne la teneur en hydrosolubles, celle-ci a été identifiée par plusieurs auteurs comme pouvant être responsable de réactions chimiques néfastes avec les liants réactifs. Néanmoins, compte-tenu des milieux basiques de la plupart des liants utilisés pour la fabrication des bétons végétaux, le pH d'extraction neutre de l'eau distillée utilisé habituellement dans la littérature parait peu pertinent pour la détermination de la teneur en hydrosolubles, d'où la nécessité d'explorer des résultats à partir d'une extraction menée à un pH basique. La revue bibliographique a également montré que les propriétés hygrothermiques et mécaniques sont le plus souvent mesurées directement sur les composites. Les données sur les granulats sont rares. Pour autant, elles pourraient être intéressantes afin de prédire les propriétés des composites, et ce avant même leur fabrication, afin d'évaluer le potentiel de ces granulats dans des composites. Au regard de ces problématiques, il est indispensable de mettre en place des méthodes de caractérisation multi-physiques et chimiques adéquates afin d'apprécier les possibilités d'utilisation de nouveaux granulats végétaux dans la construction.

La diversité des formulations rencontrées dans la littérature rend également difficile l'étude des impacts des paramètres liés aux granulats sur les propriétés des composites. En guise d'exemple, pour un même rapport G/L (granulat/liant), suivant le comportement des granulats

et le niveau de compactage appliqué lors de la mise en œuvre du composite, le dosage en liant diffère d'un composite à un autre, ce qui ne permet pas de juger de l'effet réel apporté par les granulats. Les paramètres de formulation habituels étant insuffisants pour permettre cette mise en relief de l'impact des propriétés des granulats sur celles des composites, il serait important à l'avenir de développer une méthode de formulation commune, applicable avec n'importe quel type de granulats et en se basant sur leurs propriétés physiques.

Face à l'ensemble de ces problématiques et dans l'optique de mettre en place un référentiel de caractérisation afin de pouvoir utiliser les co-produits agricoles locaux dans les matériaux de construction, nous avons adopté la démarche de travail suivante :

- Dans un premier temps, les co-produits agricoles locaux proposés par l'entreprise partenaire Ovalie Innovation, seront sélectionnés en fonction de leur disponibilité, de leur coût et éventuellement de leur potentiel de développement dans la région. Les agroressources ainsi sélectionnées seront ensuite soumises à un processus de transformation afin d'obtenir les granulats végétaux étudiés dans cette thèse. Outre la chènevotte de chanvre (CHEN) commerciale retenue comme granulat de référence pour l'étude, les neuf autres granulats végétaux sélectionnés sont les anas de lin (AL), la moelle de tournesol (MT), l'écorce de tournesol (ET), la paille de coriandre (PC), la paille de blé (PB), les menues pailles de blé (MP), les spathes de maïs (SM), la tige de miscanthus (TM) et les sarments de vigne (SV). Dans un second temps, ces granulats végétaux seront soumis à une série de caractérisations chimiques et multi-physiques dont une partie sont obtenues en appliquant des protocoles de caractérisation issus de la bibliographie, tandis que d'autres ont nécessité le développement ou l'adaptation de protocoles spécifiques réalisés dans le cadre de ces travaux de thèse. Pour les caractérisations chimiques par exemple, les compositions chimiques ainsi que les teneurs en hydrosolubles des granulats à pH 7 et 12 seront déterminées. Pour les caractérisations physiques, en plus des caractérisations élémentaires recommandées par le TC RILEM 236 BBM comme la granulométrie, la masse volumique en vrac, l'absorption d'eau et la conductivité thermique, s'ajouteront des caractérisations complémentaires comme les masses volumiques des particules et du solide, la masse volumique et l'absorption d'eau réelle des granulats compactés à l'état humide puis séché ainsi que les diverses porosités en découlant. Enfin, le comportement mécanique en compression des empilements de granulats végétaux compactés sera également étudié. Les résultats de ces caractérisations seront finalement analysés et corrélés entre eux. Toute cette partie constituera le second chapitre de cette thèse.
- Par la suite, dans le troisième chapitre, afin de pouvoir évaluer l'impact des propriétés des granulats sur les propriétés d'usage (mécaniques et thermiques) des composites, une méthode de formulation adaptée aux différents types de granulat sera proposée en tenant compte de leur comportement à la compaction à l'état humide et en gardant un même dosage de liant. Deux types de liants seront utilisés pour ces formulations : une chaux formulée commerciale destinée à la fabrication des bétons de chanvre (CF) et un liant pouzzolanique à faible impact environnemental à base de métakaolin (LP). La concurrence entre le besoin en eau des granulats et l'hydratation des liants étant souvent problématique pour la formulation des bétons végétaux, deux séquences de

malaxage, avec et sans eau de pré-mouillage des granulats, seront étudiées. De plus, afin de modéliser la production de blocs préfabriqués à l'échelle industrielle, une méthode de fabrication des éprouvettes sera proposée à l'échelle laboratoire. Cette méthode de mise en œuvre par vibro-compaction à démoulage immédiat sera ainsi utilisée dans cette étude pour produire des blocs cubiques 15 × 15 × 15 cm^3. L'impact des propriétés des granulats, de la séquence de malaxage et du type de liant sur les propriétés d'usage des blocs de composites formés terminera cette partie.

- Enfin, pour aller plus loin, une étude approfondie sur des formulations incluant les trois granulats végétaux les plus prometteurs (moelle et écorce de tournesol, et anas de lin) et la chènevotte de référence sera effectuée et les résultats seront comparés à ceux d'une formulation de bloc de béton de chanvre déjà sur le marché. Pour ce faire, trois liants seront utilisés pour les formulations : une chaux formulée commerciale destinée à la fabrication des bétons de chanvre (CF), un ciment naturel formulé utilisé par la société Vicat, partenaire de ce projet, pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS (CNF) et des fines de lavage locales à faible impact environnemental (FL). Des formulations avec des granulats prétraités à la chaux formulée seront également étudiées. Dans un premier temps, une étude microstructurale sur la moelle et l'écorce de tournesol et sur les composites qui en seront issus apportera des éléments complémentaires à ceux du chapitre précédent concernant la corrélation entre les propriétés des granulats et celles des composites. Ensuite, les impacts d'autres paramètres comme le prétraitement des granulats, la nature et le dosage en liant, et l'âge des composites sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites seront étudiés. Pour finir, étant donné l'importance des propriétés hydriques dans l'usage des bétons végétaux, six des formulations fabriquées seront étudiées afin d'évaluer leur capacité à réguler l'humidité intérieure pour le confort des usagers.

La Figure 1.32 suivante résume le plan de travail suivi dans cette thèse.

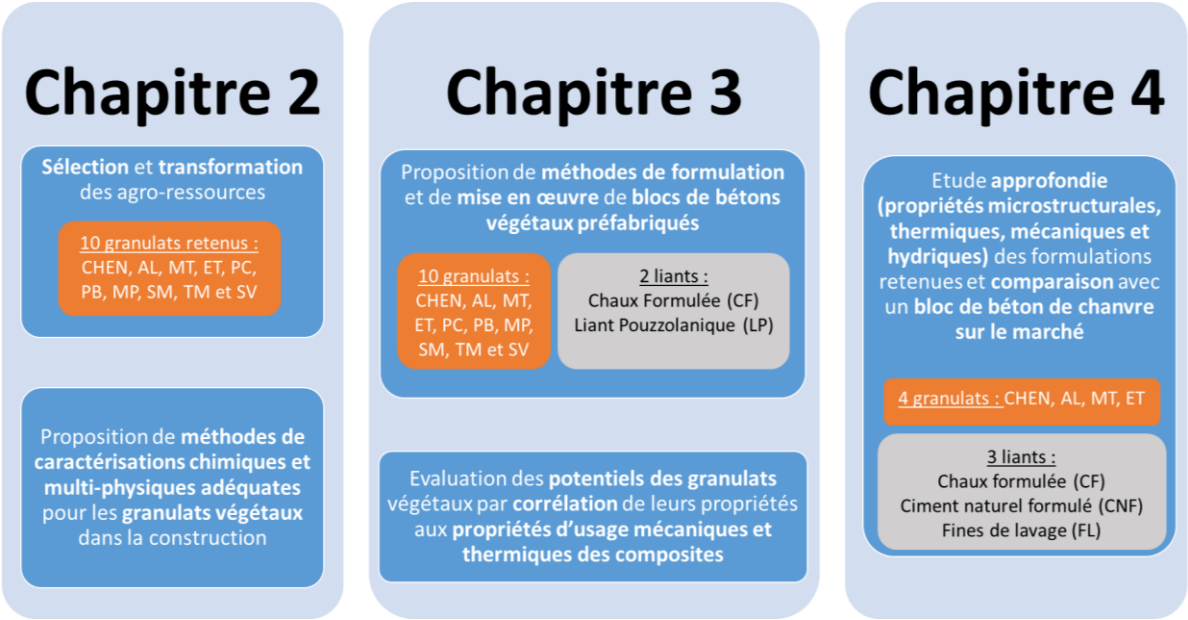

Figure 1.32. Plan du travail de thèse (CHEN : chènevotte de chanvre, AL : anas de lin, MT : moelle de tournesol, ET : écorce de tournesol, PC : paille de coriandre, PB : paille de blé, MP : menues pailles de blé, SM : spathes de maïs, TM : tige de miscanthus, SV : sarments de vigne).

Chapitre 2 : Sélection et caractérisation multi-physique des granulats végétaux

L'objectif de ce chapitre est de présenter les méthodes des caractérisations chimiques et multi-physiques proposées sur les granulats végétaux pour la construction et de les appliquer, pour validation, sur les granulats sélectionnés dans le cadre de ce travail de thèse.

Premièrement, les critères de sélection qui ont permis d'aboutir aux agroressources retenues et leur processus de transformation sont présentés.

Ensuite, les méthodes et les résultats des caractérisations que nous avons proposées sur les granulats végétaux sont présentés successivement, à savoir : les caractéristiques chimiques, la taille et la morphologie, les masses volumiques et les porosités, les absorptions d'eau, la conductivité thermique et les caractéristiques mécaniques.

Enfin, une discussion est proposée sur les corrélations observées entre les propriétés obtenues.

1. Sélection des agroressources

1.1. Critères de sélection des agroressources

Dans une optique de chercher une alternative à la chènevotte de chanvre comme granulat dans les bétons végétaux en raison de son absence dans le Sud-Ouest de la France, le premier critère de sélection des agroressources étudiées dans cette thèse sera leur disponibilité dans cette région. En effet, ce critère permet de limiter le problème du coût environnemental et économique lié au transport des agroressources.

Dans un second temps, certains co-produits agricoles ont des coûts de valorisation très faibles. Dans certains cas, les agriculteurs sont même contraints de payer pour pouvoir s'en débarrasser. De ce fait, le second critère adopté pour la sélection des agroressources sera leur coût. La valorisation éventuelle de ces co-produits en tant que granulats végétaux sera bénéfique pour les agriculteurs.

D'autres co-produits ne sont pas encore disponibles en grande quantité mais pourraient constituer de futurs gisements selon la politique de la région. Ils permettront également d'enrichir les données de caractérisation en apportant d'autres variétés de co-produits. Ces co-produits en devenir et originaux sont regroupés pour former notre troisième critère de sélection.

A partir des données relatives à ces trois critères, fournies par Ovalie Innovation, les agroressources étudiées dans le cadre de cette thèse ont pu être sélectionnées. Elles sont présentées dans le paragraphe suivant.

1.2. Granulats végétaux retenus

La sélection des agroressources s'est fait en partant d'une liste de plusieurs co-produits agricoles fournie par Ovalie Innovation, avec les données relatives à leur quantité disponible et leur coût. En se basant sur ces données, les co-produits agricoles ayant les meilleurs compromis entre les critères de sélection précédemment développés ont été retenus. A titre d'illustration, parmi les co-produits de la liste qui nous a été fournie mais qui n'ont pas répondu aux critères figuraient : des déchets de légumineuses, de courgette, de carotte et de persil, des marcs de raisin et des pailles d'amarante. Les tiges et les rafles de maïs faisaient aussi partie des co-produits qui ont répondu aux critères et qui ont été sélectionnés dans un premier temps, mais à cause des problèmes liés à leur récolte et leur approvisionnement au cours de notre période de travaux, elles ont dû être abandonnées pour cette étude.

Les co-produits agricoles bruts sélectionnés ont été soumis à un processus de transformation développé au paragraphe 1.3, et les granulats végétaux obtenus et utilisés pour cette étude sont présentés et classés dans le Tableau 2.1. Ils sont classés selon leur origine. Ayant été largement utilisée dans les bétons végétaux, et ce depuis bon nombre d'années maintenant, la chènevotte de chanvre a été retenue en tant que granulat végétal de référence même si elle ne répond pas à proprement parler aux critères de sélection de l'étude. A part la chènevotte et la tige de miscanthus, tous les co-produits retenus dans cette thèse ont été fournis par Ovalie Innovation.

La chènevotte de chanvre et les anas de lin oléagineux sont les deux co-produits de plantes à fibres retenus pour cette thèse. En effet, ce sont les parties intérieures des tiges de chanvre ou de lin oléagineux issues du processus de défibrage. La chènevotte de chanvre utilisée dans cette étude est la chènevotte calibrée Biofibat, répondant au label Granulat Chanvre Bâtiment et disponible sur le marché. Comme précisé précédemment, la chènevotte ne remplit pas nos critères de sélection mais elle est indispensable en tant que granulat de référence dans cette étude. Pour les anas de lin oléagineux, même si la plante a été cultivée principalement pour produire de l'huile à partir de ces graines, les anas de lin obtenus proviennent toujours du défibrage de la tige. Pour un gisement de paille de lin oléagineux de l'ordre de 600 t/an et un prix d'environ 100 €/t en 2018, ce co-produit a été sélectionné en raison de sa disponibilité locale et de son faible coût.

La seconde catégorie de co-produits retenue regroupant les fractions de tiges et les pailles de plantes oléagineuses est constituée par la tige de tournesol et la paille de coriandre. Le tournesol est surtout cultivé pour ses graines riches en huile végétale. Sa tige est composée d'une partie externe rigide, appelée *« écorce »*, et d'une partie interne légère, appelée *« moelle »*. Les granulats d'écorce et de moelle de tournesol sont obtenus à partir du processus de fractionnement par voie sèche décrit dans le paragraphe 1.3 suivant. En 2018, la quantité totale des tiges de tournesol récoltées par les agriculteurs de notre partenaire dans le Gers et les Landes était de 6 600 t/an, pour un prix d'environ 300 €/t. Le co-produit a été alors retenu pour sa disponibilité et son coût. La coriandre est surtout connue pour ses graines aromatiques mais celle fournie par Ovalie Innovation a été cultivée pour en extraire des fruits une huile végétale odorante aujourd'hui valorisée en nutraceutique, d'où la classification de ses pailles parmi les pailles des plantes oléagineuses. En 2018, la disponibilité de la paille de coriandre chez Ovalie Innovation n'était que de 15 t/an pour un prix d'environ 100 €/t. Les besoins croissants en huile végétale odorante devraient néanmoins permettre une augmentation de la disponibilité locale de ce gisement pour les années à venir. La paille de coriandre a été choisie pour son coût très attractif mais également son originalité. Cela permettra d'enrichir les données de caractérisation en apportant une autre variété de co-produit.

Les co-produits de plantes céréalières provenant du blé et du maïs sont présents en quantité dans le Sud-Ouest de la France. Pour le blé, les co-produits sélectionnés sont la paille et les menues pailles. Choisie en raison de sa disponibilité, la paille de blé était disponible en 2018 à hauteur de 90 000 t/an chez notre partenaire. Les menues pailles de blé sont des mélanges de brisures de paille, de balles, de grains entiers ou cassés, de tiges et de graines d'adventices qui sont rejetées par la moissonneuse-batteuse lors de la moisson. 45 900 t/an de menues pailles de blé étaient disponibles en 2018 pour un prix d'environ 100 €/t. Les menues pailles de blé sont généralement valorisées pour la méthanisation. Pour le maïs, ce sont les spathes, à savoir les feuilles qui enveloppent l'épi, qui ont été retenues. Les spathes constituent le co-produit des usines de semences de maïs. 800 t/an de spathes étaient disponibles chez Ovalie Innovation en 2018. Pour un prix d'environ 23 €/t, elles sont aujourd'hui principalement valorisées en compost.

Les autres co-produits retenus sont la tige de miscanthus et les sarments de vigne. Le miscanthus est généralement une culture énergétique. Il ne se trouve pas en grande quantité dans le Sud-Ouest de la France mais il pourrait présenter un réel potentiel dans la région pour les années à venir. En effet, il permet de lutter contre la pollution des sols, garantissant ainsi

une meilleure qualité de l'eau. Le Syndicat Intercommunal d'Alimentation d'Eau Potable (SIAEP) de Tarbes Nord a ainsi commencé en 2018 à implanter une culture de miscanthus sur ses terres. Les agro-bétons pourraient être un débouché pour cette culture naissante, d'où le choix de l'intégrer dans notre étude. Les tiges de miscanthus utilisées dans notre étude proviennent d'Ariège, la production de la SIAEP n'étant pas encore suffisante en début de thèse pour un approvisionnement sécurisé. Le sarment de vigne est le rameau ligneux flexible de la vigne. Il est régulièrement taillé par les viticulteurs. Il sert généralement de combustible à l'état sec. Les données d'Ovalie Innovation indiquent un gisement de 25 000 t/an de sarments de vigne en 2018, d'où sa sélection. Les sarments de vigne pourront également représenter les variétés d'agroressources de type bois dans cette étude.

Tableau 2.1. Classification et notation des granulats végétaux issus des co-produits agricoles retenus avec leurs critères de sélection.

Origine	**Granulat végétal**	**Notation**	**Disponibilité**	**Coût** (récolte, mise en bottes et transport)	**Co-produits en devenir et originaux**
Co-produits de plantes à fibres	**Chènevotte de chanvre**	CHEN	-	-	-
	Anas de lin oléagineux	AL	++	++	-
Fractions de tiges ou pailles de plantes oléagineuses	**Moelle de tournesol**	MT	++	++	-
	Ecorce de tournesol	ET	+++	++	-
	Paille de coriandre	PC	+	+++	+
Co-produits de plantes céréalières	**Paille de blé**	PB	+++	++	-
	Menues pailles de blé	MP	+++	++	-
	Spathes de maïs	SM	++	++	-
Autres co-produits	**Tige de miscanthus**	TM	+	++	+
	Sarments de vigne	SV	+++	+	+

- : Disponibilité (0 t/an) ; Coût (≥ 1 000 €/t) ; Co-produits en devenir et originaux (Non) ;
+ : Disponibilité (]0 ;500] t/an) ; Coût ([500 ;1 000[€/t) ; Co-produits en devenir et originaux (Oui) ;
++ : Disponibilité (]500 ;5 000] t/an) ; Coût ([100 ;500[€/t)
+++ : Disponibilité (≥ 5 000 t/an) ; Coût ([0 ;100[€/t)

1.3. Processus de transformation des agroressources pour l'obtention des granulats végétaux.

Les transformations subies par les agroressources depuis leur sortie du champ jusqu'à l'obtention des granulats végétaux utilisés dans cette étude sont résumées sur la Figure 2.1 ci-dessous.

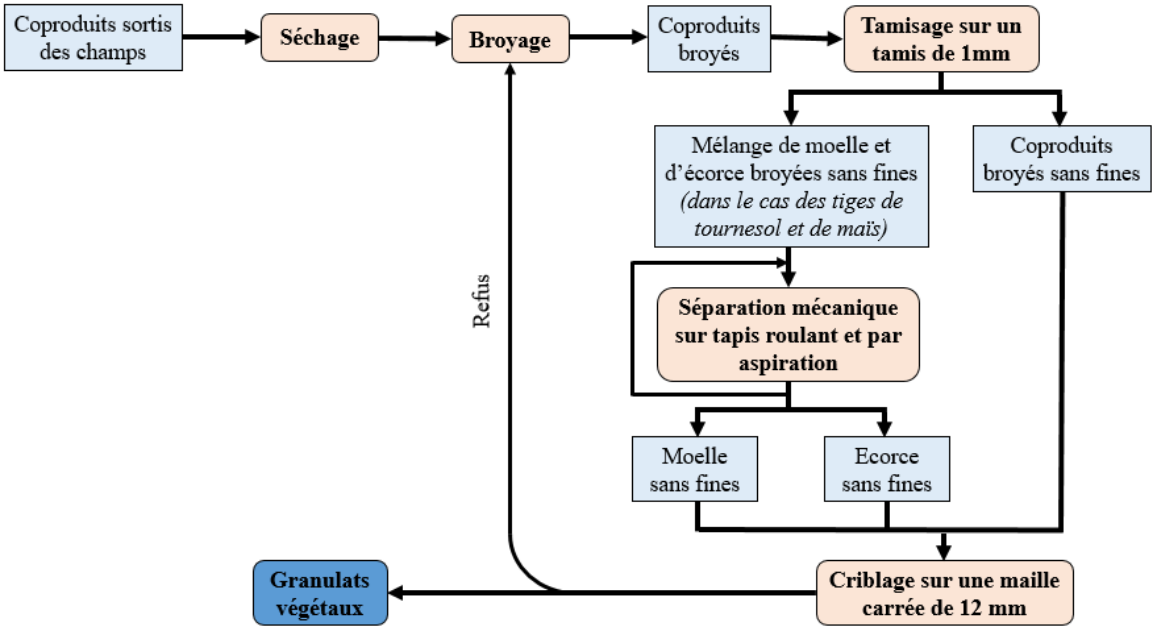

Figure 2.1. Schéma de transformation depuis le co-produit agricole brut jusqu'au granulat végétal final.

Premièrement, dans le cas où les co-produits sortis du champ sont encore humides, ils sont tout d'abord séchés naturellement au soleil, voire à l'étuve à 60°C en cas de contrainte liée à la durée de séchage. Ensuite, les co-produits secs sont broyés à l'aide d'un broyeur à marteaux muni d'une grille de 32 mm afin de les transformer en particules beaucoup plus petites. Par la suite, les co-produits broyés sont tamisés sur un tamis de 1 mm afin d'éliminer les particules fines. Dans le cas des tiges constituées par de la moelle (partie interne, légère et molle) et de l'écorce (partie externe, plus dense et plus rigide), une étape de séparation mécanique sur un tapis roulant et par aspiration est effectuée sur le mélange broyé de moelle et d'écorce débarrassé des fines. Les moelles qui sont légères et de forme arrondie ont tendance à rouler sur le tapis et sont aspirées tandis que les écorces qui sont plus denses et plus rugueuses s'accrochent sur le tapis. Cette séparation peut être répétée deux à trois fois jusqu'à l'obtention de particules de moelle ou d'écorce de pureté satisfaisante. Les particules sans fines obtenues sont finalement criblées sur une grille à maille carrée de 12 mm afin d'obtenir les granulats végétaux utilisés pour l'étude. Les refus de la grille reprennent la boucle de transformation à partir du broyage. Les granulats végétaux issus de ces transformations seront ensuite caractérisés.

L'aspect visuel de chaque granulat obtenu à partir de ce processus de transformation précédemment développé est présenté sur la Figure 2.2 ci-dessous.

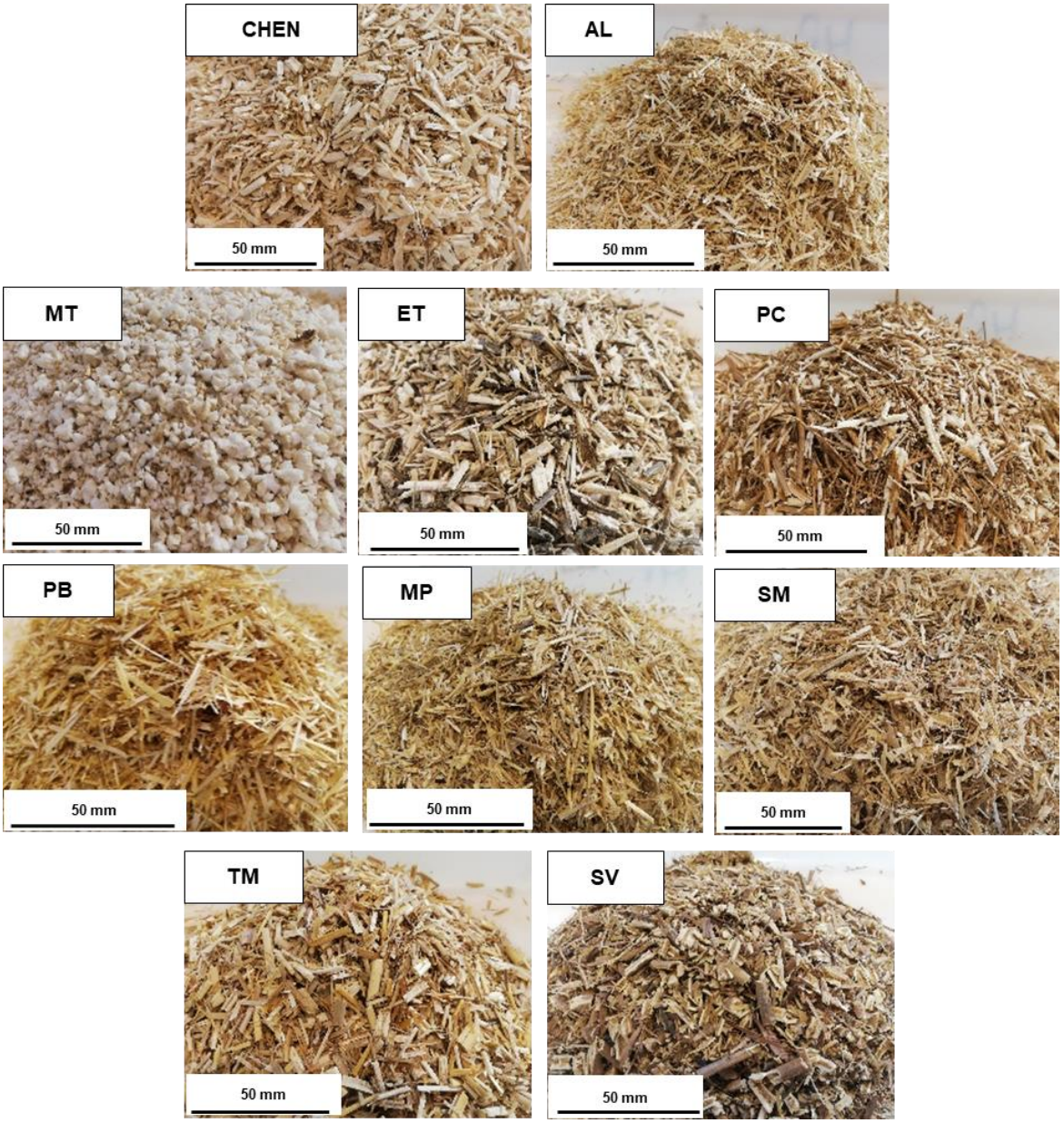

Figure 2.2. Illustration des aspects visuels des granulats végétaux retenus (CHEN : chènevotte, AL : anas de lin oléagineux, MT, moelle de tournesol, ET : écorce de tournesol, PC : paille de coriandre, PB : paille de blé, MP : menues pailles de blé, SM : spathes de maïs, TM : tige de miscanthus, SV : sarments de vigne).

Comme illustré sur la Figure 2.2, chaque granulat diffère d'un autre en termes de morphologie. En plus de la morphologie, les différences entre les granulats peuvent également concerner leurs compositions chimiques. C'est pourquoi les parties suivantes seront consacrées à la présentation des différents résultats obtenus de leurs caractérisations chimiques et multi-physiques.

2. Caractéristiques chimiques

2.1. Méthodes

2.1.1. Teneur en constituants pariétaux

La composition des granulats végétaux en constituants pariétaux (cellulose, hémicelluloses et lignines) est déterminée à partir de la méthode de Van Soest et Wine (1968). Cette méthode, également appelée dosage ADF (pour *« Acid Detergent Fiber »*) – NDF (pour *« Neutral Detergent Fiber »*) consiste à effectuer des attaques successives à l'aide de solutions détergentes spécifiques qui dégradent sélectivement certains composants de l'échantillon. Les trois grands composants chimiques des matières lignocellulosiques déterminés à partir de cette méthode sont la cellulose (C), les hémicelluloses (Hc) et les lignines (L). Le principe des diverses attaques utilisées au cours de cette méthode est expliqué sur la Figure 2.3 ci-dessous.

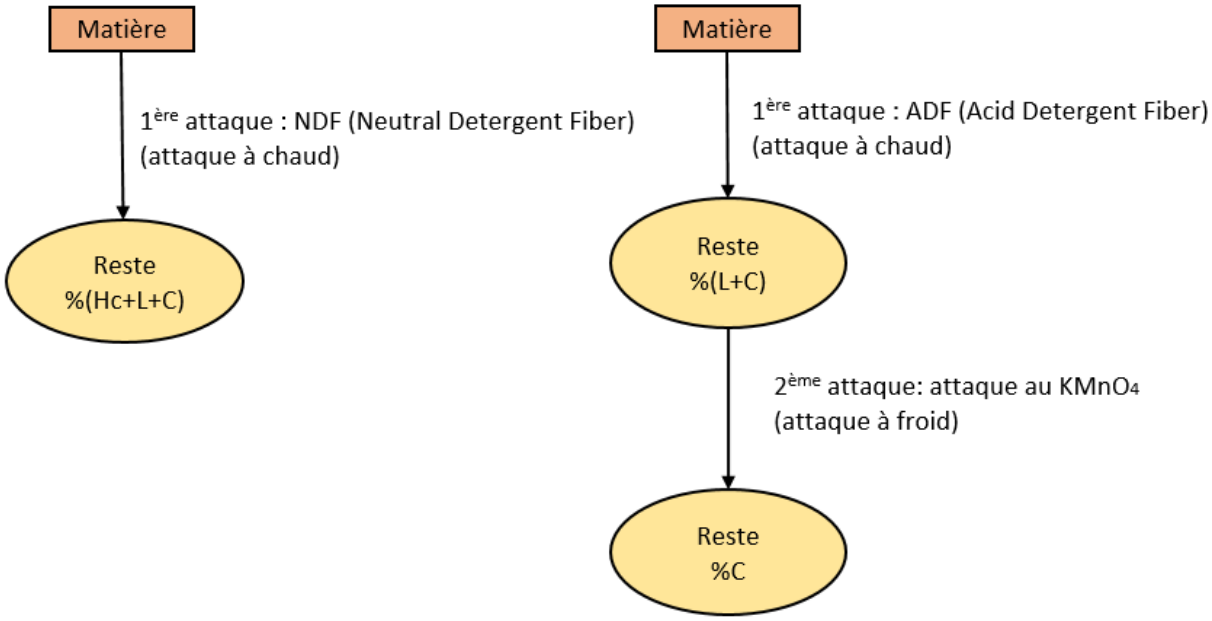

Figure 2.3. Principe de la méthode de Van Soest et Wine (Hc : Hémicelluloses, C : Cellulose, L : Lignines).

Premièrement, les granulats végétaux sont broyés à l'aide d'un broyeur Foss Tecator Cyclotec 1093 afin de générer des poudres de dimension inférieure à 1 mm pour avoir des échantillons homogènes et ainsi faciliter l'extraction. Pour les premières attaques à chaud (NDF ou ADF), deux échantillons d'environ 1 g sont préparés. Les frittés contenant les prises d'essai sont installés sur l'extracteur à chaud (Foss Fibertec FT 122 (Figure 2.4a)) et, après ajout de la solution correspondant à l'attaque à réaliser (NDF ou ADF), le système est chauffé jusqu'à ébullition. Puis, l'attaque proprement dite se déroule sur une durée d'une heure. Après avoir filtré et rincé 2 à 3 fois à l'eau chaude afin d'évacuer les dernières traces des réactifs, le fritté contenant le résidu est séché à 105 °C pendant une nuit à l'étuve. À l'issue de l'attaque NDF restent les hémicelluloses, la cellulose et les lignines. À l'issue de l'attaque à chaud ADF restent les lignines et la cellulose. La teneur en hémicelluloses est alors déduite par la différence entre les résidus de ces deux attaques. L'attaque à froid ADF s'effectue sur les résidus de la première attaque à chaud ADF. Pour ce faire, les frittés contenant les résidus sont

placés sur l'extracteur à froid (Foss Fibertec FT 121 (Figure 2.4b)) et 25 mL d'une solution mixte (mélange (2/1) en volume, respectivement, de KMnO4 et d'une solution tampon) sont versés dans chaque fritté tout en agitant 2 à 3 fois durant 1 h 30, la durée totale de cette attaque. Ensuite, après filtration et afin d'éliminer les dernières traces des réactifs, le résidu est rincé à l'aide d'une solution déminéralisante pour une durée inférieure à 30 min. Deux rinçages à l'éthanol et à l'acétone sont ensuite effectués et le fritté contenant le résidu est séché à 105 °C pendant une nuit à l'étuve. L'attaque à froid ADF élimine les lignines et seule la cellulose est conservée. À la fin des attaques NDF et ADF, des traces de matières minérales peuvent tout de même persister. Afin de les estimer quantitativement, les frittés sont calcinés dans un four à cendres à 550 °C pendant 5 h.

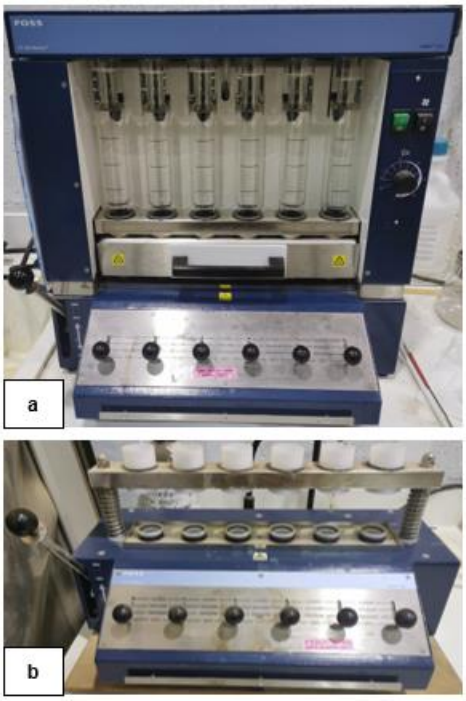

Figure 2.4. Extracteurs Foss Fibertec (a) à chaud FT 122 et (b) à froid FT 121.

Les résultats de cette détermination des constituants pariétaux des granulats végétaux sont exprimés en pourcentage massique par rapport à la matière sèche. Pour ce faire, il est nécessaire de déterminer la teneur en humidité des échantillons testés. Deux échantillons d'environ 1 g sont alors pesés puis placés à l'étuve à 105 °C pendant une nuit avant de les repeser. Après l'obtention de cette teneur en humidité, la teneur totale en matières minérales est obtenue en plaçant les mêmes échantillons dans un four à cendre à 550 °C pendant 5 h.

2.1.2. Teneur en hydrosolubles à pH 7 et 12

Le principe de la méthode est le même que pour les attaques à chaud NDF et ADF exposées précédemment (cf 2.1.1) mais en utilisant des solutions à pH 7 et 12, respectivement. Pour la solution à pH 7, de l'eau distillée est utilisée. Pour la solution à pH 12, c'est une solution de soude (NaOH) qui est mise en œuvre. Dans les deux cas, le pH est contrôlé à l'aide d'un pH-mètre.

2.2. Résultats

2.2.1. Teneur en constituants pariétaux

Les résultats des compositions chimiques des granulats végétaux, déterminées par la méthode de Van Soest et Wine (1968) d'une part et par leur minéralisation dans un four à cendres d'autre part, sont présentés dans le Tableau 2.2. Ils montrent que la cellulose est le composant le plus présent dans tous les granulats avec des proportions massiques par rapport à la masse sèche comprises entre 36% pour les menues pailles de blé (MP) et 55% pour la chènevotte de chanvre (CHEN). Les granulats ayant des teneurs en hémicelluloses supérieures à 25% sont les spathes de maïs (SM) (37%), la paille de blé (PB) (31%), les menues pailles de blé (MP) (29%) et les tiges de miscanthus (TM) (27%). Parmi les trois composants principaux des granulats lignocellulosiques, les lignines sont celles présentes en plus faibles quantités, avec des teneurs comprises entre seulement 3% pour la moelle de tournesol (MT) et 17% pour la paille de coriandre (PC). La plupart du temps, les minéraux sont présents en faible quantité. Leur teneur est inférieure à 8% dans tous les granulats sauf pour la moelle de tournesol où la teneur en minéraux est nettement plus élevée, égale à 16%. La cellulose et les lignines sont les composants non hydrolysables à la plupart des solvants et résistants aux attaques microbiennes, contrairement aux hémicelluloses. Des teneurs en cellulose et en lignines élevées assurent la rigidité et la durabilité des granulats.

Tableau 2.2. Composition chimique des granulats végétaux (teneurs exprimées en % de leur masse sèche ; les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur teneur en cellulose).

Granulat végétal	Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Lignines (%)	Minéraux (%)
Chènevotte (CHEN)	55,5 ± 0,2	18,9 ± 0,1	16,4 ± 0,4	1,9 ± 0,0
Ecorce de tournesol (ET)	53,0 ± 0,4	19,1 ± 0,5	11,1 ± 2,1	4,9 ± 0,0
Tige de miscanthus (TM)	52,8 ± 0,6	26,8 ± 0,3	12,2 ± 0,5	1,8 ± 0,1
Anas de lin (AL)	52,1 ± 0,6	19,5 ± 0,1	16,4 ± 0,2	1,7 ± 0,0
Paille de coriandre (PC)	50,4 ± 1,0	18,1 ± 0,4	17,2 ± 0,8	2,9 ± 0,1
Moelle de tournesol (MT)	45,4 ± 0,0	22,0 ± 0,0	3,2 ± 0,0	16,0 ± 0,1
Paille de blé (PB)	43,1 ± 0,1	31,1 ± 0,8	8,1 ± 0,2	6,4 ± 0,1
Sarments de vigne (SV)	40,0 ± 0,1	21,7 ± 0,9	14,5 ± 0,1	3,0 ± 0,1
Spathes de maïs (SM)	38,0 ± 0,0	37,2 ± 0,5	5,9 ± 0,1	7,6 ± 0,6
Menues pailles de blé (MP)	35,9 ± 0,2	29,4 ± 0,3	9,3 ± 0,2	5,6 ± 0,2

Pour les quatre agroressources que sont la chènevotte de chanvre, les anas de lin oléagineux, l'écorce de tournesol et la paille de blé, et qui ont déjà été étudiées dans la littérature, la comparaison de leurs composants principaux (cellulose, hémicelluloses et lignines) avec les données de la littérature, exposées dans le Tableau 1.6 du premier chapitre, montre les mêmes ordres de grandeur, ce qui permet de valider la cohérence de nos résultats expérimentaux.

En particulier pour la chènevotte de chanvre qui est le granulat le plus étudié, les constituants pariétaux que nous avons obtenus ont des teneurs comprises entre les valeurs de la littérature : 55% de cellulose (compris entre 34 et 62%), 19% d'hémicelluloses (compris entre 9 et 37%) et 16% de lignines (compris entre 4 et 28 %). Honoré (2020) a fait une étude comparative entre la méthode de Van Soest que nous avons utilisée dans cette étude et la méthode TAPPI (Technical Association of Pulp and Paper Industry) utilisée dans l'industrie du bois. Cette dernière est aussi une technique gravimétrique sauf que la détermination de la teneur en lignines se fait directement en deuxième temps, après la détermination des extractibles. Avec une solution d'acide sulfurique, les résidus obtenus sont les lignines insolubles à l'acide (AIL). Les lignines solubles à l'acide (ASL) sont déterminées par spectrométrie UV. Par ailleurs, la méthode de Van Soest ne quantifie pas les lignines solubles (ASL) et la détermination des lignines insolubles (AIL) se fait en dernier lieu avec de la solution mixte (cf. § 2.1.1). Néanmoins, les lignines solubles (ASL) sont souvent considérées comme négligeables. A titre d'illustration, pour la chènevotte de chanvre, Honoré (2020) a obtenu des teneurs en lignine de 26 et 23% respectivement avec la méthode de Van Soest et la méthode TAPPI. La méthode de Van Soest donne donc une approximation acceptable de la teneur en lignine. De plus, Honoré (2020) a montré que les teneurs en lignines déterminées avec la méthode TAPPI sont souvent largement surestimées pour certains granulats (*e.g.* 8% et 16% pour le miscanthus et 12% et 28% pour les phragmites respectivement avec la méthode de Van Soest et méthode TAPPI). En effet, l'étape d'élimination des extractibles au Soxhlet précédant celle des lignines n'est pas complète, engendrant une surestimation des résultats suivants. La précision des teneurs en lignines est très importante pour la suite des caractérisations des granulats sur l'estimation de la masse volumique du solide car d'après la littérature, elles sont les composants les plus légers (entre 1278 et 1397 $kg.m^{-3}$) contrairement aux celluloses (1450 et 1630 $kg.m^{-3}$) et les hémicelluloses (entre 1457 et 1622 $kg.m^{-3}$) qui sont plus ou moins identiques. La légère sous-estimation de la teneur en lignines avec la méthode de Van Soest pourrait donc induire une légère surestimation de la masse volumique du solide. Toutefois, la méthode de Van Soest reste plus fiable que la méthode TAPPI.

2.2.2. Teneur en hydrosolubles à pH 7et 12

Les résultats des teneurs en hydrosolubles à pH 7 et 12 des granulats sont présentés sur la Figure 2.5 ci-dessous.

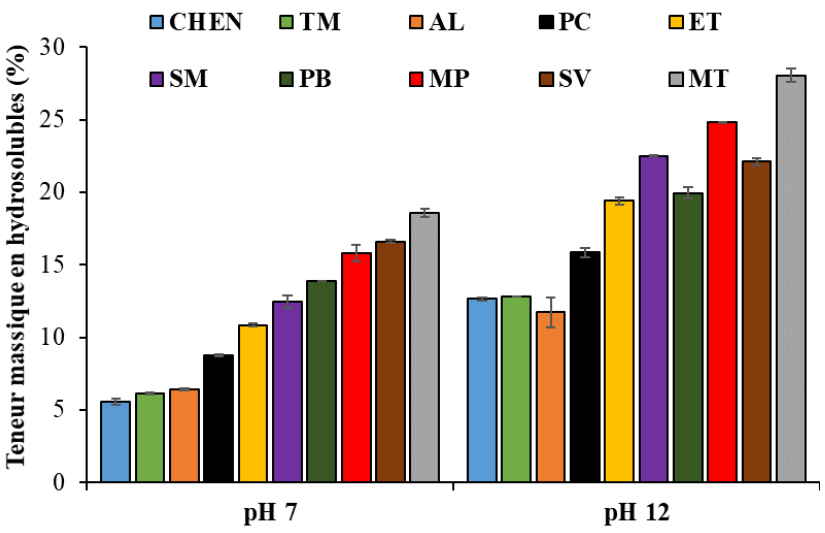

Figure 2.5. Teneur en hydrosolubles à pH 7 et 12 des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre croissant de leur teneur en hydrosolubles à pH 7).

Ces résultats montrent une large différence entre ces deux paramètres, avec une augmentation de la teneur en hydrosolubles à pH 12, allant de 33% pour les sarments de vigne (SV) jusqu'à 126% pour la chènevotte (CHEN). Cette différence dépend de la teneur en composants solubles à pH 12 mais insolubles à pH 7, notamment les hémicelluloses. L'impact du pH sur les hydrosolubles extraits varie donc significativement d'un granulat à un autre et l'ordre des différents granulats s'en retrouve bouleversé. A titre d'illustration, les spathes de maïs (SM) ont une teneur en hydrosoluble de 12,5%, plus faible que celle de la paille de blé (PB) de 13,9% à pH 7, tandis qu'à pH 12, celle des spathes de maïs (22,5%) devient plus élevée que celle de la paille de blé (20,0%). Ces résultats s'expliquent par des valeurs de fraction hémicellulosique plus élevées dans SM (37,2%) que dans PB (31,1%), cette fraction étant pour partie soluble à pH 12 alors qu'elle ne l'est pas à pH 7. Ils confirment surtout qu'il a été judicieux de déterminer la teneur en hydrosolubles non seulement à pH 7 mais également à pH 12, et ce afin de permettre une meilleure évaluation de leurs impacts sur les propriétés des composites. En effet, les hydrosolubles réagissant avec les liants minéraux, souvent basiques, ont été identifiés comme ayant des effets néfastes sur les performances mécaniques des bétons végétaux (cf. Chapitre 1, § 3.2.2).

Comme mis en évidence dans le chapitre bibliographique, la teneur massique en hydrosolubles des granulats végétaux ne constitue pas toujours un bon indicateur de leur impact négatif sur les mécanismes d'hydratation ou de prise des liants minéraux réactifs. En effet, en fonction de la morphologie et de la masse volumique des granulats, leur dosage massique dans le composite pourra être très variable. Pour s'approcher au mieux de la réalité, la Figure 2.6 ci-dessous présente les masses d'hydrosolubles à pH 7 et 12 dans 1 m^3 de granulats compactés à l'état humide puis séchés (cf. § 4.1.4). Pour cela, la masse volumique des granulats compactés à l'état humide puis séchés, préalablement définie, a été utilisée. Sur la Figure 2.6, les granulats végétaux ont été classés dans le même ordre que sur la Figure 2.5.

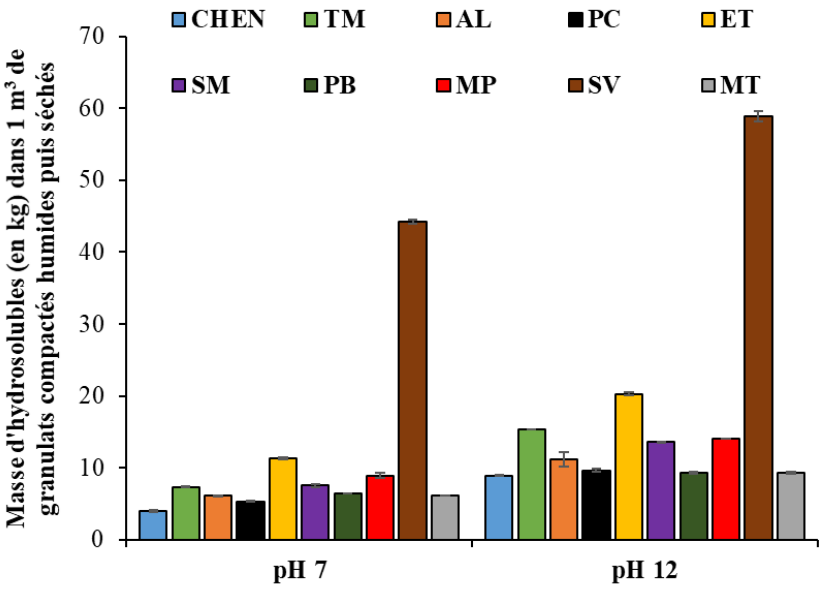

Figure 2.6. Masses d'hydrosolubles à pH 7 et 12 dans 1 m^3 de granulats compactés humides puis séchés.

Ainsi, en comparant les résultats de la quantité d'hydrosolubles à pH 7 dans 1 kg de granulats (Figure 2.6) à ceux de la quantité d'hydrosolubles à pH 12 dans 1 m^3 de granulats compactés à l'état humide, on comprend les mauvaises interprétations qui ont pu être faites concernant la nocivité potentielle de tel ou tel granulat associé à une matrice minérale réactive. Par exemple, si dans la Figure 2.5, basée sur une représentation en pourcentage massique, la moelle de tournesol (MT) semble avoir la plus grande quantité d'hydrosolubles, tant à pH 7 (18,6%) qu'à pH 12 (28,1%), la représentation en masse d'hydrosolubles par m^3 de granulats compactés apparaissant sur la Figure 2.6 met en évidence une quantité bien plus faible dans l'arrangement compacté des granulats. Ceci est la conséquence de la faible valeur de densité des particules de moelle. À titre d'exemple, à pH 12, cette quantité d'hydrosolubles est de 9,3 $kg.m^{-3}$ de granulats compactés, c'est-à-dire du même ordre de grandeur que la chènevotte ((8,9 $kg.m^{-3}$). La moelle de tournesol pourrait donc ne pas avoir un effet aussi néfaste sur le composite que sa teneur massique en hydrosolubles pouvait le laisser penser au départ. Par opposition, sur la Figure 2.5, les quantités d'hydrosolubles dans les sarments de vigne à pH 7 (44,3 $kg.m^{-3}$) et 12 (58,9 $kg.m^{-3}$) deviennent considérablement élevées par rapport aux autres granulats, et ce en raison de leur densité élevée. Ces quantités d'hydrosolubles pourraient affecter significativement les propriétés mécaniques des composites issus de ces granulats.

La review bibliographique du Chapitre 1 a montré que la taille et la morphologie des granulats sont également susceptibles d'influencer les propriétés d'usage des bétons végétaux, d'où la nécessité de leur caractérisation.

3. Taille et morphologie

3.1. Méthode de granulométrie par analyse d'image

La taille et la morphologie des granulats ont été déterminées en effectuant une granulométrie par analyse d'image sur le logiciel libre ImageJ selon les recommandations du TC RILEM 236-BBM (Amziane et al., 2017). Le principe de la méthode est de scanner sur un fond noir (pour avoir un maximum de contraste) une certaine quantité de particules de manière à ce que chaque particule soit isolée sans se chevaucher avec les voisines (Figure 2.7). Les échantillons utilisés sont obtenus par quartage afin d'éviter la ségrégation des particules et avoir une meilleure représentativité des granulats, puis séchés à l'étuve à 60 °C jusqu'à masse constante (variation de masse inférieure à 0,1 % entre 2 pesées successives espacées de 24 h) (Amziane et al., 2017). Le scan se fait à une échelle de gris 8 bits et avec une résolution de 600 DPI. Dans notre cas, les échantillons analysés contiennent entre 2000 et 4000 particules distinctes environ avec des masses totales comprises entre 2 g (spathes de maïs) et 26 g (sarments de vigne). Selon le protocole du TC RILEM, avec la chènevotte de chanvre, une masse d'échantillon comprise entre 3 et 6 g contenant au moins 2000 particules distinctes est nécessaire. Ensuite, l'image obtenue est traitée par binarisation sur ImageJ afin d'en tirer les paramètres géométriques des particules comme l'aire, l'axe majeur et l'axe mineur, l'élongation, le Diamètre Equivalent Surface (DES) et la circularité.

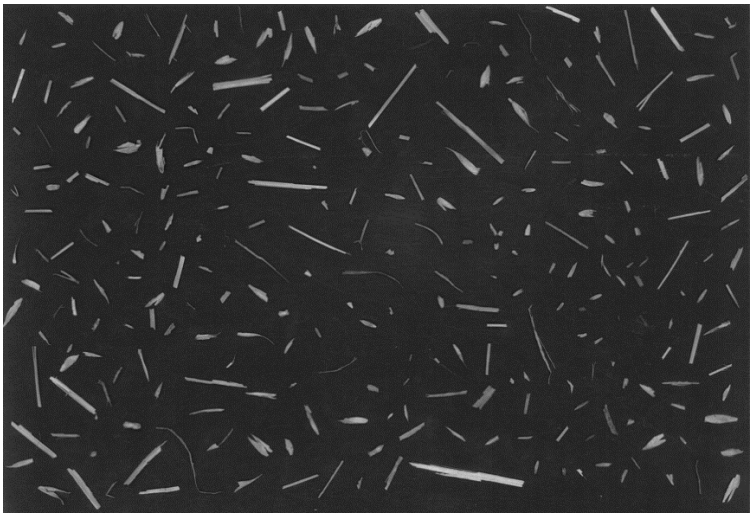

Figure 2.7. Scan sur fond noir des étalements de particules de menues pailles.

L'aire est déterminée à partir du nombre de pixels formant l'image binaire d'une particule. L'axe majeur et l'axe mineur sont respectivement le plus grand et le plus petit axe de l'ellipse ajustée à la particule. L'élongation, autrement dit le ratio d'aspect, est le rapport entre l'axe majeur et l'axe mineur. Elle est toujours supérieure à 1. Plus sa valeur est proche de 1, plus la particule a une forme circulaire ou sphérique. Dans le cas contraire, elle est plus allongée. Le Diamètre Equivalent Surface (DES) est le diamètre du cercle de même aire qu'une particule. Il se calcule alors en fonction de l'aire A de la particule à partir de l'Equation 2.1 ci-dessous :

Equation 2.1

$$DES = \sqrt{\frac{4.A}{\pi}}$$

La circularité (C) est un paramètre de forme adimensionnel compris entre 0 (infiniment allongé) et 1 (sphère parfaite). Elle se calcule en fonction de l'aire A et du périmètre P de la particule à partir de l'Equation 2.2.

Equation 2.2

$$C = 4\pi.\frac{A}{P^2}$$

Les paramètres de chaque particule sont finalement groupés sur un même tableau afin de pouvoir tracer des graphiques représentatifs de chaque paramètre en fonction de l'aire des particules.

3.2. Résultats des analyses granulométriques

Comme vu dans le chapitre bibliographique, la taille des granulats végétaux a une influence sur les propriétés physiques, thermiques et mécaniques des composites. C'est ce qui nous a amenés à étudier la morphologie et la granulométrie des granulats végétaux. Le Tableau 2.3 résume les résultats des analyses granulométriques effectuées. Pour chaque paramètre, les moyennes et les écart-types calculés à partir des Equation 2.3 et Equation 2.4 sont présentés. Ils sont classés de façon décroissante par rapport à leur circularité.

Equation 2.3

$$\bar{X}(x) = \frac{\sum A_i(x_1)}{\sum A_i}$$

Equation 2.4

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum A_i(x_i - \bar{X}(x))^2}{\sum A_i}}$$

Avec :

$\bar{X}(x)$: la moyenne du paramètre x (circularité, axe majeur, axe mineur, DES ou élongation) ;

A_i : l'aire projetée de chaque particule ;

x_i : la valeur du paramètre de chaque particule ;

σ : l'écart-type associé à la moyenne du paramètre.

Tableau 2.3. Moyennes et écart-types de l'élongation, des axes majeur et mineur, du diamètre équivalent surface (DES) et de la circularité des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur circularité).

Granulats végétaux	Circularité (-)	Axe majeur (mm)	Axe mineur (mm)	Diamètre équivalent surface (DES) (mm)	Elongation (-)
Moelle de tournesol (MT)	0,48 ± 0,13	6,8 ± 3,1	4,6 ± 2,3	5,5 ± 2,6	1,6 ± 0,8
Chènevotte (CHEN)	0,34 ± 0,15	8,9 ± 4,5	2,7 ± 1,2	4,8 ± 2,1	3,6 ± 1,8
Anas de lin (AL)	0,29 ± 0,14	10,4 ± 5,8	1,5 ± 0,5	3,8 ± 1,3	8,4 ± 12,5
Tige de miscanthus (TM)	0,28 ± 0,13	14,8 ± 5,7	3,2 ± 1,8	6,7 ± 2,5	5,8 ± 3,5
Ecorce de tournesol (ET)	0,27 ± 0,14	12,6 ± 6,8	3,2 ± 1,7	6,1 ± 2,8	4,9 ± 4,3
Menues pailles de blé (MP)	0,22 ± 0,12	12,8 ± 7,8	2,2 ± 1,0	5,1 ± 2,0	6,6 ± 7,5
Paille de blé (PB)	0,21 ± 0,12	14,3 ± 8,8	1,9 ± 0,8	5,0 ± 2,1	8,2 ± 5,1
Spathes de maïs (SM)	0,20 ± 0,14	10,4 ± 6,6	2,1 ± 1,1	4,4 ± 2,1	5,7 ± 3,9
Sarment de vigne (SV)	0,18 ± 0,16	13,4 ± 8,0	3,2 ± 1,9	6,1 ± 2,7	5,9 ± 6,0
Paille de coriandre (PC)	0,17 ± 0,12	18,0 ± 10,5	2,7 ± 1,3	6,7 ± 2,8	7,6 ± 4,9

L'observation des circularités des granulats végétaux permet de les classer en 3 catégories selon la Figure 2.8 ci-dessous. La moyenne avec l'écart-type des distributions des circularités des granulats appartenant à un type est prise pour le représenter.

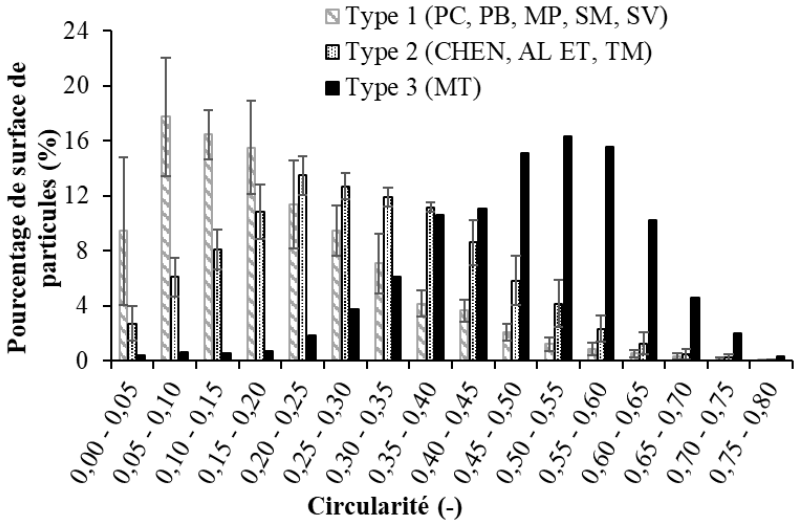

Figure 2.8. Pourcentage de surface de particules pour chaque intervalle de circularité, représentant trois types (1, 2 et 3) de circularité observée pour les granulats végétaux.

La circularité et la distribution granulométrique des granulats de type 1 sont présentées sur la Figure 2.9 ci-dessous.

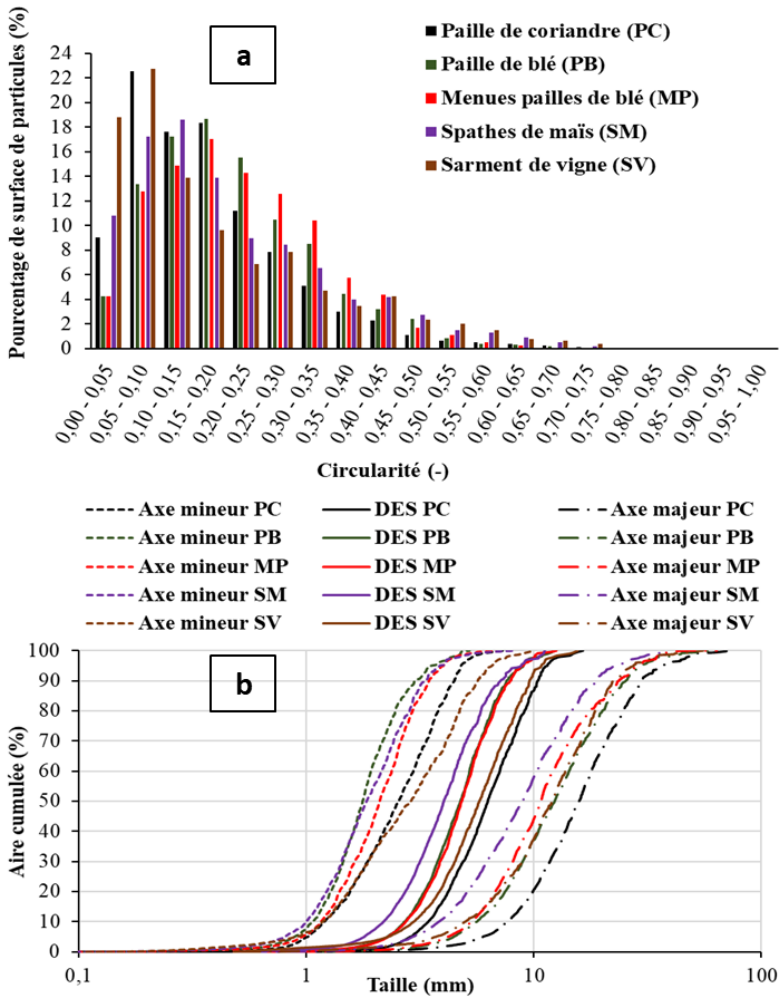

Figure 2.9. Circularités (a) et distributions granulométriques (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 1.

Le type 1 regroupant la paille de coriandre (PC), la paille de blé (PB), les menues pailles de blé (MP), les spathes de maïs (SM) et les sarments de vigne (SV), est caractérisé par des faibles circularités. Sur la Figure 2.9a, on remarque que plus de 60% des aires projetées de ces granulats ont des circularités comprises entre 0 et 0,25. À partir de leurs distributions granulométriques présentées sur la Figure 2.9b, il apparaît que ce type 1 regroupe en fait des granulats assez allongés et présentant donc de grands espacements de fuseau entre l'axe mineur et l'axe majeur. Par ailleurs, pour une même distribution granulométrique (axe mineur, DES ou axe majeur), l'étalement des courbes entre elles caractérise une large étendue granulaire des granulats de type 1.

La circularité et la distribution granulométrique des granulats de type 2 sont présentées sur la Figure 2.10 ci-dessous.

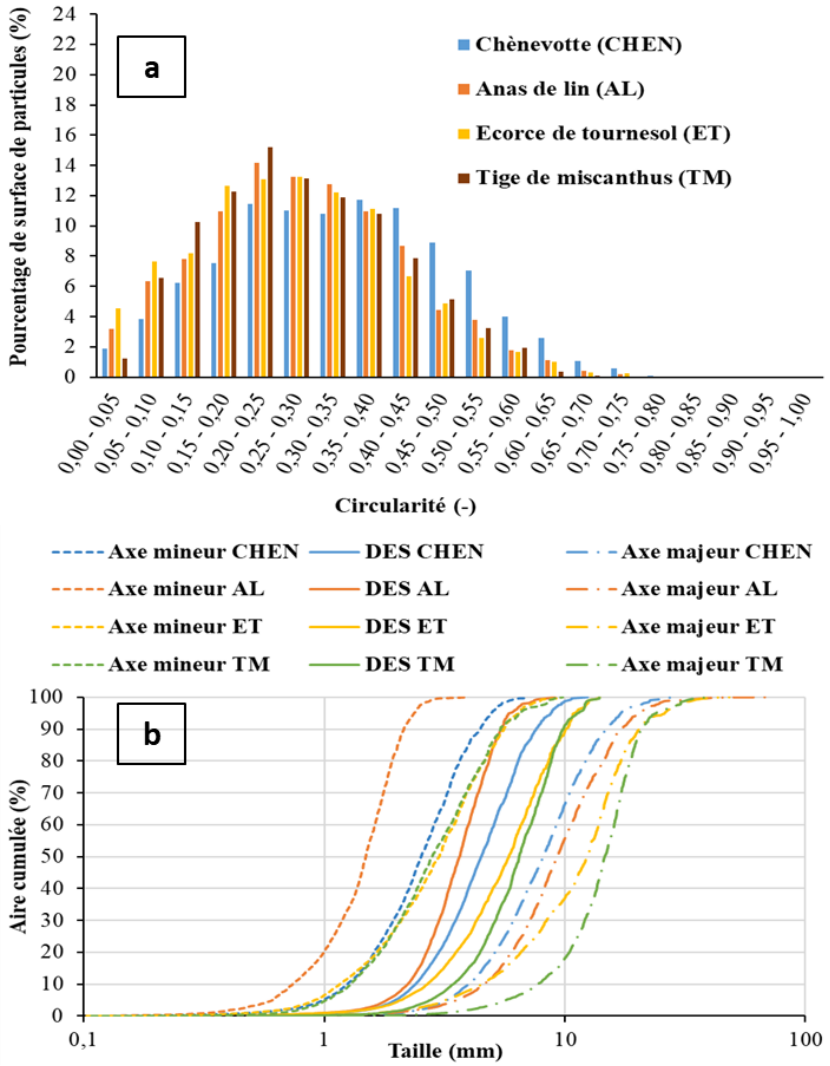

Figure 2.10. Circularités (a) et distributions granulométriques (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 2.

Le type 2, qui comprend la chènevotte de chanvre (CHEN), les anas de lin oléagineux (AL), l'écorce de tournesol (ET) et la tige de miscanthus (TM), a une circularité moyenne comprise entre 0,20 et 0,50 pour plus de 60% des aires projetées des particules (Figure 2.10a). On voit également que les granulats appartenant à ce groupe sont principalement des co-produits ligneux, là encore plus ou moins allongés, mais avec des axes mineurs un peu plus élevés (à l'exception tout de même des anas de lin) et des axes majeurs un peu plus faibles (sauf pour la tige de miscanthus), engendrant des écarts axe majeur/axe mineur plus limités sur les courbes granulométriques que ceux observés pour les pailles (Figure 2.10b). Comme pour les granulats de type 1, ceux de type 2 présentent également une étendue granulaire importante.

La circularité et la distribution granulométrique du granulat de type 3 sont présentées sur la Figure 2.11 ci-dessous.

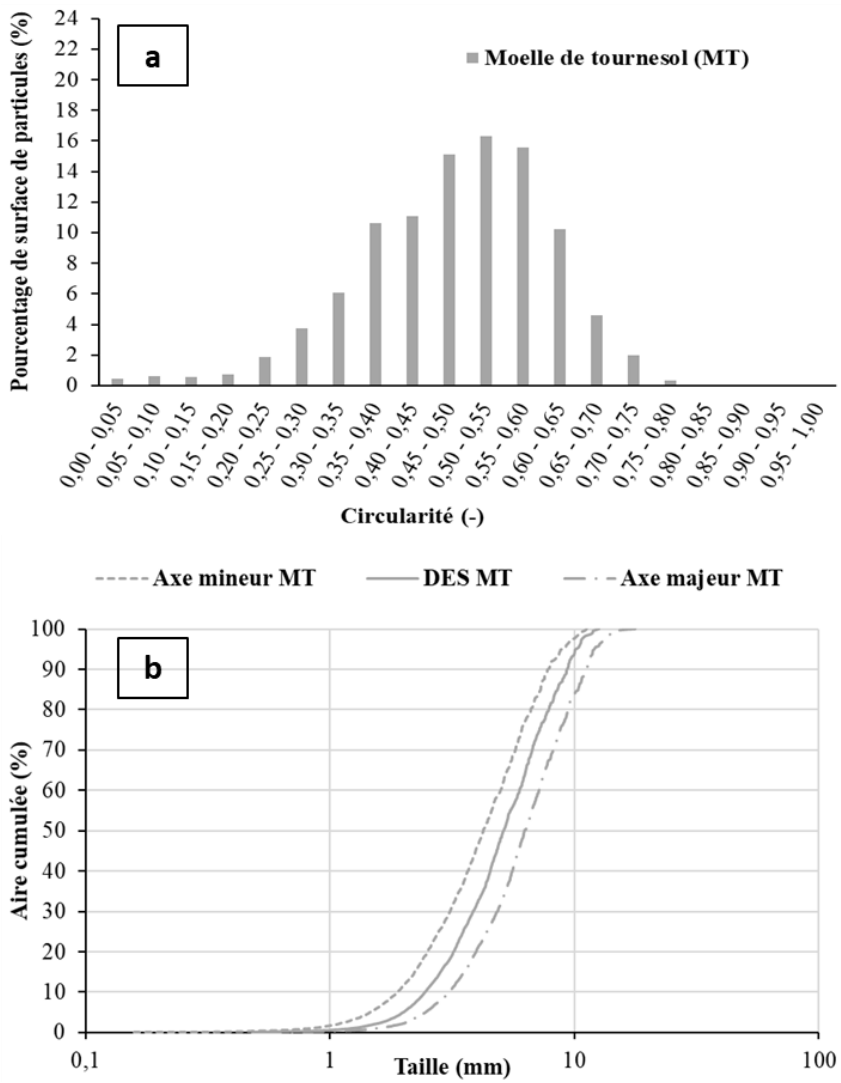

Figure 2.11. Circularité (a) et distribution granulométrique (axe mineur, DES et axe majeur) (b) des granulats végétaux de type 3.

Le type 3, formé par la moelle de tournesol (MT) uniquement mais qui pourrait être représentatif de tous les granulats de type moelle, a la circularité la plus élevée. En effet, pour plus de 60% des aires cumulées des granulats, leur circularité est comprise entre 0,40 et 0,65 (Figure 2.11a). La courbe granulométrique de ce dernier type, représentée sur la Figure 2.11b, est très spécifique, avec un écart particulièrement réduit entre l'axe mineur et l'axe majeur, ce qui est bien cohérent avec sa forme assez circulaire. Par ailleurs, les courbes sont un peu moins étalées que les 2 premiers types, ce qui illustre une moindre dispersion de la taille des particules dans les granulats de moelle

Comme évoqué dans le chapitre bibliographique, les matériaux issus de notre processus de transformation répondent bien aux critères de définition des granulats végétaux établis par Laborel-Préneron et al. (2016). La représentation des inverses des élongations des granulats en fonction de leurs axes mineurs est proposée sur la Figure 2.12. Pour tous les granulats de

l'étude, les inverses des élongations sont bien supérieurs à 0,1 et les axes mineurs sont bien supérieurs à 1 mm, faisant donc de ces co-produits agricoles étudiés des granulats végétaux.

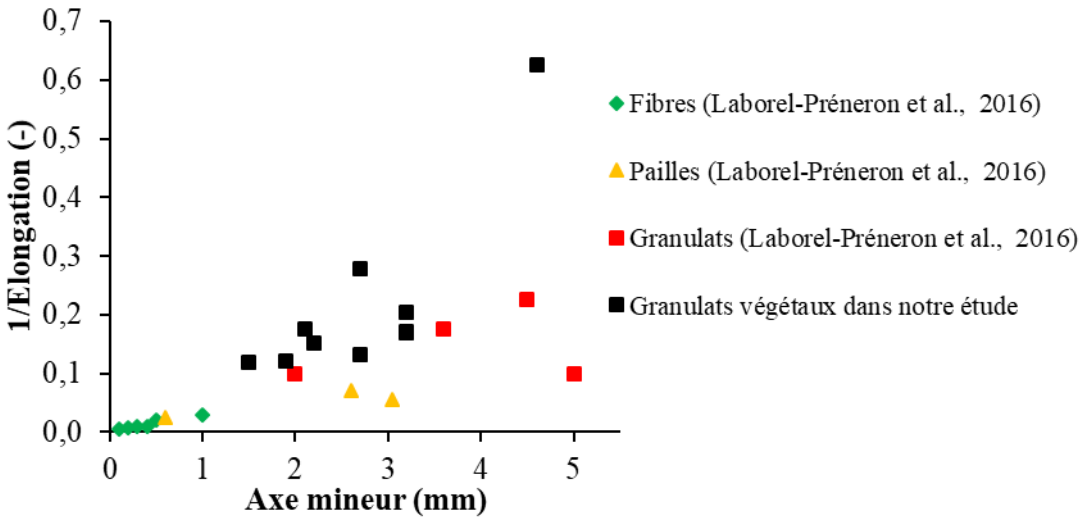

Figure 2.12. Inverse de l'élongation des granulats végétaux en fonction de leur axe mineur (Laborel-Préneron et al., 2016).

Les paramètres morphologiques et granulométriques des granulats semblent jouer un rôle important sur les performances des composites formulés à partir de ces granulats. Ils sont également fortement liés aux autres paramètres physiques tels que les masses volumiques et les porosités, présentées ci-après.

4. Masses volumiques et porosités

4.1. Méthodes

4.1.1. Masse volumique en vrac

Toujours selon le protocole recommandé par le TC RILEM 236-BBM, la mesure de la masse volumique en vrac consiste à peser la masse d'une quantité de granulats et de mesurer le volume correspondant avec de l'eau. Tout d'abord, à partir des granulats séchés puis échantillonnés (cf. § 3.1), un récipient cylindrique ayant un diamètre supérieur à 10 cm et une hauteur au moins deux fois égale au diamètre, est rempli à moitié. Dans notre cas, le récipient cylindrique utilisé (Figure 2.13) a un diamètre de 12,0 cm et une hauteur de 28,3 cm. Ensuite, le récipient est fermé puis renversé dix fois pour contrôler le niveau de compaction des granulats en vrac. Ensuite, pour obtenir un niveau horizontal, l'ensemble est légèrement secoué, puis le niveau est marqué à l'aide d'un disque en carton.

Figure 2.13. Récipient cylindrique de 12,0 cm de diamètre et de 28,3 cm de hauteur utilisé pour déterminer la masse volumique en vrac des granulats végétaux.

Le volume v_v occupé par les granulats en vrac est obtenu à partir de la masse d'eau ajoutée jusqu'au niveau marqué (m_e) et de la masse volumique de l'eau (ρ_e = 1000 kg.m^{-3}). Connaissant la masse m_v et le volume v_v des granulats en vrac, la masse volumique en vrac ρ_v peut être calculée à partir de l'équation suivante :

Equation 2.5

$$\rho_v = \frac{m_v}{v_v}$$

Avec :

Equation 2.6

$$v_v = \frac{m_e}{\rho_e}$$

D'où finalement :

Equation 2.7

$$\rho_v = \frac{m_v}{m_e} . \rho_e$$

Finalement, la masse volumique en vrac d'un granulat végétal est considérée égale à la valeur moyenne mesurée sur trois échantillons.

4.1.2. Masse volumique des particules

La masse volumique des particules est la masse volumique correspondant à une particule isolée, c'est-à-dire sa partie solide et ses vides intra-particulaires. Comme déjà évoqué dans la partie bibliographique, la littérature propose plusieurs méthodes pour la déterminer. La

méthode utilisée dans notre cas sera une adaptation visant à améliorer la méthode pycnométrique avec du sable fin déjà utilisée par (Monreal et al., 2011) et (Karaky et al., 2017). Etant donné que notre méthode possède sa propre spécificité, elle sera développée en détail dans ce qui suit. Cette méthode consiste à déterminer le volume réel (volume des particules) d'une quantité représentative de granulats végétaux de masse connue en les « noyant » dans du sable très fin afin d'éliminer tous les vides inter-particulaires, sans saturer la porosité intra-particulaire. Connaissant la masse et le volume réel des particules, la masse volumique des particules peut être déduite.

4.1.2.1. Matériels et matériaux de l'essai

Les matériels et matériaux nécessaires à la mise en œuvre de l'essai sont :

- Un densitap MA.TEP destiné à la mesure de densité tassée des poudres ou des granulés et qu'on a adapté avec une éprouvette graduée en plastique de 2000 ml ;
- Un bécher gradué de 1000 ml ;
- Du sable fin (dans notre cas, du sable de Fontainebleau avec des grains inférieurs à 315 µm) ;
- Des échantillons secs de granulats végétaux (séchés à l'étuve à 60 °C jusqu'à stabilisation de masse), échantillonnés par quartage.

4.1.2.2. Protocole de l'essai et validation

Les principales étapes du protocole de l'essai sont décrites sur la Figure 2.14 ci- dessous :

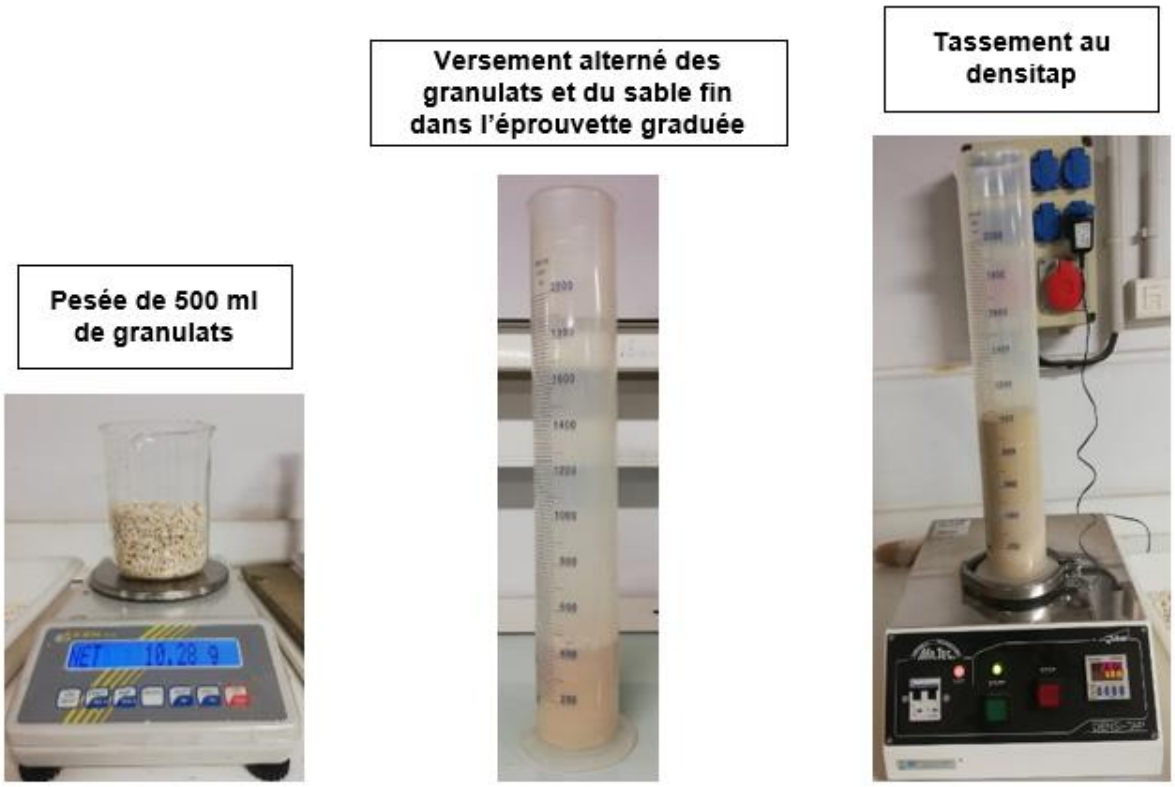

Figure 2.14. Principales étapes de détermination de la masse volumique des particules.

Avant l'essai proprement dit, la première partie consiste à déterminer la masse et la masse volumique du sable fin compacté de la même manière qu'avec son mélange avec les granulats, dans l'éprouvette graduée à un volume identique de 1000 ml. Pour ce faire :

1. Verser du sable fin dans l'éprouvette graduée jusqu'à un niveau entre 1000 et 1040 ml ;

2. Tasser l'ensemble constitué de l'éprouvette et du sable fin en 500 coups à l'aide du densitap ;

3. Reprendre 3 fois les étapes 1 et 2. Lors de la troisième répétition, faire en sorte que le niveau final du sable s'arrête à 1000 ml ;

4. Peser l'ensemble constitué de l'éprouvette et du sable ($m_{ép+sseul}$). Déduire la masse de sable seul (m_{sseul}) ;

5. Connaissant le volume (v_{sseul} = 1000 ml) du sable seul, calculer la masse volumique (ρ_{sseul}) du sable seul par l'Equation 2.8 :

Equation 2.8

$$\rho_{sseul} = \frac{m_{sseul}}{v_{sseul}}$$

6. Répéter 3 fois l'essai et faire la moyenne des masses volumiques obtenues.

Pour la détermination de la masse volumique des particules, les étapes détaillées sont les suivantes :

0. Déterminer la masse volumique compactée des sables fins comme décrit précédemment ;

1. Peser dans le bécher gradué de 1000 ml environ 500 ml de particules de granulat sec (m_p) ;

2. Peser à vide l'éprouvette graduée en plastique de 2000 ml ($m_{ép}$) ;

3. Verser dans l'éprouvette environ 1/10ème du granulat pesé (environ 50 ml du granulat) ;

4. Verser du sable fin dans l'éprouvette graduée de manière à couvrir les granulats précédemment versés. Secouer légèrement pour permettre l'écoulement des grains de sable à travers les vides inter-particulaires des granulats. Cette quantité de sable ne doit pas dépasser 75 ml ;

5. Répéter 10 fois les étapes 3 et 4 jusqu'à épuisement des 500 ml de granulats ;

6. Compléter en versant du sable dans l'éprouvette jusqu'à arriver à un niveau entre 1000 et 1040 ml ;

7. Tasser l'ensemble en 500 coups à l'aide du densitap ;

8. Reprendre 3 fois les étapes 6 et 7. Lors de la troisième répétition, faire en sorte que le niveau final du sable s'arrête à 1000 ml. Le tassement en 500 coups trois fois de suite a été retenu car, en observant la paroi de l'éprouvette, c'est le nombre de coups qui permet un enrobage total des granulats par le sable fin ;

9. Peser l'ensemble constitué de l'éprouvette, du sable et des granulats ($m_{ép+s+p}$). Déduire la masse de l'ensemble constitué du sable et des granulats (m_{s+p}) ;

10. Calculer le volume des particules de granulats (v_p) égal au volume de sable retiré entre les étapes 0 et 9 à partir de l'Equation 2.9 :

Equation 2.9

$$v_p = \frac{\left(m_{sseul} + m_p - m_{s+p}\right)}{\rho_{sseul}}$$

11. Connaissant la masse (m_p) et le volume (v_p) des particules, calculer leur masse volumique (ρ_p) à partir de l'Equation 2.10 :

Equation 2.10

$$\rho_p = \frac{m_p . \rho_{sseul}}{\left(m_{sseul} + m_p - m_{s+p}\right)}$$

12. Répéter 10 fois l'essai avec 10 échantillons de granulats secs différents et faire la moyenne des masses volumiques des particules obtenues.

Que ce soit pour la détermination de la masse et de la masse volumique du sable fin seul ou de la masse volumique des particules, le coefficient de variation doit être inférieur à 5% pour que la moyenne des valeurs obtenues soit considérée comme représentative. Dans le cas contraire, le protocole est répété jusqu'à satisfaction de ce critère.

Afin de valider cette méthode, les résultats ont été comparés avec les résultats existants dans la littérature sur les mêmes types de granulats que ceux que nous utilisons, et nous avons également utilisé notre protocole sur des chènevottes de chanvre brutes ou vieillies par immersion dans l'eau utilisées dans Glé et al. (2021), et nos résultats ont été comparés avec les leurs sur 3 méthodes utilisés par leurs soins (par porosimétrie à mercure, Geopyc et tomographie au rayon X). Ces résultats seront présentés dans le paragraphe 4.2.2.

4.1.3. Masse volumique du solide

Comme son nom l'indique, la masse volumique absolue ou masse volumique du solide est le rapport entre la masse et le volume du squelette solide d'une particule sans les porosités intra-particulaires. Habituellement, comme cela est mentionné dans la partie bibliographique, elle est déterminée à partir de la méthode du pycnomètre. Dans cette étude, une méthode alternative a été développée en déduisant la masse volumique du solide à partir des masses volumiques de ses composants chimiques élémentaires. Les résultats pourront être ensuite comparés avec les résultats de la littérature afin d'évaluer la pertinence de la méthode.

Les composants chimiques considérés pour déterminer la masse volumique du solide sont la cellulose, les hémicelluloses, les lignines, les minéraux et les hydrosolubles extraits à pH 7. Les méthodes pour déterminer ces composants chimiques dans le granulat sont présentées dans le paragraphe 2.1 de ce chapitre.

En prenant comme hypothèse que la partie solide sèche des granulats n'est formée que par de la cellulose, des hémicelluloses, des lignines, des minéraux et des hydrosolubles extraits à pH 7, la masse volumique du solide (ρ_s) est calculée à partir de la relation de l'Equation 2.11 :

Equation 2.11

$$\frac{1}{\rho_s} = \sum \frac{w_i}{\rho_i}$$

Avec :

w_i : la teneur massique du composant i (cellulose, hémicelluloses, lignines, minéraux, hydrosolubles extraits à pH 7) par rapport à la somme des teneurs de ces 5 composants dans le granulat végétal analysé ;

ρ_i : la masse volumique du composant i (cellulose, hémicelluloses, lignines, minéraux, hydrosolubles extraits à pH 7).

Les masses volumiques de chaque composant chimique utilisées pour notre calcul sont prises égales à la moyenne de leurs masses volumiques rencontrées dans la littérature. Afin de voir la diversité des résultats dans la littérature, le Tableau 2.4 ci-dessous résume les valeurs minimales et maximales recensées des masses volumiques de chaque composant, ainsi que leurs moyennes calculées qui seront utilisées dans cette étude.

Tableau 2.4. Valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques des composants chimiques des matériaux ligno-cellulosiques issues de la littérature et utilisées pour la détermination de la masse volumique du solide.

Composants chimiques	Masse volumique (kg.m^{-3})			Références
	Min	Max	Moyenne	
Cellulose	1450	1630	1543	(Barnett and Jeronimidis, 2009; Bouasker et al., 2014; Chabannes et al., 2015; Ehrnrooth, 1984; Nozahic et al., 2012; Qi et al., 2020; Rowell, 2012; Salas et al., 1986; Sun, 2005; Terashima et al., 2009)
Hémicelluloses	1457	1622	1516	
Lignines	1278	1397	1347	
Minéraux	1500	1740	1595	
Hydrosolubles	1500	1560	1535	

Pour valider cette méthode, comme pour la masse volumique des particules, celle-ci sera appliquée sur les deux chènevottes de chanvre, brutes (L) et vieillies (LM), comme dans l'article de Glé et al. (2021), et les résultats seront comparés avec ceux obtenus à partir des 4 méthodes décrites dans cette référence (pycnométrie N_2, porosimétrie Hg, pycnométrie He, pycnométrie He* (résultats obtenus sur des poudres de particules broyées)). Les résultats de ces comparaisons seront présentés dans le paragraphe 4.2.3.

4.1.4. Masse volumique compactée à l'état humide puis séchée

L'idée de cette caractérisation est de simuler le comportement réel des granulats en contact avec l'eau et sous compaction comme c'est le cas lors de la fabrication des éprouvettes de béton végétal et d'en tirer après séchage la masse volumique qui en découle. Les équipements

et le protocole nécessaires à la mise en œuvre de cette nouvelle méthode sont présentés dans les paragraphes suivants.

4.1.4.1. Matériels et matériaux de l'essai

Les matériels et matériaux nécessaires à l'essai sont :

- Un filet ou sac perméable ;
- Un bac rempli d'eau ;
- Un moule cubique 15 × 15 × 15 cm^3 facilement démontable équipé d'une rehausse de 7,5 cm de hauteur et d'un piston de compression (Figure 2.15) ;
- Une charge de compactage de masse modifiable ;
- Des grilles métalliques carrées 14 × 14 cm^2 à mettre en fond du moule ;
- De l'huile de démoulage ;
- Des échantillons secs de granulats végétaux échantillonnés par quartage.

Figure 2.15. Moule cubique 15 × 15 × 15 cm^3 (gauche), rehausse de 7,5 cm (milieu) et piston (droite) utilisés pour la détermination de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchée et la fabrication des futurs blocs de bétons végétaux.

4.1.4.2. Protocole de l'essai

Les principales étapes de protocole de l'essai sont décrites sur la Figure 2.16 ci- dessous.

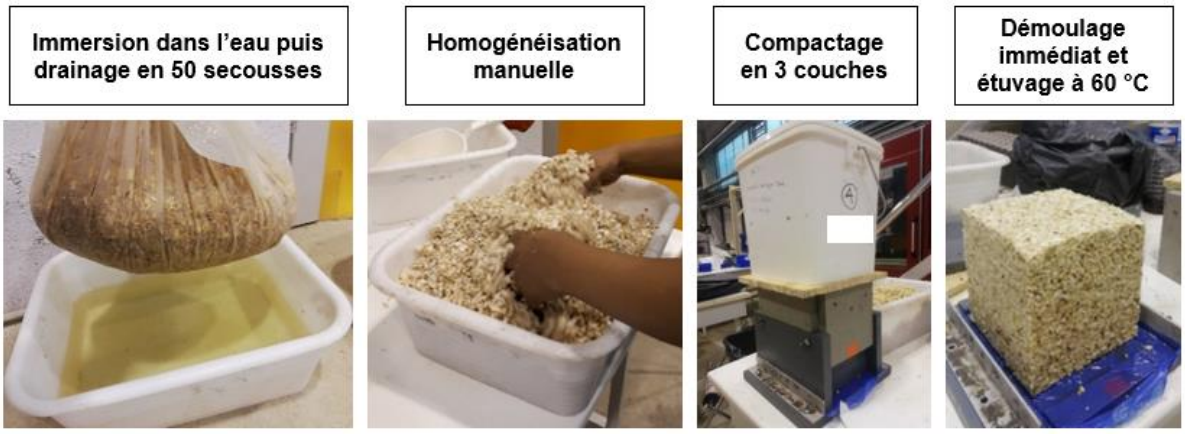

Figure 2.16. Principales étapes de détermination de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchée.

Les étapes successives sont détaillées ci-dessous :

1. Placer une quantité de granulats secs correspondant à peu près à 5 fois le volume du moule 15 × 15 × 15 cm^3 dans le filet perméable ;

2. Immerger totalement le filet contenant les granulats dans le bac rempli d'eau pendant 30 s (15 s pour les granulats hyper-absorbants comme par exemple la moelle de tournesol) ;

3. Secouer de bas en haut 50 fois le filet contenant les granulats mouillés afin d'éliminer l'excès d'eau ;

4. Mélanger à la main le granulat mouillé pour homogénéiser ;

5. Peser la grille métallique à placer au fond du moule et appliquer de l'huile de démoulage sur tous ses parois intérieures ;

5. Verser une quantité de granulats humides correspondant à un peu plus du tiers du volume moule dans celui-ci ;

6. Compacter à l'aide du piston en plaçant la charge de compaction au-dessus pendant 15 s. Commencer par une charge de 3 kg ;

7. Scarifier manuellement la surface supérieure après compactage pour assurer la liaison avec la couche suivante ;

8. Reprendre 3 fois les étapes 5, 6 et 7 jusqu'à remplir totalement le moule (sans l'étape 7 pour la troisième répétition) ;

9. Démouler immédiatement ;

10. Si l'éprouvette se tient toute seule, continuer la suite de la procédure. Sinon, reprendre la procédure à partir de l'étape 5 en ajoutant 3 kg de plus à la charge de compactage et ainsi de suite jusqu'à ce que l'éprouvette arrive à se tenir toute seule après démoulage immédiat ;

11. Peser l'ensemble constitué de la grille métallique servant de support et de l'éprouvette de granulats humides compactés. La masse humide de l'éprouvette des granulats compactés (m_{ghum}) est obtenue en déduisant la masse du support métallique initialement pesée ;

12. Mettre à l'étuve à 60°C l'éprouvette sur son support métallique jusqu'à stabilisation de masse (séchage), c'est-à-dire jusqu'à une variation de masse inférieure à 0,1% entre 2 pesées successives et espacées de 24 h. La masse finale sèche de l'éprouvette de granulats secs (m_{gsec}) est obtenue en déduisant de la masse stabilisée la masse du support métallique initialement pesée ;

13. Calculer les 3 dimensions de l'éprouvette cubique en faisant à chaque fois la moyenne de 3 mesures pour une dimension. Les trois mesures sont faites près des 2 bords d'une surface et à son milieu. Calculer le volume (v_{gsec}) de l'éprouvette de granulat sec à partir des 3 dimensions obtenues ;

14. Calculer la masse volumique (ρ_{comp}) de l'éprouvette de granulats compactés à l'état humide à partir de l'Equation 2.12 suivante :

Equation 2.12

$$\rho_{comp} = \frac{m_{gsec}}{v_{gsec}}$$

15. Fabriquer trois éprouvettes à partir du granulat mouillé obtenu à l'étape 4 et réitérer les mêmes calculs puis faire la moyenne des masses volumiques compactées humides obtenues.

La moyenne obtenue est considérée comme représentative si le coefficient de variation calculé est inférieur à 5%. Si le résultat ne satisfait pas ce critère, il faut refaire l'essai jusqu'à l'obtenir.

4.1.5. Porosités

A partir des différentes masses volumiques définies précédemment, les porosités dans un arrangement en vrac de granulats ou d'une particule isolée peuvent être déduites.

4.1.5.1. Porosités inter-particulaire, intra-particulaire et totale de l'arrangement en vrac de granulats

Les porosités inter- et intra-particulaires (n_{inter} et n_{intra}) sont respectivement déterminées à partir des Equations Equation ***2.13*** et Equation ***2.14*** suivantes :

Equation 2.13

$$n_{inter} = \left(1 - \frac{\rho_v}{\rho_p}\right).100$$

Equation 2.14

$$n_{intra} = \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_s}\right).\frac{\rho_v}{\rho_p}.100$$

Avec :

ρ_v : la masse volumique en vrac (kg.m^{-3}) ;

ρ_p : la masse volumique des particules (kg.m^{-3}) ;

ρ_s : la masse volumique du solide (kg.m^{-3}).

La porosité totale (n_{totale}) est la somme des porosités inter- et intra-particulaires et elle est déterminée à partir de l'Equation 2.15 :

Equation 2.15

$$n_{totale} = n_{inter} + n_{intra} = \left(1 - \frac{\rho_v}{\rho_s}\right).100$$

Avec :

ρ_v : la masse volumique en vrac (kg.m^{-3}) ;

ρ_s : la masse volumique du solide (kg.m^{-3}).

4.1.5.2. Porosité particulaire

Les porosités définies précédemment dépendent de l'arrangement en vrac des granulats, tandis que la porosité particulaire (n_p), c'est-à-dire la porosité d'une particule isolée, est intrinsèque à chaque granulat. Elle est déterminée comme suit :

Equation 2.16

$$n_p = \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_s}\right).100$$

Avec :

ρ_p : la masse volumique des particules (kg.m^{-3}) ;

ρ_s : la masse volumique du solide (kg.m^{-3}).

4.2. Résultats

4.2.1. Masse volumique en vrac

Les résultats des masses volumiques en vrac que nous avons mesurées et ceux de la littérature sont résumés dans le Tableau 2.5.

Tableau 2.5. Comparaison des masses volumiques en vrac mesurées des granulats végétaux sélectionnés avec les résultats existant dans la littérature (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces masses volumiques).

Granulats végétaux	Masse volumique en vrac ($kg.m^{-3}$)		Références
	Mesurée	Littérature	
Sarments de vigne (SV)	319 ± 5	-	-
Ecorce de tournesol (ET)	135 ± 1	98 - 168	(Bourdot et al., 2019; Lagouin et al., 2019; Nozahic et al., 2012; Nozahic and Amziane, 2012)
Tige de miscanthus (TM)	119 ± 2	78 - 119	(Chen et al., 2017)
Anas de lin (AL)	115 ± 2	90 - 141	(Aamr-Daya et al., 2008; Benmahiddine et al., 2020; Garikapati and Sadeghian, 2018, 2020; Khazma et al., 2008, 2011, 2014; Rahim et al., 2016a; Viel et al., 2018)
Chènevotte (CHEN)	100 ± 1	70 - 163	(Laborel-Préneron et al., 2018; Magniont et al., 2012; Chabannes et al., 2015; Nozahic et al., 2012; Cérézo, 2005; Dinh, 2014; Dinh et al., 2015; Arnaud and Gourlay, 2012; Nguyen et al., 2009; Evrard, 2008; Laborel-Préneron et al., 2017; Tronet et al., 2014; Niyigena et al., 2016; Kidalova et al., n.d.; Diquélou et al., 2016; Arizzi et al., 2015; Stevulova et al., 2014; Youssef et al., 2015; Niyigena et al., 2019; Delannoy et al., 2018; Stevulova et al., 2013; Williams et al., 2018; Strandberg-de Bruijn and Johansson, 2014; Gourlay et al., 2017; Tronet et al., 2016; Williams et al., 2016; Sheridan et al., 2017; Rahim et al., 2016b; Viel et al., 2019, 2018; Colinart et al., 2020; Bourdot et al., 2019; Niyigena et al., 2018; Bütschi, 2003)
Paille de coriandre (PC)	74 ± 2	-	-
Menues pailles de blé (MP)	56 ± 1	-	-
Spathes de maïs (SM)	51 ± 2	-	-
Paille de blé (PB)	42 ± 1	30 - 54	(Bouasker et al., 2014; Viel et al., 2018)
Moelle de tournesol (MT)	20 ± 0	14 - 20	(Abbas et al., 2020; Magniont et al., 2012)

Quatre des granulats de type 1 (PB, SM, MP et PC), qui ont été qualifiés de très allongés, induisant une forte porosité inter-particulaire, ce qui explique leur masse volumique apparente assez faible (comprise entre 42 et 74 $kg.m^{-3}$). Les granulats de type 2 (CHEN, AL, TM et ET) ont une morphologie comparable mais un peu plus courte que celle du type 1, avec un

arrangement des granulats plus serré, d'où leur masse volumique en vrac plus élevée (comprise entre 100 et 135 kg.m^{-3}). Enfin, pour la MT type 3, malgré un arrangement granulaire serré, sa porosité intra-particulaire est très forte, donc sa masse volumique en vrac reste très faible (20 kg.m^{-3}). A l'inverse, les SV sont de type 1 mais très dense. De ce fait, en dépit de leur forte porosité inter-particulaire, leur masse volumique en vrac reste élevée (319 kg.m^{-3}).

Par comparaison de nos résultats avec ceux existant dans la littérature et présentés dans le Tableau 2.5, on remarque que nos résultats sont tous compris entre les intervalles des valeurs trouvées dans la littérature. À titre d'exemple, pour les anas de lin (AL) qui sont les granulats les plus étudiés après la chènevotte (CHEN), la masse volumique de 115 kg.m^{-3} que nous avons mesurée est comprise entre la fourchette de valeur de 90 à 141 kg.m^{-3} trouvée dans la littérature.

D'autre part, les coefficients de variation des valeurs que nous avons obtenues varient de 0,7% à 3,1% de la valeur moyenne. Ils sont donc tous inférieurs à 5%, ce qui montre une bonne représentativité des moyennes calculées sur les échantillons.

4.2.2. Masse volumique des particules

Les résultats des masses volumiques des particules à partir de la méthode pycnométrique au sable fin développée dans le cadre de ce travail sont résumés dans le Tableau 2.6.

Tableau 2.6. Masses volumiques des particules des granulats végétaux sélectionnés (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces masses volumiques).

Granulats végétaux	Masse volumique des particules (kg.m^{-3})
Sarments de vigne (SV)	779 ± 8
Spathes de maïs (SM)	444 ± 12
Paille de blé (PB)	436 ± 9
Anas de lin (AL)	433 ± 4
Menues pailles de blé (MP)	430 ± 10
Ecorce de tournesol (ET)	425 ± 2
Tige de miscanthus (TM)	387 ± 2
Paille de coriandre (PC)	275 ± 2
Chènevotte (CHEN)	248 ± 1
Moelle tournesol (MT)	56 ± 2

Ces résultats permettent bien d'expliquer les masses volumiques en vrac précédentes avec des particules de SV les plus denses (779 kg.m^{-3}) et des particules de MT les plus légères (56 kg.m^{-3}). En effet, les SV ont des microstructures similaires aux bois feuillus avec au cœur des cellules fibreuses à parois épaisses assurant la résistance mécanique, et sur les périphériques des cellules parenchymateuses stockant les matières nutritives (Rajeha, 2015). La MT qui est

la partie interne tendre de la tige, quant à elle, a une structure alvéolaire, avec des pores assez grossiers (supérieurs à 100 µm) et des parois minces (cf. Chapitre 1, § 2.4.1). Entre ces deux extrêmes, on observe une gamme de masses volumiques similaires, comprises entre 425 et 444 kg.m^{-3}, et composée par ordre décroissant des SM, PB, AL, MP, et ET. Ces particules sont caractérisées par des microstructures tubulaires. Les spathes et les pailles (SM, PB, et MP) sont formées de l'extérieur vers l'intérieur par des sclérenchymes, des parenchymes et des faisceaux vasculaires avec des pores multi-échelles et 2 à 100 µm et des parois cellulaires minces (Bouasker et al., 2014; A. Laborel-Préneron et al., 2018). Les AL et l'ET sont constitués respectivement par les parties boisées de la paille de lin et de la tige de tournesol, avec des pores plus ou moins homogènes pour les AL (entre 15 to 33 µm), et des phloèmes et xylèmes avec des pores compris entre 10 to 80 µm pour l'ET (cf. Chapitre 1, § 2.4.1). Les particules de TM (387 kg.m^{-3}) sont moins denses que la gamme précédente à cause de la forte porosité de la partie interne de la tige (pores entre 30 et 50 µm), malgré une partie externe plus dense (Chen et al., 2017). Enfin, la PC et la CHEN sont les granulats les moins denses (275 kg.m^{-3} et 248 kg.m^{-3}, respectivement) après la MT. Ces résultats peuvent être expliqués par la partie centrale moelleuse de structure alvéolaire de la PC, et de la structure tubulaire des phloèmes et xylèmes de la CHEN avec des gros vaisseaux d'environ 50 µm. Les valeurs moyennes des masses volumiques des particules sont toutes considérées comme représentatives, leurs coefficients de variation étant tous inférieurs à 5% (entre 0,5% et 2,9%).

Pour les cinq granulats de l'étude ayant des données existantes dans la littérature (Tableau 1.4 du Chapitre 1), les valeurs sont globalement du même ordre de grandeur même si des différences ont tout de même été observées dans certains cas, attribuables pour la plupart à des méthodes de mesure distinctes.

- Pour les anas de lin (AL), la différence entre la valeur de de notre étude (433 kg.m^{-3}) et celle de Rahim et al. (2015) de 374 kg.m^{-3} pourrait être expliquée par une surestimation de volume considéré par la méthode de pycnomètre au mercure (Glé et al., 2021) et/ou par des différences de variétés des anas de lin .
- Pour l'écorce de tournesol (ET), la masse volumique des particules de notre étude, égale à 425 kg.m^{-3}, est plus élevée que celle de Nozahic (2012) de 296 kg.m^{-3}. Cet écart pourrait être dû à une surestimation du volume considéré par Nozahic (2012) lors des prélèvements d'écorce de tournesol de géométrie parallélépipédique sur la tige.
- Pour la tige de miscanthus (TM), la valeur de 387 kg.m^{-3} obtenue est aussi plus élevée que celles de (Chen et al., 2017) qui sont comprises entre 222 et 250 kg.m^{-3}. Néanmoins, dans cette étude la mesure du volume des particules a été réalisée par pesée hydrostatique ce qui pourrait conduire à une surestimation liée au gonflement des granulats.
- Pour la chènevotte (CHEN), la valeur de notre étude de 248 kg/m^3 est de même ordre de grandeur que les résultats trouvés dans la littérature (entre 250 et 320 kg.m^{-3}).
- Pour la moelle de tournesol (MT), la valeur de notre étude est de 56 kg.m^{-3} contre 35 kg.m^{-3} respectivement pour Nozahic (2012). Ces différences pourraient provenir des variétés des moelles, mais également d'une surestimation de volume des échantillons prélevés sur la tige pour la méthode de Nozahic (2012), ou d'une sous-estimation de volume des échantillons due à une légère pénétration des sables fins dans les gros pores des particules de moelle dans notre cas.

Afin de pouvoir valider la méthode pycnométrique au sable fin proposée dans ces travaux, elle a été appliquée sur huit chènevottes différentes, caractérisées dans (Glé et al., 2021). Nos résultats sont comparés à ceux qu'ils ont obtenus *via* trois méthodes différentes : la porosimétrie au mercure, le Geopyc et la tomographie aux rayons X. Une quatrième méthode acoustique a aussi été utilisée dans l'article mais ses résultats aberrants, toujours trop élevés ont été écartés car les absorptions acoustiques se produisent autant dans les porosités inter-particulaires qu'intra-particulaires.

Les chènevottes utilisées sont réparties en deux groupes. Le premier groupe est référencé LXY : il correspond à des chènevottes brutes de dimensions comprises entre X mm (petite taille) et Y mm (grande taille). Le deuxième groupe est référencé LXYM, correspondant à des chènevottes vieillies par immersion dans l'eau pendant 8 jours, de dimensions comprises entre X mm (petite taille) et Y mm (grande taille). L et LM représentent respectivement les chènevottes brutes et vieillies, en vrac (c'est-à-dire sans séparation granulométrique préalable). L4+ et L4+M représentent respectivement les chènevottes brutes et vieillies de dimensions supérieures à 4 mm. Les huit chènevottes sont alors :

- Chènevottes brutes : L, L12, L24 et L4+ ;
- Chènevottes vieillies : LM, L12M, L24M et L4+M.

La comparaison entre les résultats obtenus est représentée sur la Figure 2.17 ci-dessous.

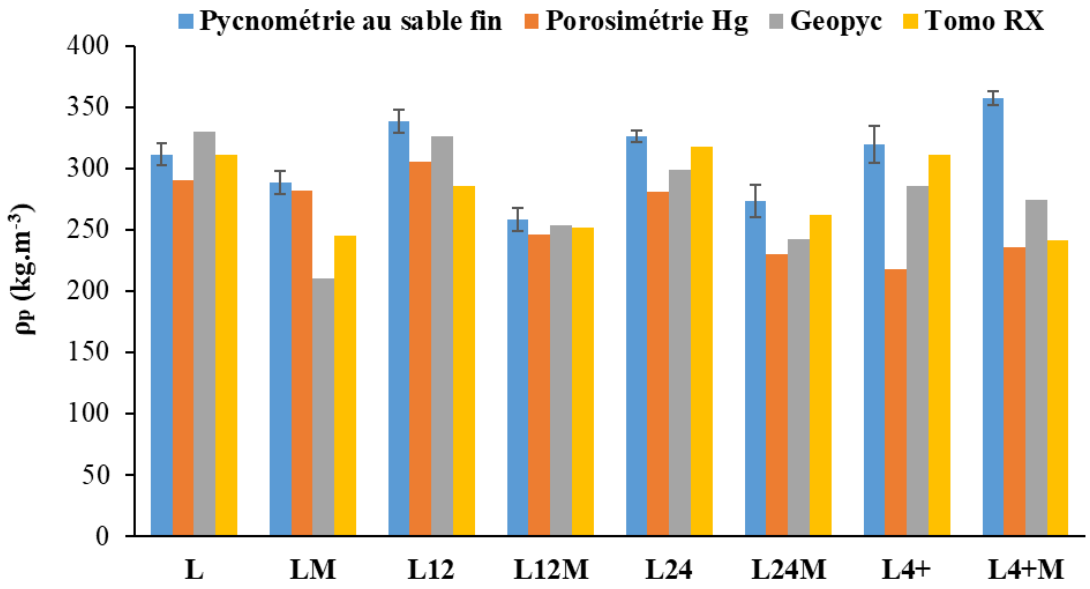

Figure 2.17. Comparaison des résultats de masse volumique des particules, obtenus avec quatre méthodes différentes et sur huit chènevottes différentes (Glé et al., 2021).

Les résultats de Glé et al. (2021) ne présentent pas d'écart-types. Néanmoins, les valeurs moyennes permettent d'avoir un ordre de grandeur. Nos résultats par pycnométrie au sable fin se trouvent dans les mêmes ordres de grandeur que les trois des autres méthodes, avec un écart inférieur à 16% pour la plupart des chènevottes sauf pour LM (écart de 27% par rapport au Geopyc), L4+ (écart de 32% par rapport à la porosimétrie au mercure) et L4+M (écart compris entre 23 et 34% par rapport aux trois méthodes). Les résultats de la porosimétrie au mercure

sont généralement les plus bas, associés selon Glé et al. (2021) à une surestimation du volume des granulats, le mercure ne remplissant pas la totalité des pores inter-particulaires à cause de la faible pression utilisée pour la mesure. Le Geopyc et la tomographie aux rayon X donnent des moyennes plus proches des nôtres, mais les échantillons testés (Geopyc) ou observés (tomographie aux rayons X) pourraient ne pas être représentatifs des chènevottes. En effet, la méthode Geopyc consiste à utiliser un pycnomètre MICROMERITICS GeoPyc 1360, à tourner et agiter la petite chambre cylindrique (1,27 cm de diamètre, 6 cm de longueur et 7.6 cm^3 de volume) contenant l'échantillon et le Dry Flo (un quasi-fluide composé de petites sphères rigides ayant un haut degré de fluidité) tout en comprimant le tout à l'aide d'un piston avec une force de 5 N. Comparés aux 500 ml d'échantillons utilisés avec la méthode pycnométrique au sable, les petits échantillons employés pour le Geopy (< 7,6 ml) ou observés pour la tomographie aux rayons X (une particule) pourraient ne pas être suffisants pour être statistiquement représentatifs des granulats.

La différence entre la masse volumique des particules de chènevottes vieillies et brutes avec notre méthode montre également une même tendance de diminution qu'avec les autres méthodes (à l'exception tout de même des lots L4+ et L4+M comparés entre eux, mais cette anomalie n'est pas liée à la méthode de pycnométrie au sable fin puisque la même évolution est observée par porosimétrie à mercure) Figure 2.18.

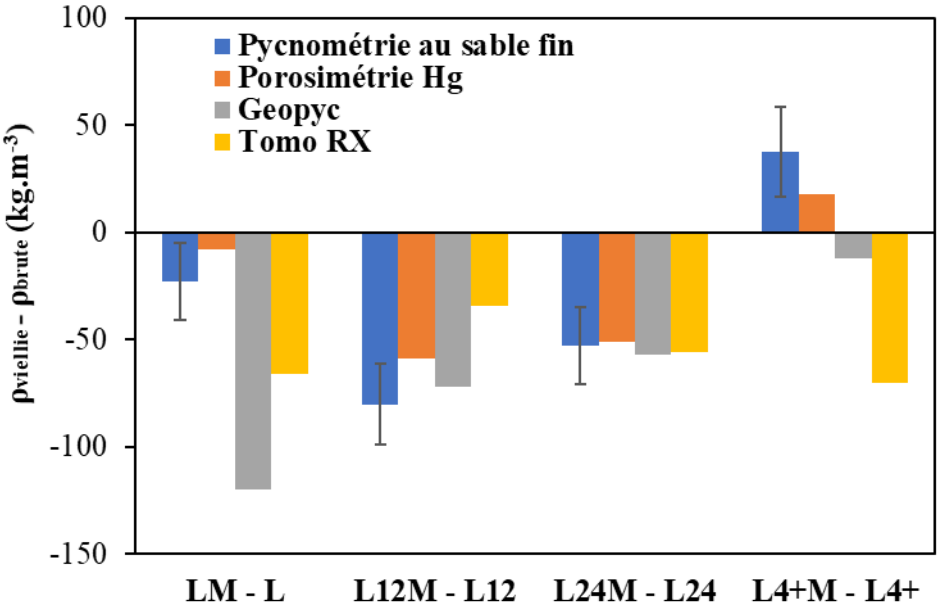

Figure 2.18. Différences entre les masses volumiques des particules de chènevottes vieillies et brutes (Glé et al., 2021).

Cette comparaison des résultats nous permet de valider notre méthode. En plus du fait qu'elle résout le problème de représentativité des granulats testés, notre méthode est également facile d'utilisation avec un faible coût par rapport à la porosimétrie au mercure, le Geopyc ou la tomographie aux rayons X.

4.2.3. Masse volumique du solide

Le Tableau 2.7 suivant résume les valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques du solide des granulats végétaux, calculées respectivement à partir des valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques de leurs composants chimiques, et classées par ordre décroissant.

Tableau 2.7. Valeurs minimales, maximales et moyennes des masses volumiques du solide des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des moyennes ces masses volumiques).

Granulats végétaux	**Masse volumique du solide (kg.m^{-3})**		
	Min	**Max**	**Moyenne**
Moelle de tournesol (MT)	1461	1623	1536
Spathes de maïs (SM)	1451	1610	1523
Paille de blé (PB)	1446	1603	1519
Menues pailles de blé (MP)	1444	1596	1515
Ecorce de tournesol (ET)	1437	1596	1515
Tige de miscanthus (TM)	1432	1593	1509
Sarment de vigne (SV)	1432	1579	1504
Chènevotte (CHEN)	1423	1582	1502
Anas de lin (AL)	1423	1581	1500
Paille de coriandre (PC)	1423	1579	1500

On remarque que les résultats des masses volumiques du solide ne présentent pas de différences significatives entre les granulats. Elles varient entre 1500 et 1536 kg.m^{3} pour la valeur moyenne respectivement pour la paille de coriandre et la moelle de tournesol (MT). En effet, les valeurs minimales, maximales ou moyennes des masses volumiques des composants chimiques utilisées sont proches les unes des autres, à l'exception des lignines qui sont plus faibles (1278 kg.m^{-3}, 1397 kg.m^{-3} et 1347 kg.m^{-3} respectivement comme valeur minimale, maximale et moyenne) (cf. § 4.1.3). Cependant, pour tous les granulats, les teneurs massiques en lignines étant comparables et peu élevées (comprises entre 5,9% et 17,4 %), la dispersion des masses volumiques de solide d'un granulat à l'autre reste faible. Il a été aussi prouvé que la méthode de Van Soest que nous avons utilisée pour déterminer de quantité de lignine est assez fiable par rapport à d'autres méthodes, malgré sa non quantification des lignines solubles (ASL) qui sont considérées comme négligeables (cf. § 2.2.1).

Comparées aux valeurs dans le Tableau 1.4 du Chapitre 1, on remarque que la majorité des résultats de la littérature sont de même ordre de grandeur ou comprises entre les intervalles minimaux et maximaux déduits avec notre méthode. À titre d'exemple, pour la paille de blé (PB), sa masse volumique du solide de 1478 kg.m^{-3} mesurée par la méthode pycnométrique par Viel et al. (2018) est bien comprise entre nos intervalles 1446 et 1603 kg.m^{-3}. La plupart des masses volumiques du solide des chènevottes (CHEN) mesurées au pycnomètre dans la

littérature sont comprises entre 1465 et 1540 kg.m^{-3}. Ces valeurs sont toutes comprises entre les valeurs minimales et maximales déduites avec notre méthode (1423 et 1582 kg.m^{-3} respectivement). Pour l'anas de lin (AL), la masse volumique du solide mesurée par Viel et al. (2018) avec la méthode pycnométrique est de 1342 kg.m^{-3}. Cette valeur est un peu plus basse que l'intervalle obtenu par notre méthode (entre 1423 et 1581 kg.m^{-3}). Cette différence peut être expliquée par une surestimation du volume de squelette solide avec la méthode du pycnomètre qui ne détecte pas les pores fermés. De plus, la teneur en lignines de l'anas de lin utilisé par Viel et al. (2018) est de 21%, ce qui est plus élevé que plus élevée que la nôtre (16%). Cela souligne encore l'importance de la précision de la quantification des composants chimiques (surtout les lignines) avec notre méthode. En conclusion, étant donné que les intervalles minimaux et maximaux des masses volumiques du solide des granulats calculés englobent les résultats de la littérature, les valeurs moyennes obtenues avec notre méthode pourraient être des bonnes approximations.

La comparaison entre les résultats obtenus *via* notre méthode et les quatre méthodes de l'article de Glé et al. (2021) est représentée sur la Figure 2.19 ci-dessous.

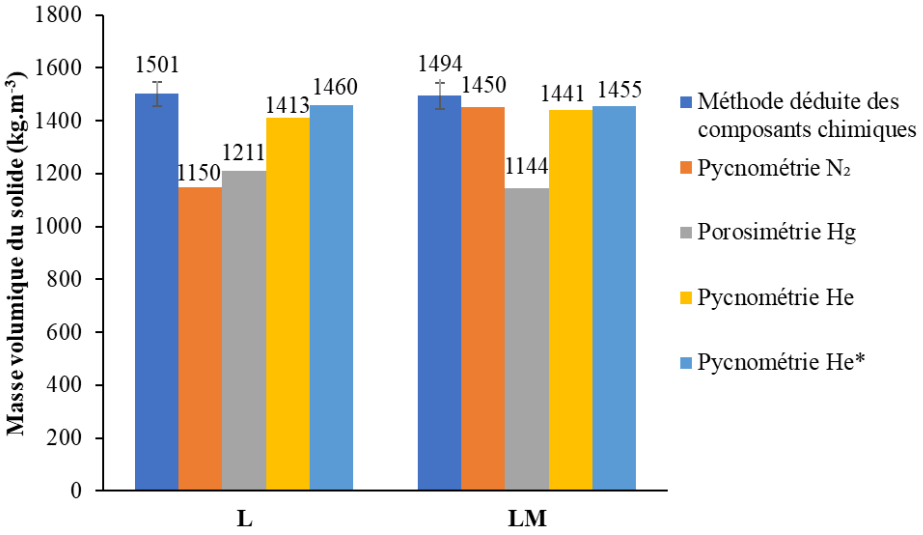

Figure 2.19. Comparaison des résultats de masse de volumique du solide, obtenue avec cinq méthodes différentes sur deux chènevottes différentes (L et LM) (Glé et al., 2021).

On remarque que les résultats de notre méthode déductive sur les deux chènevottes sont très proches de ceux obtenus avec les méthodes pycnométrique He (sans broyage des granulats) et He* (qui tient compte des pores fermés dans les granulats en broyant les particules). Les différences avec la pycnométrie He sont de 6 et 4% respectivement pour L et LM. Les différences avec la pycnométrie He* ne sont que de 3% pour les deux chènevottes. Les décalages plus importants avec les autres méthodes (pycnométrie N_2 et porosimétrie Hg) sont très vraisemblablement dus à la non prise en compte de ces pores fermés. Pour conclure, notre méthode permet donc d'évaluer correctement les masses volumiques du solide des granulats végétaux. Les résultats sont conformes à ceux obtenus dans la bibliographie par des méthodes de pycnométrie à gaz nécessitant un appareillage spécifique et coûteux. Dans tous les cas, la masse volumique du solide des granulats végétaux, de par l'homogénéité des masses volumiques des principaux composés pariétaux varie très peu d'un co-produit à un autre.

4.2.4. Masse volumique compactée à l'état humide puis séchée

Les données des masses volumiques compactées à l'état humide puis séchée ainsi que leur comparaison avec la masse volumique en vrac sont présentées sur la Figure 2.20 suivante.

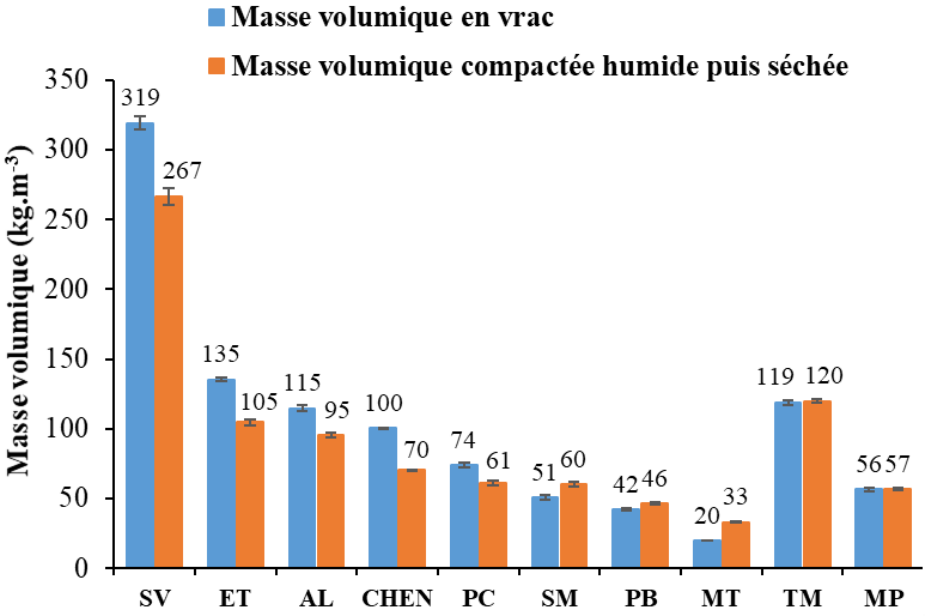

Figure 2.20. Comparaison de la masse volumique compactée humide puis séchée et de la masse volumique en vrac des granulats végétaux.

Dans la suite du paragraphe, nous parlerons seulement de *« masse volumique compactée »* pour évoquer cette masse volumique compactée à l'état humide puis séchée, ceci afin d'alléger l'appellation. La comparaison entre la masse volumique compactée et la masse volumique en vrac (Figure 2.20) met en évidence deux comportements distincts des granulats lorsqu'ils sont soumis à un compactage à l'état humide puis séchés. Le premier comportement est marqué par une masse volumique compactée plus faible que la masse volumique en vrac. C'est le cas notamment des sarments de vigne (SV), de l'écorce de tournesol (ET), des anas de lin (AL), de la chènevotte (CHEN) et de la paille de coriandre (PC). Ce premier comportement se traduit, comme explicité sur la Figure 2.21, par un gonflement et/ou foisonnement des granulats au contact avec l'eau, ce qui induit, en dépit de la compaction, que le volume résultant devient plus élevé que celui de l'arrangement en vrac, engendrant une masse volumique compactée plus faible que la masse volumique en vrac. Le second comportement donne des masses volumiques compactées plus élevées que les masses volumiques en vrac. C'est le cas pour les spathes de maïs (SM), la paille de blé (PB) et la moelle de tournesol (MT). En effet, pour ce second comportement, sous compaction à l'état humide, les granulats se réarrangent et s'écrasent de manière concomitante (Figure 2.21), nécessitant davantage de granulats pour arriver au même volume que le vrac, d'où la masse volumique compactée présentant une valeur plus élevée que celle du vrac. Lorsqu'il n'y a pas de différence significative entre la masse volumique compactée et la masse volumique en vrac comme c'est le cas avec la tige de miscanthus (TM) et les menues pailles de blé (MP), il y a vraisemblablement une neutralisation entre le gonflement et/ou foisonnement des granulats et leur réarrangement/écrasement même si une augmentation de l'effort de compaction pourrait

conduire au second comportement. Ces résultats montrent que les granulats végétaux ont des comportements variables sous compaction à l'état humide. Ceux-ci dépendent de leur porosité, de leur capacité d'absorption d'eau et de la rigidité de leur arrangement granulaire. Compte-tenu de ces différents comportements, la masse volumique compactée pourrait être un paramètre pertinent de formulation des bétons végétaux afin de déterminer le dosage volumique en granulats par m^3 de béton végétal.

Figure 2.21. Schéma de principe des différents comportements des granulats : gonflement et/ou foisonnement sous compaction à l'état humide (à gauche), arrangement en vrac (au milieu), et réarrangement et écrasement sous compaction à l'état humide (à droite).

4.2.5. Porosités

4.2.5.1. Porosités totale, inter-particulaire et intra-particulaire de l'arrangement en vrac des granulats

Les distributions des porosités inter- et intra-particulaires et de la partie solide dans un arrangement en vrac des granulats végétaux sélectionnés pour l'étude sont résumées dans la Figure 2.22 ci-dessous.

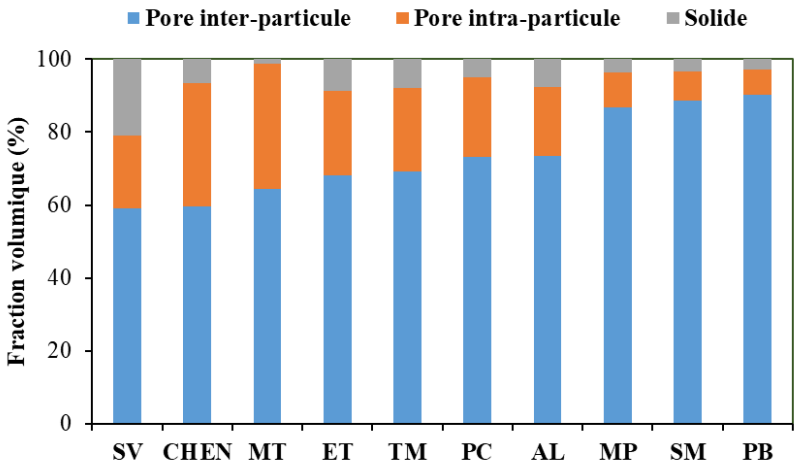

Figure 2.22. Fraction volumique de pore inter-particule, de pore intra-particule et de partie solide dans un arrangement en vrac des granulats végétaux sélectionnés pour l'étude.

De manière générale, un arrangement en vrac de granulats végétaux est très poreux avec une porosité totale (somme des porosités inter- et intra-particulaires) comprise entre 98,7% pour la moelle de tournesol (MT) et 78,8% pour les sarments de vigne (SV). Dans un

arrangement en vrac également, on remarque que les pores inter-particulaires sont majoritaires avec des pourcentages élevés pour les granulats allongés dont le comportement se rapprochent de fibres, de type 1 (porosité inter-particulaire comprise entre 73,1% pour la paille de coriandre et 90,3% pour la paille de blé). A l'inverse, les pores inter-particulaires sont limités pour les granulats fortement circulaires de type 3 (34,4% pour la moelle de tournesol) et moyennement circulaires de type 2 (entre 19,0% pour les anas de lin et 33,8% pour la chènevotte) dont les arrangements granulaires sont plus compacts. Par comparaison aux autres granulats, la forte proportion de partie solide des sarments de vigne (21,0%) explique les valeurs élevées de sa masse volumique en vrac et de sa masse volumique des particules.

Les données sur les porosités des granulats sont rares dans la littérature. Pour la chènevotte, qui est le granulat le plus étudié, nos résultats de la porosité totale (93,4%), de la porosité inter-particulaire (59,6%) et de la porosité intra-particulaire (33,8%) sont du même ordre de grandeur que ceux rencontrés dans la littérature : 90,0-92,0%, 55,0-61,0% et 32,0-37,0%, respectivement (Chapitre 1, Tableau 1.4). Ces résultats de la littérature sont souvent obtenus par tomographie au rayon X et par porosimétrie (au mercure ou à l'eau) peinant souvent à prendre en compte des pores fermés. Par rapport à ces méthodes, notre méthode par déduction à partir des masses volumiques a pour avantage d'être simple et rapide, permet d'avoir plus de données sur les porosités des granulats, à faible coût (pas de matériel complexe nécessaire) et fiable (résultats comparables à ceux des méthodes classiques).

Les pores de l'arrangement en vrac des granulats sont très importants pour les propriétés thermiques des granulats, et ce pour une utilisation éventuelle en tant qu'isolants en vrac. Néanmoins, pour une utilisation en tant que granulats végétaux dans des bétons végétaux, ces pores seront fortement réduits du fait de leur comblement par les liants et des réarrangements et écrasements des granulats, d'où la nécessité de déterminer la porosité d'une particule isolée. Les résultats obtenus sont exposés dans le paragraphe suivant.

4.2.5.2. Porosité particulaire

Les résultats des porosités particulaires des granulats végétaux sont présentés dans le Tableau 2.8 ci-dessous :

Tableau 2.8. Porosités particulaires des granulats végétaux (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de ces porosités particulaires).

Granulats végétaux	Porosité particulaire (%)
Moelle de tournesol (MT)	96,4 ± 7,8
Chènevotte (CHEN)	83,5. ± 4,8
Paille de coriandre (PC)	81,7 ± 4,7
Tige de miscanthus (TM)	74,4 ± 4,3
Ecorce de tournesol (ET)	71,9 ± 4,1
Menues pailles de blé (MP)	71,6 ± 5,2
Paille de blé (PB)	71,3 ± 5,1
Anas de lin (AL)	71,2 ± 4,4
Spathes de maïs (SM)	70,9 ± 5,5
Sarment de vigne (SV)	48,2 ± 2,8

La moelle de tournesol (MT) a la plus grande porosité particulaire, de 96,4%, due à sa microstructure atypique présentant des gros pores alvéolaires aux parois cellulaires très fines. La chènevotte (CHEN) et la paille de coriandre (PC) la suivent avec respectivement 83,5% et 81,7%. La chènevotte présente aussi une microstructure très poreuse, composée majoritairement de pores ouverts longitudinaux mais dont les parois sont plus épaisses que pour la moelle. Pour la paille de coriandre, il n'y pas de données explicites concernant sa microstructure. Par contre, la présence d'une partie moelleuse dans la partie centrale de la paille nous amène à penser à la microstructure de la moelle de tournesol pour sa partie interne. À part les sarments de vigne (SV) qui ont la plus faible porosité particulaire (48,2%), les porosités des autres granulats sont peu fluctuantes, comprises entre 70,9% pour les spathes de maïs (SM) et 74,4% pour la tige de miscanthus (TM).

Les valeurs des porosités particulaires des quatre granulats (CHEN, ET, AL et TM) qui avaient déjà été étudiés précédemment sont cohérentes avec les résultats de la bibliographie obtenus par déduction à partir des masses volumiques, par porosimétrie au mercure et par tomographie (Chapitre 1, Tableau 1.4). Cela permet de valider la méthode par déduction à partir des masses volumiques que nous avons proposées.

Comme discuté dans le Chapitre 1, la porosité particulaire est une propriété intrinsèque aux granulats, contrairement à la porosité de l'arrangement en vrac et à la porosité totale qui peuvent être modifiées en fonction de l'arrangement et de l'écrasement des granulats d'une part, et surtout de l'ajout de liant dans le composite d'autre part. La comparaison entre la porosité totale et la porosité particulaire montre également que la porosité totale (Figure 2.23) varie peu d'un granulat à l'autre (comprise entre 91,0% pour l'écorce de tournesol et 98,7% pour la moelle de tournesol), à l'exception tout de même des sarments de vigne qui sont bien plus denses (porosité totale de seulement 79%). En revanche, la différence entre les porosités particulaires est plus marquée (comprise entre 48,7% pour les sarments de vigne et 96,3%

pour la moelle). De ce fait, la porosité particulaire est un paramètre pertinent pour l'évaluation du potentiel des granulats végétaux, surtout pour une utilisation dans les agro-bétons.

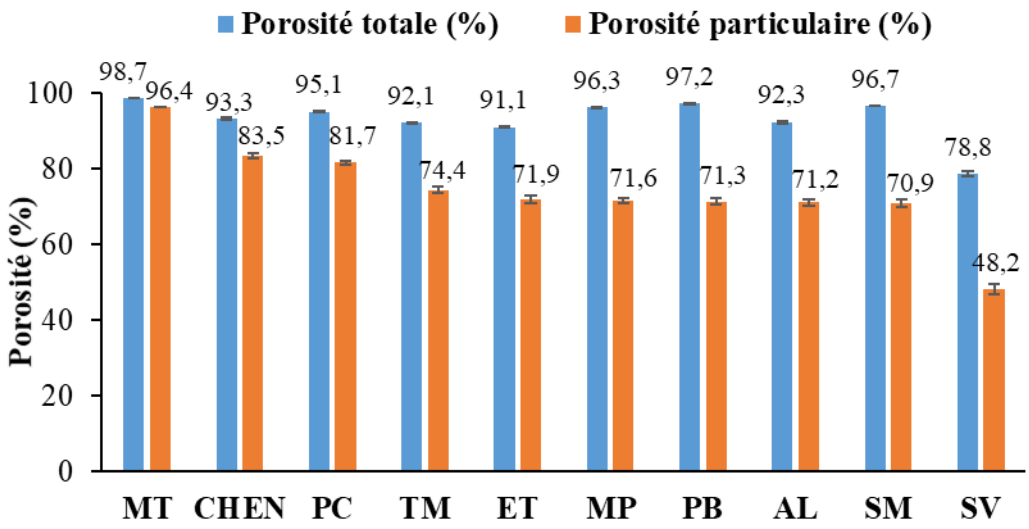

Figure 2.23. Comparaison entre porosité totale et porosité particulaire.

5. Absorption d'eau

5.1. Méthodes

5.1.1. Absorption d'eau avec la méthode recommandée par le TC RILEM 236-BBM

Le protocole pour déterminer la capacité d'absorption d'eau de la chènevotte de chanvre préconisé par le TC RILEM a également été utilisé pour les autres granulats de l'étude. Il nécessite trois échantillons de granulats secs d'environ 25 g chacun, des sacs perméables synthétiques ou métalliques pour contenir les échantillons et une essoreuse à salade pour éliminer l'excédent d'eau non absorbée entre les particules. Dans notre cas, selon la masse volumique de chaque granulat et le volume disponible du sac perméable contenant les échantillons, les masses des échantillons varient d'environ 5 g pour les granulats de moelle de tournesol à 70 g pour les granulats de sarments de vigne. Premièrement, le sac perméable seul est immergé pendant 1 mn dans l'eau, puis essoré 100 fois à l'aide de l'essoreuse à salade avec une vitesse de 2 tours/s pendant environ 50 s. L'échantillon de masse m_0 est ensuite placé dans le sac perméable humide et l'ensemble est immergé dans l'eau pendant : 1 min, 15 min, 240 min (4 h) et 28800 min (48 h). Entre chaque temps d'immersion, l'ensemble constitué de l'échantillon et du sac perméable humide est essoré 100 fois avec l'essoreuse à salade avec la même vitesse de 2 tours/s. La masse $m(t)$ de l'échantillon à un temps d'immersion t donné est obtenue en soustrayant la masse du sac perméable humide seul au début à la masse de l'ensemble. Pour chaque temps d'immersion, le taux d'absorption d'eau w(t) est calculé comme suit :

Equation 2.17

$$w(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0}.100$$

Le taux d'absorption du granulat à un instant t est obtenu en faisant la moyenne des valeurs mesurées sur les trois échantillons.

Comme déjà évoqué dans le chapitre bibliographique, Nozahic et Amziane (2012) ont montré que le comportement à l'absorption d'eau des granulats correspond au modèle théorique ci-dessous :

Equation 2.18

$$w(t) = IRA + K_1.Log(t)$$

Avec $w(t)$ le taux d'absorption d'eau à l'instant t (en %), IRA (ou « *Initial rate of absorption* ») le taux d'absorption d'eau initiale pendant la première minute (en %) et K_1 la pente de la courbe d'absorption d'eau en fonction du logarithme du temps (en %.(Log(min)$^{-1}$)), correspondant au taux de diffusion au sein de la particule. La qualité de la correspondance entre le modèle théorique et les mesures expérimentales peut être évaluée à partir du coefficient de corrélation R^2.

5.1.2. Absorption réelle d'eau après compaction

Cette propriété, notée $w_{réelle}$, se calcule directement à partir des mesures faites lors de la détermination de masse volumique compactée à l'état humide puis séchée, comme montré par l'équation suivante :

Equation 2.19

$$w_{réelle} = \frac{m_{ghum} - m_{gsec}}{m_{gsec}}.100$$

Avec :

m_{ghum} : la masse humide de l'éprouvette compactée ;

m_{gsec} : la masse sèche de l'éprouvette compactée.

Ce taux d'absorption d'eau après compaction permet d'évaluer l'absorption d'eau réelle après évacuation de l'excès d'eau due à la compaction. Il pourra servir de paramètre de formulation pour la suite du travail car il se rapproche le plus des conditions réelles dans lesquelles les granulats sont sollicités lors de la fabrication.

5.2. Résultats

5.2.1. Absorption d'eau

La Figure 2.24 suivante présente les résultats expérimentaux des cinétiques d'absorption d'eau de chaque granulat ainsi que les courbes de tendance qui en résultent. Le Tableau 2.9

résume les résultats des paramètres d'absorption d'eau déduits de l'équation de la droite de régression ainsi que le coefficient de corrélation (R^2) associé.

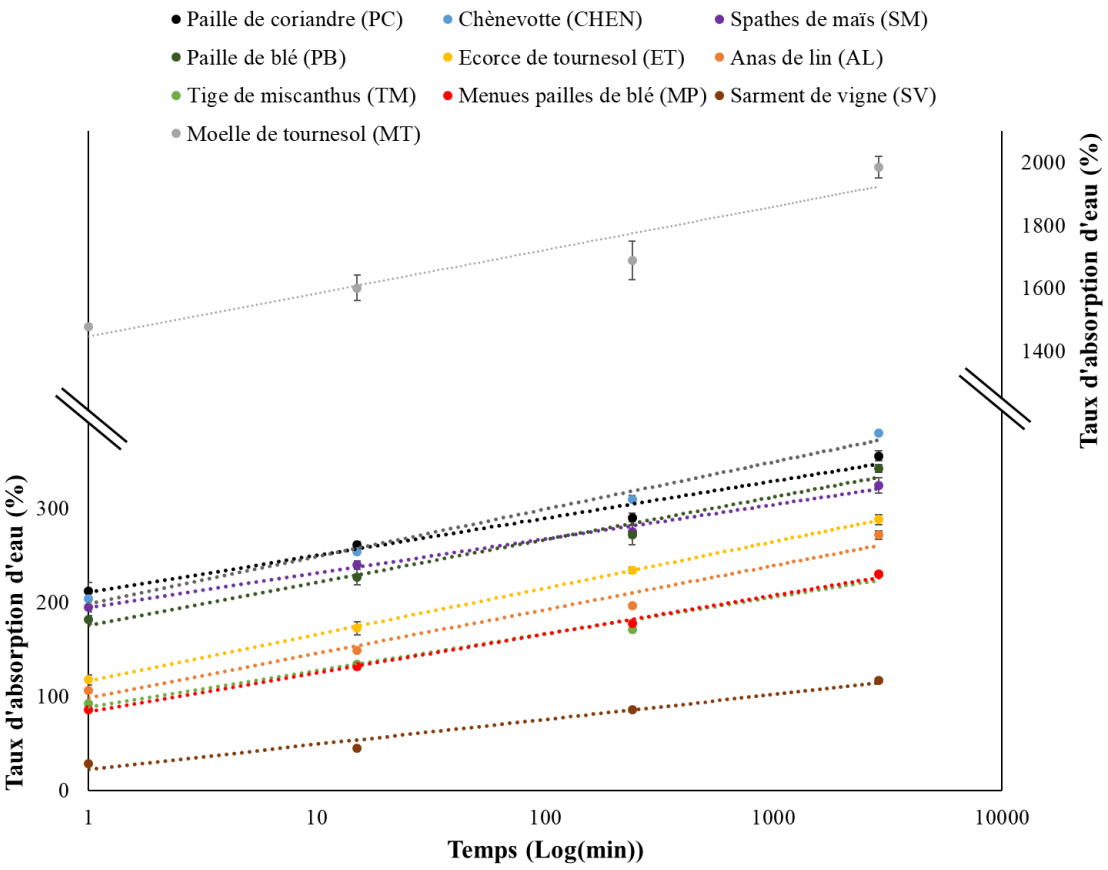

Figure 2.24. Cinétique d'absorption d'eau des granulats végétaux en échelle logarithmique de temps et droite de régression associée.

Tableau 2.9. Paramètres d'absorption d'eau des granulats végétaux (IRA : Initial Rate of Absorption ; K1 : taux de diffusion dans une particule ; R^2 : coefficient de corrélation).

Granulats végétaux	IRA (%)	K_1 (%.(Log(min)$^{-1}$))	R^2 (-)
Moelle de tournesol (MT)	1447 ± 20	59,9 ± 4,4	0,9127
Paille de coriandre (PC)	211 ± 7	17,1 ± 0,4	0,9719
Chènevotte (CHEN)	199 ± 0	21,8 ± 0,1	0,9902
Spathes de maïs (SM)	195 ± 6	15,8 ± 1,7	0,9930
Paille de blé (PB)	176 ± 6	19,7 ± 0,4	0,9812
Ecorce de tournesol (ET)	117 ± 7	21,4 ± 1,4	0,9996
Anas de lin (AL)	99 ± 1	20,3 ± 0,4	0,9735
Tige de miscanthus (TM)	89 ± 1	16,9 ± 0,3	0,9849
Menues pailles de blé (MP)	84 ± 2	17,8 ± 0,3	0,9968
Sarments de vigne (SV)	24 ± 1	11,6 ± 0,1	0,9746

La moelle de tournesol présente un IRA très élevé, de 1447%, avec un taux de diffusion au sein de la particule également très élevé (K_1 = 59,9%.(Log(min)$^{-1}$). Ce résultat s'explique par

la structure très poreuse de la moelle qui, pour rappel, présente une porosité particulaire supérieure à 96%.

Pour les autres granulats végétaux, à l'exception des sarments de vigne qui ont un taux de diffusion de l'eau dans la particule très faible (11,5%.(Log(min)$^{-1}$) pour K_1), le taux de diffusion varie entre 15,8%.(Log(min)$^{-1}$) pour les spathes de maïs et 21,8%.(Log(min)$^{-1}$) pour la chènevotte. Par ailleurs, il y a globalement une bonne corrélation entre le modèle théorique et les résultats expérimentaux, les coefficients de corrélation étant tous très proches de 1,00 (de 0,9719 pour la paille de coriandre à 0,9968 pour les menues pailles de blé).

Entre les sarments de vigne qui constituent le granulat le moins absorbant de notre étude et la moelle de tournesol qui est de loin le granulat le plus absorbant, on peut distinguer deux groupes de granulats selon leur capacité d'absorption d'eau. Le premier groupe est constitué de MP, TM, AL et ET : leur taux initial d'absorption d'eau est compris entre 84% et 117%. Le second groupe (PB, SM, CHEN et PC) est composé des granulats pour lesquels le taux initial d'absorption d'eau varie de 176% à 211%. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la littérature (Tableau 1.5 du Chapitre 1). Ils montrent que les capacités d'absorption d'eau par les granulats végétaux sont étroitement liées aux microstructures des granulats (porosité, taille des pores).

Mais, ces représentations en pourcentages massiques des capacités d'absorption des granulats peuvent induire en erreur, étant donné que les granulats ont des densités très différentes. Une représentation de la capacité d'absorption d'eau par volume équivalent des granulats, correspondant à la masse volumique des particules, est donc plus pertinente. Le Tableau 2.10 suivant présente les paramètres IRA et K1 par volume de granulat et la Figure ***2.25*** expose la différence entre la représentation volumique et massique de l'IRA.

Tableau 2.10. Paramètres d'absorption d'eau des granulats végétaux par volume de granulat (IRA : Initial Rate of Absorption ; K1 : taux de diffusion dans une particule).

Granulats végétaux	**IRA (kg(eau).m^{-3} (granulat))**	**K_1 (kg(eau).m^{-3} (granulat)(Log(min)$^{-1}$)**
Spathes de maïs (SM)	863 ± 26	70 ± 7
Moelle de tournesol (MT)	810 ± 11	34 ± 2
Paille de blé (PB)	766 ± 25	86 ± 2
Paille de coriandre (PC)	579 ± 18	47 ± 1
Ecorce de tournesol (ET)	495 ± 32	91 ± 6
Chènevotte (CHEN)	493 ± 1	54 ± 1
Anas de lin (AL)	429 ± 2	88 ± 2
Menues pailles de blé (MP)	362 ± 8	77 ± 1
Tige de miscanthus (TM)	344 ± 5	65 ± 1
Sarments de vigne (SV)	188 ± 4	90 ± 1

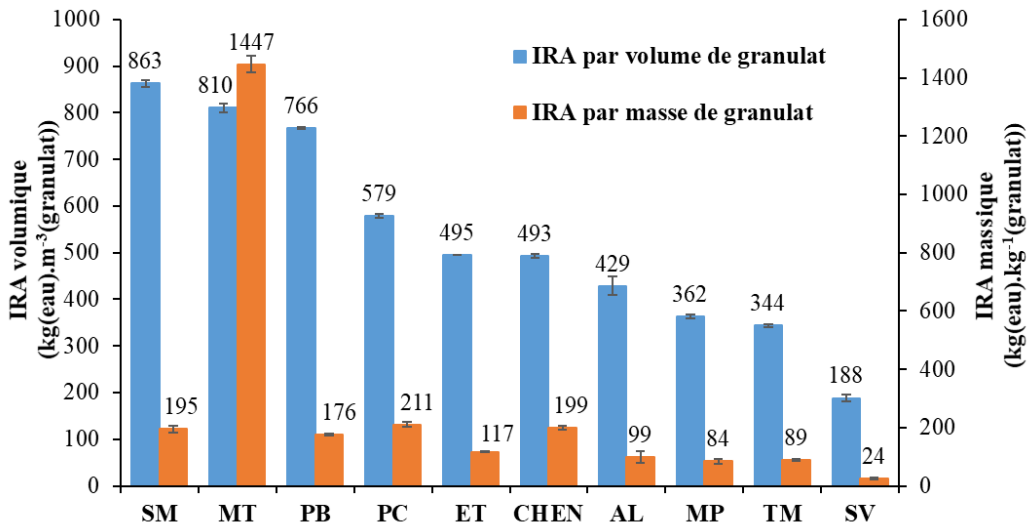

Figure 2.25. Comparaison des IRA par volume de granulat et par masse de granulat (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des IRA par volume de granulat).

Concernant l'IRA massique (absorption d'eau par masse de granulat), on constate que celui de la moelle est considérablement élevé par rapport aux autres granulats (différence allant de 623% par rapport à la chènevotte jusqu'à 5884% par rapport aux sarments de vigne). Cependant, étant donné la faible masse volumique des particules de moelle, pour l'IRA volumique (absorption d'eau par volume de granulat), la différence entre la moelle et les autres granulats est largement gommée, sa capacité d'absorption étant du même ordre de grandeur que celle des spathes de maïs ou de la paille de blé. De plus, avec cette représentation volumique, on obtient une classification distincte des granulats par rapport à leur capacité d'absorption, plus proche de ce qui intervient réellement dans le composite. Pour aller encore plus loin, l'absorption réelle d'eau après compaction se rapprocherait encore davantage de la réalité pour une application dans les bétons végétaux.

5.2.2. Absorption réelle d'eau après compaction

La Figure 1.26 suivante présente la comparaison entre l'IRA et le taux d'absorption réelle d'eau après compaction des granulats.

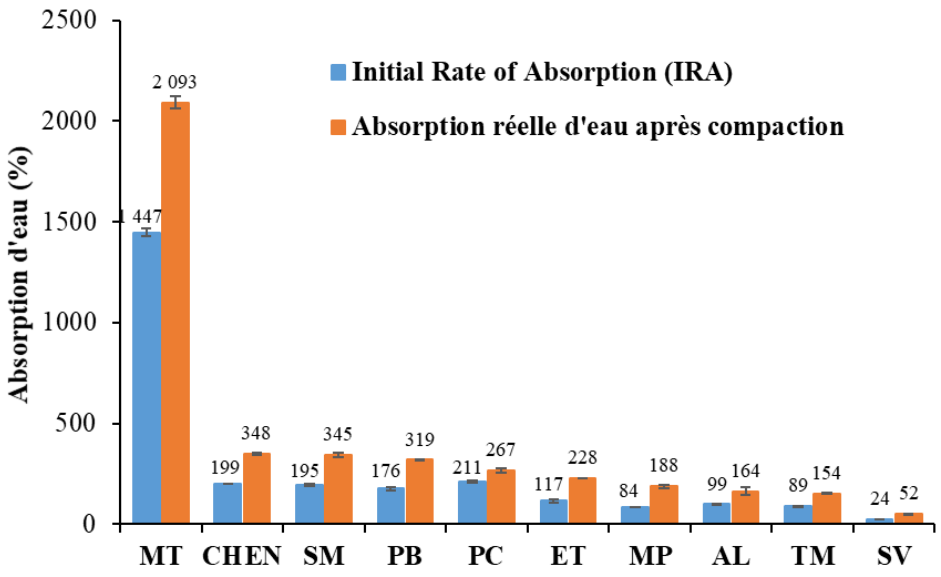

Figure 2.26. Comparaison de l'IRA et de l'absorption d'eau réelle des granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de l'absorption réelle d'eau après compaction).

L'absorption réelle d'eau après compaction est systématiquement plus élevée que l'IRA. En effet, le système d'essorage par essoreuse à salade recommandé pour la méthode RILEM induit un essorage des particules plus sévère que le système de secousse manuelle et de compaction utilisé pour la compaction des granulats à l'état humide même si le temps d'immersion dans ce cas est inférieur à 1 min. La différence entre ces deux paramètres nous montre que l'absorption réelle d'eau après compaction est préférable en tant que paramètre de formulation afin d'avoir un meilleur ajustement des besoins en eau des granulats.

Comme précédemment pour l'IRA, la représentation en pourcentage massique des absorptions réelles d'eau après compaction peut conduire à une interprétation inexacte des résultats. Avec l'obtention de la masse volumique compactée de chaque granulat, une représentation de l'absorption réelle d'eau après compaction par volume de granulat compacté est proposée. La comparaison entre l'absorption réelle d'eau après compaction, en pourcentage massique et par volume de granulats compactés, présentée sur la Figure 2.27, montre que l'absorption de la moelle reste toujours la plus élevée pour les deux représentations. Toutefois l'écart entre la moelle et les autres granulats est largement réduit lorsque que l'on considère une capacité d'absorption par volume de granulats compactés.

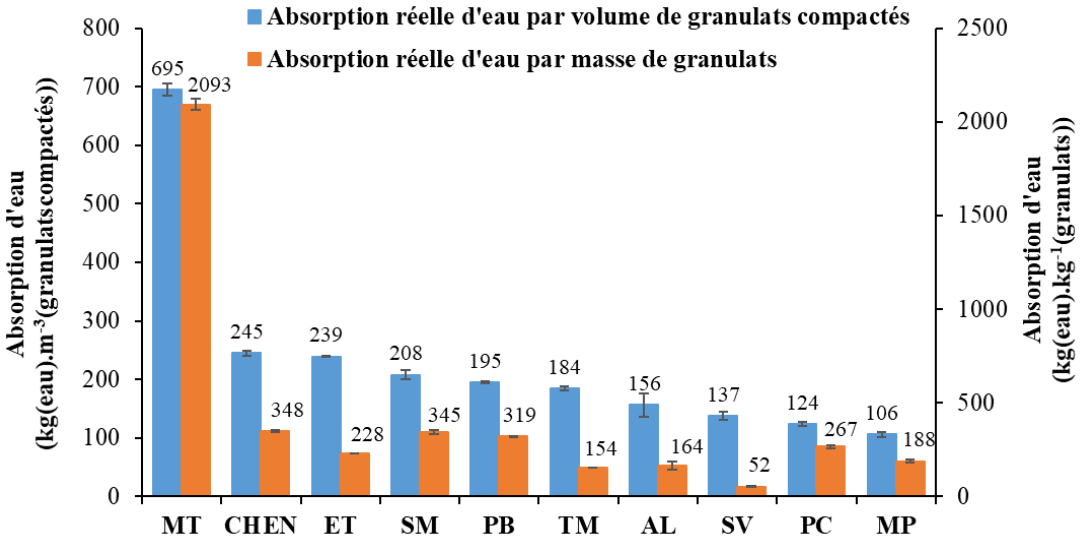

Figure 2.27. Comparaison de l'absorption réelle d'eau après compaction, par volume de granulats compactés et par masse de granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant des absorptions réelles d'eau par volume de granulats compactés).

6. Conductivité thermique

6.1. Méthode de mesure de la conductivité thermique au fil chaud

Comme évoqué dans le paragraphe 2.4.2 du Chapitre 1, le principe de cette méthode de conductivité thermique au fil chaud consiste à émettre à l'aide de la sonde du fil chaud un flux de chaleur q par effet Joule à l'intérieur de granulats secs en vrac, puis de mesurer la variation de température aux alentours de la sonde avec le thermocouple associé au fil chaud. Pour ce faire, dans notre cas, une masse de granulats permettant d'avoir la masse volumique en vrac du granulat dans un récipient cylindrique de 16 cm de diamètre et de 17 cm de hauteur est pesée. Ensuite, la moitié de l'échantillon est versée dans un moule cylindrique de 16 cm de diamètre et de 18 cm de hauteur contenant une brèche permettant d'insérer le fil chaud à une hauteur de 8,5 cm. Le fil chaud est ensuite inséré au niveau de la brèche et posé délicatement sur la surface des granulats. L'autre moitié des granulats est ensuite versée par-dessus le fil chaud tout en s'assurant d'arriver à une hauteur marquée de 17 cm pour avoir la même masse volumique en vrac. La mesure peut commencer après avoir renseigné les paramètres d'analyse. Le flux de chaleur et le temps de chauffe ont été choisis de manière à ce que l'élévation de la température soit supérieure à 10°C et que le coefficient de corrélation R^2 entre les données expérimentales et le comportement théorique atteigne une valeur supérieure à 0,999. La puissance et le temps de chauffe permettant d'atteindre ces critères sont, dans notre cas, de 0,12 W et 60 s, respectivement. La Figure 2.28 ci-dessous montre la mise en œuvre d'une mesure.

Figure 2.28. Mesure de conductivité d'un échantillon de granulat végétal.

L'équation reliant la variation de la température et la conductivité thermique est donnée par l'équation (4) du Chapitre 1.

Les mesures ont été effectuées dans une salle ayant une température de 20 ± 1°C et une humidité relative de 55 ± 5%. Le protocole préconise de répéter au moins 5 fois l'essai sur 5 échantillons différents et la moyenne est considérée comme représentative si le coefficient de variation est inférieur à 5%. Dans notre cas, les mesures ont été répétées au moins 7 fois et les coefficients de variation varient entre 1,3% et 3,0%. L'appareil utilisé pour nos mesures est un appareil de type FP2C de la société Néotim (France).

6.2. Résultats

Les résultats des conductivités thermiques mesurées sur les granulats à l'état sec à la température ambiante à l'aide de la méthode du fil chaud sont résumés dans le Tableau 2.11 ci-dessous.

Tableau 2.11. Conductivités thermiques à l'état sec des granulats et comparaison avec la littérature (les granulats végétaux ont été classés par ordre croissant des conductivités thermiques à l'état sec).

Granulats végétaux	Conductivité thermique sèche λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Valeurs de conductivité thermique de la littérature ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Références
Moelle de tournesol (MT)	0,033 ± 0,001	0,0509	(Magniont, 2010)
Paille de blé (PB)	0,037 ± 0,000	0,0446 – 0,0457	(Viel et al., 2018)
Spathes de maïs (SM)	0,038 ± 0,001	-	-
Menues pailles de blé (MP)	0,039 ± 0,001	-	-
Paille de coriandre (PC)	0,043 ± 0,001	-	-
Anas de lin (AL)	0,047 ± 0,001	0,0531 – 0,0577	(Viel et al., 2018)
Chènevotte (CHEN)	0,049 ± 0,001	0,0510 – 0,070	(Cérézo, 2005; Dinh, 2014; A. Laborel-Préneron et al., 2018; Magniont, 2010; Nozahic et al., 2012; Viel et al., 2018)
Tige de miscanthus (TM)	0,050 ± 0,001	-	-
Ecorce de tournesol (ET)	0,053 ± 0,001	-	-
Sarments de vigne (SV)	0,078 ± 0,002	-	-

Les faibles conductivités thermiques des granulats végétaux, toutes inférieures à 0,078 $W.m^{-1}.K^{-1}$, permettent de les classifier comme de bons isolants en vrac. Outre les sarments de vigne qui, pour rappel, sont très denses, les granulats allongés de type 1 (PB, SM, MP, PC) ont des conductivités thermiques assez faibles, toutes inférieures à 0,045 $W.m^{-1}.K^{-1}$, s'expliquant par des porosités inter-particulaires élevées engendrées par les allongements des granulats. La moelle de tournesol présente la valeur de conductivité thermique la plus faible (0,033 ± 0.001 $W.m^{-1}.K^{-1}$), et ce en raison de sa porosité particulaire élevée. Il est important de signaler ici qu'elle dispose même d'une conductivité thermique meilleure que pour divers isolants en vrac disponibles sur le marché comme la ouate de cellulose et la laine de bois par exemple (conductivités thermiques comprises de 0,038 $W.m^{-1}.K^{-1}$ et 0,044 $W.m^{-1}.K^{-1}$, respectivement). La corrélation entre la conductivité thermique des granulats et leur masse volumique en vrac ou leur porosité totale est discutée dans le paragraphe 8.3.

En comparaison des quelques résultats de la littérature existant pour les granulats de l'étude (Tableau 2.11), on remarque que nos résultats sont toujours légèrement inférieurs. En effet, cette propriété n'étant pas intrinsèque aux granulats, elle dépend étroitement de la porosité inter-particulaire de l'arrangement des granulats. Elle est également très sensible à l'humidité et nos mesures ont été réalisées sur granulats secs ce qui n'est pas toujours le cas dans la littérature.

7. Caractéristiques mécaniques

7.1. Méthode

Les données concernant le comportement mécanique en compression d'un empilement de particules de granulats végétaux seuls sont rares dans la littérature, alors qu'elles pourraient permettre de caractériser cet empilement et de relier ses performances aux propriétés mécaniques des bétons végétaux formés. Nous avons donc proposé un essai de compression monotone sur les éprouvettes de granulats végétaux seuls fabriquées pour la détermination de la masse volumique compactée à l'état humide puis séchées.

L'essai est effectué sur une presse allemande Zwick/Roell Z100 munie de deux plateaux circulaires de 13 cm de diamètre et d'un capteur de force de 5 kN. Etant donné que les éprouvettes à tester sont des éprouvettes cubiques (15 × 15 × 15 cm^3) de granulats végétaux seuls, un contreplaqué rigide de surface 35 × 40 cm^2 est placé sur le plateau bas et une plaque métallique rigide mais légère (108 g) de surface 20 × 20 cm^2 est placée sur l'éprouvette cubique afin de répartir les charges sur toute la surface. Outre la pré-charge due à la masse de la plaque métallique, une autre pré-charge de 1 N est programmée afin d'obtenir une surface quasi plane avant le début de l'essai mécanique. L'essai programmé est un essai de compression monotone asservi en déplacement à une vitesse constante de 3 $mm.min^{-1}$, et ce jusqu'à 20% de déformation. La Figure 2.29 ci-dessous montre une éprouvette placée entre les plateaux et prête pour l'essai.

Figure 2.29. Eprouvette faite des granulats seuls prête pour l'essai de compression.

Les paramètres mécaniques retenus sont présentés dans les paragraphes suivants.

7.1.1. Résistance caractéristique en compression

Afin de comparer avec le paramètre d'usage des bétons végétaux, défini dans ces travaux, qui est la résistance en compression à 1,5% de déformation, la résistance caractéristique

retenue au cours de l'essai de compression est également cette contrainte à 1,5% de déformation ($\sigma(\varepsilon = 1{,}5\ \%)$).

7.1.2. Module élastique

Le module élastique de l'empilement compacté séché de granulats est difficile à évaluer étant donné que certaines courbes contrainte-déformation sont exponentiellement croissantes. Elle sera calculée comme étant la pente de la partie linéaire au tout début de la courbe (après exclusion des éventuelles déformations correspondant à la mise en place de la plaque sur la surface supérieure de l'éprouvette), c'est-à-dire entre 0% et 0,5% de déformation (Figure 2.30).

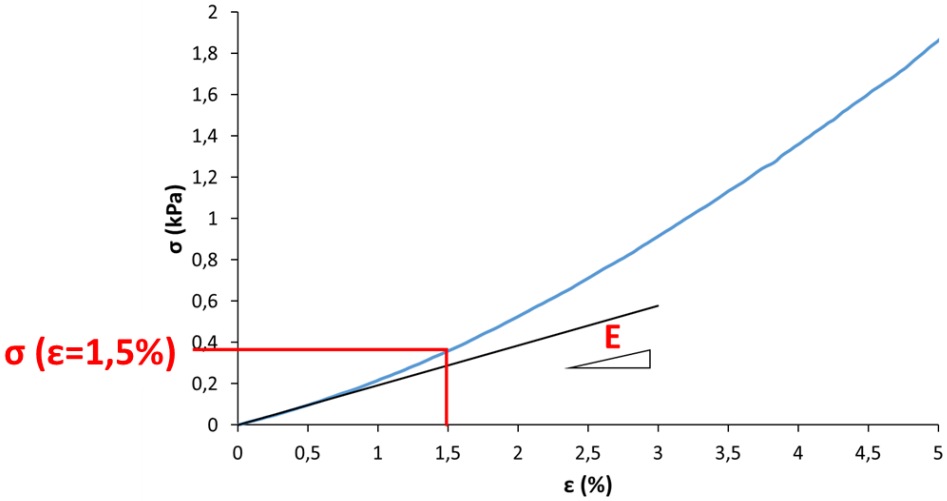

Figure 2.30. Contrainte à 1,5% de déformation et module élastique (E) des empilements de granulats compactés séchés, définie comme étant la pente de la partie linéaire entre 0% et 0,5 % de déformation.

7.2. Résultats des caractéristiques mécaniques

Nous avons vu dans les paragraphes précédents que la morphologie et la rigidité des différentes particules végétales induisaient des comportements très différents au moment de leur compactage à l'état humide. Ceci a un impact sur le comportement mécanique de l'empilement de particules et sur celui du composite incluant ces particules.

La Figure 2.31 montre le comportement mécanique en compression des arrangements compactés de granulats végétaux.

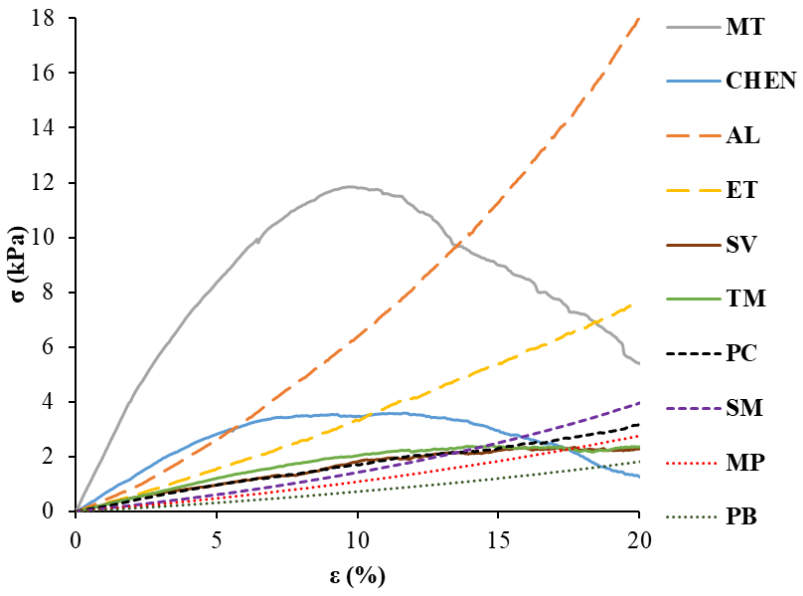

Figure 2.31. Courbes contrainte (σ) – déformation (ε) illustrant le comportement mécanique en compression des granulats végétaux compactés.

Cette courbe contrainte-déformation montre deux types de comportement mécanique des empilements compactés de granulats végétaux. Le premier est caractérisé par l'existence d'un pic qui peut s'expliquer par l'atteinte d'une contrainte de rupture d'un arrangement dont la cohésion se fait par enchevêtrement des particules rigides ou, pour le cas spécifique de la moelle de tournesol, par les pectines solubilisées à l'état humide et qui jouent alors un rôle de liant naturel entre les granulats à l'état sec. Les pics les plus marqués sont celui de la moelle de tournesol (MT) et de la chènevotte (CHEN) même si des pics moins accentués sont aussi rencontrés pour les sarments de vigne (SV) et la tige de miscanthus (TM). Le second comportement montre une rigidification exponentielle de l'empilement des granulats liée à leur écrasement progressif. C'est le cas des anas de lin (AL), de l'écorce de tournesol (ET), de la paille de coriandre (PC), des spathes de maïs (SM), des menues pailles de blé (MP) et de la paille de blé (PB). En effet, au fur et à mesure que la contrainte de compression augmente, les granulats se réarrangent, s'orientent dans un plan perpendiculaire à la direction de chargement et se déforment sans rompre, réduisant ainsi fortement leurs pores inter- et intra-particulaires. Grâce à la caractérisation mécanique des granulats, différents comportements mécaniques ont donc été observés et pourront, par voie de conséquence, influencer ceux des composites. Les paramètres de caractérisation mécanique en compression issus de ces courbes sont présentés dans le Tableau 2.12 ci-dessous.

Tableau 2.12. Paramètres de caractérisation mécanique en compression des granulats (les granulats végétaux ont été classés par ordre décroissant de leur module élastique).

Granulats végétaux	E (kPa)	σ (ε = 1,5%) (kPa)
Moelle de tournesol (MT)	208,62 ± 3,25	2,92 ± 0,20
Chènevotte (CHEN)	59,40 ± 2,34	0,91 ± 0,05
Anas de lin (AL)	41,17 ± 2,11	0,66 ± 0,03
Ecorce de tournesol (ET)	30,48 ± 2,19	0,46 ± 0,04
Sarment de vigne (SV)	27,48 ± 3,14	0,39 ± 0,01
Tige de miscanthus (TM)	21,45 ± 1,37	0,34 ± 0,03
Paille de coriandre (PC)	19,22 ± 1,50	0,30 ± 0,02
Spathes de maïs (SM)	10,79 ± 0,81	0,17 ± 0,01
Menues pailles de blé (MP)	7,45 ± 0,85	0,12 ± 0,01
Paille de blé (PB)	5,88 ± 0,42	0,09 ± 0,00

On observe que le module élastique (E) et la résistance caractéristique en compression (σ (ε = 1,5%)) suivent la même tendance entre les granulats. Le module élastique (209 kPa) et la contrainte σ (ε = 1,5%) (2,9 kPa) sont élevés pour la moelle de tournesol (MT) dont le comportement en compression est très différent par rapport aux autres granulats, du fait de la forte cohésion entre les particules de moelle qui sont collées entre elles à l'état sec vraisemblablement grâce aux pectines libérées à leur surface à l'état humide. Après la moelle de tournesol, on observe que la chènevotte (CHEN), les anas de lin (AL) et l'écorce de tournesol ont les meilleurs propriétés mécaniques (E comprise entre 30 kPa et 60 kPa et σ (ε = 1,5%) entre 0,40 kPa et 1,00 kPa). En effet, en plus de la rigidité des particules de ces granulats, leurs répartitions granulaires et la surface rugueuse des particules offrent une meilleure compacité et un meilleur enchevêtrement entre les granulats. Ensuite, les sarments de vigne, la tige de miscanthus et la paille de coriandre suivent, avec des modules élastiques (E) compris entre 15 kPa et 30 kPa et des contraintes σ (ε = 1,5%) comprises entre 0,20 kPa et 0,40 kPa. Ces faibles propriétés mécaniques peuvent être expliquées par un moindre enchevêtrement des granulats entre eux, dû à une répartition granulaire plus grossière et/ou à un état de surface plus lisse des granulats. En bas de l'échelle, on remarque les faibles modules élastiqus et contraintes σ (ε = 1,5%) des spathes de maïs (SM), des menues pailles de blé (MP) et de la paille de blé (PB) qui sont inférieures à 15 kPa et 0,20 kPa, respectivement. En effet, en plus du fait que les particules de ces granulats sont très déformables, leurs arrangements granulaires présentent également des fortes porosités inter-particulaires (comprises entre 86,9% et 90,3% pour l'arrangement en vrac), leur compression conduit à un arrangement fortement anisotrope de particules allongées, orientées dans un plan perpendiculaire à la direction de compaction.

Combinés à d'autres propriétés comme la quantité d'hydrosolubles et la morphologie des granulats, ces paramètres de caractérisation mécanique des granulats contribuent à l'évaluation du potentiel des différentes particules végétales en tant que granulats végétaux et à la prédiction des performances des composites les incluant.

8. Discussion

8.1. Influence de l'élongation sur la porosité inter-particulaire des granulats

La Figure 2.32 ci-dessous montre l'influence de l'élongation sur la porosité inter-particulaire des granulats.

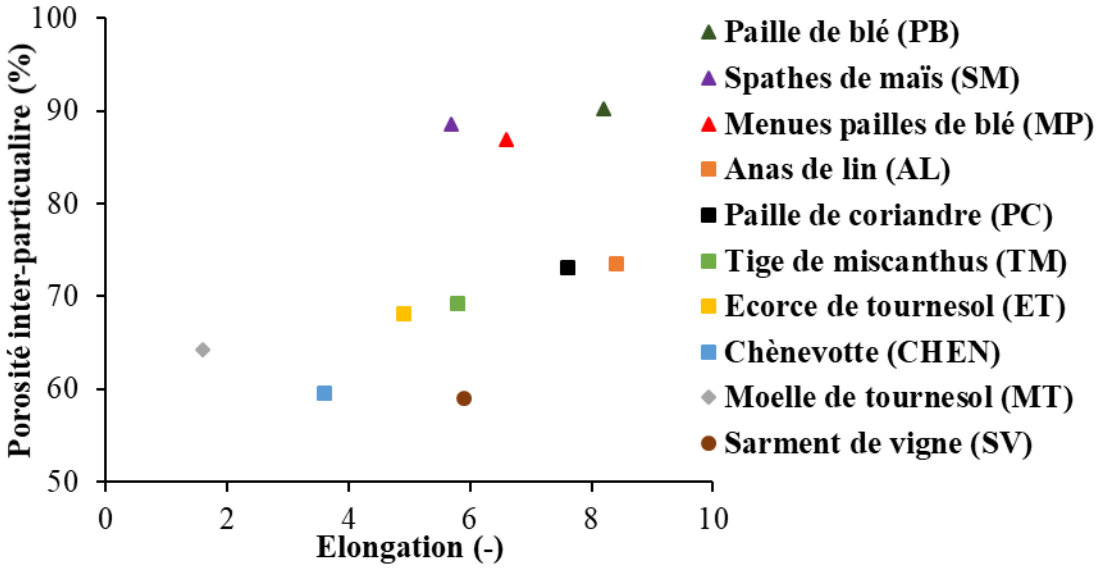

Figure 2.32. Porosité inter-particulaire en fonction de l'élongation des granulats.

En tenant compte de la nature et de la morphologie des granulats, des familles de granulats peuvent être distinguées (Figure 2.32). On remarque que pour une première famille formée par des granulats dont les particules sont allongées et visuellement aplaties (épaisseur très faible par rapport à la largeur) et facilement déformables comme c'est le cas de la paille de blé (PB), des spathes de maïs (SM) et des menues pailles (MP), la porosité inter-particulaire est très élevée (entre 86,9% et 90,3%).

Pour une deuxième famille de granulats moyennement denses, plus rigides et visuellement plus épais que les pailles précédentes (cas des anas de lin (AL), de la paille de coriandre (PC), de la tige de miscanthus (TM), de l'écorce de tournesol (ET) et de la chènevotte de chanvre (CHEN)), on observe également une augmentation de la porosité inter-particulaire (comprise entre 59,6% et 73,5% %) en fonction de l'élongation. En effet, les granulats plus allongés ont tendance à s'enchevêtrer en constituant plus de larges pores inter-particulaires mais ce phénomène considère également l'épaisseur des granulats qui n'est pas prise en compte avec la méthode granulométrique par analyse d'image. Les cas éloignés de la moelle de tournesol (MT) et des sarments de vigne (SV) peuvent être expliqués par leur masse volumique particulaire très faible ou très forte d'une part, et par leurs répartitions granulométriques plus spécifiques d'autre part.

8.2. Impact de la porosité particulaire sur l'absorption d'eau des granulats

L'impact de la porosité particulaire sur la diffusion capillaire K1 est montré sur la Figure 2.33 ci-dessous.

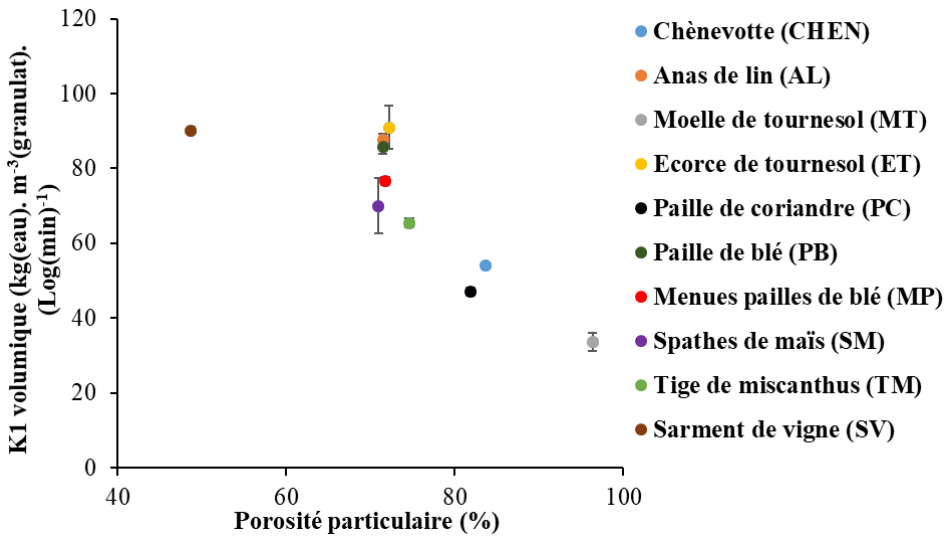

Figure 2.33. K1 en fonction de la porosité particulaire des granulats.

Le coefficient de diffusion capillaire K1 est étroitement lié à la taille des pores dans les particules de granulats. En effet, plus les pores sont de petites tailles, plus K1 sera élevé. Cependant, en règle générale, plus la porosité particulaire est élevée, plus les pores sont gros. A titre d'illustration en se basant sur les données de la littérature (Chapitre 1, Tableau 1.2), la moelle de tournesol (MT) et la chènevotte (CHEN) ayant des fortes porosités particulaires (96,4% et 83,5% respectivement) ont respectivement des pores de dimension moyenne supérieure à 100 µm et compris entre 5 et 60 µm. Dans le cas contraire, la paille de blé avec une porosité particulaire 71,3% a des pores compris entre 6 et 30 µm. Par conséquent, le coefficient de diffusion capillaire K1 a tendance à diminuer en fonction de la porosité particulaire, comme observé sur la Figure 2.33.

8.3. Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac et la porosité totale

La corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac ou la porosité totale des granulats est représentée sur la Figure 2.34 ci-dessous.

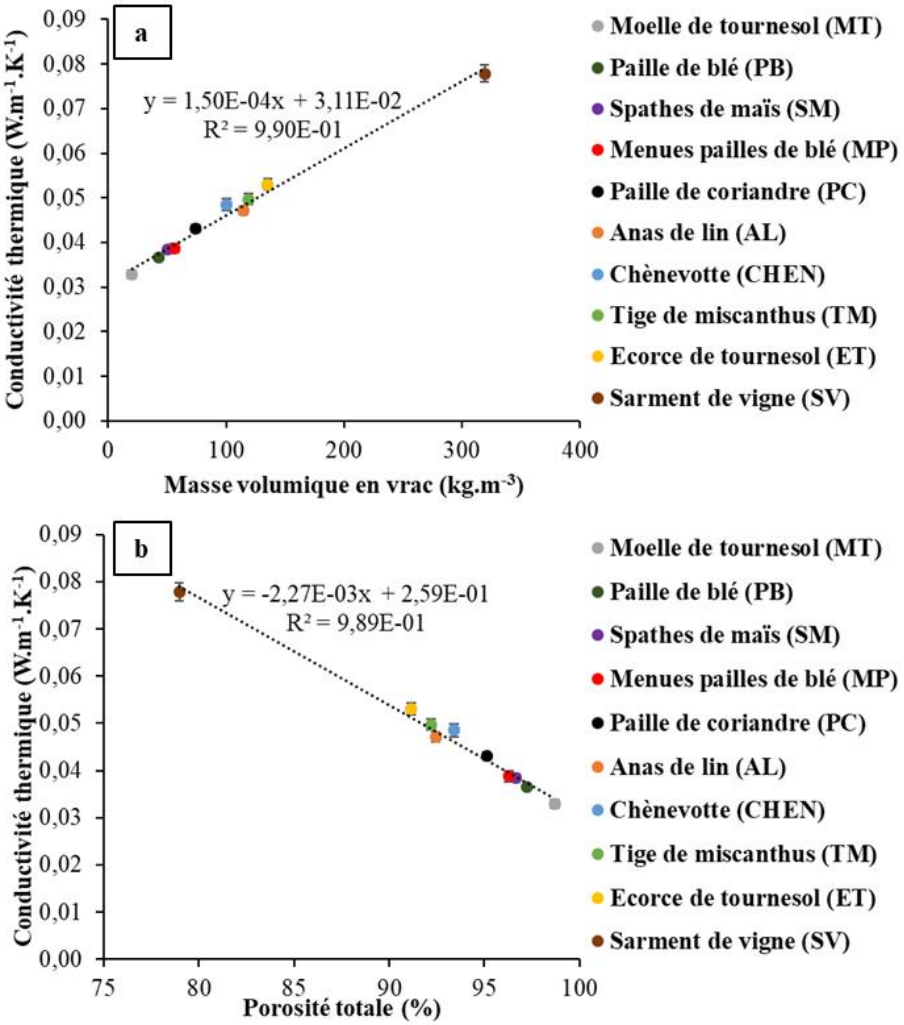

Figure 2.34. Conductivité thermique en fonction de la masse volumique en vrac (a) et de la porosité totale (b).

La Figure 2.34 met en évidence une évolution quasi-linéaire de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique en vrac mais aussi de la porosité totale des granulats, ces deux grandeurs étant elles-mêmes corrélées entre elles. En effet, quelle que soit la nature des granulats, la conductivité thermique augmente linéairement avec la masse volumique en vrac et, par opposition, diminue linéairement avec la porosité totale. Souvent présentés comme des hypothèses dans la littérature scientifique, ces résultats sont dans notre cas vérifiés à partir des mesures faites sur nos différentes variétés de granulats. Les équations reliant la conductivité thermique (λ) à la masse volumique en vrac (ρ_v) d'une part, et à la porosité totale (n_{totale}) d'autre part, sont alors respectivement :

Equation 20

$$\lambda = 0{,}00015\rho_v + 0{,}0311$$

Equation 21

$$\lambda = -0{,}00227n_{totale} + 0{,}2586$$

A part ces relations linéaires entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac ou la porosité totale des granulats, la littérature propose plusieurs modèles pour prédire la conductivité thermique des granulats comme les modèles série et parallèle, le modèle semi empirique de Krischer (Dietrich et al., 2010) ou les divers modèles par homogénéisation autocohérente (Cérézo, 2005; Collet and Pretot, 2014; Glé et al., 2021). Pour représenter l'arrangement en vrac sec des granulats, ces modèles proposent une combinaison de deux phases : soit l'air inter-particulaire et les particules végétales, soit l'air total et la partie solide des granulats. Dans tous les cas, tous ces modèles requièrent des paramètres intrinsèques aux particules ou à leur partie solide comme la conductivité thermique de la particule ou la conductivité thermique de la partie solide qui sont inconnues et ne permettent pas de les appliquer dans cette étude. Néanmoins, en ayant effectué les mesures expérimentales des conductivités thermiques du vrac des granulats, une analyse inverse peut être effectuée pour déterminer la conductivité thermique d'une particule, une donnée nécessaire afin de pouvoir appliquer le modèle autocohérent pour la prédiction de la conductivité thermique des composites (cf. Chapitre 3, § 2.2).

8.4. Corrélation entre les paramètres de caractérisation mécanique en compression des empilements de granulats et l'axe majeur des particules

L'évolution des paramètres mécaniques en compression des granulats en fonction de l'axe majeur est présentée sur la Figure 2.35 ci-dessous.

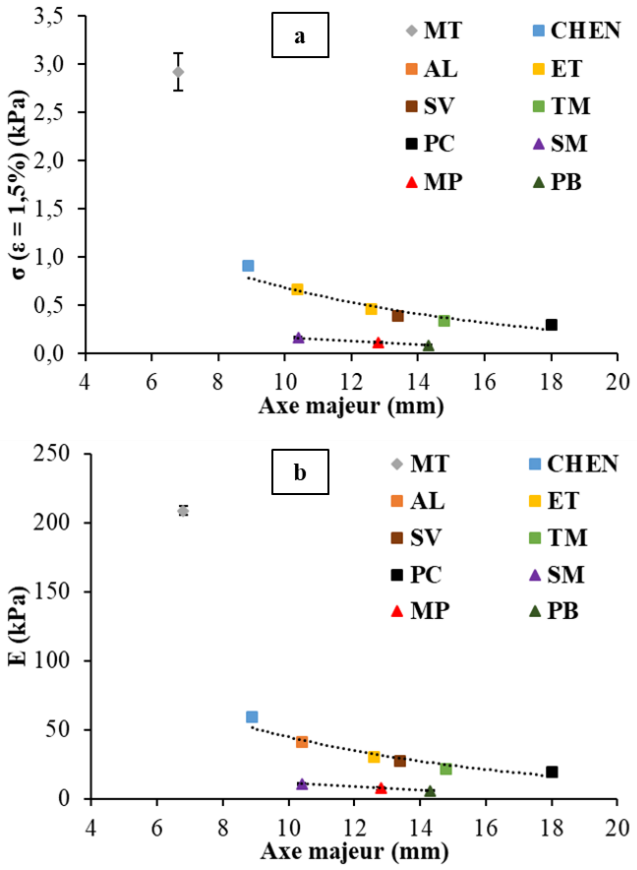

Figure 2.35. Contrainte σ (ε = 1,5%) (a) et module élastique E (b) des empilements compactés de granulat végétaux en fonction de leur axe majeur.

La Figure 2.35 montre que l'augmentation de la taille des particules diminue les performances mécaniques des empilements de particules végétales. Ce phénomène peut être relié à ce qui a été montré au paragraphe 8.1 : plus les granulats sont allongés, plus les pores inter-particulaires augmentent, ce qui va contribuer à l'affaiblissement des performances mécaniques des composites. Cependant, entre des granulats de natures différentes, cette conclusion n'est pas toujours valable. L'évolution de la contrainte σ (ε = 1,5%) et de le module élastique E de l'arrangement de granulats en fonction de l'axe majeur sur la Figure 2.35 nous permet de distinguer deux niveaux de corrélation différents pour les deux familles de granulats évoquées dans le paragraphe 8.1. La première corrélation concerne la première famille composée des granulats légers dont les particules granulaires sont aplaties et peu rigides (SM, MP et PB). Pour cette famille, les paramètres de caractérisation mécanique sont très faibles (σ (ε = 1,5%) < 0,20 kPa et E < 15 kPa) mais on observe néanmoins une corrélation entre eux avec une diminution des performances mécaniques avec l'augmentation de l'axe majeur des granulats.

Pour la deuxième famille composée cette fois des granulats les plus denses (CHEN, AL, ET, SV, TM et PC) dont les particules granulaires sont plus épaisses et rigides, les performances mécaniques sont plus élevées (0,20 kPa <σ (ε = 1,5%) < 1,00 kPa et 15 kPa < E < 60 kPa) et diminuent également avec l'augmentation de l'axe majeur. L'écart important observé pour le cas de la moelle de tournesol est vraisemblablement la conséquence de la présence des pectines qui sont d'abord extraites, au moins pour partie, en présence d'eau, contribuant après séchage à une meilleure adhésion des particules de moelle entre elles (cf. § 7.2).

Sur Figure 2.35, les deux paramètres : module élastique E et contrainte σ (ε = 1,5%) conduisent à une même conclusion. Par la suite, seul le module élastique E sera pris en compte pour représenter les performances mécaniques des granulats.

8.5. Impact de la porosité inter-particulaire sur le module élastique de l'empilement des granulats compactés

La Figure 2.36 représentent le module élastique E des empilements compactés des granulats en fonction de la porosité inter-particulaire.

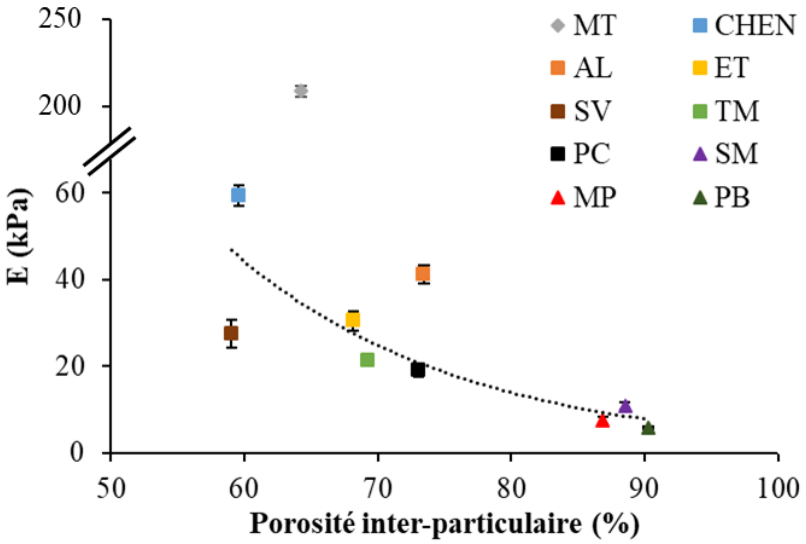

Figure 2.36. Module élastique E des empilements compactés de granulat végétaux en fonction de la porosité inter- particulaire.

La Figure 2.36 montre que les pores inter-particulaires influencent le module élastique de l'empilement compacté des granulats. En effet, une porosité inter particulaire importante résulte d'un enchevêtrement lâche de particules allongées et donc fortement compressible. Ces résultats sont accord avec les résultats des paragraphes précédents (cf. § 8.1 et 8.4). Etant donné que porosité inter-particulaire augmente en fonction de l'augmentation de l'allongement des granulats (cf. § 8.1) et que le module élastique de l'empilement des granulats diminue avec l'augmentation de l'axe majeur (cf. § 8.4), le module élastique de l'empilement des granulats diminue également en fonction de celle des porosités inter-particulaires.

Les porosités inter-particulaires de l'arrangement en vrac des granulats ont été obtenues à partir de la masse volumique en vrac et la masse volumique des particules. Les modèles de prédiction des performances mécaniques des empilements de granulat chanvre proposés par (Cérézo, 2005) et (Glé et al., 2021) sont aussi en fonction de ces paramètres. En plus de ces paramètres physiques, leurs modèles nécessitent également la connaissance des propriétés mécaniques des particules, que nous n'avons pas mesurées directement. En revanche, ces propriétés intrinsèques des particules pourraient être déterminées par analyse inverse et ainsi alimenter les modèles de prédiction des performances mécaniques des composites.

9. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter diverses caractérisations chimiques, physiques et mécaniques menées sur les granulats végétaux destinés à la construction (dont certaines originales), et de les valider.

La première partie a été consacrée à la présentation des granulats végétaux retenus dans cette étude. Les parties suivantes ont présenté les méthodes et les résultats des caractérisations proposées sur ces granulats.

En plus de la chènevotte de chanvre (CHEN) qui a été choisie comme granulat de référence, neuf autres granulats végétaux ont été sélectionnés dans cette étude pour leur disponibilité, leur coût, leur capacité à devenir ultérieurement des co-produits en abondance dans la région et leur originalité pour une utilisation dans la construction : anas de lin (AL), moelle de tournesol (MT), écorce de tournesol (ET), paille de coriandre (PC), paille de blé (PB), menues pailles de blé (MP), spathes de maïs (SM), tige de miscanthus (TM) et sarments de vigne (SV).

D'un point de vue chimique, les granulats végétaux sont tous très riches en cellulose (de 35,9% pour MP à 55,5% pour CHEN), ce qui est en parfaite cohérence avec les résultats de la littérature. De plus, la méthode de Van Soest, utilisée pour la détermination des composants chimiques, donne une quantification fiable de la teneur en lignines, importante pour la détermination de la masse volumique. D'un autre côté, la quantité d'hydrosolubles est plus élevée à pH 12 qu'à pH 7, validant par la même occasion la pertinence de notre choix d'avoir caractérisé la teneur en hydrosolubles à pH 12, et ce pour une meilleure compréhension de leurs impacts sur les composites formés avec des liants minéraux réactifs de nature basique.

En ce qui concerne les caractéristiques physiques, la granulométrie a permis de classer les granulats en trois catégories selon leur circularité faible (type 1), moyenne (type 2) ou élevée (type 3). Les méthodes de détermination de la masse volumique des particules par pycnométrie au sable fin d'une part, et de la masse volumique du solide par utilisation des masses volumiques des différents composants chimiques le constituant d'autre part, ont été validées en comparant nos résultats avec ceux de Glé et al. (2021) obtenus sur des chènevottes différentes et *via* quatre méthodes de mesure distinctes. La comparaison de la masse volumique en vrac et de la masse volumique compactée nous a permis de mettre en évidence deux comportements différents des granulats sous compaction à l'état humide puis séchés : ceux-ci gonflent et foisonnent ou se réarrangent et s'écrasent en fonction de leur rigidité, de leur capacité d'absorption d'eau et de leurs porosités. La masse volumique compactée s'avère également être un bon paramètre de formulation pour l'ajustement de la quantité nécessaire de chaque granulat dans un mélange. La connaissance des diverses masses volumiques des granulats a permis d'en déduire les porosités existant dans les granulats en vrac ou dans les particules. La porosité totale dans le vrac de particules est peu dépendante du granulat considéré, et toujours très élevée (supérieure à 90%), il s'agit d'un paramètre intéressant pour une utilisation en tant qu'isolants en vrac. La porosité particulaire, propriété liée à la microstructure des granulats, permet de mieux les différencier. Par ailleurs, elle est importante dans l'optique d'une utilisation de ces granulats dans le béton végétal, étant donné que les pores inter-particulaires dans le vrac seront réduits du fait de l'ajout des liants ainsi que du réarrangement des granulats. L'absorption d'eau telle que mesurée par la méthode recommandée par le TC RILEM 236-BM permet d'accéder à une cinétique d'absorption de l'eau par les granulats, et les résultats obtenus sont en accord avec ceux présentés dans la littérature. Cependant, les résultats à 1 min d'absorption sont toujours inférieurs aux valeurs d'absorption réelle après compaction, ce dernier paramètre permettant une meilleure estimation des besoins réels en eau des granulats dans les mêmes conditions que pour la fabrication des bétons végétaux. Sa représentation par volume de granulat compacté donne encore davantage de précision, faisant d'ailleurs apparaître pour la moelle de tournesol un comportement bien plus proche de celui des autres granulats que la représentation initiale par masse de granulat ne le laissait penser. Les conductivités thermiques des granulats, toutes

inférieures à 0,080 $W.m^{-1}.K^{-1}$, mettent en évidence leur fort potentiel en tant qu'isolants en vrac. La forte porosité de la moelle lui permet de se distinguer des autres granulats avec une conductivité thermique de seulement 0,033 $W.m^{-1}.K^{-1}$, plus faible même que celle des isolants en vrac sur le marché.

De leur côté, les caractéristiques mécaniques des granulats ont montré deux comportements différents. En effet, les courbes contrainte – déformation des empilements compactés de granulats végétaux laissent apparaître un pic (atteinte d'une contrainte de rupture) ou sont exponentiellement croissantes (déformation sans rupture). Ces comportements mécaniques des granulats seuls pourront influencer ceux des composites, en tenant également compte des autres paramètres chimiques et physiques.

La troisième partie de ce chapitre a été destinée à la discussion des éventuelles influences et corrélations entres les caractéristiques des granulats précédemment déterminées. Pour chaque famille de granulats (peu rigides et aplatis ou rigides et épais), la porosité inter-particulaire augmente en fonction de l'élongation. De ce fait, les performances mécaniques diminuent à la fois en fonction de l'axe majeur et de la porosité inter-particulaire. Le coefficient de diffusion capillaire des granulats a été lié à la porosité particulaire mais également à la microstructure poreuse des granulats. L'hypothèse de corrélation linéaire entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac ou la porosité totale a aussi été confirmée. La seule connaissance de la masse volumique en vrac ou de la porosité totale permet donc de déduire la conductivité thermique du granulat végétal considéré.

La prise en compte de ces caractéristiques des granulats, qu'elles soient d'ordre chimique, physique ou mécanique, va nous permettre de proposer dans le chapitre suivant une méthode de formulation et de mise en œuvre des blocs de bétons végétaux avec deux liants de nature différente, à savoir une chaux formulée commerciale et un liant pouzzolanique. Dans un deuxième temps, nous nous proposons d'établir des corrélations entre les paramètres liés aux granulats et les propriétés d'usage, mécaniques et thermiques, des composites formés.

Chapitre 3 : Méthode de formulation des bétons végétaux et impact des propriétés des granulats, des séquences de malaxage et des types de liant sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites

Après l'étude des diverses caractérisations effectuées sur les granulats végétaux dans le chapitre précédent, le présent chapitre se consacrera à la fabrication et à la caractérisation des composites. En effet, les propriétés des granulats précédemment déterminées vont servir à la fois de paramètres de formulation et de prédiction pour les bétons végétaux.

Premièrement, une méthode de formulation permettant la fabrication d'un béton végétal, quel que soit le type de granulat, est proposée. Les formulations réalisées doivent être à dosage en liant constant afin d'être en mesure d'évaluer par la suite l'influence des propriétés des granulats sur les composites. Une méthode de mise en œuvre par vibro-compaction et à démoulage immédiat est présentée. Elle a pour objectif de reproduire en laboratoire une méthode de fabrication de blocs préfabriqués à l'échelle industrielle.

Dans les deux parties suivantes, les propriétés d'usage (thermiques et mécaniques) des composites étudiés sont évaluées. Pour cela, l'influence des propriétés des granulats, celle des séquences de malaxage et celle des types de liant sur la conductivité thermique et les paramètres de caractérisation mécanique en compression et en flexion des bétons végétaux sont successivement analysées.

Pour clôturer cette partie, une discussion sur les performances des granulats sera effectuée. Un compromis entre les propriétés mécaniques et thermiques, ainsi que la disponibilité des granulats, nous permettront de présenter les formulations finalement retenues pour l'étude approfondie menée dans le Chapitre 4.

1. Méthodes de formulation et de mise en œuvre des bétons végétaux

Cette partie présentera les matériaux utilisés pour la fabrication des bétons végétaux ainsi que leur méthode de formulation et le protocole de mise en œuvre proposé.

1.1. Matériaux

Par définition, les bétons végétaux sont obtenus à partir d'un mélange de granulats végétaux, d'un liant minéral avec d'éventuels adjuvants et de l'eau. Les granulats, liants et adjuvants utilisés pour la formulation des bétons végétaux dans cette étude sont présentés dans les paragraphes suivants.

1.1.1. Granulats végétaux

Les granulats végétaux utilisés pour la fabrication des bétons végétaux dans cette étude sont les dix qui ont été retenus et décrits dans le paragraphe 1.2 du chapitre précédent. À titre de rappel, il s'agit :

- De co-produits de plantes à fibres : la chènevotte de chanvre (CHEN) et les anas de lin oléagineux (AL) ;
- De fractions de tiges ou de pailles de plantes oléagineuses : la moelle de tournesol (MT), l'écorce de tournesol (ET) et la paille de coriandre (PC) ;
- De co-produits de plantes céréalières : la paille de blé (PB), les menues pailles de blé (MP) et les spathes de maïs (SM) ;
- D'autres co-produits : la tige de miscanthus (TM) et les sarments de vigne (SV).

1.1.2. Liants minéraux et adjuvants

Deux types de liants minéraux sont utilisés pour la formulation : une chaux formulée commerciale (CF) destinée à du béton de chanvre et un liant pouzzolanique (LP) à base de métakolin et à faible impact environnemental, dont la fabrication à partir de la calcination du kaolin n'émet que de la vapeur d'eau, limitant ainsi son impact carbone. Ils sont présentés dans les paragraphes suivants.

1.1.2.1. Chaux formulée (CF)

La chaux formulée utilisée dans cette étude est la chaux Batichanvre. C'est un liant commercial pré-formulé à base de chaux, produit par la société Chaux & Enduits de Saint Astier et recommandé principalement pour la fabrication des bétons de chanvre (CenC, 2012). Ce liant est composé à 60% de chaux naturelle, à 40% d'un liant hydraulique et pouzzolanique ainsi que d'adjuvants spécifiques. Deux mécanismes de prise, aérienne et hydraulique, sont présents dans les formulations incluant ce type de liant.

La production de chaux aérienne consiste à concasser et à calciner du calcaire pur. La calcination entre 800 et 1200°C du calcaire donne de la chaux vive. La chaux vive devient de la chaux éteinte par hydratation. La prise d'une chaux aérienne se fait par absorption de dioxyde de carbone (CO_2), comme montré dans l'équation suivante :

Equation 3.1

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$

La prise hydraulique de la chaux formulée se fait quant à elle par hydratation des silicates de calcium (C_3S et C_2S), formant ainsi des silicates de calcium hydratés (CSH) et de l'hydroxyde de calcium (CH), comme présenté dans les équations suivantes :

Equation 3.2

$$2C_3S + 7H \rightarrow C_3S_2H_8 + Ca(OH)_2$$

Equation 3.3

$$2C_2S + 7H \rightarrow C_3S_2H_8 + CH$$

1.1.2.2. Liant pouzzolanique (LP)

Le liant pouzzolanique utilisé dans cette étude est celui optimisé par Dinh (2014). Il est composé principalement de 70% de métakaolin (MK) et de 30% de chaux aérienne (CA). Pour améliorer les performances au jeune âge du composite, du sulfate de potassium (K_2SO_4) est ajouté à 3% de la masse des composants précédents. Ensuite, afin d'améliorer la maniabilité du liant, un superplastifiant (SP) est introduit dans l'eau dans une proportion de 1,6% par rapport à la somme de la masse du MK et de la CA.

- Métakaolin (MK) : le métakaolin utilisé dans cette étude est le produit Argicem commercialisé par la société Argeco. Il est obtenu par calcination flash d'une argile kaolinique à une température de 700°C. Il est composé essentiellement de silice et d'alumine, dans un rapport SiO_2/Al_2O_3 égal à 2,5.
- Chaux aérienne (CA) : la chaux aérienne utilisée pour cette étude est la chaux commerciale CL 90-S.
- Sulfate de potassium (K_2SO_4) : le sulfate de potassium est un activateur chimique qui stimule la formation des ettringites et qui accélère la réaction pouzzolanique, ce qui améliore la résistance du liant au jeune âge.
- Superplastifiant (SP) : le superplastifiant utilisé dans cette étude est le Sika ViscoCrete-850 Végétal. Il permet d'améliorer la maniabilité et de réduire la quantité d'eau de gâchage.

La réaction pouzzolanique du métakaolin avec l'hydroxyde de calcium (CH) présent dans la chaux aérienne ou issu de l'hydratation des silicates de calcium dans le métakaolin lui-même est résumée par l'équation suivante :

Equation 3.4

$$AS_2 + 5CH + 5H \rightarrow C_5AS_2H_{10}$$

$C_5AS_2H_{10}$ représente une composition moyenne des produits de cette réaction qui sont des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et des silico-aluminates de calcium hydratés, en majorité de la géhlénite hydratée (C_2ASH_8) et du C_4AH_{13} ainsi qu'éventuellement de l'hydrogrenat (C_3ASH_6) (Cassagnabere, 2007; Magniont, 2010).

1.2. Méthode de formulation et de mise en œuvre des bétons végétaux

1.2.1. Méthode de formulation

Cette étude ayant pour objectif d'évaluer le potentiel des agroressources en tant que granulats végétaux pour des bétons végétaux, le premier principe de formulation à appliquer est alors de garder un même dosage en liant afin de pouvoir comparer entre eux les impacts de chaque granulat dans le composite. Les formulations effectuées prennent également en compte l'effet des deux types de séquences de malaxage rencontrées dans la littérature : préparation au préalable d'une barbotine (lait) de liant avant l'introduction des granulats (M1) ou introduction des liants anhydres après prémouillage des granulats (M2). Ces séquences de malaxage sont développées dans le Tableau 3.1. Par ailleurs, les formulations réalisées ont aussi pour but d'étudier l'impact des deux types de liant : la chaux formulée commerciale (CF) et le liant pouzzolanique (LP).

Tableau 3.1. Etapes des deux séquences de malaxage ; M1 : avec préparation au préalable d'un lait de liant, M2 : introduction des liants anhydres après prémouillage des granulats.

M1	M2
1. Mélanger les composants anhydres et la totalité de l'eau pendant 1 min pour former un lait de liant 2. Ajouter les granulats végétaux et mélanger pendant 1 min 3. Défaire manuellement les mottes éventuellement formées 4. Mélanger jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène	1. Mélanger les granulats végétaux et l'eau de prémouillage pendant 1 min 2. Ajouter les composants anhydres et mélanger pendant 1 min 3. Ajouter l'eau de gâchage et mélanger pendant 1 min 4. Défaire manuellement les mottes éventuellement formées 5. Mélanger jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène

En tenant compte des principes et des objectifs de l'étude cités précédemment, 19 formulations ont été fabriquées. Elles sont résumées dans le Tableau 3.2 ci-dessous :

Tableau 3.2. Synthèse des formulations fabriquées.

	Malaxage M1		Malaxage M2
	Liant pouzzolanique (LP)	Chaux formulée (CF)	
Chènevotte (CHEN)	**LP-CHEN-M1**	**CF-CHEN-M1**	**CF-CHEN-M2**
Anas de lin (AL)	-	**CF-AL-M1**	-
Moelle de tournesol (MT)	**LP-MT-M1**	**CF-MT-M1**	**CF-MT-M2**
Ecorce de tournesol (ET)	**LP-ET-M1**	**CF-ET-M1**	**CF-ET-M2**
Paille de coriandre (PC)	-	**CF-PC-M1**	-
Paille de blé (PB)	**LP-PB-M1**	**CF-PB-M1**	**CF-PB-M2**
Menues pailles de blé (MP)	-	**CF-MP-M1**	-
Spathes de maïs (SM)	-	**CF-SM-M1**	-
Tige de miscanthus (TM)	-	**CF-TM-M1**	-
Sarments de vigne (SV)	**LP-SV-M1**	**CF-SV-M1**	-

Comme présenté dans le Tableau 3.2, les 19 formulations fabriquées sont réparties comme suit :

- 10 formulations avec la chaux formulée (CF), les 10 granulats végétaux retenus, et la séquence de malaxage M1 ;
- 4 formulations avec la chaux formulée (CF), 4 granulats de natures différentes (CHEN, MT, ET et PB), et la séquence de malaxage M2 ;
- 5 formulations avec le liant pouzzolanique à base de métakaolin (LP), 5 granulats de natures différentes (CHEN, MT, ET, PB et SV), et la séquence de malaxage M1 ;

Dans la majorité des précédentes études, pour présenter les quantités de chaque composant les paramètres de formulation utilisés étaient les rapports granulat/liant (G/L) ou liant/granulat (L/G), et eau/liant (E/L). Cependant, ces paramètres ne sont pas suffisants pour déterminer le dosage de chaque constituant dans le composite. En effet, en fonction du niveau de compaction, avec les mêmes ratio G/L et E/L, les dosages des constituants dans les composites peuvent être différents et ne permettent donc pas de comparer les performances des granulats. Nous proposons alors de travailler à partir de dosages volumiques de chaque composant (liant (L), granulats (G) et eau (E)), exprimés en $kg_{constituant}.m^{-3}_{béton\ frais}$, ce qui permet également d'évaluer la masse volumique à l'état frais du composite, notée ρ_{frais}, qui sera contrôlée au moment de la fabrication.

Les dosages des composants des formulations avec de la chaux formulée (CF) sont déduits à partir d'une formulation de référence de béton de chanvre (CF-CHEN-M1), et ce pour une application de type « mur » préconisée par le fabricant du liant (liant (L) = 258 $kg.m^{-3}$, granulats (G) = 111 $kg.m^{-3}$, eau (E) = 362 $kg.m^{-3}$, G/L = 0.43, E/L = 1.40, masse volumique à l'état frais ρ_{frais} = 731 $kg.m^{-3}$).

Les dosages des composants des formulations avec du liant pouzzolanique (LP) sont déduits à partir d'une formulation de référence de béton de chanvre utilisant du liant pouzzolanique à base de métakaolin (LP-CHEN-M1), optimisée par Dinh (2014) et ayant les mêmes dosages en liant et en chènevotte de chanvre que la formulation de référence « mur » précédente, seul le dosage en eau ayant été modifié pour s'adapter au type de liant (liant (L) = 258 $kg.m^{-3}$, granulats (G) = 111 $kg.m^{-3}$, eau (E) = 253 $kg.m^{-3}$, G/L = 0.43, E/L = 1.40, masse volumique à l'état frais ρ_{frais} = 622 $kg.m^{-3}$).

Pour toutes les formulations i, le dosage en liant ($dosage(L)_i$) reste constant et égal au dosage en liant de la formulation de béton de chanvre de référence ($dosage(L)_{réf}$) comme indiqué sur l'équation suivante :

Equation 3.5

$$dosage(L)_i = dosage(L)_{réf} = 258\ \mathrm{kg.m^{-3}}$$

Le dosage en granulat d'une formulation i ($dosage(G)_i$) est déduit du dosage en granulat de la formulation de béton de chanvre de référence ($dosage(G)_{réf}$) en tenant compte du rapport entre la masse volumique compactée du granulat présent dans la formulation i (ρ_{comp_i}) et la masse volumique compactée de la chènevotte dans la formulation de référence ($\rho_{comp_réf}$), comme montré sur l'Equation 3.6. Ce calcul permet d'adapter le dosage en

granulat en fonction de son comportement à la compaction à l'état humide, en supposant que la compaction à l'état humide d'un empilement de granulat seul est un bon modèle du comportement de ces granulats lors de la fabrication des composites par vibro-compaction.

Equation 3.6

$$dosage(G)_i = \frac{\rho_{comp_i}}{\rho_{comp_réf}} . dosage(G)_{réf}$$

Les dosages des granulats obtenus à partir de cette hypothèse ont donné des résultats satisfaisants lors de la fabrication pour toutes les formulations à l'exception de celles incorporant de la moelle de tournesol et des sarments de vigne où l'on a observé un excès de matière. Pour ces deux formulations, les dosages en granulats ont donc été ajustés, respectivement, par des coefficients de réduction de 0,70 et 0,74.

Comme montré sur l'Equation 3.7, le dosage en eau d'une formulation i ($dosage(E)_i$) tient compte du dosage en eau nécessaire pour une bonne hydratation et une bonne maniabilité du liant ($dosage(E_{liant})_i$), et du dosage en eau pour le prémouillage des granulats ($dosage(E_{prémouillage})_i$).

Equation 3.7

$$dosage(E)_i = dosage(E_{liant})_i + dosage(E_{prémouillage})_i$$

La part d'eau attribuée à l'une ou l'autre des fonctions résulte des observations réalisées lors de précédentes études. L'hypothèse faite est celle d'un dosage en eau pour l'hydratation du liant i constant, égal au dosage en eau pour l'hydratation du liant de la formulation de référence selon le type de liant utilisé (284 kg.m^{-3} pour la chaux formulée (CF) ($E_{liant}/G = 1{,}10$) et 176 kg.m^{-3} pour le liant pouzzolanique (LP) ($E_{liant}/G = 0{,}68$)).

Le dosage en eau de prémouillage d'une formulation i ($dosage(E_{prémouillage})_i$) est déduit du dosage en eau de prémouillage de la formulation de béton de chanvre de référence ($dosage(E_{prémouillage})_{réf}$), en tenant compte du rapport entre la masse volumique compactée du granulat présent dans la formulation i (ρ_{comp_i}) et la masse volumique compactée de la chènevotte dans la formulation de référence ($\rho_{comp_réf}$) et du rapport entre l'absorption d'eau réelle après compaction du granulat présent dans la formulation i ($w_{réelle_i}$) et l'absorption d'eau réelle après compaction de la chènevotte dans la formulation de référence ($w_{réelle_réf}$), comme montré sur l'équation suivante :

Equation 3.8

$$dosage(E_{prémouillage})_i = \frac{\rho_{comp_i}}{\rho_{comp_réf}} . \frac{w_{réel_i}}{w_{réel_réf}} . dosage(E_{prémouillage})_{réf}$$

Les dosages en eau totale obtenus à partir de ces hypothèses ont donné des résultats satisfaisants lors de la fabrication pour la plupart des formulations, à l'exception de celles incorporant de la moelle de tournesol, de l'écorce de tournesol et des sarments de vigne. Concernant les formulations avec de la moelle de tournesol et les sarments de vigne, des coefficients de réduction du dosage en eau ont été nécessaires en raison de la réduction du

dosage en granulats qui a amené à ajuster le dosage en eau de prémouillage. Pour les mélanges de chaux formulée avec de la moelle de tournesol ou des sarments de vigne, les coefficients de réduction des dosages en eau sont, respectivement, de 0,70 et 0,97. Pour les mélanges de liant pouzzolanique avec de la moelle de tournesol ou des sarments de vigne, les coefficients de réductions des dosages en eau sont, respectivement, de 0,83 et 0,95. Pour la formulation avec de la chaux formulée et de l'écorce de tournesol, un mélange trop humide a été observé avec le dosage en eau théorique, ce qui nous a amenés à réduire la quantité d'eau du mélange par un facteur de 0,86. Pour la formulation avec du liant pouzzolanique et de l'écorce de tournesol, dans un premier temps, en vue de la réduction du dosage en eau du mélange de chaux formulée et de l'écorce de tournesol, la réduction du dosage en eau a été également anticipée. Mais, ayant obtenu un mélange trop sec, 1 litre d'eau a été rajoutée pour avoir un mélange convenable, ce qui nous a donné finalement un coefficient de correction de 1,15.

Les paramètres de formulation de chaque mélange sont résumés dans le Tableau 3.3. Paramètres de formulation des mélanges étudiés et masses volumiques sèches des composites mesurées expérimentalement.. Les mélanges sont notés i-j-k. i pour le liant (CF ou LP), j pour le granulat (CHEN, AL, MT, ET, PC, PB, MP, SM, TM ou SV) et k pour la séquence de malaxage (M1 ou M2)

Tableau 3.3. Paramètres de formulation des mélanges étudiés et masses volumiques sèches des composites mesurées expérimentalement.

Formulation	Dosage (L) ($kg.m^{-3}$)	Dosage (G) ($kg.m^{-3}$)	Dosage (E) ($kg.m^{-3}$)	G/L (-)	E/L (-)	$\rho_{fraîche}$ ($kg.m^{-3}$)	$\rho_{sèche}$ ($kg.m^{-3}$)
CF-CHEN-M1	258	111	362	0,43	1,40	731	391 ± 5
CF-AL-M1	258	150	334	0,58	1,29	742	413 ± 7
CF-MT-M1	258	37	352	0,14	1,36	647	333 ± 10
CF-ET-M1	258	165	310	0,64	1,20	734	425 ± 9
CF-PC-M1	258	96	346	0,37	1,34	700	385 ± 6
CF-PB-M1	258	73	323	0,28	1,25	655	386 ± 9
CF-MP-M1	258	89	318	0,35	1,23	665	406 ± 18
CF-SM-M1	258	95	350	0,37	1,35	704	398 ± 5
CF-TM-M1	258	189	342	0,73	1,33	790	381 ± 10
CF-SV-M1	258	312	316	1,21	1,22	886	513 ± 17
CF-CHEN-M2	258	111	362	0,43	1,40	731	399 ± 8
CF-MT-M2	258	37	352	0,14	1,36	647	321 ± 8
CF-ET-M2	258	165	310	0,64	1,20	734	412 ± 5
CF-PB-M2	258	73	323	0,28	1,25	655	378 ± 6
LP-CHEN-M1	258	111	253	0,43	0,98	622	352 ± 14
LP-MT-M1	258	37	330	0,14	1,28	625	313 ± 12
LP-ET-M1	258	165	288	0,64	1,11	711	406 ± 8
LP-PB-M1	258	73	215	0,28	0,83	547	349 ± 7
LP-SV-M1	258	312	204	1,23	0,80	773	453 ± 19

Les résultats des masses volumiques sèches des composites avec leurs écart-types montrent que la formulation et la méthode de mise en œuvre des composites sont assez répétables. La séquence de malaxage n'a pas d'influence significative sur la masse volumique des composites.

À partir des dosages de chaque constituant et du volume de béton végétal à fabriquer, les quantités des matières nécessaires pour la fabrication sont obtenues. La méthode de mise en œuvre des mélanges obtenus est développée dans le paragraphe suivant.

1.2.2. Procédé de vibro-compaction en laboratoire

Dans l'optique de simuler une méthode de mise en œuvre de blocs préfabriqués à l'échelle industrielle, un procédé de vibro-compaction en laboratoire à démoulage immédiat a été appliqué. Après avoir suivi l'une des deux séquences de malaxage (M1 ou M2 selon la formulation) présentées dans le Tableau 3.1, le mélange est vibro-compacté en 3 couches dans un moule cubique de 15 × 15 × 15 cm^3 (Figure 3.1a) à l'aide d'une table vibrante et d'un piston en bois rigide, pendant environ 15 s pour chaque couche (Figure 3.1b). Le moule et le piston sont les mêmes que ceux présentés sur la Figure 2.15 pour la fabrication des éprouvettes cubiques de granulats compactés à l'état humide puis séchés. La hauteur d'une couche est égale au tiers de la hauteur totale de l'éprouvette (5 cm) (Figure 3.1a) et la masse d'une couche est aussi égale au tiers de la masse totale souhaitée pour une éprouvette et qui est calculée en fonction de la masse volumique à l'état frais visée. Pour assurer la continuité entre chaque couche, la surface compactée est scarifiée avant l'ajout de la couche suivante. Après la succession des 3 couches vibro-compactées, l'éprouvette est immédiatement démoulée (Figure 3.1c).

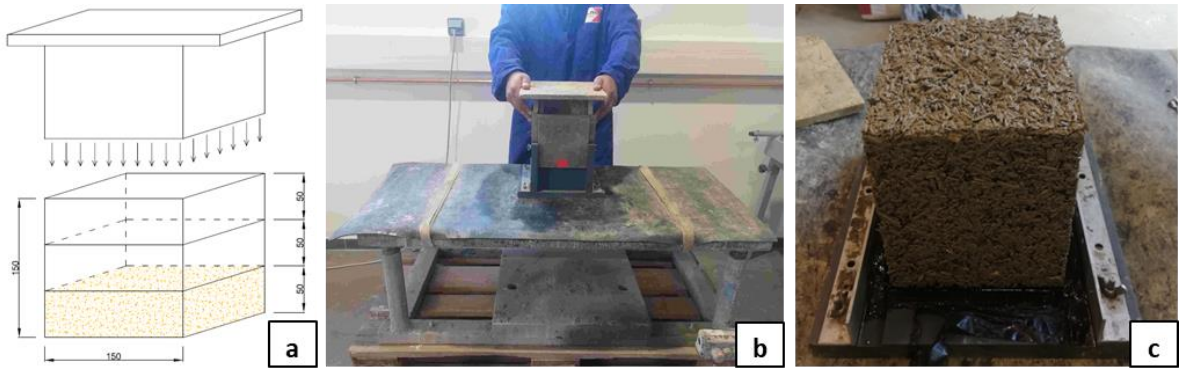

Figure 3.1. (a) Trois couches à vibro-compacter dans un moule cubique, (b) mise en œuvre par vibro-compactage sur table vibrante, et (c) éprouvette à l'état frais après démoulage immédiat.

1.2.3. Conditions de conservation des éprouvettes

Après démoulage immédiat, les éprouvettes sont conservées à l'ambiance du laboratoire. Les éprouvettes pour les mesures de la conductivité thermique sont stockées pendant 90 jours. L'essai de conductivité thermique étant non destructif, les mêmes éprouvettes sont ensuite utilisées pour l'essai de compression à 120 jours. Pour une partie des formulations, quelques éprouvettes sont conservées jusqu'à 1 an pour des essais de compression et de flexion.

Les données de température et d'humidité relative de l'air enregistrées lors des 4 premiers mois de stockage sont reportées sur la Figure 3.2.

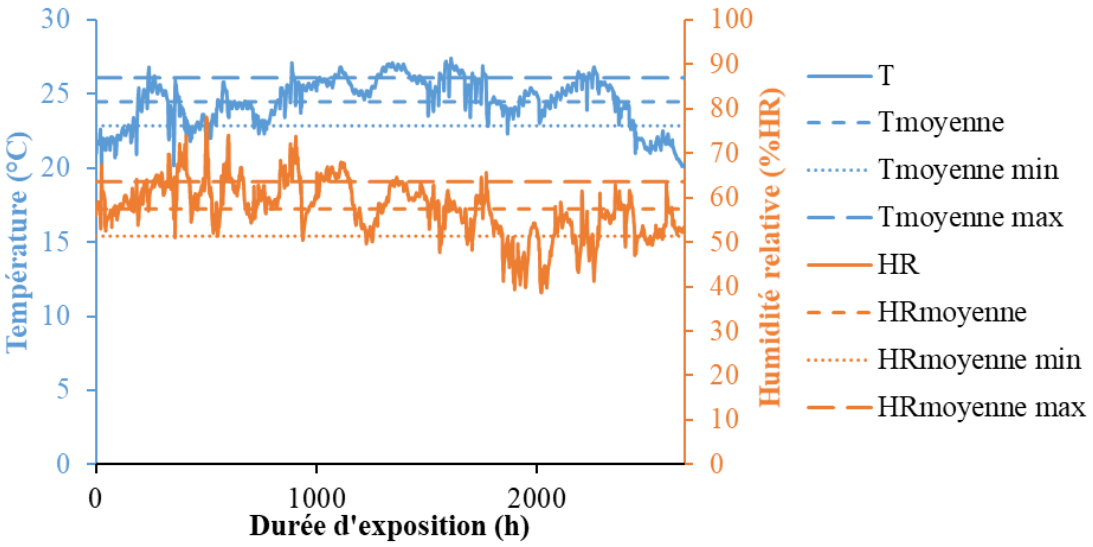

Figure 3.2. Acquisition des données de température et d'humidité relative de la zone de stockage du laboratoire pendant les 4 premiers mois.

La température moyenne et l'humidité relative moyenne enregistrées sont, respectivement, de 24,7 ± 1,6°C et 57,5 ± 6,1%.

1.2.4. Synthèse des éprouvettes fabriquées pour chaque formulation et répartition par essai de caractérisation effectué

Les essais de caractérisation effectués sur les éprouvettes de béton durcis et qui seront développés successivement dans les parties suivantes sont :

- La conductivité thermique.
- La compression cyclique.
- La flexion trois points.

Les mesures de conductivité thermique et les essais de compression sont réalisés directement sur les éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 (Figure 3.3a). Les essais de flexion sont quant à eux effectués sur des éprouvettes parallélépipédiques rectangulaires de 5 × 7,5 × 15 cm^3 obtenues par sciage de l'éprouvette cubique à la scie à fil (Figure 3.3b et c).

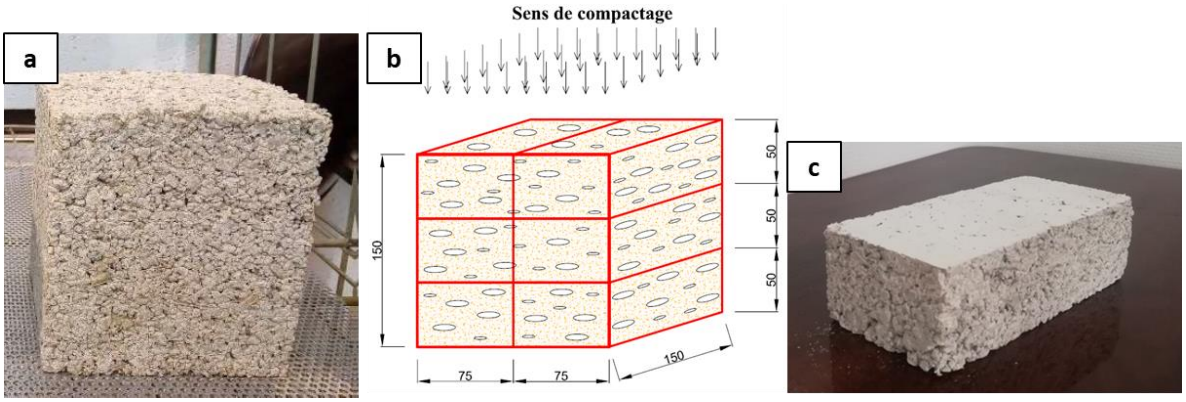

Figure 3.3. (a) Eprouvette cubique, (b) plan de sciage de l'éprouvette cubique pour l'obtention des éprouvettes parallélépipédiques, et (c) éprouvette parallélépipédique obtenue.

Le Tableau 3.4 résume le nombre d'éprouvettes testées pour chaque formulation et pour chaque type de caractérisation effectuée. Ce tableau précise également l'échéance de l'essai.

Tableau 3.4. Nombre d'éprouvettes testées pour chaque formulation et par caractérisation.

Formulation	Conductivité thermique	Caractérisations mécaniques		
		Compression cyclique		Flexion trois points
	90 jours	120 jours	1 an	1 an
CF-CHEN-M1	8		3	4
CF-AL-M1	8		3	4
CF-MT-M1	8		3	4
CF-ET-M1	8		3	4
CF-PC-M1	8		-	-
CF-PB-M1	8		3	4
CF-MP-M1	8		-	-
CF-SM-M1	8		-	-
CF-TM-M1	8		-	-
CF-SV-M1	8		-	-
CF-CHEN-M2	8		3	4
CF-MT-M2	8		3	4
CF-ET-M2	8		3	4
CF-PB-M2	8		3	4
LP-CHEN-M1	8		-	-
LP-MT-M1	8		-	-
LP-ET-M1	8		-	-
LP-PB-M1	8		-	-
LP-SV-M1	8		-	-

Au total, 179 éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 et 36 éprouvettes parallélépipédiques rectangles de 5 × 7,5 × 15 cm^3 ont été fabriquées. Pour chacune des formulations, les essais de conductivité thermique à 90 jours et les essais de compression cyclique à 120 jours ont été effectués sur 8 éprouvettes dont 4 dans la direction parallèle à la compaction et 4 dans la direction perpendiculaire. Les formulations incorporant des CHEN, AL, MT, ET et PB dans la chaux formulée ont également été testées mécaniquement à un âge plus tardif, à savoir 1 an. Pour chacune de ces formulations, 3 éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 ont été testées en compression cyclique dans la direction parallèle à la compaction et 4 éprouvettes parallélépipédiques rectangles de 5 × 7,5 × 15 cm^3 ont été soumises à l'essai de flexion trois points.

1.3. Conclusion

A partir de la masse volumique compactée et de l'absorption réelle d'eau de chaque granulat, une méthode de formulation à dosage en liant constant et directement applicable à la plupart des granulats, a été proposée. Dix formulations incorporant les 10 granulats végétaux dans de la chaux formulée (CF) et avec une séquence de malaxage préparant au préalable un lait de liant avant l'ajout des granulats (M1) ont été réalisées dans le but d'évaluer l'impact des propriétés de chaque granulat sur les propriétés d'usage du composite. Afin d'étudier l'impact de la séquence de malaxage, 4 autres formulations incorporant 4 des 10 granulats sélectionnés (CHEN, MT, ET et PB) avec de la chaux formulée (CF) et une séquence de malaxage introduisant les liants anhydres après le prémouillage des granulats (M2), ont été ajoutées. L'effet du type de liant a également été étudié par comparaison avec 5 autres formulations incorporant 5 des 10 granulats sélectionnés (CHEN, MT, ET, PB et SV) avec du liant pouzzolanique (LP) et la même séquence de malaxage initiale (M1).

Les 19 formulations précédentes ont été mises en œuvre par vibro-compaction et les éprouvettes obtenues ont été conservées à l'ambiance du laboratoire. Au total, 179 éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 ont été testées en conductivité thermique et en compression cyclique et 36 éprouvettes parallélépipédiques rectangles de 5 × 7,5 × 15 cm^3 ont été obtenues par sciage pour être soumises à l'essai de flexion trois points.

Les paragraphes suivants développeront les méthodes utilisées pour chacune des caractérisations thermique et mécaniques effectuées ainsi que l'analyse des résultats obtenus.

2. Caractérisation thermique des bétons végétaux

2.1. Méthode

Les conductivités thermiques des composites ont été déterminées par la même méthode transitoire au fil chaud que pour les granulats. Le principe de la méthode est développé dans les paragraphes 2.4.2 du Chapitre 1 et 6.1 du Chapitre 2. Les différences avec les mesures sur les granulats concernent les éprouvettes à tester et les paramètres de mesure. Pour les composites, les mesures ont été effectuées en disposant la sonde entre deux éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 issues d'une même gâchée dans une ambiance pratiquement stable du laboratoire (température de 20 ± 1°C et humidité relative de 55 ± 5%) (Figure 3.4). Deux conductivités thermiques ont été mesurées : à l'équilibre avec l'ambiance du laboratoire

et à l'état sec (éprouvettes séchées à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante d'une variation inférieure à 0,1% entre 2 pesées successives espacées de 24 h). Comme paramètres de mesure, la puissance varie de 0,12 à 0,15 W, le temps de chauffe est de 60 s, l'élévation de température est toujours supérieure à 5°C sans dépasser les 20°C et le coefficient de corrélation R^2 validant l'essai est supérieur à 0,999. L'appareil de mesure utilisé est le FP2C de la société Néotim (France). La moyenne entre douze mesures a été prise à chaque fois afin de limiter les problèmes de précision et de représentativité liés à l'hétérogénéité des bétons végétaux.

Figure 3.4. Mesure de la conductivité thermique entre deux éprouvettes de 15 × 15 × 15 cm^3.

2.2. Influence des propriétés des granulats

Deux mesures sur des éprouvettes à l'état sec et à l'équilibre avec l'ambiance (température de 20 ± 1°C et humidité relative de 55 ± 5%) ont été effectuées. Les résultats sont montrés sur la Figure 3.5 ci-dessous.

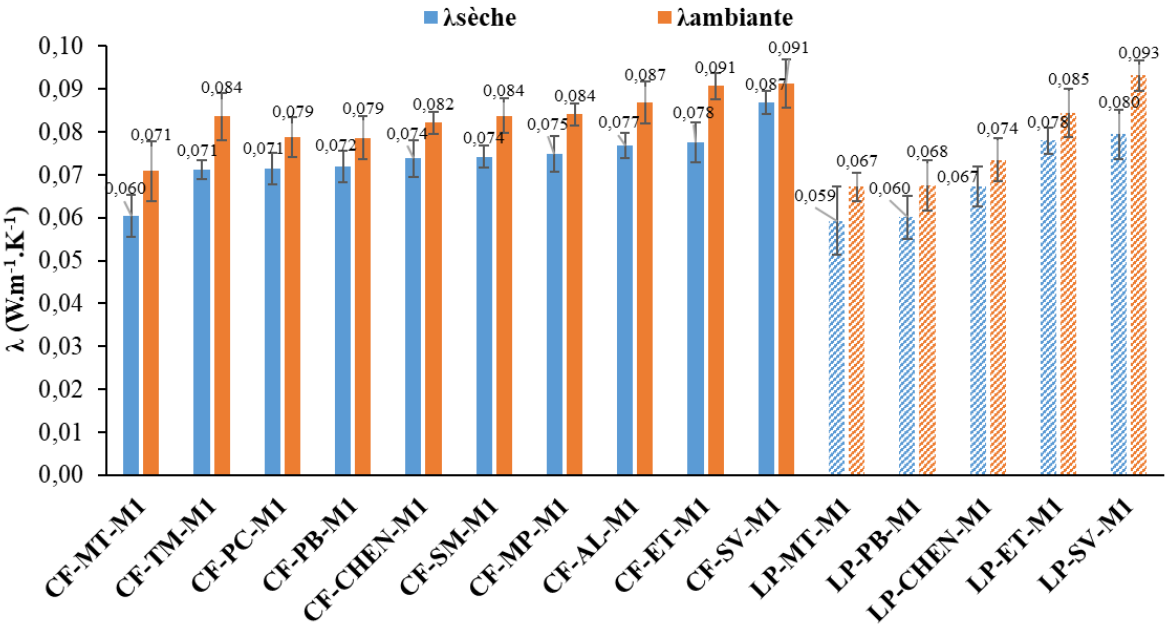

Figure 3.5. Comparaison entre conductivité thermique sèche et conductivité thermique à l'équilibre avec l'ambiance (histogramme plein : formulation avec de la chaux formulée ; histogramme hachuré : formulation avec liant pouzzolanique).

Les résultats sur la Figure 3.5 montrent une conductivité en équilibre avec l'ambiance supérieure à celle à l'état sec, liée à la capacité de sorption d'humidité de ces matériaux hygroscopiques. Cette augmentation est de l'ordre de 5 à 15% pour des teneurs en eau des composites variant de 3 à 8%. Dans la suite des résultats, seules les conductivités thermiques à l'état sec seront représentées, les deux grandeurs suivant les mêmes tendances. Les valeurs des conductivités thermiques mesurées sur ces composites sont comprises entre 0,059 et 0,093 $W.m^{-1}.K^{-1}$. Ces faibles conductivités thermiques montrent que ces matériaux ont des propriétés thermiques cohérentes pour une utilisation en isolation répartie. La Figure 3.5 montre également que la conductivité thermique des formulations avec le liant pouzzolanique est plus faible que celle avec de la chaux formulée. Cette différence est due à la faible densité du liant pouzzolanique par rapport à la chaux formulée, ce qui influence la masse volumique et la conductivité thermique des composites correspondants (cf. § 2.4).

2.2.1. Influence des masses volumiques

Les résultats de l'évolution de la conductivité thermique des composites, respectivement en fonction de la masse volumique en vrac et de la masse volumique compactée des granulats, sont présentés sur la Figure 3.6 ci-dessous.

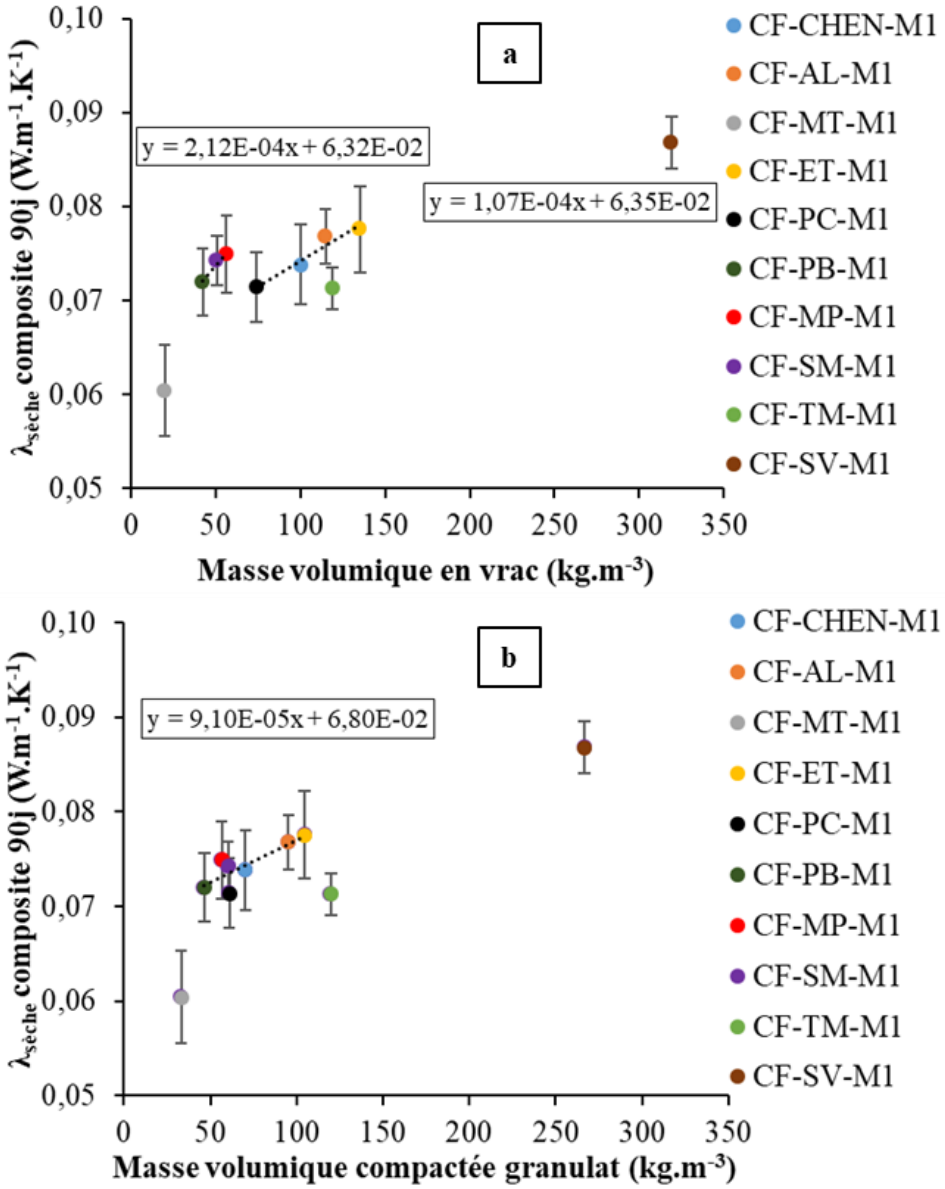

Figure 3.6. Conductivité thermique sèche des composites en fonction (a) de la masse volumique en vrac et (b) de la masse volumique compactée des granulats.

Si l'on considère la masse volumique en vrac (Figure 3.6a) des granulats, on observe une évolution quasi-linéaire de la conductivité des composites en fonction de la masse volumique des granulats au sein de deux familles : celle des pailles peu rigides dont la porosité particulaire est limitée (PB, MP, SM), et celle des écorces plus rigides à porosité particulaire intermédiaire (CHEN, AL, ET, PC). Trois granulats s'écartent significativement de ces modèles : il s'agit des formulations avec de la moelle de tournesol (CF-MT-M1), de la tige de miscanthus (CF-TM-M1) et des sarments de vigne (CF-SV-M1). À même masse volumique des granulats, l'incorporation de ces particules végétales permet d'atteindre une conductivité thermique plus faible pour les composites. Pour les granulats de moelle, cela pourrait s'expliquer par leur forte porosité intra-particulaire. À l'autre extrémité de la gamme de masse volumique, les granulats SV et TM sont ceux qui présentent l'arrangement granulaire compacté le plus dense et en particulier une porosité interparticulaire limitée. Lorsque l'on

considère la masse volumique compactée comme indicateur (Figure 3.6b), les deux familles se confondent et un modèle linéaire unique permet d'évaluer la conductivité du composite à partir de cette dernière.

Des études complémentaires devront être menées afin de comprendre les mécanismes de réarrangement et d'écrasement des différents granulats et d'identifier les fractions volumiques des différentes familles de pores dans le composite durci afin de les relier aux performances thermiques des composites.

Comme mis en évidence dans le chapitre précédent, la conductivité sèche de l'arrangement en vrac de particules étant proportionnelle à sa masse volumique, la prise en compte de ce paramètre aboutit donc aux mêmes conclusions.

2.2.2. Influence de la porosité particulaire

L'évolution de la conductivité thermique des composites en fonction de la porosité particulaire des granulats est présentée sur la Figure 3.7 ci-dessous.

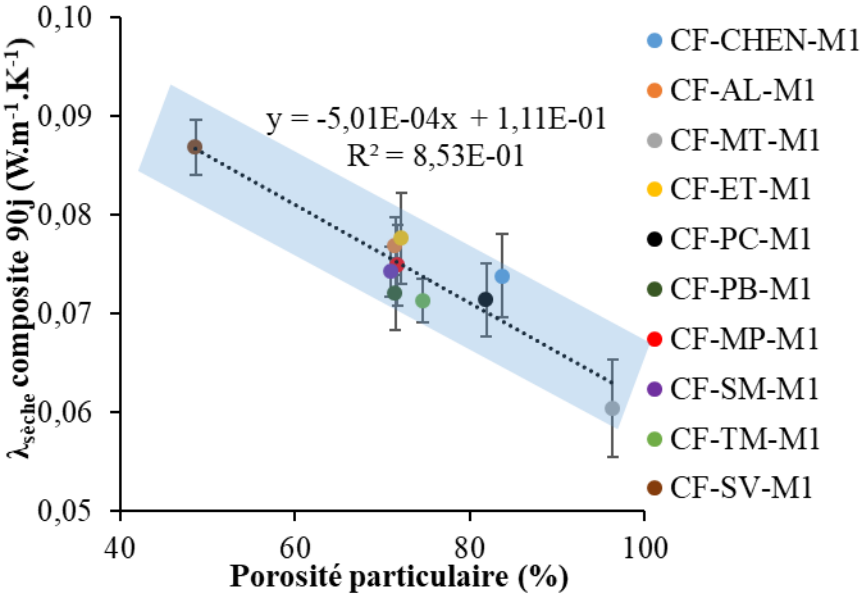

Figure 3.7. Conductivité thermique sèche des composites en fonction de la porosité particulaire des granulats.

Les résultats présentés sur la Figure 3.7 mettent en évidence une corrélation satisfaisante entre la porosité particulaire des granulats en vrac et la conductivité thermique sèche du composite. Indépendamment de leur rigidité ou de leur morphologie, pour un procédé de vibrocompaction tel que celui appliqué dans cette étude et représentatif des niveaux de compaction atteints en pratique, la porosité particulaire des granulats serait donc l'un des paramètres les plus pertinents pour prédire la conductivité thermique du composite. Pour l'avenir, le modèle linéaire empirique proposé (Equation 3.9) devra tout de même être validé pour d'autres agroressources.

Equation 3.9

$$\lambda = -0{,}0005 n_p + 0{,}1111$$

Avec λ (W.m^{-1}.K^{-1}) la conductivité thermique du composite et n_p (%) la porosité particulaire du granulat le constituant.

2.3. Influence de la masse volumique du composite

La Figure 3.8 présente l'évolution des conductivités thermiques des composites, mesurées à l'état sec et à l'équilibre avec l'ambiance, en fonction de leur masses volumiques respectives.

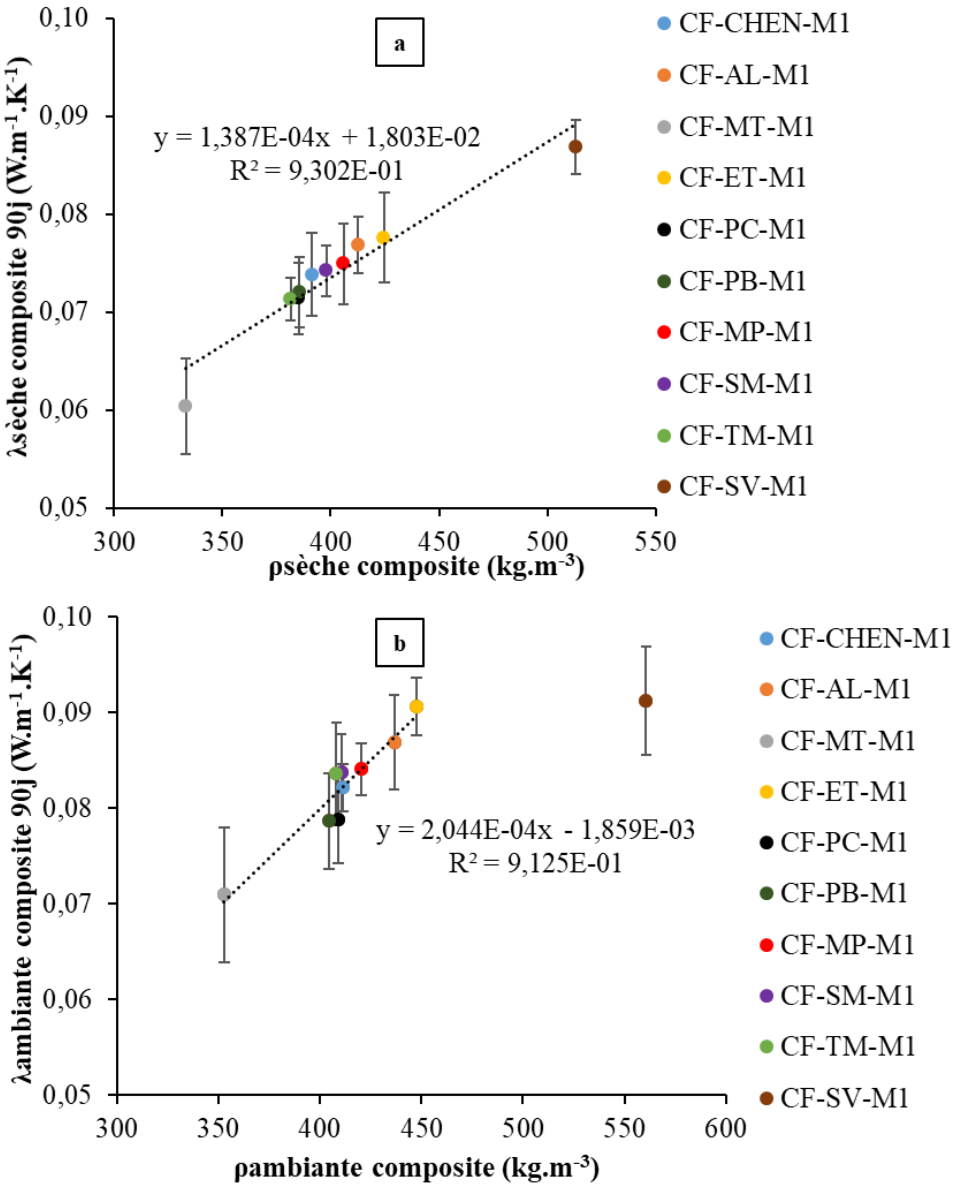

Figure 3.8. Conductivité thermique des composites en fonction (a) de leur masse volumique sèche et (b) de leur masse volumique à l'équilibre avec l'ambiance.

La Figure 3.8a montre une corrélation quasi-linéaire entre la conductivité thermique sèche et la masse volumique sèche des composites. Ce résultat est en accord avec les conclusions trouvées dans la littérature (Lagouin et al., 2019; Walker and Pavía, 2014). La masse volumique sèche du composite est alors un bon paramètre de prédiction de sa conductivité thermique.

Pour une mesure à l'équilibre avec l'ambiance (Figure 3.8b), une corrélation linéaire est également rencontrée pour la plupart des formulations avec, dans tous les cas, une augmentation de la conductivité thermique par rapport à l'état sec (cf. Figure 3.5). Néanmoins, on peut souligner le cas de la formulation à base de sarments de vigne qui sort largement de la tendance. En effet, outre leur part importante de lignines (14,5%) (cf. Tableau 2.2 du Chapitre 2), les sarments de vigne sont très peu poreux, ce qui induit un caractère hygroscopique limité. La conductivité thermique étant très sensible à l'humidité, l'augmentation de la conductivité thermique à l'équilibre avec l'ambiance par rapport à l'état sec du composite formé avec des sarments de vigne est donc davantage réduite qu'avec les granulats plus hygroscopiques. La conductivité thermique à l'équilibre avec l'ambiance des composites est alors influencée par l'humidité du milieu et le caractère hygroscopique variable des granulats les constituant.

2.4. Influence des séquences de malaxage et des types de liant

La comparaison de l'évolution de la conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique sèche pour les formulations avec les séquences de malaxage M1 et M2 et les liants CF et LP est présentée sur la Figure 3.9 ci-dessous.

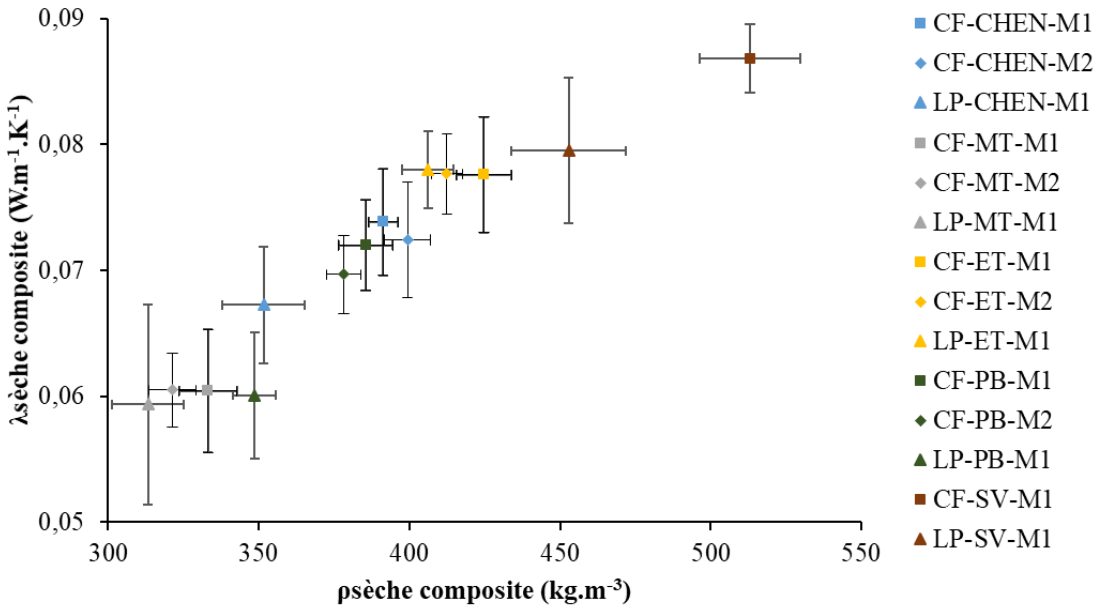

Figure 3.9. Conductivité thermique du composite en fonction de sa masse volumique à l'état sec.

Le résultat montre que les séquences de malaxages utilisées ne présentent pas d'influence significative sur les propriétés thermiques des composites. Quelle que soit la séquence de malaxage utilisée, la structure poreuse résultante dans le composite reste la même, donnant

ainsi la même conductivité thermique. En ce qui concerne le type de liant, comme cela apparait clairement sur la Figure 3.5, d'une manière générale, une diminution de la conductivité thermique est observée pour les formulations faites avec du liant pouzzolanique (LP). Cependant, comme on peut le voir sur la Figure 3.9, cette diminution est en fait reliée à la diminution de la masse volumique de ces composites. En effet, les formulations avec du LP engendrent une matrice liante moins dense que celles faite avec de la chaux formulée (CF).

Nous pouvons donc conclure que ni les séquences de malaxage ni les types de liant ne présentent d'impact sur la conductivité thermique des composites. La masse volumique du composite permet à elle seule de prédire sa conductivité thermique.

L'Equation 3.10 ci-dessous a été établie par Cérézo (2005) pour relier l'augmentation de la conductivité thermique λ (W.m^{-1}.K^{-1}) en fonction de la densité ρ (kg.m^{-3}) du béton de chanvre, généralisée aux bétons végétaux.

Equation 3.10

$$\lambda = 0.0002\rho + 0.0194$$

En plus de ce modèle linéaire, Cérézo (2005) a également développé un modèle autocohérent à inclusion tricomposite avec une bulle d'air centrale, entourée de particules végétales, elles-mêmes entourées de liant. L'expression de la conductivité thermique λ (W.m^{-1}.K^{-1}) du composite obtenue à partir de ce modèle est présentée par l'Equation 3.11 suivante :

Equation 3.11

$$\lambda = \lambda_l \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1 + \frac{\delta}{3}\left(\frac{\lambda_a}{\lambda_p} - 1\right)}{\frac{\lambda_a}{\lambda_l} - 1 - \frac{\delta}{3}\left(\frac{\lambda_a}{\lambda_p} - 1\right)\left(\frac{2\lambda_p}{\lambda_l} + 1\right)}} \right]$$

Avec :

λ_l, λ_a et λ_p, respectivement, les conductivités thermiques du liant, de l'air et de la particule végétale (W.m^{-1}.K^{-1}). λ_l n'a pas été mesurée dans notre étude mais, afin de pouvoir appliquer le modèle, une valeur de 0,018 W.m^{-1}.K^{-1} a été prise pour la chaux formulée et de 0,017 W.m^{-1}.K^{-1} pour le liant pouzzolanique, et ce à partir des conductivités thermiques de pâtes liantes similaires dans les travaux de Dinh (2014) et Stefanidou et al. (2010), ajustées en fonction des rapports E/L pour l'hydratation de nos liants. λ_a est prise égale à 0,025 W.m^{-1}.K^{-1} et λ_p est déduite par analyse inverse à partir du modèle autocohérent à inclusion bicomposite appliqué sur l'arrangement en vrac selon l'équation suivante :

Equation 3.12

$$\lambda_v = \lambda_p \left[1 + \frac{\theta}{\frac{1-\theta}{3} + \frac{1}{\frac{\lambda_a}{\lambda_p} - 1}} \right]$$

Avec λ_v (W.m^{-1}.K^{-1}) la conductivité thermique de l'arrangement en vrac des granulats.

Les paramètres θ (-) et δ (-) sont des concentrations volumiques définies par les équations suivantes :

Equation 3.13

$$\theta = \left(\frac{R_p}{R_l}\right)^3 = 1 - \frac{1}{k+1} \cdot \frac{\rho}{\rho_l}$$

Equation 3.14

$$\delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_p}\right)^3 = \frac{\rho}{\rho_p} \cdot \frac{k}{(k+1)} \cdot \frac{1}{\frac{\rho}{\rho_l} \cdot \frac{1}{(k+1)}}$$

Avec :

R_a, R_p, R_l (mm) les rayons des sphères concentriques délimitant chaque phase : air, particule et liant, respectivement.

k (-) est considéré comme le rapport entre la masse de particules et la masse de liant dans le composite.

ρ et ρ_l (kg.m^{-3}) sont respectivement les masses volumiques du composite et du liant. Pour la masse volumique du liant, à partir des résultats de Dinh (2014), une valeur de 1303 kg.m^{-3} a été prise pour la chaux formulée et de 1290 kg.m^{-3} pour le liant pouzzolanique.

Tous les paramètres du modèle étant connus ou estimés, ce dernier peut être appliqué aux bétons végétaux de notre étude.

La Figure 3.10 ci-dessous présente la comparaison entre les valeurs des conductivités thermiques des bétons végétaux mesurées dans cette étude, celles rencontrées dans la littérature et celles obtenues par application du modèle autocohérent et linéaire de Cérézo (2005).

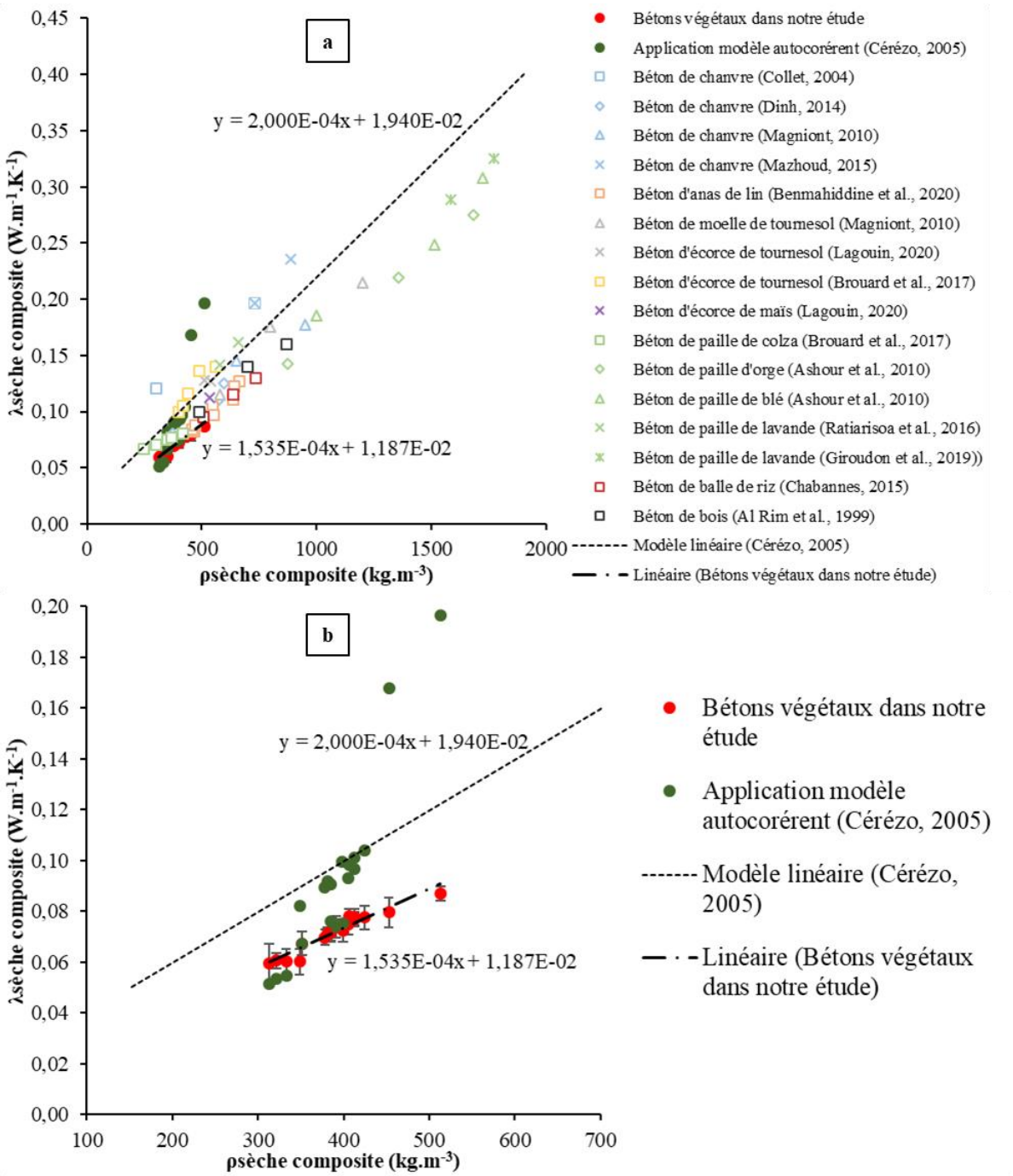

Figure 3.10. (a) Évolution de la conductivité thermique sèche des bétons végétaux en fonction de leur masse volumique sèche pour les valeurs expérimentales mesurées dans la présente étude, les résultats de la littérature (Al Rim et al., 1999; Ashour et al., 2010; Benmahiddine et al., 2020; Brouard et al., 2017; Cérézo, 2005; Chabannes, 2015; Dinh, 2014; Giroudon et al., 2019; Lagouin, 2020; Magniont, 2010; Mazhoud, 2015; Ratiarisoa et al., 2016) et la prédiction du modèle autocohérent et linéaire de Cérézo (2005) ; (b) Zoom sur la gamme des masses volumiques inférieures à 700 kg.m^{-3} et comparaison des modèles.

La Figure 3.10a montre que les bétons végétaux de notre étude ont des conductivités thermiques du même ordre de grandeur que celles des bétons végétaux de densités similaires rencontrés dans la littérature.

En regardant de plus près sur la Figure 3.10b, on observe que nos valeurs expérimentales de conductivité thermique sont inférieures aux prédictions de Cérézo (2005) utilisant son modèle linéaire. Ce décalage pourrait provenir de la différence des méthodes de formulation des composites. En effet, Cérézo (2005) a déduit ce modèle linéaire à partir de formulations de béton de chanvre variées pour lesquelles le dosage en granulat restait constant mais avec des dosages en liant variables. À l'inverse, pour notre cas, les granulats végétaux utilisés sont de natures différentes et avec des dosages différents mais le dosage en liant de nos formulations est constant.

Figure 3.10b montre également que le modèle autocohérent donne une prédiction de la conductivité thermique plus proche que le modèle linéaire pour les composites ayant des masses volumiques inférieures à 400 $kg.m^{-3}$. Pour les formulations à base de sarments de vigne, qui sont plus denses (masse volumique supérieure à 450 $kg.m^{-3}$), la correspondance des valeurs expérimentales avec celles prédites par le modèle autocohérent est bien moins satisfaisante. Ces décalages peuvent provenir des divers paramètres liés aux liants que nous avons estimés, ou d'une éventuelle erreur en rapport avec la détermination de la conductivité thermique des particules.

3. Caractérisations mécaniques des bétons végétaux

3.1. Compression cyclique

3.1.1. Méthode de caractérisation

Les essais de compression cyclique ont été effectués sur des éprouvettes cubiques de $15 \times 15 \times 15$ cm^3 après 120 j de stockage à l'ambiance du laboratoire sur une presse Zwick/Roell Z100 (Allemagne) munie d'un capteur de force de 100 kN. Avant les essais, les éprouvettes ont été séchées à l'étuve à 60°C jusqu'à stabilisation (variation de masse inférieure à 0,1% entre 2 pesées successives espacées de 24 h). Afin de répartir uniformément les charges sur toute la section de l'éprouvette, plus grande que celle des plateaux circulaires de la presse (13 cm de diamètre), deux contreplaqués rigides (1,25 kg chacun), de surface 35×40 cm^2, sont placés respectivement sur le plateau bas et sur l'éprouvette (Figure 3.11). Mise à part la masse du contreplaqué au-dessus de l'éprouvette, une précharge de 20 N est programmée au tout début de l'essai pour contribuer à une bonne mise en place entre la surface de l'éprouvette et du contreplaqué. Huit éprouvettes ont été testées pour chaque formulation, dont quatre pour chaque direction de chargement (parallèle ou perpendiculaire à la direction de compactage).

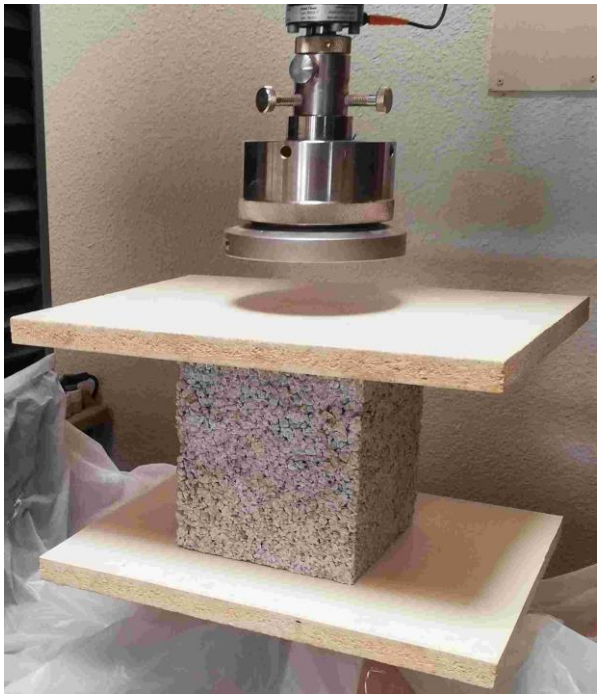

Figure 3.11. Mise en place de l'éprouvette de béton végétal entre les plateaux de la presse et les contreplaqués avant l'essai de compression cyclique.

Le protocole de l'essai a été le même que celui développé par Niyigena et al. (2016). L'essai est piloté en déplacement à une vitesse constante de 3 $mm.min^{-1}$ en phase de chargement et 6 $mm.min^{-1}$ en déchargement. Les cycles de chargement-déchargement sont les suivants :

- 1er cycle : chargement de 0 à 1% de déformation relative, puis déchargement jusqu'à une charge nulle si possible ou un déplacement nul ;
- 2ème cycle : même procédure que le premier cycle avec un chargement allant jusqu'à 2% de déformation relative ;
- 3ème cycle : même procédure que le premier cycle avec un chargement allant jusqu'à 3% de déformation relative ;
- 4ème cycle : chargement jusqu'à la rupture de l'éprouvette (ou un maximum de 20% de déformation relative), puis déchargement jusqu'à une charge nulle si possible ou un déplacement nul.

Afin d'avoir un paramètre mécanique qui représente l'usage du composite, la résistance à la compression enregistrée est la contrainte σ (ε=1,5%) à 1,5% de déformation (Bourdot et al., 2019; Nguyen et al., 2010). Le module d'Young a été calculé en considérant la moyenne des « modules flottants » maximaux obtenus sur les 2ème, 3ème et 4ème cycles de chargement comme présenté par Niyigena et al. (2016).

3.1.2. Influence des propriétés des granulats

La comparaison du comportement en compression des bétons végétaux dans les deux directions de sollicitation (parallèle et perpendiculaire à la direction de compaction) met en évidence leur anisotropie mécanique (Figure 3.12).

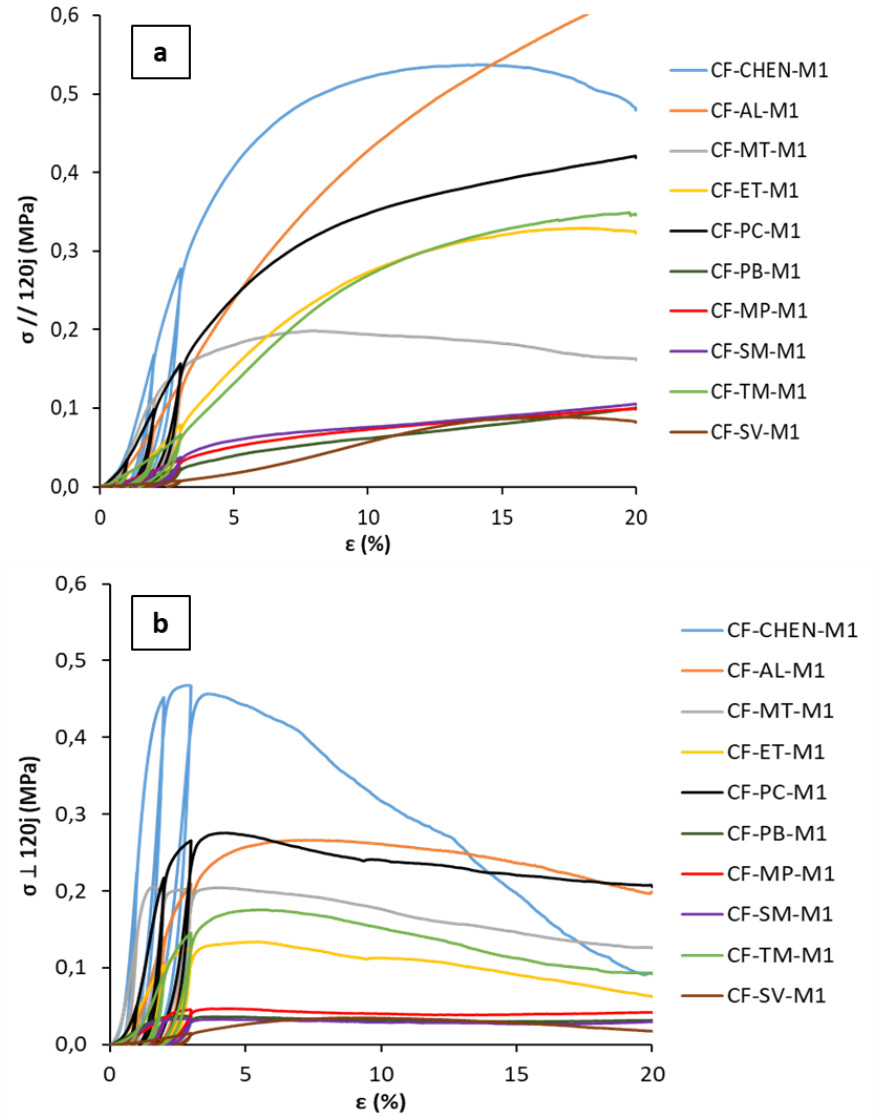

Figure 3.12. Courbes contrainte-déformation dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au compactage.

Nguyen (2010) et Nozahic (2012) associent cette anisotropie mécanique à l'anisotropie de structure induite lors du compactage, qui engendre une orientation préférentielle des granulats allongés dans le plan perpendiculaire au compactage.

Toutes les courbes contrainte-déformation dans les deux directions sont caractérisées par une petite inflexion en pied de courbe, correspondant à la mise en place du plateau sur la surface de l'éprouvette. Ensuite, trois parties distinctes sont observées.

La première partie est une phase quasi-élastique linéaire. Dans la direction parallèle au compactage, les contraintes de compression sont appliquées dans la direction de plus grande ductilité des particules et sont majoritairement reprises par la matrice liante rigide. Cette phase va jusqu'à 3% voire 5% de déformation selon les granulats dans le composite (Figure 3.12a). Dans la direction perpendiculaire au compactage, les contraintes sont appliquées dans la direction longitudinale des particules correspondant à leur direction de plus grande rigidité. De plus, l'interface liant/granulat est sollicitée en cisaillement. Ces deux phénomènes

expliquent la pente linéaire beaucoup plus raide mais brève, ne dépassant pas les 2% de déformation, dans la direction perpendiculaire (Figure 3.12b).

La deuxième partie est une zone de déformation élasto-plastique qui correspond à l'endommagement ou à la fissuration progressive de la matrice liante. La partie finale correspond à la rupture totale des ponts de liant entre les particules. Les granulats prennent alors le relais pour supporter les contraintes. Dans la direction parallèle au compactage, semblablement au cas des empilements de granulats seuls, une contrainte de rupture est atteinte pour certains granulats (CHEN, MT, ET, SV), tandis qu'un écrasement progressif des particules, sans rupture, est observé pour d'autres (AL, PC, TM, PB, MP, SM). Cette dernière phase est alors extrêmement similaire au comportement mécanique des empilements de granulats compactés. Dans la direction perpendiculaire au compactage, après rupture par cisaillement des ponts de liants, des frottements inter-particulaires subsistent entre les granulats, engendrant une rupture élasto-plastique progressive pour une très grande déformation.

Les ruptures des bétons végétaux de cette étude, présentées sur la Figure 3.13, sont quasiment identiques à celles observées par Nozahic (2012).

Figure 3.13. Faciès de fissuration en compression dans la direction parallèle des blocs de bétons formés avec des granulats (a) de type écorce et (b) paille, et faciès de fissuration dans la direction (c) perpendiculaire (cas du béton d'anas de lin CF-AL-M1).

Dans la direction parallèle au compactage, sans éclatement total des éprouvettes à cause de la ductilité apportée par les granulats végétaux, le faciès de rupture des blocs cubiques de bétons végétaux est identique à celui d'un béton ordinaire avec une fissuration diagonale de type « sablier » (Figure 3.13a). Néanmoins, la rupture ne commence pas aux coins de l'éprouvette, mais juste en dessous de la couche carbonatée (Nozahic, 2012). Cela peut être dû également au frettage de l'éprouvette en contact avec le contreplaqué. Cette rupture est moins évidente pour les composites formés avec des granulats de type paille. De petits éclatements sur les faces latérales des éprouvettes sont observés avec l'écrasement de l'éprouvette (Figure 3.13b). Dans la direction perpendiculaire au compactage, deux plans de rupture parallèles sont généralement observés, proches des surfaces des éprouvettes (Figure ***3.13***c). Ces plans sont caractéristiques d'un effet de « peau » dû à une carbonatation de surface et à l'orientation longitudinale des particules.

La comparaison entre les performances mécaniques des bétons végétaux dans les deux directions de sollicitation est présentée sur la Figure 3.14 ci-dessous.

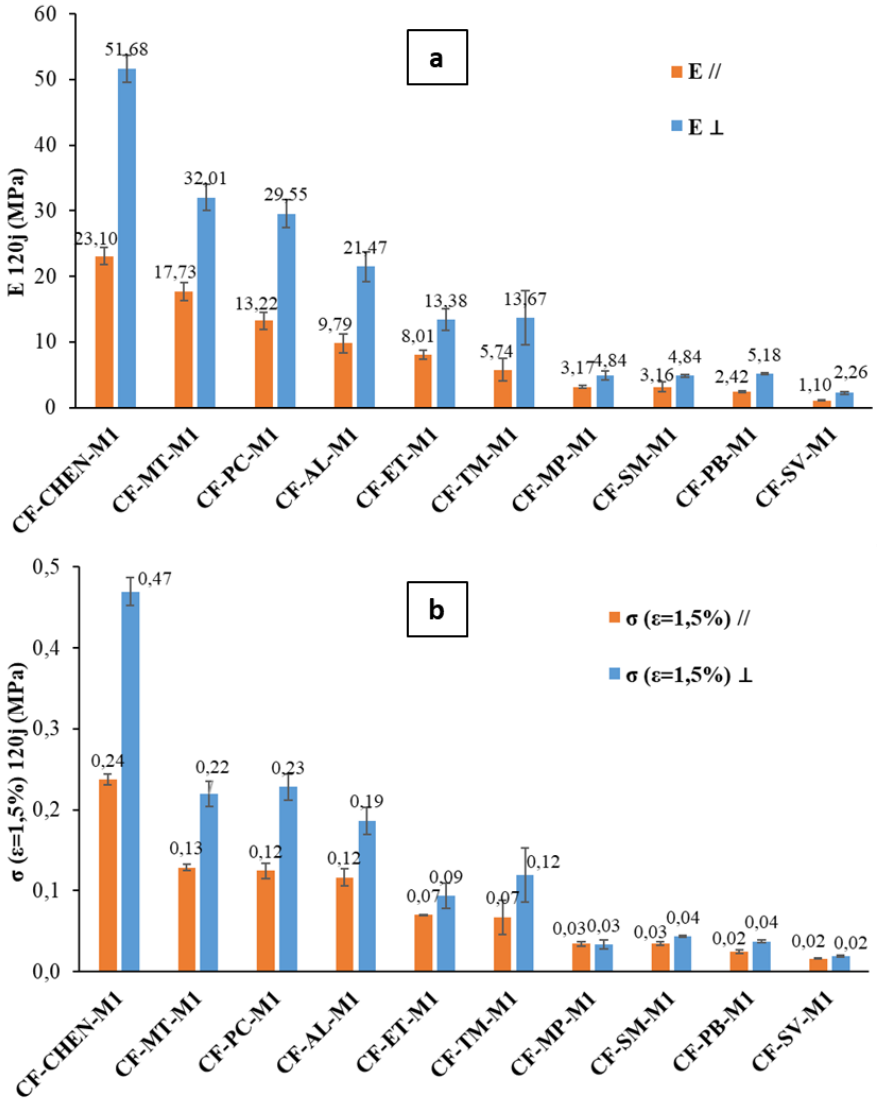

Figure 3.14. Comparaison (a) des modules flottants E et (b) des contraintes σ (ε=1,5%) dans les sens parallèle et perpendiculaire au sens de compactage.

La Figure 3.14 met en évidence la différence entre les performances mécaniques des bétons végétaux dans les deux sens de sollicitation. Les paramètres de caractérisation mécanique dans la direction perpendiculaire sont toujours plus grands que dans la direction parallèle. Le rapport entre le module flottant dans la direction perpendiculaire et celui dans la direction parallèle varie de 1,5 à 2,2. Quant au rapport entre la contrainte σ (ε=1,5%) dans la direction perpendiculaire et celle dans la direction parallèle, il varie de 1,2 à 2,0. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Nozahic (2012), avec un rapport entre les modules d'Young de 1,5 à 2,5 et un rapport entre les contraintes σ (ε=1%) de 1,4 à 2,4. Néanmoins, comme l'allure des courbes sur la Figure 3.12 le montre, les bétons végétaux ont des comportement plus fragiles dans la direction perpendiculaire avec des résistances maximales plus faibles.

La Figure 3.14 montre également une similitude entre la tendance des deux paramètres : module flottant E et contrainte de compression σ (ε=1.5%). Dans la suite de l'étude, seul le module flottant E sera représenté pour évaluer la performance mécanique en compression des composites.

La comparaison entre le comportement mécanique des bétons végétaux (Figure 3.12a) et de l'empilement compacté séché des granulats seuls (Figure 2.31) montre l'influence des granulats sur les performances des composites.

L'analyse des résultats révèle un effet couplé de plusieurs caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques des granulats sur la performance mécanique du composite, en particulier la porosité inter-particulaire du vrac des granulats, le module élastique de l'empilement de particules compactées et la teneur en hydrosolubles des granulats.

La Figure 3.15 représente l'évolution du module flottant du composite en fonction de la porosité inter-particulaire du vrac des granulats et du module élastique de l'empilement compacté des granulats.

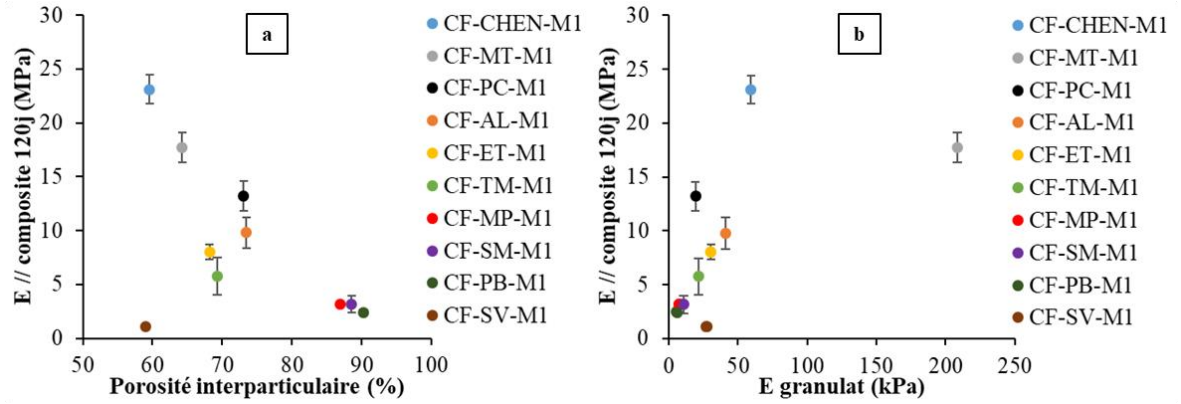

Figure 3.15. Module flottant (E) du composite dans le sens parallèle au sens de compactage en fonction (a) de la porosité inter-particulaire du vrac des granulats et (b) du module élastique de l'empilement compacté des granulats.

Comme expliqué dans le paragraphe 8.5 du Chapitre 2, la porosité interparticulaire du vrac des granulats et le module élastique de l'empilement compacté des granulats sont corrélés, avec une diminution du le module élastique quand la porosité inter-particulaire augmente. Cette interdépendance de ces deux paramètres explique le fait que le module flottant du composite diminue avec la porosité interparticulaire du vrac des granulats et augmente en fonction du module élastique de l'empilement compacté des granulats (Figure 3.15a et b). En effet, dans le composite, il est probable que l'enchevêtrement des particules dans les trois dimensions, couplé à la faible porosité interparticulaire, permette d'assurer la continuité de la matrice liante ainsi qu'une meilleure adhérence pâte/granulats. Ces hypothèses devront être confirmées par des analyses complémentaires, notamment par tomographie aux rayons X, un outil qui permet l'exploration non destructive et en 3 dimensions de la microstructure des composites.

Sur la Figure 3.15a, les écarts à la tendance observés pour les formulations CF-ET-M1, CF-TM-M1 et CF-SV-M1 peuvent s'expliquer par les quantités d'hydrosolubles très élevées des trois granulats composants ces mélanges, comme montré sur le Tableau 3.5 ci-dessous (cf. Figure 2.6 du Chapitre 2).

Tableau 3.5. Synthèse des quantités d'hydrosolubles à pH 12 dans 1 m^3 de granulats compactés.

	Quantité d'hydrosolubles à pH 12 ($kg_{hydrosolubles\ pH12}.m^{-3}_{granulats\ compactés}$)
Sarments de vigne (SV)	58,9 ± 0,7
Ecorce de tournesol (ET)	20,3 ± 0,2
Tige de miscanthus (TM)	15,4 ± 0,1
Menues pailles de blé (MP)	14,0 ± 0,2
Spathes de maïs (SM)	13,6 ± 0,1
Anas de lin (AL)	11,2 ± 1,0
Paille de coriandre (PC)	9,7 ± 0,2
Moelle de tournesol (MT)	9,3 ± 0,2
Paille de blé (PB)	9,3 ± 0,2
Chènevotte (CHEN1)	8,9 ± 0,1

Les trois granulats que sont les sarments de vigne, l'écorce de tournesol et la tige de miscanthus présentant les quantités d'hydrosolubles les plus élevées, respectivement 58,9, 20,3 et 15,4 $kg.m^{-3}$, ils conduisent à un module flottant (E) du composite plus faible que ne le laissait présager la qualité de leur arrangement lorsqu'ils sont intégrés à une matrice réactive. En effet, même si la continuité dans l'espace de la phase liante et son adhérence aux granulats sont assurées, les interactions chimiques délétères empêchent ou, *a minima*, limitent son durcissement, d'où les faibles performances mécaniques des composites résultants.

3.1.3. Influence des séquences de malaxage

La Figure 3.16 ci-dessous compare les modules flottants E des composites mis en œuvre avec les séquences de malaxage M1 et M2 dans les deux directions de sollicitation.

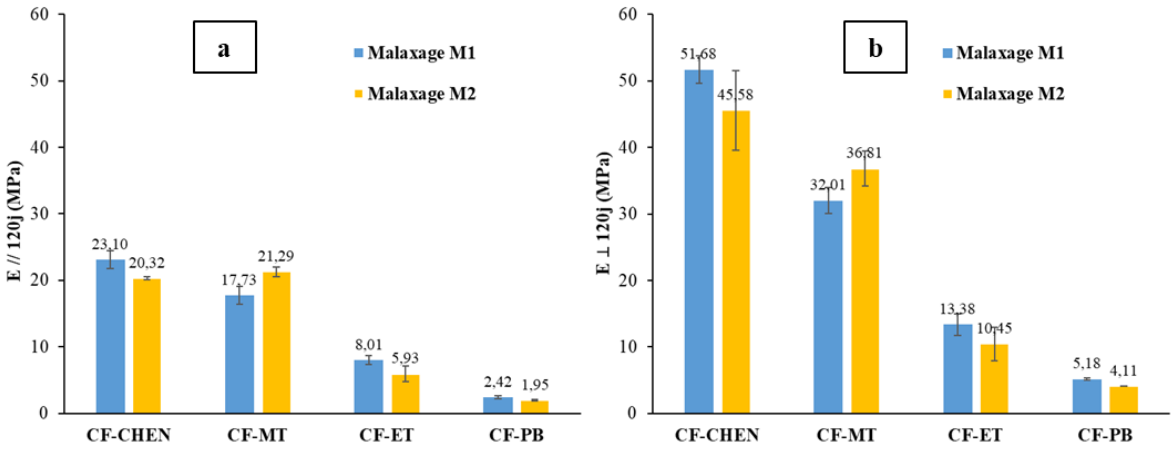

Figure 3.16. Comparaison des modules flottants (E) des formulations avec les malaxages M1 et M2 dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au sens de compactage.

A l'exception de la formulation avec MT, la séquence de malaxage M1 donne des bétons végétaux légèrement plus performants mécaniquement que la séquence de malaxage M2

(Figure 3.16). En effet, la préparation d'une barbotine de liant avant l'ajout des granulats (séquence de malaxage M1) assure une dissolution plus efficace du liant et limite le ramollissement des granulats préhumidifiés, ce qui conduit à des composites plus rigides. Pour les formulations avec des CHEN, ET et PB, le rapport entre les modules flottants avec le malaxage M1 et ceux avec le malaxage M2 est compris entre 1,1 et 1,4 pour les sollicitations dans les directions parallèle et perpendiculaire au compactage.

Le comportement du béton incluant les granulats de moelle de tournesol se distingue des autres. Pour ces mélanges, la séquence de malaxage M2 offre un meilleur module flottant au composite que M1. Ce résultat peut être relié à la forte capacité d'adsorption initiale des granulats de moelle mise en évidence dans le Chapitre 2, ce qui pourrait perturber l'hydratation du liant dans le cas du malaxage M1. Pour le malaxage M2 en revanche, les moelles de tournesol étant pré-mouillées, ce phénomène d'absorption brusque d'eau par les granulats est atténué.

3.1.4. Influence du type de liant

La Figure 3.17 compare les modules flottants (E) des formulations avec de la CF et du LP dans les deux directions de sollicitation.

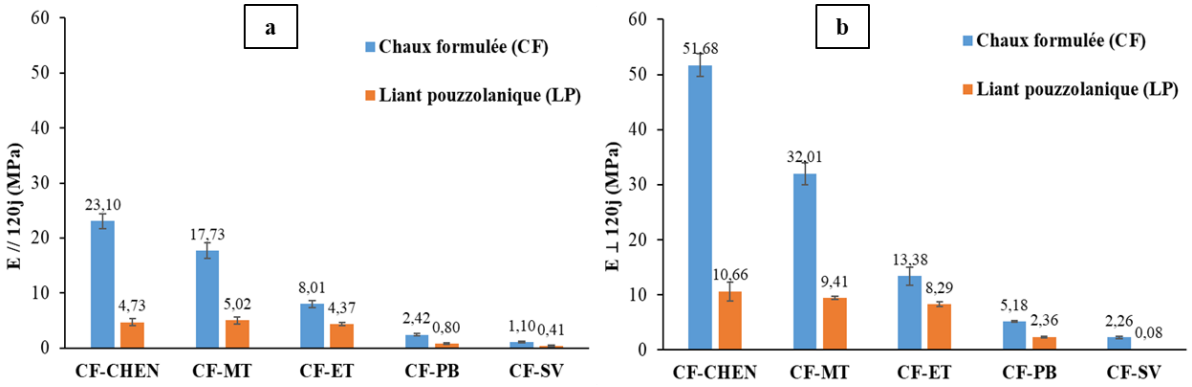

Figure 3.17. Comparaison entre les modules flottants (E) des formulations avec de la chaux formulée (CF) et du liant pouzzolanique (LP) dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au sens de compactage.

Les performances des formulations avec du LP présentent systématiquement des performances mécaniques plus faibles par rapport aux formulations avec de la CF, et ce dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire) au sens de compactage. Mis à part le béton LP-SV dont le module flottant dans la direction perpendiculaire est quasiment nul, le rapport entre les modules flottants des formulations avec CF et LP dans la direction parallèle est compris entre 1,8 et 4,9, et celui dans la direction perpendiculaire est compris entre 1,6 et 4,9. Ces performances limitées des formulations à base du LP peuvent être attribuées à l'inhibition quasi-totale du durcissement de ce liant en présence des composants hydrosolubles issus des granulats, comme montré par Bourdot et al. (2018). Dans cette étude, les essais menés sur des pâtes de liant pouzzolanique modèles gâchées avec des solutions contenant les hydrosolubles de granulats de chènevotte, d'écorce de tournesol et de maïs ont permis de mettre en évidence des déficits de formation de C-S-H et straetlingite, les principaux produits de la réaction pouzzolanique. Ces interactions altèrent donc considérablement les performances mécaniques

des composites formés. La CF donne alors une meilleure performance mécanique aux bétons végétaux que le LP. Même si ce n'était pas l'objectif de ce travail, des pistes existent pour améliorer les performances mécaniques des bétons de chanvre. Dinh (2014) a par exemple obtenu de bons résultats en appliquant un prétraitement minéral sur les granulats.

3.1.5. Influence de l'âge du composite

La Figure 3.18 ci-dessous compare les modules flottants des formulations avec de la chaux formulée, et obtenues à partir des deux séquences de malaxage M1 et M2, à 120 j et 365 j.

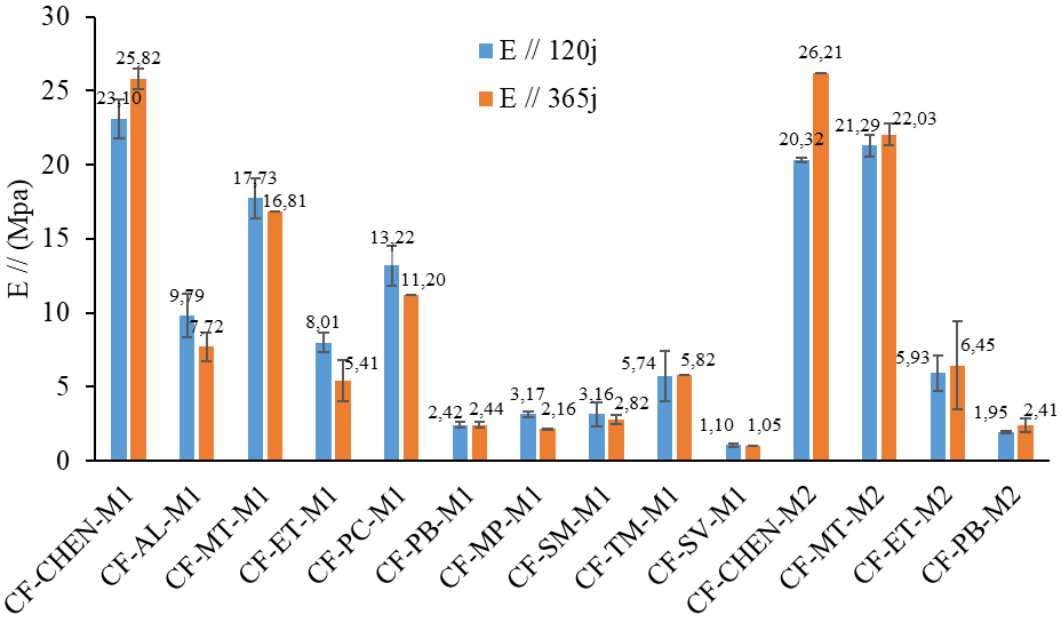

Figure 3.18. Comparaison entre les modules flottants (E) à 120 j et 365 j.

En plus des essais de compression effectués à 120 j, des essais de compression plus tardifs, à 365 j, ont été réalisés sur les formulations avec de la chaux formulée fabriquées selon les séquences de malaxages M1 et M2. Pour les formulations avec la séquence de malaxage M1, à part le mélange à base de chènevotte qui voit de façon surprenante son module augmenter entre les deux échéances, les modules des autres mélanges diminuent légèrement même si cette évolution n'est pas toujours significative au vu de la dispersion. Ces résultats suggèrent que les éprouvettes pourraient subir une légère dégradation au cours du temps. Pour les mélanges avec M2, une augmentation du module, bien que parfois très légère, est observée. La séquence de malaxage M2 permettrait donc un durcissement ultérieur des composites en raison de la formation d'hydrates avec les réserves d'eau de prémouillage des granulats. L'évolution des performances mécaniques des composites dans le temps sera détaillée davantage dans le chapitre suivant en ajoutant une échéance plus récente.

3.2. Flexion trois points

3.2.1. Méthode

Les essais de flexion trois points ont été réalisés sur le même banc de flexion que précédemment, muni cette fois d'un capteur de force de 5 kN. Jusqu'à maintenant, aucune

règle ne régit l'essai de flexion sur les bétons végétaux. Les paramètres de l'essai que nous avons adoptés dans cette étude ont donc été adaptés à l'éprouvette 5 × 7,5 × 15 cm^3 testée, issue du sciage (cf. § 1.2.4). L'éprouvette est placée entre deux appuis distants de 140 mm et une charge est appliquée au milieu de l'éprouvette à une vitesse de déplacement constante de 2 $mm.min^{-1}$ (Figure 3.19).

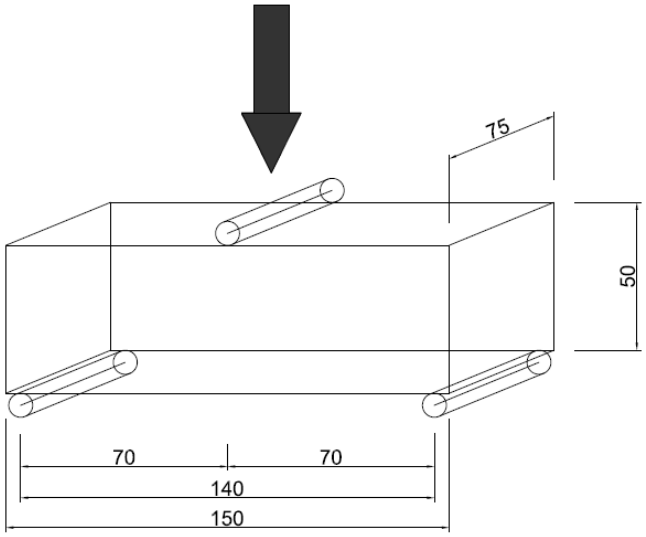

Figure 3.19. Schéma de l'emplacement de l'éprouvette 5 × 7,5 × 15 cm^3 sur le banc de flexion.

La résistance à la flexion $\sigma_{flexion}$ se calcule par l'équation suivante :

Equation 3.15

$$\sigma_{flexion} = \frac{3FL}{2bh^2}$$

Avec F (N) l'effort maximal (ou force de rupture), L (mm) la distance entre les appuis, b (mm) la largeur de l'éprouvette et h (mm) son épaisseur.

3.2.2. Corrélation entre la résistance en flexion et la résistance en compression

L'évolution de la résistance en flexion en fonction de la résistance en compression à 365 j est présentée sur la Figure 3.20.

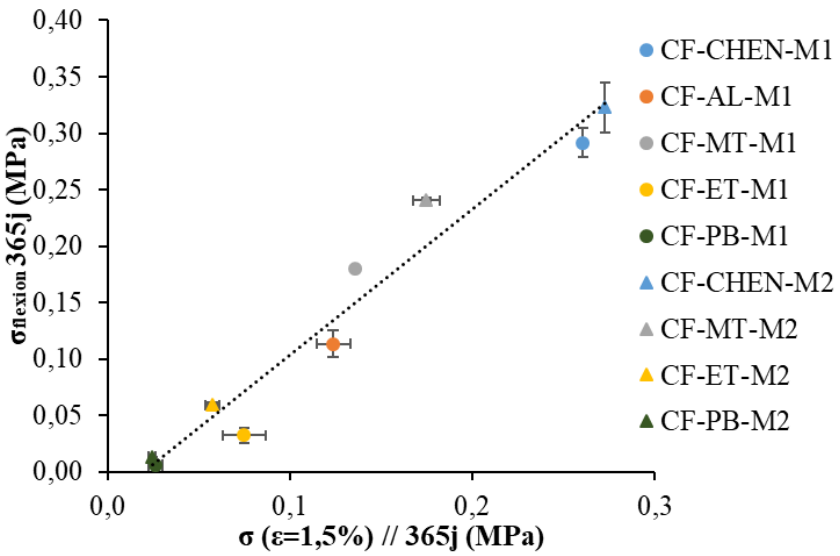

Figure 3.20. Résistance en flexion ($\sigma_{flexion}$) à 365 j en fonction de la résistance en compression (σ (ε=1,5%)) à 365 j des composites.

Les valeurs de nos résistances en flexion sont de même ordre de grandeur que pour les bétons ou les terres allégées de chanvre de mêmes masses volumiques rencontrés dans la littérature, à l'exception des formulations CF-ET et CF-PB pour lesquelles les valeurs sont plus basses. Flament (2013), avec des éprouvettes de 7 × 7 × 28 cm^3 de terre allégée de chanvre, a obtenu des résistances en flexion comprises entre 0,09 et 0,21 MPa. Walker et al. (2014), sur des éprouvettes de 10 × 10 × 40 cm^3 de bétons de chanvre formulés avec de la chaux commerciale et du liant pouzzolanique, ont obtenu des résistances en flexion comprises entre 0,10 et 0,20 MPa.

Nos résultats montrent également une corrélation linéaire entre les résistances en flexion et en compression des composites. La différence entre les résistances en flexion des composites met aussi en évidence l'impact des granulats. Le paragraphe suivant présente l'influence des hydrosolubles des granulats sur la résistance en flexion du composite.

3.2.3. Influence des hydrosolubles à pH 12

La Figure 3.21 montre l'évolution de la résistance en flexion des composites en fonction de la quantité d'hydrosolubles que ceux-ci contiennent.

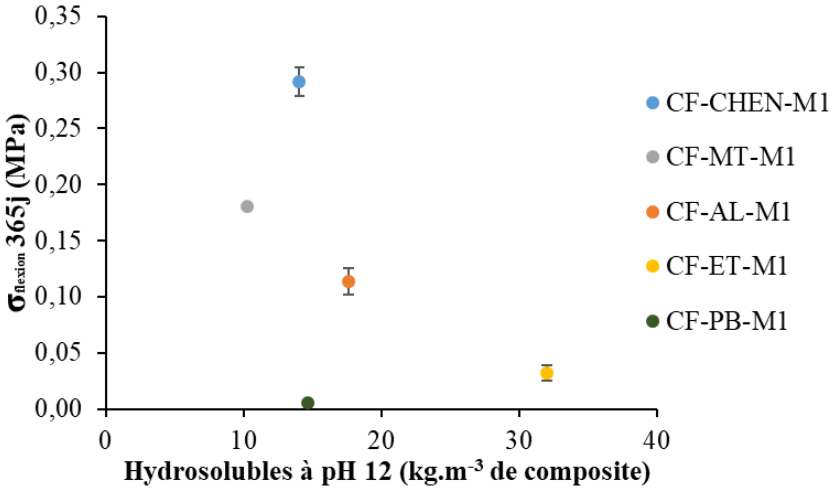

Figure 3.21. Résistance en flexion en fonction de la quantité en hydrosolubles à pH 12 dans le composite.

Pour les composites formés avec des granulats de type écorce rigide (CHEN, AL et ET), la résistance en flexion diminue avec l'augmentation de la quantité d'hydrosolubles à pH 12 présente dans le composite. En effet, les hydrosoluble des granulats ralentissent et perturbent la prise des liants autour des particules, d'où l'affaiblissement des liaisons granulat/liant et la diminution de la résistance en flexion. Pour les bétons CF-PB-M1 et CF-ET-M1, les sciages des éprouvettes cubiques pour l'obtention des éprouvettes prismatiques pour le test flexion ont montré des liants non-hydratés au cœur des éprouvettes, ce qui pourrait également expliquer les faibles résistances en flexion de ces composites. En effet, pour le mélange CF-ET-M1, les interactions chimiques entre les hydrosolubles de l'écorce de tournesol et le liant inhibent le mécanisme de prise, induisant un phénomène de poudrage qui affaiblit la liaison matrice liante/particules. Pour CF-PB-M1, en plus des liants non hydratés au cœur des éprouvettes, un glissement entre la paille de blé et la matrice liante est observée, ce qui engendre sa très faible résistance en flexion. Pour CF-MT-M1, malgré sa plus faible quantité d'hydrosolubles à pH 12, sa résistance en flexion est inférieure à celle de CF-CHEN-M1, et ce en raison de la morphologie plutôt sphérique et de l'état de surface des particules de moelle de tournesol qui sont moins rugueuses que les écorces. En plus, une particule de moelle de tournesol a une résistance plus faible qu'une particule de chènevotte rigide et la rupture peut arriver au milieu d'une particule.

Outre l'influence des hydrosolubles, la bonne compacité de l'empilement granulaire pourrait assurer la continuité de la matrice liante et une meilleure adhérence pâte/granulats.

3.2.4. Influence des séquences de malaxage

La Figure 3.22 compare les résistances en flexion des formulations obtenues selon les deux séquences de malaxage testées (M1 et M2).

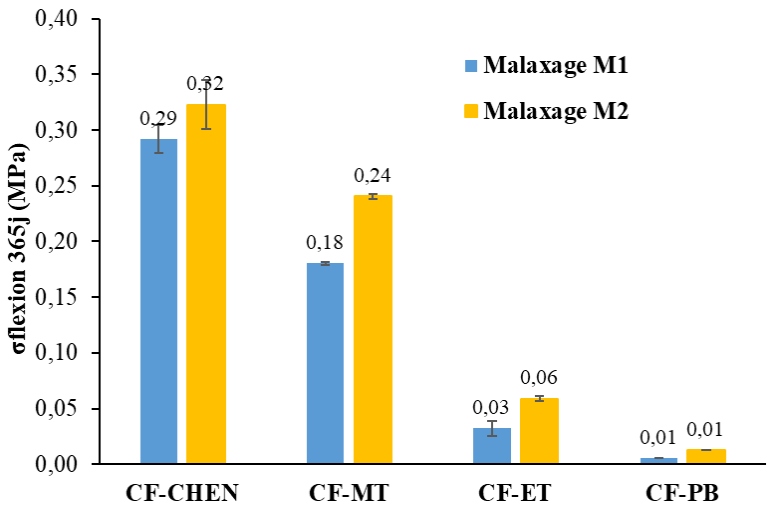

Figure 3.22. Comparaison des résistances en flexion des formulations selon les deux séquences de malaxage testées (M1 et M2).

Comme c'était le cas concernant la résistance en compression à 365 j, la comparaison entre les résistances en flexion à 365 j des composites fabriqués selon les deux séquences de malaxage M1 et M2 montre une meilleure performance pour les bétons fabriqués avec la séquence de malaxage M2 (Figure 3.22). Le rapport entre ces deux résistances en flexion est très varié, allant de 1,1 pour CF-CHEN jusqu'à 2,3 pour CF-PB. En effet, la séquence de malaxage M2, qui génère des réserves d'eau dans les granulats prémouillés, permet la formation tardive des hydrates qui augmente à la fois le module flottant en compression et la résistance en flexion des composites.

4. Discussion et présentation des formulations retenues

Afin de pouvoir sélectionner les formulations les plus prometteuses, trois paramètres fondamentaux pour ces types de matériaux ont été utilisés pour les comparer : le volume de granulats disponibles (VGD) chez Ovalie Innovation, la conductivité thermique sèche ($\lambda_{sèche}$) du composite et le module flottant (E //) du composite. Le tableau suivant résume les données de ces paramètres pour chacune des formulations obtenues avec de la chaux formulée selon la séquence de malaxage M1.

Tableau 3.6. Résumé des volumes de granulats disponibles (VDG), des conductivités thermiques sèches ($\lambda_{sèche}$) et des modules flottants parallèles (E //) pour chaque formulation.

	VGD ($m^3.an^{-1}$)	**λsèche ($W.m^{-1}.K^{-1}$)**	**E // (MPa)**
CF-CHEN-M1	0	0,074	23,10
CF-AL-M1	5 226	0,077	9,79
CF-MT-M1	29 973	0,060	17,73
CF-ET-M1	44 385	0,078	8,01
CF-PC-M1	202	0,071	13,22
CF-PB-M1	2 124 933	0,072	2,42
CF-MP-M1	813 255	0,075	3,17
CF-SM-M1	15 745	0,074	3,16
CF-TM-M1	84	0,071	5,74
CF-SV-M1	78 355	0,087	1,10

Pour chaque paramètre, des notes comprises entre 1 (la plus mauvaise) et 10 (au-delà d'un certain seuil) sont attribuées à chaque formulation. Le principe de la notation est le suivant :

- La note 1 correspond à la valeur du paramètre la plus mauvaise ;
- La note 10 est attribuée pour des valeurs du paramètre, situées au-delà d'un certain seuil estimé comme optimal ;
- Les notes des autres valeurs du paramètre, comprises entre la plus mauvaise et la valeur seuil sont obtenues par interpolation linéaire.

Pour le VGD, la valeur minimale correspondant à 1 est de 0 $m^3.an^{-1}$. Le VGD seuil au-delà duquel la noté est égale à 10 est de 10 000 $m^3.an^{-1}$. Cette valeur a été prise en fonction du volume de chènevotte de chanvre valorisé dans la construction en France et en tenant compte de l'échelle de l'entreprise Ovalie Innovation (FRD, 2011).

Pour la conductivité thermique sèche, le plus mauvais résultat correspondant à la note 1 est celui de CF-SV-M1 (0,087 $W.m^{-1}.K^{-1}$) et la valeur seuil correspondant à la note de 10 en-dessous de laquelle un matériau est qualifié d'isolant thermique pour le bâtiment est de 0,065 $W.m^{-1}.K^{-1}$.

En ce qui concerne le module flottant E //, CF-SV-M1 qui présente un module de seulement 1,10 MPa s'est vu attribuer la plus mauvaise note de 1. Le seuil supérieur au-delà duquel la note attribuée est égale à 10 est le module limite pour une application de type mur, qui est égal à 15 MPa (CenC, 2012).

La Figure 3.23 résume les notes attribués à chaque formulation pour chacun de ces trois paramètres.

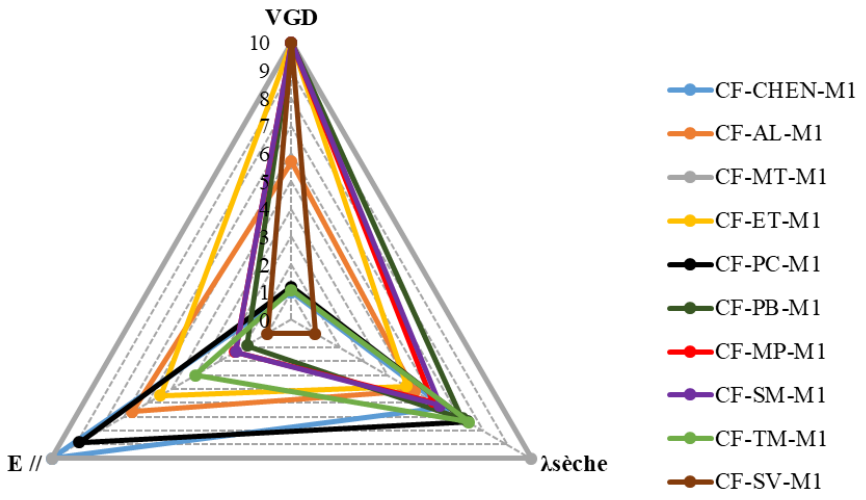

Figure 3.23. Comparaison des formulations en fonction des volumes de granulats disponibles (VGD), et de leurs propriétés thermiques et mécaniques.

Quatre familles de composites peuvent être déduites à partir de cette évaluation et elles sont présentées séparément sur la Figure 3.24 ci-dessous.

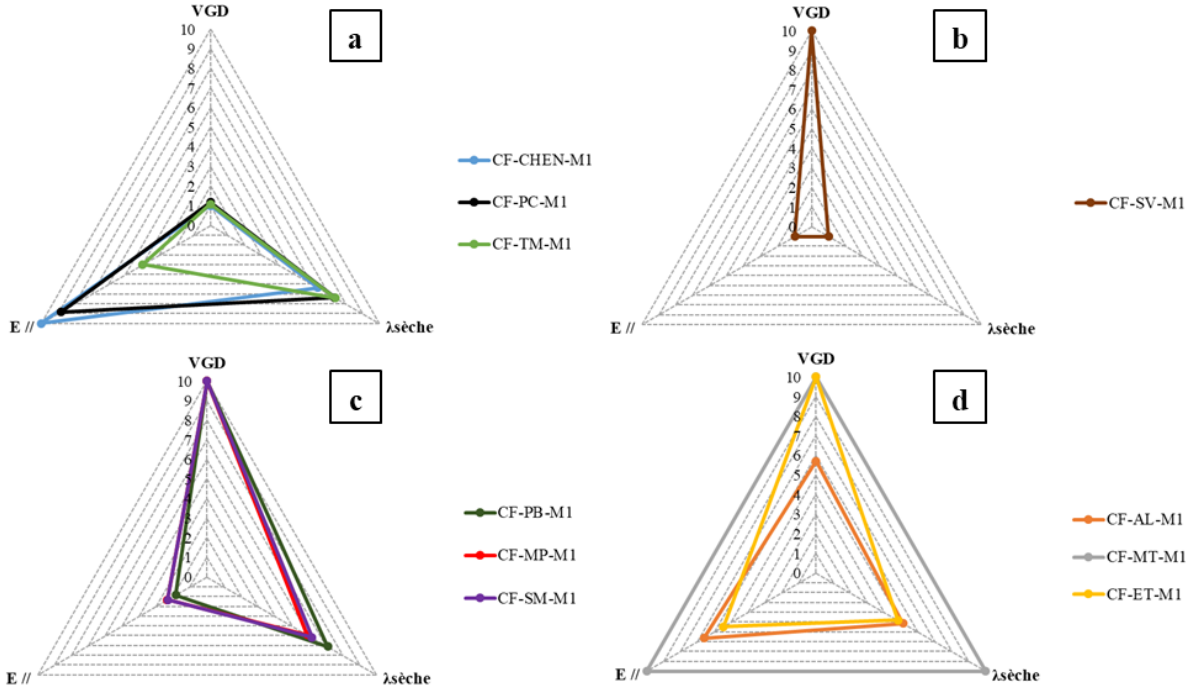

Figure 3.24. (a) Formulations avec des granulats les moins disponibles ; (b) Formulations avec des granulats disponibles mais des propriétés thermiques et mécaniques faibles ; (c) Formulations avec des granulats les moins performant mécaniquement ; (d) Formulations présentant une disponibilité des granulats et des paramètres thermique et mécanique supérieurs à la moyenne.

La première famille, formée par CF-CHEN-M1, CF-PC-M1 et CF-TM-M1, regroupe les formulations ayant des performances thermiques et mécaniques au-dessus de la moyenne mais dont les granulats ne sont pas disponibles chez Ovalie Innovation voire même dans la région

(Figure 3.24a). Dans la suite de l'étude, à part celle avec de la chènevotte qui nous servira de référence, ces formulations ne feront pas l'objet d'une étude approfondie. Cependant, dans une autre région (de France ou d'ailleurs) où les pailles de coriandre et les tiges de miscanthus pourraient être plus largement disponibles, ces formulations constitueront des produits au potentiel élevé au vu leur performances thermiques et mécaniques importantes.

La deuxième famille est composée par CF-SV-M1 (Figure 3.24b). Certes, les sarments de vigne sont disponibles en grande quantité dans la région, mais les effets néfastes de leurs hydrosolubles ne permettent pas de les utiliser en tant que granulats pour du béton végétal.

La troisième famille est composée par des formulations avec des granulats de type paille (PB, MP et SM), à la fois disponibles dans le Sud-Ouest de la France et thermiquement performants mais dont les propriétés mécaniques sont en-dessous de la moyenne (Figure **3.24**c). Ces types de granulats seront plutôt adaptés pour des briques en terre crue pour lesquelles le dosage en granulats est plus faible, avec plus de liant, ce qui améliorerait les propriétés mécaniques des matériaux obtenus.

Quant à la dernière famille, elle est constituée par CF-AL-M1, CF-MT-M1 et CF-ET-M1 (Figure 3.24d). Pour cette dernière, les formulations ont des paramètres avec des notes toutes au-dessus de la moyenne. Les granulats AL, MT et ET utilisés pour la fabrication de ces formulations seront gardés pour une étude plus approfondie qui fera l'objet du Chapitre 4. La formulation CF-MT-M1 est d'ailleurs celle qui présente le meilleur compromis entre les trois paramètres. En effet, la moelle de tournesol est non seulement assez disponible localement mais elle offre également une meilleure conductivité thermique au composite et se place en deuxième position juste après le béton de chanvre pour la performance mécanique.

Au final, en plus de CF-CHEN-M1, les formulations appartenant à la quatrième et dernière famille (CF-AL-M1, CF-MT-M1 et CF-ET-M1) seront retenues dans la suite de l'étude. En plus de la chaux formulée qui était le liant réactif qui donnait les meilleures performances mécaniques aux composites, deux autres types de liant seront testés avec les quatre granulats retenus : un ciment naturel formulé (CNF) fourni par la société Vicat, partenaire de ce projet de thèse, et utilisé pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS, disponibles sur le marché, et des fines de lavage argileuses issues d'une carrière locale. Une étude plus approfondie des propriétés microstructurales des granulats et des composites sera effectuée, ce qui pourrait apporter des éclaircissements sur les propriétés hygrothermiques et mécaniques des composites.

En résumé des résultats expérimentaux issus de ce chapitre, la Figure 3.25 permet d'avoir une vue d'ensemble des formulations avec de la CF et issues de la séquence M1 de malaxage du point de vue de leurs propriétés d'usage thermique et mécanique. Ce faisant, il devient plus aisé de les situer par rapport aux limites des règles professionnelles même si les méthodes de caractérisation et les éprouvettes testées ne sont pas les mêmes.

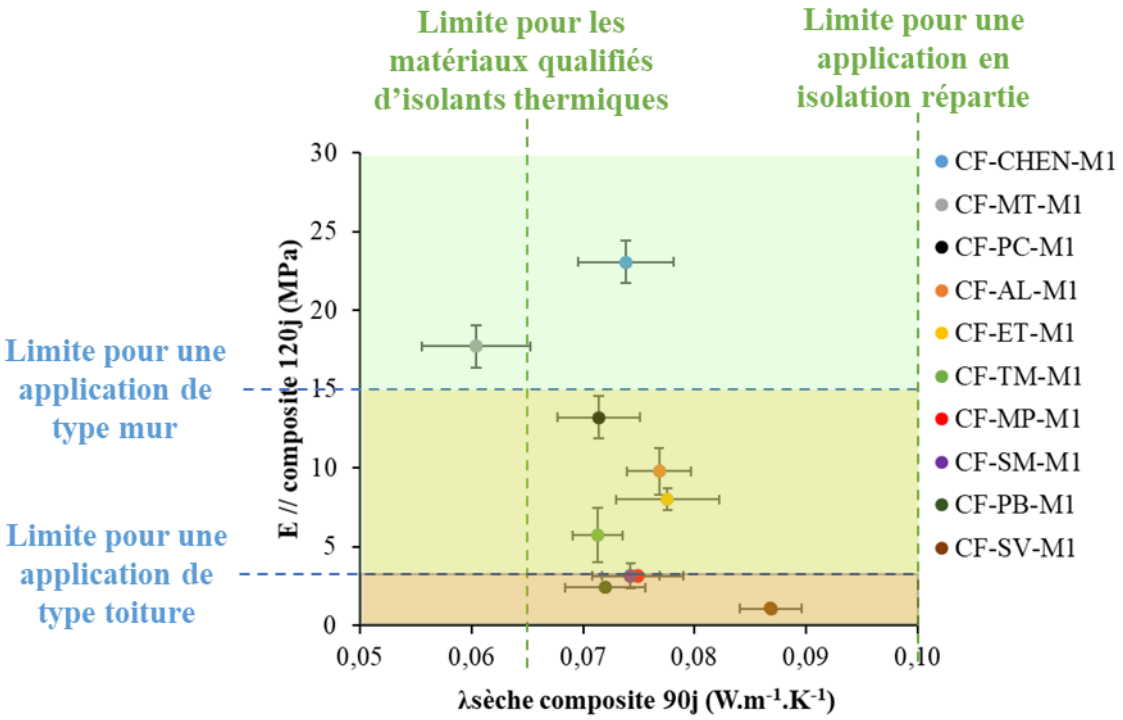

Figure 3.25. Module flottant (E //) en fonction de la conductivité thermique sèche des composites.

Il est montré que tous les mélanges sont de bons isolants pour une application en isolation répartie car leurs conductivités thermiques sont toutes inférieures à 0,10 $W.m^{-1}.K^{-1}$. Comme évoqué précédemment, CF-MT-M1 peut être qualifié de matériau isolant pour le bâtiment. D'un point de vue mécanique, les formulations CF-TM-M1, CF-ET-M1, CF-AL-M1 et CF-PC-M1 sont comprises entre les limites pour une application de type toiture et pour une application de type mur. Ces résultats sont très encourageants étant donné qu'aucune optimisation de la formulation ni traitement ou calibration des granulats n'ont été faits. Une amélioration de ces performances mécaniques peut alors être espérée pour la suite. Les formulations CF-CHEN-M1 et CF-MT-M1 sont celles utilisables pour une application de type mur. Signalons d'ailleurs ici que la formulation CF-MT-M1 présente donc le meilleur compromis entre les deux paramètres thermique et mécanique. Pour les formulations en-dessous de la limite mécanique d'application de type toiture (CF-MP-M1, CF-SM-M1 et CF-SM-M1), les granulats pourront être testés avec des liants non réactifs, par exemple pour la fabrication de briques de terre crue.

5. Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'étudier les corrélations existant entre les propriétés des granulats végétaux et celles des composites formés, ainsi que l'impact des séquences de malaxage et des types de liant sur les propriétés d'usage (thermiques et mécaniques) des bétons végétaux.

Dans un premier temps, à partir des masses volumiques compactées et des absorptions réelles d'eau de chaque granulat déterminées dans le chapitre précédent, nous avons pu formuler des composites ayant un même dosage en liant, avec de la chaux formulée et un liant

pouzzolanique, ce qui nous a permis de comparer l'impact de chaque granulat. Les composites formés ont été mis en œuvre par vibro-compaction à démoulage immédiat dans des moules cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3, en testant une séquence de malaxage M1 avec préparation au préalable d'un lait de liant et une séquence de malaxage M2 avec prémouillage des granulats avant l'ajout des liants anhydres, et ils ont été conservés à l'ambiance du laboratoire avant les essais.

La comparaison entre la conductivité thermique sèche et celle à l'équilibre avec l'ambiance a montré une augmentation de 5 à 15% de la conductivité thermique pour des teneurs en eau variant de 3 à 8%, ce qui traduit la forte sensibilité de la conductivité thermique de ces matériaux à l'humidité. La masse volumique compactée des granulats, qui s'approche de l'arrangement des granulats dans le composite et qui est un paramètre de formulation de celui-ci, est également un bon paramètre de prédiction de sa conductivité thermique. La masse volumique en vrac, la conductivité thermique du vrac et la porosité particulaire permettent également d'estimer les conductivités thermiques des composites. Ni les séquences de malaxage ni les types de liant ne présentent d'impact significatif sur les conductivités thermiques des composites.

Les essais de compression cyclique effectués dans les directions parallèles et perpendiculaires au compactage ont présenté une anisotropie mécanique des composites, liée à l'orientation préférentielle des granulats lors de la compaction. Les composites sont davantage rigides dans la direction perpendiculaire mais avec un comportement plus fragile se traduisant par une résistance maximale réduite par rapport à la direction parallèle. Cela est dû aux sollicitations en cisaillement de l'interface granulat/liant s'expliquant par l'orientation des granulats dans le sens longitudinal. La porosité inter-particulaire, le module élastique des granulats compactés et la quantité d'hydrosolubles à pH 12 agissent simultanément pour influencer les performances mécaniques en compression des composites. Les hydrosolubles à pH 12 apparaissent comme les plus néfastes pour le composite (cas des sarments de vigne qui présentent une grande quantité d'hydrosolubles et qui ont conduit à un très faible module flottant du composite CF-SV-M1). La séquence de malaxage M1 offre une meilleure performance mécanique aux composites à 120 jours sauf pour CF-MT-M1, dont l'hydratation du liant aurait été perturbée de manière brusque par la cinétique d'absorption rapide de l'eau par les granulats de moelle de tournesol. Les composites avec des liants pouzzolaniques ont des performances mécaniques 2 à 5 fois moins importantes que ceux avec de la chaux formulée, vraisemblablement en raison de l'impact négatif sévère des composants hydrosolubles des granulats sur les mécanismes de durcissement des liants pouzzolaniques.

Les résultats des essais de flexion trois points ont montré une corrélation linéaire entre la résistance en flexion et celle en compression. Les hydrosolubles affectent également l'hydratation des liants autour des granulats et affaiblissent la résistance en flexion du composite. La séquence de malaxage M2 augmente à la fois les performances mécaniques en compression et en flexion des composites pour une échéance de 365 jours vraisemblablement en raison d'une formation tardive d'hydrates à partir des réserves d'eau dans les granulats prémouillés.

La dernière partie de ce chapitre a été consacrée à l'évaluation des différentes formulations afin de pouvoir choisir celles à retenir pour une étude plus approfondie. Après les études des

impacts des séquences de malaxage et des types de liant, nos choix se sont arrêtés sur les composites avec la séquence de malaxage M1 et de la chaux formulée. Les formulations ont été comparées au regard de trois paramètres : le volume de granulats disponibles (VGD) chez Ovalie Innovation, la conductivité thermique sèche ($\lambda_{sèche}$) du composite et le module flottant (E) du composite. En plus de la formulation de béton de chanvre de référence (CF-CHEN-M1), les trois autres formulations ayant eu des notes au-dessus de la moyenne sur ces trois paramètres et retenues pour la suite sont : CF-AL-M1, CF-MT-M1 et CF-ET-M1. Ces résultats ont montré que les granulats de type écorce comme les anas de lin oléagineux et l'écorce de tournesol sont bien adaptés pour une utilisation dans du béton végétal. Par ailleurs, la formulation CF-MT-M1 présente le meilleur compromis entre les trois paramètres étudiés. En effet, la moelle de tournesol est largement disponible dans la région et le composite formé est à la fois qualifié d'isolant thermique pour le bâtiment et utilisable pour une application de type mur au regard de ses performances mécaniques. Les granulats de type paille sont plutôt conseillés pour la fabrication de briques de terres crues.

Après cette distinction des granulats ayant répondu à nos critères d'évaluation, le chapitre suivant abordera une étude plus approfondie sur des formulations obtenues avec ces granulats et trois liants minéraux : la chaux formulée précédente, un ciment naturel formulé (CNF) de la société Vicat utilisé pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre disponibles sur le marché (BIOSYS), et des fines de lavage locales (liant non-réactif). Les microstructures des granulats et des composites seront étudiées afin de comprendre les propriétés hygrothermiques et mécaniques des composites.

Chapitre 4 : Etude du potentiel des anas de lin oléagineux, de la moelle et de l'écorce de tournesol en tant que granulats végétaux pour la construction

A l'issue du Chapitre 3, nous avons présenté les trois formulations retenues en raison de leurs propriétés d'usage et de la disponibilité des granulats (anas de lin oléagineux, moelle et écorce de tournesol). La chènevotte étant toujours présente dans l'étude comme granulat de référence, ce sont donc des formulations à base de quatre granulats distincts qui seront étudiées dans ce chapitre. Une étude approfondie de la microstructure ainsi que des propriétés thermiques, mécaniques et hygriques des formulations obtenues avec ces granulats sera présentée dans ce chapitre. Trois types de liant sont utilisés pour la formulation des bétons végétaux : une chaux formulée commerciale, un ciment naturel formulé utilisé par la société Vicat, partenaire de cette étude, pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS, ainsi que des fines de lavage issues d'une carrière locale, retenues pour leur faible impact environnemental.

Après avoir présenté les matériaux utilisés dans ce chapitre, la partie suivante sera consacrée à une étude microstructurale par tomographie aux rayons X des diverses porosités présentes dans des particules de moelle et d'écorce de tournesol, dans leurs arrangements compactés à l'état humide puis séchés ainsi que dans les composites formés.

Les deux parties suivantes seront consacrées aux caractérisations thermiques et mécaniques des composites. Les impacts de divers paramètres liés aux granulats, aux liants, à la fabrication et à la formulation seront développés dans ces parties.

Etant donné que ces matériaux sont utilisés également pour leur capacité de régulation de l'humidité intérieure pour un meilleur confort des usagers, les performances hygriques des formulations avec de la chaux formulée et des fines de lavage seront étudiées dans la dernière partie de ce chapitre. Les impacts des propriétés des granulats et des types de liant seront présentés.

1. Matériaux

1.1. Granulats végétaux

Les granulats végétaux retenus dans ce chapitre sont la chènevotte de chanvre (CHEN), les anas de lin oléagineux (AL), la moelle (MT) et l'écorce de tournesol (ET) (cf. Chapitre 2, § 1.2). Deux chènevottes différentes seront comparées dans cette partie : la chènevotte calibrée Biofibat, utilisée dans les chapitres précédents et notée CHEN1, et une seconde chènevotte commerciale, utilisée pour la fabrication de blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS, notée CHEN2. La chènevotte CHEN2 été caractérisée en partie seulement. En effet, les caractérisations de la taille et de la morphologie de ce granulat, de sa cinétique d'absorption d'eau ainsi que de sa conductivité thermique n'ont pas pu être effectuées par manque de temps et en raison de l'indisponibilité de l'appareil de mesure de la conductivité thermique au fil chaud. La synthèse des résultats des caractérisations des granulats est résumée dans le Tableau 4.1 ci-dessous.

Tableau 4.1. Synthèse des propriétés des granulats végétaux.

	CHEN1	CHEN2	AL	MT	ET
Cellulose (%)	55,54 ± 0,21	48,94 ± 1,24	52,13 ± 0,59	45,4 ± 0,00	53,02 ± 0,43
Hémicelluloses (%)	18,86 ± 0,05	19,11 ± 0,19	19,54 ± 0,11	22,00 ± 0,00	19,06 ± 0,54
Lignines (%)	16,42 ± 0,36	19,65 ± 0,89	16,4 ± 0,21	3,20 ± 0,00	11,07 ± 2,11
Minéraux (%)	1,87 ± 0,00	2,27 ± 0,14	1,70 ± 0,00	16,02 ± 0,05	4,91 ± 0,05
Hydrosolubles à pH 7 (%)	5,60 ± 0,21	7,05 ± 0,06	6,43 ± 0,05	18,55 ± 0,27	10,83 ± 0,11
Hydrosolubles à pH 12 (%)	12,64 ± 0,10	20,60 ± 0,08	11,73 ± 1,03	28,06 ± 0,47	19,39 ± 0,22
Circularité (-)	0,34 ± 0,15	-	0,29 ± 0,14	0,48 ± 0,13	0,27 ± 0,14
Elongation (-)	3,6 ± 1,8	-	8,4 ± 12,5	1,6 ± 0,8	4,9 ± 4,3
Axe majeur (mm)	8,9 ± 4,5	-	10,4 ± 5,8	6,8 ± 3,1	12,6 ± 6,8
Axe mineur (mm)	2,7 ± 1,2	-	1,5 ± 0,5	4,6 ± 2,3	3,2 ± 1,7
DES	4,8 ± 2,1	-	3,8 ± 1,3	5,5 ± 2,6	6,1 ± 2,8
ρ_v (kg.m^{-3})	100 ± 1	107 ± 1	115 ± 2	20 ± 0	135 ± 1
ρ_p (kg.m^{-3})	248 ± 1	357 ± 17	433 ± 4	56 ± 2	425 ± 2
ρ_s (kg.m^{-3})	1502 ± 80	1516 ± 79	1500 ± 79	1536 ± 81	1515 ± 79
ρ_{comp} (kg.m^{-3})	70 ± 1	79 ± 1	95 ± 2	33 ± 1	105 ± 2
n_{totale} (%)	93,3 ± 5,6	92,9 ± 5,7	92,3 ± 6,5	98,7 ± 5,9	91,1 ± 5,6
n_{inter} (%)	59,6 ± 0,8	70,0 ± 4,0	73,5 ± 2,0	64,3 ± 2,3	68,2 ± 1,0
n_{intra} (%)	33,7 ± 2,4	22,9 ± 3,6	18,9 ± 1,7	34,4 ± 4,0	22,9 ± 1,6
n_p (%)	83,5 ± 4,8	76,5 ± 7,6	71,2 ± 4,4	96,4 ± 7,8	71,9 ± 4,1
IRA ((kg(eau).m^{-3} (granulat))	493 ± 1	-	429 ± 2	810 ± 11	495 ± 32
K1 (kg(eau).m^{-3} (granulat). (Log(min)$^{-1}$)	54 ± 0	-	88 ± 2	34 ± 2	91 ± 6
$w_{réelle}$ (kg (eau).m^{-3} de granulat)	244,6 ± 4,3	174,5 ± 4,8	156,2 ± 19,8	695,1 ± 9,8	238,8 ± 0,9
$\lambda_{sèche}$ (W.m^{-1}.K^{-1})	0,049 ± 0,001		0,047 ± 0,001	0,033 ± 0,001	0,053 ± 0,001
E (kPa)	59,40 ± 2,34	86,02 ± 7,17	41,17 ± 2,11	208,62 ± 3,25	30,48 ± 2,19
σ (ε=1,5 %) (kPa)	0,91 ± 0,05	1,29 ± 0,14	0,66 ± 0,03	2,92 ± 0,2	0,46 ± 0,04

DES : diamètre équivalent surface ; ρ_v : masse volumique en vrac ; ρ_p : masse volumique de la particule ; ρ_s : masse volumique du solide ; ρ_{comp} : masse volumique compactée à l'état humide puis séchée ; n_{totale} : porosité totale ; n_{inter} : porosité inter-particulaire ; n_{intra} : porosité intra-particulaire ; n_p : porosité particulaire ; IRA : taux d'absorption d'eau initiale ; K1 : coefficient de diffusion capillaire ; $w_{réelle}$: absorption réelle d'eau ; $\lambda_{sèche}$: conductivité thermique sèche du vrac de granulat ; E : module élastique de l'empilement compacté de granulat ; σ (ε=1,5 %) : contrainte de compression à 1,5% de déformation de l'empilement compacté de granulat

1.2. Liants minéraux

1.2.1. Chaux formulée (CF)

Ce liant a été décrit dans le paragraphe 1.1.2.1 du Chapitre 3.

1.2.2. Ciment Naturel Formulé (CNF)

Ce un liant commercial produit par la société Vicat, partenaire de cette étude, est utilisé pour la fabrication des blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS, disponibles sur le marché. Le Ciment Naturel Formulé subit une prise hydraulique dont le mécanisme est présenté dans le paragraphe 1.1.2.1 du Chapitre 3.

1.2.3. Fines de lavage (FL)

Les fines de lavage utilisées dans cette étude proviennent d'un procédé de lavage de granulats et sont issues d'une carrière locale, située sur la commune de Chis (65). Ces fines sont collectées en sortie d'un bassin de décantation. Elles ne sont pas commercialisées pour le moment et leur utilisation en tant que liant pour des bétons végétaux pourrait être un moyen de les valoriser. Disponibles localement, elles présentent par ailleurs une faible énergie grise, ce qui en fait un atout environnemental. Leurs principales caractéristiques ont été étudiées dans une précédente étude (Lagouin, 2020). Elles sont présentées dans le Tableau 4.2 ci-dessous.

Tableau 4.2. Caractéristiques des fines de lavage (Lagouin, 2020).

	Fines de lavage (FL)
Argile (< 2 µm) (%)	10
Limon (2-63 µm) (%)	88
Sable (63-2000 µm) (%)	2
Gravier (> 2 mm) (%)	0
D90 (µm)	44
D50 (µm)	17
Limite de liquidité (%)	42,8
Indice de plasticité (%)	12,4
Principaux minéraux argileux	Illite, chlorite, vermiculite

1.3. Pâtes de liant

Des éprouvettes de pâtes de liant (CF et FL) sont fabriquées pour réaliser des essais d'isotherme de sorption. Elles ont été obtenues en mélangeant manuellement le liant et l'eau et en coulant le tout dans un petit moule cylindrique de 11 cm de diamètre et de 2 cm de hauteur. Elles sont démoulées après 48 h et gardées à l'ambiance du laboratoire jusqu'à stabilisation de masse. Les proportions des composants des deux pâtes de liant sont les mêmes que celles des pâtes de chaux formulées étudiées par Lagouin et al. (2019). Elles sont présentées dans le Tableau 4.3.

Tableau 4.3. Proportion des composants des pâtes de liant.

	Dosage (L) ($kg.m^{-3}$)	Dosage (E) ($kg.m^{-3}$)	E/L
Pâte de CF	1563	859	0,55
Pâte de FL			

1.4. Bétons végétaux

Plusieurs formulations de bétons végétaux mettent en œuvre trois types de liant (CF, CNF et FL) sont étudiées dans ce chapitre mais la méthode de formulation reste la même que celle proposée dans le chapitre précédent et avec la même séquence de malaxage M1, c'est-à-dire sans prémouillage des granulats. Dans un souci de simplification, la notation M1 ne sera plus indiquée dans la suite de ce chapitre.

Pour les formulations avec de la chaux formulée (CF), les quatre granulats (CHEN1, AL, MT et ET) sont utilisés avec les mêmes proportions de composants que les formulations précédentes (dosage en liant constant à 258 $kg.m^{-3}$). Afin d'étudier l'impact du dosage en liant sur les propriétés thermiques et mécaniques, une formulation de béton d'anas de lin avec un dosage en chaux formulée plus élevée (300 $kg.m^{-3}$), notée CF(+)-AL, et une formulation de béton de moelle de tournesol avec un dosage en chaux formulée plus faible (180 $kg.m^{-3}$), notée CF(-)-MT, ont été également testées. Dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des composites, des formulations avec des granulats prétraités par enrobage de chaux formulée, comme celles proposées par Dinh (2014), ont été produites, toujours sur les quatre mêmes granulats (CHEN1, AL, MT et ET). Les granulats prétraités sont notés CHEN1t, ALt, MTt et ETt, respectivement, et les dosages des composants du prétraitement (liant, granulat, eau) sont donnés dans le Tableau 4.4. Les dosages des composants des composites finaux restent les mêmes que pour les formulations sans prétraitement (dosage en liant constant à 258 $kg.m^{-3}$).

Tableau 4.4. Paramètres de prétraitement des granulats.

Granulats prétraités	Dosage (L) ($kg.m^{-3}$)	Dosage (G) ($kg.m^{-3}$)	Dosage (E) ($kg.m^{-3}$)	G/L (-)	E/L (-)
CHEN1t	77	111	108	1,43	1,40
ALt	77	150	100	1,94	1,29
MTt	77	37	106	0,47	1,36
ETt	77	165	93	2,13	1,20

Pour les formulations avec du Ciment Naturel Formulé (CNF), trois granulats (CHEN1, AL et MT) ainsi que la deuxième chènevotte (CHEN2) sont utilisés avec des dosages en liant et en granulats identiques à ceux des formulations avec la chaux formulée (dosage en liant constant à 258 $kg.m^{-3}$). Le dosage en eau est ici ajusté par rapport aux besoins en eau du CNF. Par ailleurs, deux formulations, notées CNF-CHEN2* et CNF-MT*, ont été réalisées avec la

formulation communiquée par notre partenaire industriel Vicat, utilisée pour la fabrication des blocs préfabriqués de béton de chanvre BIOSYS. L'influence de la vibrocompaction en laboratoire et à l'échelle industrielle est également mise en évidence en comparant les performances thermiques et mécaniques de ces formulations avec celles des échantillons extraits par sciage des blocs préfabriqués BIOSYS et qui seront notés par la suite « Blocs BIOSYS ». Volontairement, les données concernant les paramètres de formulation de ces trois derniers mélanges ne sont pas présentées ici en raison de leur confidentialité.

Enfin, pour les formulations avec des fines de lavages (FL), trois granulats (CHEN1, AL et MT) sont utilisés dans les mêmes proportions de composants que les formulations précédentes (dosage en liant constant à 258 kg.m^{-3}).

Les paramètres de formulation de tous les mélanges étudiés dans ce chapitre sont résumés dans le Tableau 4.5 ci-dessous.

Tableau 4.5. Paramètres de formulation des mélanges étudiés.

Formulation	Dosage (L) (kg.m^{-3})	Dosage adjuvant (kg.m^{-3})	Dosage (G) (kg.m^{-3})	Dosage (E) (kg.m^{-3})	G/L (-)	E/L (-)	$\rho_{fraîche}$ (kg/m^{-3})
CF-CHEN1	258	-	111	362	0,43	1,40	731
CF-AL	258	-	150	334	0,58	1,29	742
CF-MT	258	-	37	352	0,14	1,36	647
CF-ET	258	-	165	310	0,64	1,20	734
CF(+)-AL	300	-	136	375	0,45	1,25	811
CF(-)-MT	180	-	37	266	0,20	1,48	483
CF-CHEN1t	258	-	111	362	0,43	1,40	731
CF-ALt	258	-	150	334	0,58	1,29	742
CF-MTt	258	-	37	352	0,14	1,36	647
CF-ETt	258	-	165	310	0,64	1,20	734
CNF-CHEN1	258	1,81	111	322	0,43	1,25	693
CNF-AL	258	1,81	150	294	0,58	1,14	704
CNF-MT	258	1,81	37	313	0,14	1,21	610
CNF-CHEN2	258	1,81	124	300	0,48	1,16	684
Blocs BIOSYS	Confidentiel						
CNF-CHEN2*							
CNF-MT*							
FL-CHEN1	258	-	111	362	0,43	1,40	731
FL-AL	258	-	150	334	0,58	1,29	742
FL-MT	258	-	37	352	0,14	1,36	647

Afin d'explorer la microstructure et d'évaluer les porosités dans les mélanges CF-MT et CF-ET, des acquisitions par tomographie à rayons X ont été effectuées sur des éprouvettes cylindriques de 5 cm de diamètre et de 10 cm de hauteur ainsi que sur une éprouvette cylindrique de 11 cm de diamètre et de 6 cm de hauteur pour CF-MTt (Figure 4.1).

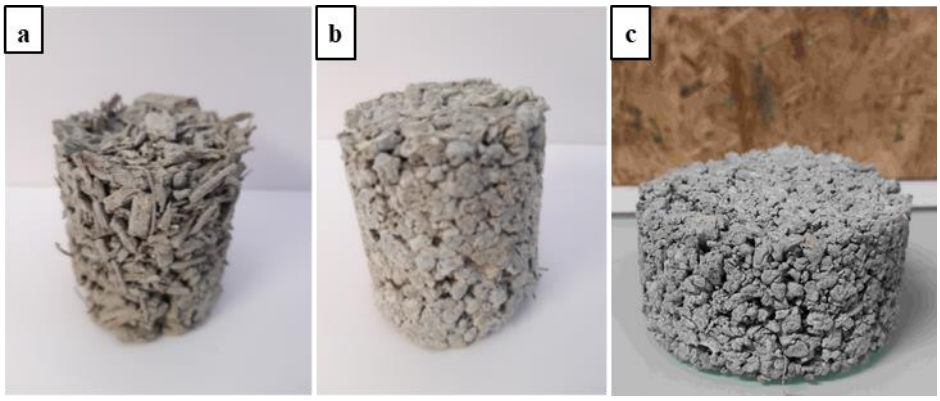

Figure 4.1. Eprouvettes cylindriques de (a) CF-ET, (b) CF-MT et (c) CF-MTt pour les essais de tomographie à rayons X.

Les éprouvettes pour les essais thermiques et mécaniques sont des blocs cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 mis en œuvre par vibrocompaction à démoulage immédiat et conservés à l'ambiance du laboratoire jusqu'à l'échéance des essais prévus (cf. Chapitre 3, § 1.2.2, 1.2.3 et 1.2.4).

Les essais de MBV (Moisture Buffer Value) sont effectués sur des éprouvettes parallélépipédiques rectangulaires de 7,5 × 7,5 × 15 cm^3 obtenues par sciage de l'éprouvette cubique à la scie à fil à l'eau (Figure 4.2).

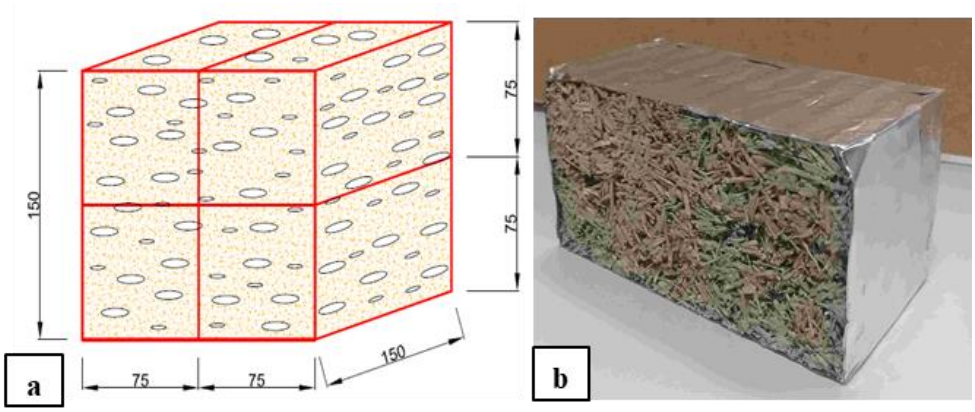

Figure 4.2. (a) Plan de sciage de l'éprouvette cubique pour l'obtention des éprouvettes parallélépipédiques utilisées pour les essais MBV, et (b) éprouvette parallélépipédique de 7,5 × 7,5 × 15 cm^3 obtenue avec son couvert d'aluminium adhésif sur toutes les faces sauf la face d'échange.

Le Tableau 4.6 ci-dessous résume le nombre et la forme des éprouvettes testées pour chaque formulation et pour chaque type de caractérisation. Les échéances des essais sont également mentionnées.

Tableau 4.6. Nombre et dimension des éprouvettes testées pour chaque formulation et pour chaque type de caractérisation.

Formulation	Conductivité thermique et compression cyclique			Isotherme de sorption	Tomographie à rayons X
	Eprouvette cubique (15 × 15 × 15 cm^3)			Eprouvette parallélépipédique (7,5 × 7,5 × 15 cm^3)	Eprouvette cylindrique (5 cm de diamètre, 10 cm de hauteur)
	60 j	120 j	365 j[a]		
CF-CHEN1	6	8	3	3	-
CF-AL	6	8	3	3	-
CF-MT	6	8	3	3	1
CF-ET	6	8	3	3	1
CF(+)-AL	6	-	-	-	-
CF(-)-MT	6	-	-	-	-
CF-CHEN1t	6	-	-	-	-
CF-ALt	6	-	-	-	-
CF-MTt	6	-	-	-	-
CF-ETt	6	-	-	-	-
CNF-CHEN1	6	-	-	-	-
CNF-AL	6	-	-	-	-
CNF-MT	6	-	-	-	-
CNF-CHEN2	6	-	-	-	-
Blocs BIOSYS			6[b]		
CNF-CHEN2*	6	-	-	-	-
CNF-MT*	6	-	-	-	-
FL-CHEN1	6	-	-	3	-
FL-AL	6	-	-	-	-
FL-MT	6	-	-	3	-

[a] *: conductivité thermique non mesurée à 365j car peu d'évolution entre 60 et 120.*
[b] *: échéance supérieure à 365 j.*

En tout, 158 éprouvettes cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3, 18 éprouvettes parallélépipédiques de 7,5 × 7,5 × 15 cm^3, 2 éprouvettes cylindriques (5 cm de diamètre et 10 cm de hauteur) et 1 éprouvette cylindrique (11 cm de diamètre et 6 cm de hauteur) ont été fabriquées pour être testées en conductivité thermique et compression cyclique, en isotherme de sorption et en tomographie à rayons X.

Les masses volumiques sèches des composites à chaque échéance (60 j, 120 j et 365 j) sont résumées dans le Tableau 4.7 ci-dessous.

Tableau 4.7. Masse volumique sèche des composites.

	60 j	**120 j**	**365 j**
CF-CHEN1	390 ± 7	391 ± 5	396 ± 2
CF-AL	408 ± 5	413 ± 7	406 ± 1
CF-MT	311 ± 3	333 ± 10	324 ± 0
CF-ET	403 ± 1	425 ± 9	414 ± 5
CF(+)-AL	454 ± 7	-	-
CF(-)-MT	-	-	-
CF-CHEN1t	379 ± 5	-	-
CF-ALt	401 ± 11	-	-
CF-MTt	311 ± 6	-	-
CF-ETt	396 ± 4	-	-
CNF-CHEN1	385 ± 7	-	-
CNF-AL	409 ± 5	-	-
CNF-MT	316 ± 10	-	-
CNF-CHEN2	375 ± 4	-	-
Blocs BIOSYS			324 ± 4[a]
CNF-CHEN2*	271 ± 6	-	-
CNF-MT*	207 ± 7	-	-
FL-CHEN1	333 ± 3	-	-
FL-AL	333 ± 8	-	-
FL-MT	325 ± 11	-	-

[a] *: échéance possiblement supérieure à 365 j*

Dans le cas des quatre formulations CF-CHEN1, CF-MT, CF-MT et CF-ET fabriquées pour différentes échéances, les résultats de masses volumiques, peu variables pour les trois échéances de 60j, 120j et 365j, montrent la bonne répétabilité de nos méthodes de fabrication présentées dans le chapitre précédent.

2. Caractérisation de la microstructure par tomographie

2.1. Méthode

La microstructure des matériaux étudiés dans cette partie est déterminée par tomographie à rayons X. C'est une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à trois dimensions et dont le principe de fonctionnement est montré sur la Figure 4.3 ci-dessous.

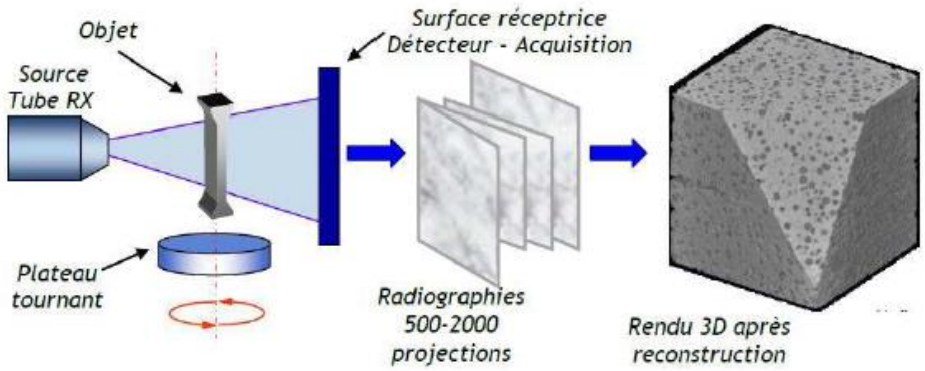

Figure 4.3. Principe de fonctionnement de la tomographie à rayon X (Limodin et al., 2009).

Comme le montre la Figure 4.3, son principe consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur un objet et à enregistrer, sur un détecteur 2D la diminution d'intensité du faisceau causée par son passage à travers l'objet. Les données recueillies par le détecteur correspondent à plusieurs centaines ou milliers de projections ou radiographies réalisées à chaque angle de rotation sur 360˚. À l'aide de ces données, une image numérique est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris qui traduisent, point par point, le coefficient d'atténuation local du faisceau incident. En effet, la matière absorbe une partie des rayons X, différemment en fonction de ses composants et de sa masse volumique. La reconstitution de l'image est basée sur l'algorithme de Feldkamp (Feldkamp et al., 1984), pour le système tomographique utilisé. L'ensemble des données enregistrées d'images de projection 2D peut être converti en un ensemble de données tridimensionnelles où chaque voxel (l'équivalent tridimensionnel d'un pixel) correspond au coefficient d'atténuation linéaire du matériau physique situé à la position du voxel.

Les acquisitions et les analyses tomographiques dans le cadre de cette thèse ont été effectuées en collaboration avec le Centre d'Imagerie à Rayons X de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour (UMS 3360 DMEX de l'UPPA). Toutes les données ont été acquises à l'aide d'un tomographe ZEISS (Allemagne) Xradia versa 510. Cet appareil est capable de délivrer une tension d'accélération de 30 à 160 kV et est adapté à la haute résolution, jusqu'à 70 nm de résolution. Il possède un détecteur CCD (charge-coupled device) de 2048 x 2048 pixels. Les principaux paramètres à régler sont la tension d'accélération, le nombre de projections, le temps d'exposition pour chaque angle de projection et le grandissement. Selon la tension d'accélération basse (40 kV) ou haute (60 kV) choisie, le contraste de l'image varie ainsi que les temps d'acquisition. Le grandissement géométrique est déterminé par les positions de la source, de l'échantillon et du détecteur, tandis que le grandissement optique est celui fourni par la lentille utilisée. Les projections tomographiques sont reconstruites grâce au logiciel CRM Recontructor fourni par Zeiss, puis les images obtenues sont traitées avec les logiciels Avizo (version 9.0.0) et Dragonfly (ORS version 2021.1).

Au total, dix analyses ont été effectuées :

- Deux analyses sur des particules individuelles d'écorce (ET) et de moelle de tournesol (MT) avant compaction. Ces analyses ont été réalisées à très haute résolution afin de permettre la détection des pores micrométriques à l'intérieur des granulats. Pour ces analyses, la taille de voxel était de 1 µm, et la tension d'accélération et la puissance du

générateur sont respectivement de 40 kV et 3 W avec respectivement un temps d'exposition de 20 et 16 s pour ET et MT.

- Deux analyses sur les mêmes particules d'ET et de MT ont été faites après leur incorporation dans un empilement de granulats compactés à l'état humide puis séchés. Elles ont pour but d'identifier l'impact du compactage sur la structure poreuse des granulats. Les paramètres d'acquisition sont les mêmes que précédemment.
- Deux autres analyses sur des empilements de granulats d'ET et de MT compactés à l'état humide puis séchés ont été effectuées dans le but d'étudier l'arrangement des granulats entre eux et leurs porosités. Pour l'éprouvette testée de moelle compactée à l'état humide puis séchée, l'accolement entre les particules et leurs structures poreuses ont conduit à des problèmes d'individualisation des particules entre elles et, par voie de conséquence, de différenciation entre les pores intra- et inter-particulaires sur les images obtenues, rendant les résultats de cette analyse non interprétables. Pour y remédier, une analyse complémentaire sur un arrangement compacté humide puis séché des granulats de moelle de tournesol prétraités par enrobage avec une couche mince de pâte de chaux formulée a été effectuée récemment, permettant une individualisation de chaque particule de moelle. Le principe du prétraitement de ces granulats est le même que celui utilisé par Dinh (2014). Les résultats des porosités de cette analyse ont pu être obtenus mais les résultats des paramètres de forme des granulats ne sont pas encore disponibles. La résolution utilisée pour ces trois analyses est plus basse que celle des quatre précédentes, à savoir une taille de voxel de 39 µm. La tension d'accélération et la puissance du générateur sont respectivement de 60 kV et 5 W, respectivement. Le temps d'exposition pour l'échantillon ET est de 10 s tandis que celui des échantillons de MT est de 8 s.
- Deux dernières analyses sur des éprouvettes cylindriques (5 cm de diamètre et 10 cm de hauteur) de CF-ET et CF-MT ont également été effectuées afin de déterminer les différentes fractions de chaque constituant à l'intérieur des composites. Pour la formulation CF-MT, le même problème lié à l'individualisation des particules de MT que celui évoqué précédemment pour l'empilement compacté de ces particules a été observé. Une autre analyse sur une formulation CF-MTt dont les granulats de MT sont prétraités, a donc été effectuée afin de pallier à ce problème. Les résultats des fractions des constituants du composite ont pu être obtenus pour cette dernière analyse mais ceux des paramètres de forme des granulats ne sont pas encore disponibles. Une faible résolution de 39 µm est utilisée pour ces trois acquisitions. La tension d'accélération et la puissance du générateur sont identiques que les analyses précédentes mais avec un temps d'exposition plus court de 6 s pour le béton d'ET et 4 s pour les bétons de MT.

2.2. Résultats

2.2.1. Particules brutes avant et après compaction à l'état humide puis séchées

Les objectifs des analyses tomographiques dans cette partie sont de caractériser et de quantifier les porosités des particules d'ET et de MT, et d'étudier l'impact de la fabrication des composites par vibro-compaction à l'état humide sur la microstructure de ces particules.

Les Figure 4.4 et Figure 4.5 montrent les images à très haute résolution dans les plans transversal et longitudinal des particules individuelles brutes d'ET et de MT, avant et après compactage, et le Tableau 4.8 compare les résultats des porosités des particules avant et après compactage par tomographie aux rayons X avec ceux issus de la méthode par estimation à partir des masses volumiques présentée dans le Chapitre 2.

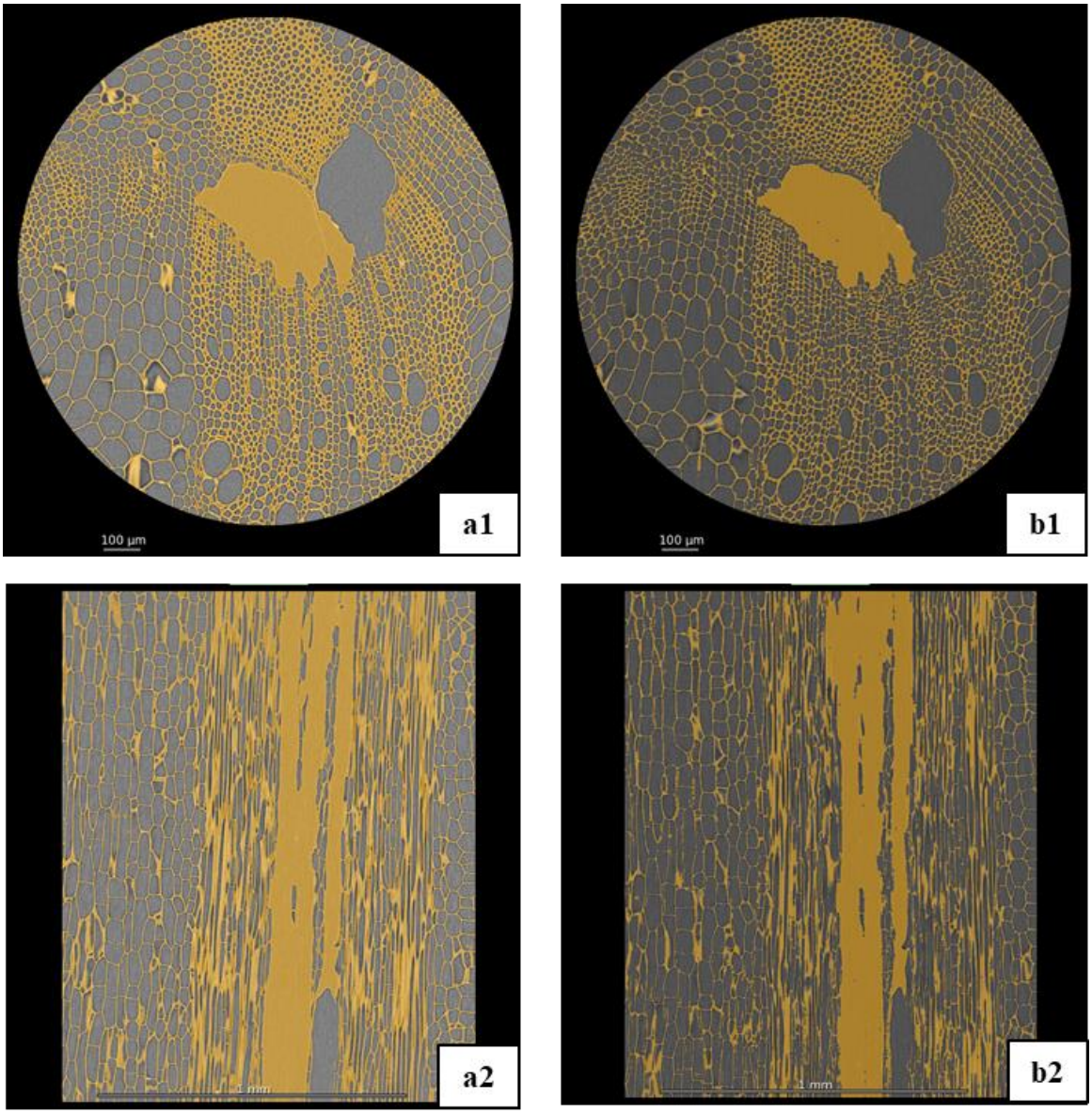

Figure 4.4. Images 2D d'une particule d'écorce de tournesol (a) avant et (b) après compaction, dans le plan (1) transversal et (2) longitudinal.

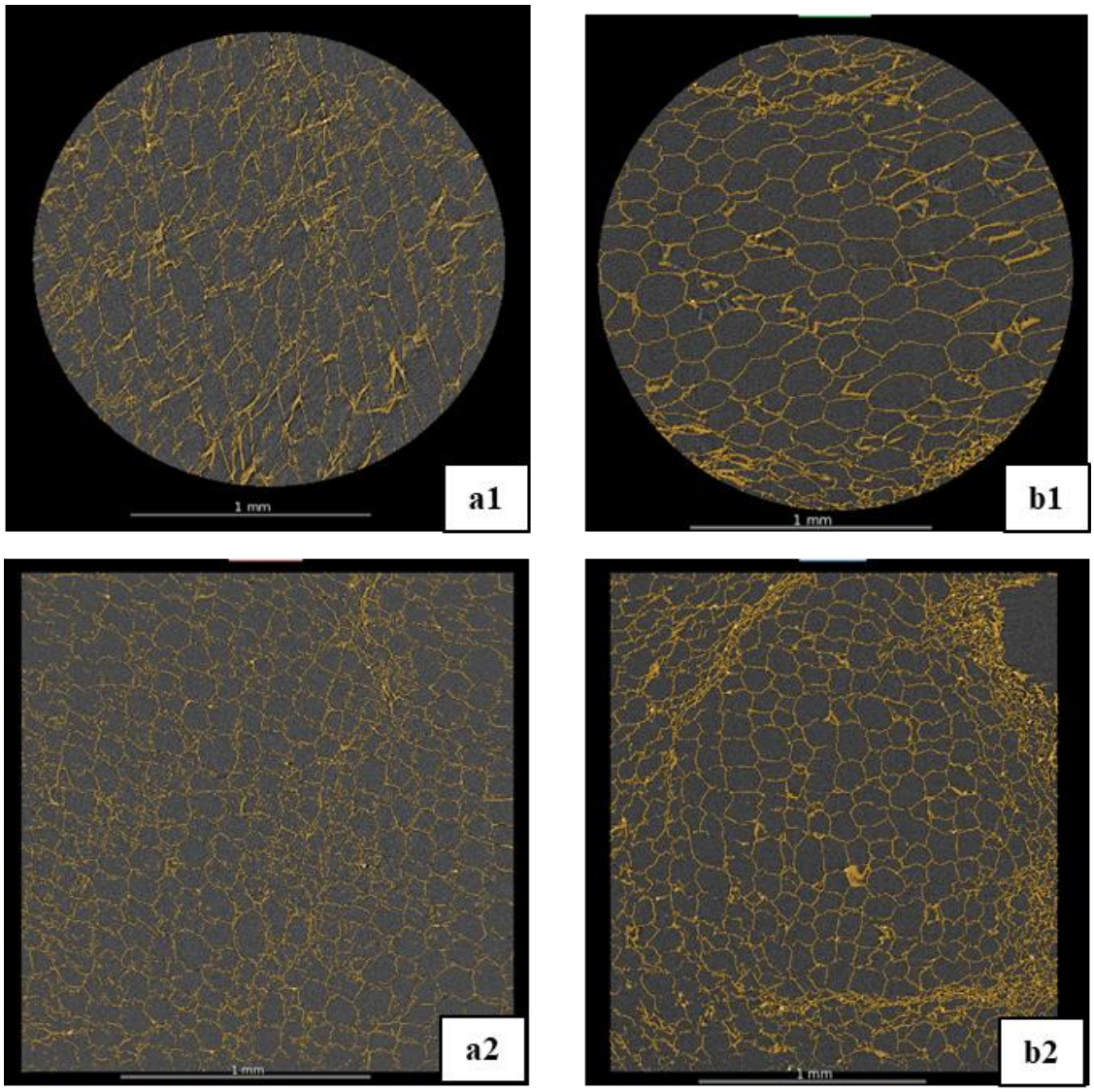

Figure 4.5. Images 2D d'une particule de moelle de tournesol (a) avant et (b) après compaction, dans le plan (1) transversal et (2) longitudinal.

Tableau 4.8. Porosités des particules d'écorce et de moelle de tournesol avant et après compaction par tomographie aux rayons X, et par estimation à partir des masses volumiques.

	Ecorce de tournesol (ET)		Moelle de tournesol (MT)	
	Avant compaction	Après compaction	Avant compaction	Après compaction
Porosité d'une particule par tomographie aux rayons X (%)	71,9 ± 6,0	70,0 ± 6,0	89,5 ± 6,0	89,4 ± 6,0
Porosité d'une particule par estimation à partir des masses volumiques (%)	71,9 ± 4,1	-	96,4 ± 8,4	-

Les Figure 4.4 et Figure 4.5 font très bien apparaître les structures poreuses des particules de moelle et d'écorce de tournesol.

Pour l'écorce de tournesol, la microstructure de la particule est fortement anisotrope et ne présente pas de variation notable avant ou après compaction (Figure 4.4). De plus, les porosités obtenues par tomographie à rayons X ne présentent pas de différences significatives avec une porosité avant compaction de 71,9% une porosité après compaction de 70,0 %. Ces résultats montrent qu'avec le niveau de contrainte utilisé pour compacter l'empilement de granulats d'écorce de tournesol à l'état humide, la particule ne subit pas de déformation significative dans sa microstructure. Les parois solides des particules d'écorce de tournesol sont assez rigides pour ne pas se déformer. Dans le plan transversal (Figure 4.4a1 et b1), la partie externe de l'écorce montre des capillaires très petits (de 3 à 10 µm) et certains vaisseaux plus larges (de 30 à 80 µm). La coupe longitudinale (Figure 4.4a2 et b2) montre bien des capillaires de tailles différentes et orientés dans le sens longitudinal de la particule. Ces capillaires servent à conduire la sève et l'eau au cours du développement de la plante. Cette structure tubulaire de l'écorce de tournesol est identique à celles trouvées dans la littérature (cf. Chapitre 1, § 2.4.1).

La porosité de la particule d'écorce de tournesol obtenue par tomographie aux rayons X (71,9%) et celle obtenue par estimation à partir des masses volumiques (71,9%) sont quasiment identiques et cohérentes avec les données mentionnées dans la littérature (cf. Chapitre 1, § 2.4.1). Néanmoins, suivant la particule testée et l'hétérogénéité même au sein d'une particule, une forte variabilité des résultats peut être rencontrée (Lagouin et al., 2019). Il serait donc nécessaire de réitérer l'analyse sur plusieurs particules afin d'avoir davantage de précision même si cela n'a pas pu être fait pour la présente étude. Les incertitudes des deux méthodes liées à la variabilité des niveaux de gris pour le traitement des images obtenues en tomographie aux rayons X d'une part, et à la propagation des dispersions des résultats des masses volumiques pour la méthode estimative d'autre part, sont également du même ordre de grandeur, ce qui montre la pertinence de la méthode simple, rapide et peu coûteuse que nous avons proposée à partir des masses volumiques.

Pour la moelle de tournesol avant compaction, les pores ont des structures alvéolaires dont les diamètres sont aux alentours de 100 µm. Par ailleurs, les parois cellulaires sont très fines, avec une épaisseur constante d'environ 2 µm. Ces résultats sont en parfait accord avec les données de la littérature (cf. Chapitre 1, § 2.4.1). La coupe transversale de la moelle (Figure 4.5a1) montre une structure d'alvéoles un peu plus allongées que sur la coupe longitudinale (Figure 4.5a2). Sa microstructure n'est donc pas parfaitement isotrope. Les porosités par tomographie à rayons X de la particule de moelle avant (89,5%) et après (89,4%) compaction sont quasiment identiques. Néanmoins, pour la moelle de tournesol après compaction, même si sa structure alvéolaire générale est conservée, des écrasements ponctuels sont observés sur certaines parties (Figure 4.5b1 et b2). En effet, les paroi plus minces et moins rigides de la moelle de tournesol se déforment davantage sous l'effet de la compaction, d'où ces observations. La ponctualité des tassements observés rend également difficile la quantification de la réduction de la porosité de la particule de moelle de tournesol après compaction. Un scan à plus faible résolution sur la particule avant et après compaction aurait permis de quantifier cette variation de volume si la particule de moelle n'avait pas été cassé après compaction.

Sur le Tableau 4.8, la porosité de la particule de moelle de tournesol avant compaction obtenue par tomographie aux rayons X (89,7%) est nettement plus petite que celle obtenue par estimation à partir des masses volumiques (96,4%). Cette différence peut être liée au fait qu'une seule particule a été observée pour la tomographie aux rayons X alors même qu'une variabilité importante de la porosité particulaire n'est pas à exclure entre différentes particules. Il serait donc préférable d'étendre l'analyse sur plusieurs particules afin de pouvoir conclure avec plus de précision. En fait, l'écart-type obtenu avec le résultat de la tomographie à rayon X est seulement lié à l'incertitude de la segmentation, c'est-à-dire la gamme de gris considérée pour une phase donnée.

2.2.2. Arrangement de granulats compactés à l'état humide puis séchés

Dans cette partie, les analyses tomographiques vont servir à évaluer l'impact du procédé de fabrication des bétons végétaux (procédé de vibro-compaction à l'état humide) sur l'arrangement dans l'espace des granulats végétaux. Le but est donc de qualifier l'arrangement des particules, et de mettre en évidence le lien entre la morphologie des particules et l'impact du compactage sur leur arrangement dans l'espace.

Les volumes scannés, à partir des échantillons cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3 d'empilement de granulats de moelle et d'écorce de tournesol compactés à l'état humide puis séchés, sont des cylindres de 7,2 cm de diamètre et de 3,9 cm de hauteur. Celui scanné à partir de l'échantillon cylindrique de 5 cm de diamètre et de 10 cm de hauteur de particules de moelle de tournesol prétraitées puis compactées à l'état humide et séchées est un cylindre de 3,9 cm de diamètre et de 3,9 cm de hauteur.

Les images obtenues dans le plan transversal de chacun des échantillons sont montrées sur la Figure 4.6 ci-dessous.

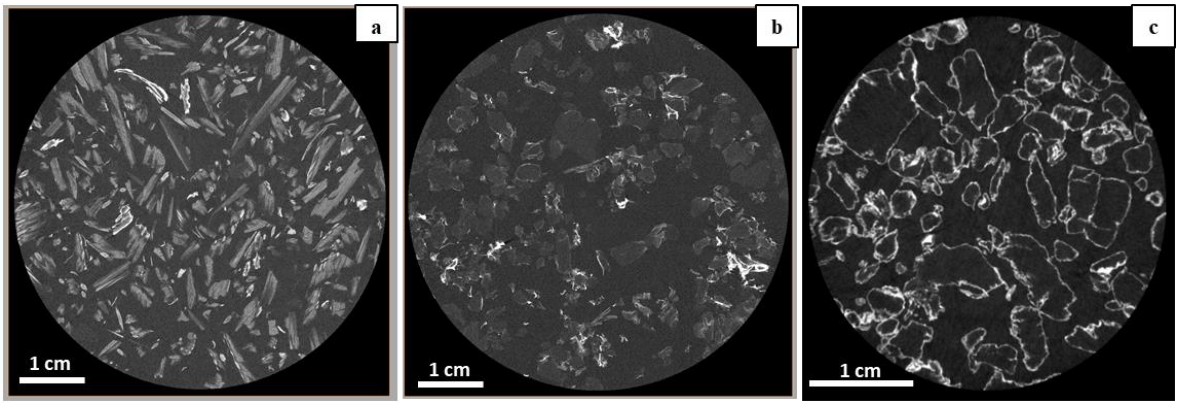

Figure 4.6. Images 2D dans le plan transversal (a) des écorces de tournesol compactées, (b) des moelles de tournesol compactées, et (c) des moelles de tournesol prétraitées puis compactées.

Ces images font bien apparaître les formes et les orientations des particules ainsi que les porosités inter-particulaires. La Figure 4.6b présente l'image obtenue pour la moelle de tournesol compactée et pour laquelle les particules n'ont pas pu être individualisées les unes des autres. Les pores intra- et inter-particulaires sont donc peu différenciables. Grâce à un

prétraitement des particules de moelle de tournesol, chaque particule devient alors facilement indentifiable (Figure 4.6c).

Afin de permettre l'obtention des paramètres physiques de l'arrangement compacté des granulats, le traitement des images se déroule comme suit :

- L'image brute issue de la tomographie aux rayons X est tout d'abord filtrée afin de bien différencier les granulats entre eux.
- L'image est ensuite segmentée, c'est-à-dire que les granulats et l'air inter-particulaire (et l'enrobage dans le cas bien spécifique du prétraitement des particules de moelle) sont colorés différemment.
- L'image est ensuite labélisée en donnant une couleur donnée à chaque granulat afin de les différencier.
- Enfin, l'ensemble des images 2D est reconstitué afin d'avoir une visualisation en 3D.

Chaque granulat, à l'issue du traitement des images, est assimilé à une ellipsoïde avec X le grand axe, Y l'axe moyen et Z le petit axe (Figure 4.7). Les caractéristiques de chaque granulat sont déterminées et localisées dans un repère cartésien (X_1, X_2, X_3) du volume scanné.

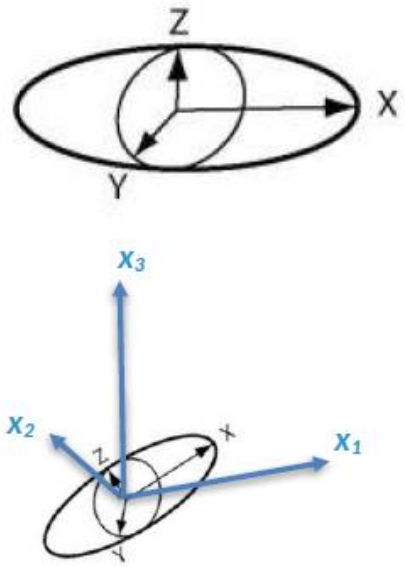

Figure 4.7. Ellipsoïde représentant le granulat et repère cartésien (X_1,X_2,X_3) de localisation.

Les paramètres de forme de chaque granulat sont l'anisotropie, l'élongation et l'aplatissement. Ils sont déterminés par les équations suivantes :

Equation 4.1

$$Anisotropie = 1 - \frac{Z}{X}$$

Equation 4.2

$$Elongation = \frac{Y}{X}$$

Equation 4.3

$$Aplatissement = \frac{Z}{Y}$$

L'anisotropie permet de mesurer la déviation d'une particule par rapport à une forme sphérique. Un anisotropie égale à 0 fait référence à une sphère. Pour l'élongation, plus les objets sont allongés plus les valeurs sont proches de 0. En ce qui concerne l'aplatissement, les objets plats ont des valeurs proches de 0.

Concernant l'orientation des particules, l'angle φ (°) représente l'angle entre l'axe vertical X_3 et le grand axe X de l'ellipsoïde représentant la particule ; il est compris entre 0° et 90°. Quant à l'angle θ (°), il représente l'angle entre l'axe X_1 et la projection sur le plan (X_1,X_2) du grand axe de l'ellipsoïde représentant la particule ; cet angle est compris entre -180° et +180°.

Les proportions des particules et des pores inter-particulaires pour l'écorce de tournesol compactée et pour la moelle de tournesol prétraitée puis compactée sont présentées dans le Tableau 4.9 ci-dessous.

Tableau 4.9. Proportions des particules et des pores inter-particulaires pour l'écorce de tournesol compactée et pour la moelle de tournesol prétraitée puis compactée.

	Proportion de particules (%)	Proportion de pores inter-particulaires (%)
ET compactée	57,5 ± 9,0	42,5 ± 9,0
MT prétraitée puis compactée	52,7 ± 7,0	47,3 ± 7,0

Les résultats pour la moelle prétraitée puis compactée sont obtenus en attribuant la part de l'enrobage (15%) à la moelle. Ces résultats montrent que la compaction réduit la porosité inter-particulaire des granulats. En effet, d'après les résultats des porosités inter-particulaires dans le vrac des granulats, obtenues par estimation à partir des masses volumiques (68,2% pour ET et 64,3% pour MT), des réductions relatives de 37% et 26%, respectivement, sont observées pour ET et MT.

À partir de ces proportions de particules, de pores inter-particulaires et de pores particulaires déterminés précédemment à partir des analyses à haute résolution sur les particules, les diverses porosités dans l'arrangement compacté des granulats peuvent être déduites et les résultats sont présentés dans le Tableau 4.10 ci-dessous.

Tableau 4.10. Porosités des écorces de tournesol compactées et des moelles de tournesol prétraitées puis compactées, obtenues par tomographie aux rayons X (n_{inter}, n_{intra} et n_{totale} : porosités inter-particulaire, intra-particulaire et totale).

	ET compactée	MT prétraitée puis compactée
n_{inter} (%)	42,5 ± 9,0	47,3 ± 7,0
n_{intra} (%)	41,4 ± 9,4	44,6 ± 8,6
n_{totale} (%)	83,9 ± 18,4	91,9 ± 15,6

Ces résultats montrent que l'arrangement des particules de moelle de tournesol prétraitée puis compactée est plus poreux que celui fait des particules d'écorce, s'expliquant par la forte porosité particulaire de la moelle.

Par manque de temps pour la détermination des paramètres de forme et d'orientation des granulats de l'arrangement compacté de la moelle de tournesol prétraitée, seuls les résultats pour l'arrangement compacté de l'écorce de tournesol sont présentés dans la Figure 4.8 ci-dessous.

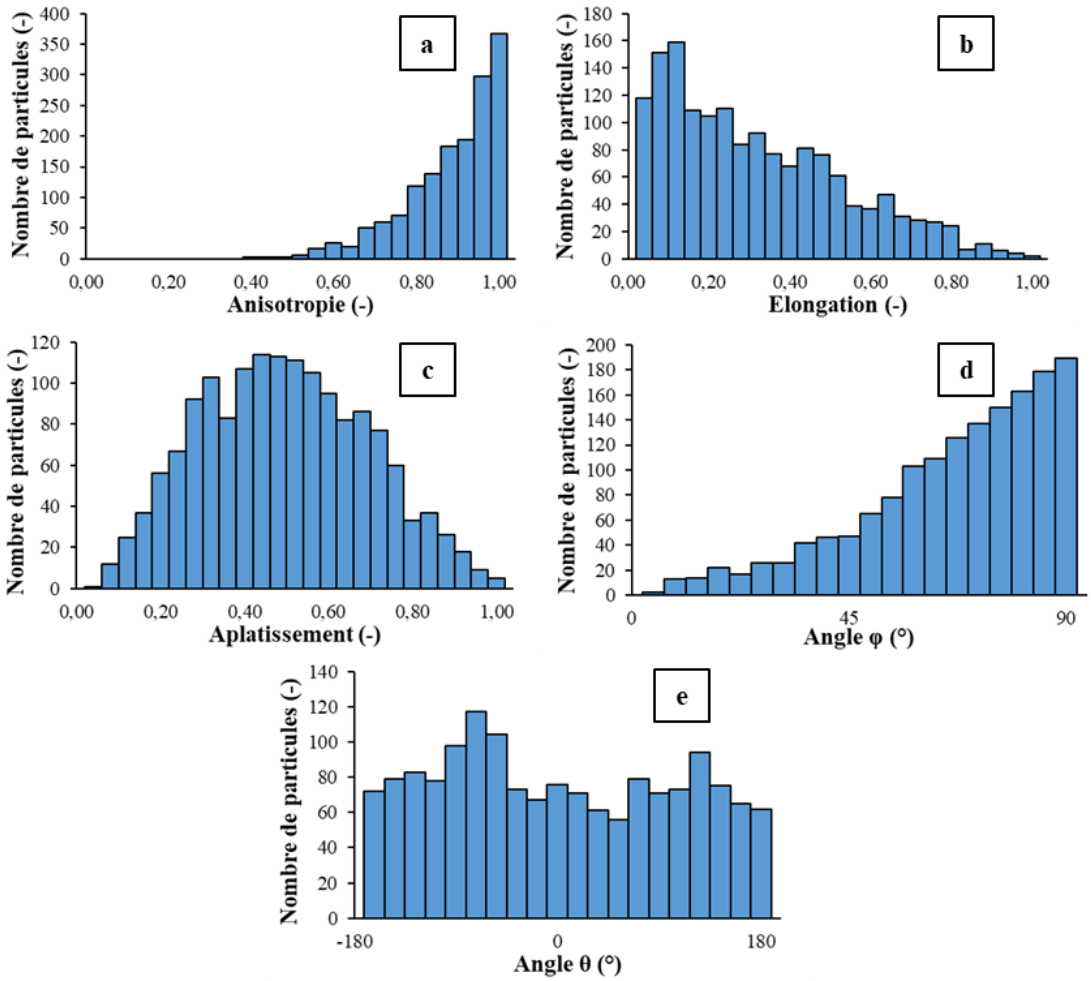

Figure 4.8. Paramètres de forme et d'orientation des particules d'écorce de tournesol compactées humides puis séchées.

Les données d'anisotropie et d'élongation montrent que les particules d'écorce de tournesol ne sont pas sphériques (la majorité des particules présentent une anisotropie proche de 1) et qu'elles ont une forme allongée (la majorité des particules présentent une élongation proche de 0). Les particules d'écorce sont aussi plus ou moins aplaties avec la majorité des particules ayant un aplatissement compris entre 0,2 et 0,8. Pour l'angle φ, la majorité des particules présentent des angles proches de 90°, ce qui veut dire que les particules ont tendance à s'orienter dans un plan parallèle au plan horizontal (X_1,X_2). Pour l'angle θ, aucune tendance d'orientation n'est observée, ce qui veut dire que les particules n'ont pas de direction privilégiée dans le plan horizontal (X_1,X_2).

Ces résultats montrent bien l'impact du procédé de fabrication des composites sur l'arrangement des particules allongées rigides comme ce peut être le cas avec les particules d'écorce de tournesol. La vibro-compaction des éprouvettes induit une force verticale, selon l'axe X_3, qui provoque une orientation préférentielle des particules dans le plan horizontal (X_1,X_2).

2.2.3. Composites

Les analyses tomographiques présentées dans cette partie ont principalement pour but de quantifier les proportions de pâtes liantes, de granulats végétaux et de pores inter-particulaires dans le composite. La faible résolution utilisée ne permet pas d'identifier les microstructures poreuses, ni dans la matrice liante ni dans les granulats du composite, mais des estimations peuvent néanmoins être faites.

Les volumes scannés à partir de l'échantillons cylindrique (5 cm de diamètre et 10 cm de hauteur) des composites CF-ET et CF-MT, sont des cylindres de 3,9 cm de diamètre et de 3,9 cm de hauteur. Celui scanné à partir de l'échantillon cylindrique (11 cm de diamètre et 6 cm de hauteur) de la formulation CF-MTt est un cylindre de 7 cm de diamètre et de 3,9 cm de hauteur.

Les images obtenues dans un plan transversal de chacun des échantillons sont montrées sur la Figure 4.9 ci-dessous.

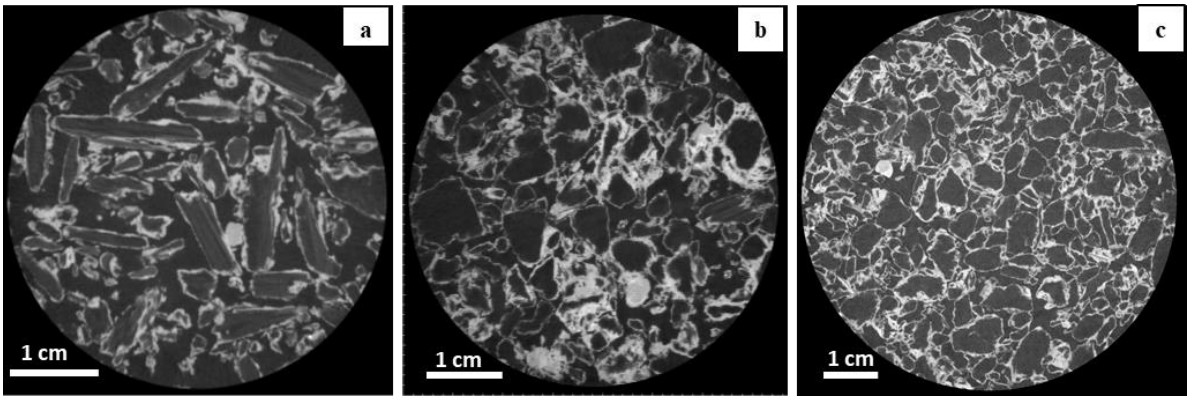

Figure 4.9. Images 2D dans un plan transversal des formulations à base (a) d'écorce de tournesol, (b) de moelle de tournesol et (c) de moelle de tournesol prétraitée.

Ces images montrent bien les formes et les orientations des particules avec les porosités inter-particulaires et les pâtes de liant entre les granulats. L'individualisation des particules de moelle ainsi que la différenciation entre les pores inter- et intra-particulaires n'ont pas pu être menées à bien avec l'image de la formulation CF-MT sur la Figure 4.9b, raison pour laquelle un prétraitement des particules de moelle de tournesol a été effectué avant la fabrication du mélange. L'image de la formulation prétraitée CF-MTt obtenue sur la Figure 4.9c est satisfaisante afin de déterminer les divers paramètres physiques des composites. A titre d'illustration, la Figure 4.10 ci-dessous montre l'image avec les dissociations des différentes phases obtenue pour la formulation CF-MTt.

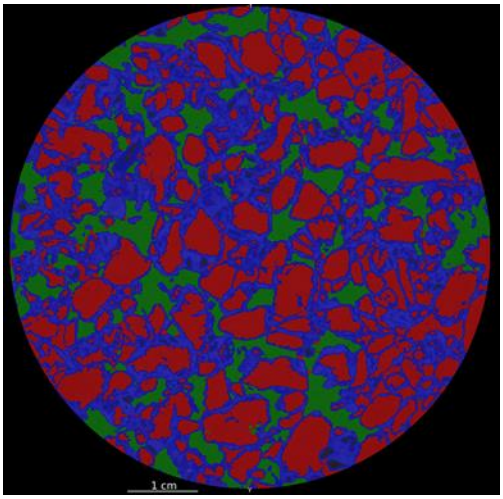

Figure 4.10. Image 2D segmentée de la formulation CF-MTt (bleu : enrobages + pâtes liantes ; vert : pores inter-particulaires; rouge : particules de moelle de tournesol).

Les proportions des pâtes de liant, des particules et des pores inter-particulaires dans les mélanges CF-ET et CF-MTt sont résumées dans le Tableau 4.11 suivant.

Tableau 4.11. Proportion des pâtes de liant, des particules et des pores inter-particulaires dans le béton d'écorce de tournesol (CF-ET) et dans le béton de moelle de tournesol prétraitée (CF-MTt).

	Proportion de pâtes liantes (%)	Proportion de particules (%)	Proportion de pores inter-particulaires (%)
CF-ET	28 ± 4	40 ± 4	32 ± 8
CF-MTt	29 ± 5	46 ± 7	25 ± 7

Ces résultats confirment que les granulats occupent plus de place dans le composite que le liant, justifiant que les comportements thermiques et mécaniques de ces composites sont plutôt influencés par ceux des granulats. La quasi-similarité entre les proportions en liant des deux formulations (28% pour CF-ET et 29% pour CF-MTt) permet de valider notre méthode de formulation et de mise en œuvre des composites, qui permet réellement de garder un même dosage en liant entre les composites. En plus de la forte proportion de pores méso- et macroscopiques détectés par l'analyse tomographique aux rayons X (32% pour CF-ET et 25% pour CF-MT) à cette résolution, les pores microscopiques non détectés dans la matrice liante

et dans les particules de granulats végétaux donnent à ces matériaux une forte propriété isolante. Ces porosités additionnelles peuvent être estimées à partir de résultats de la littérature en ce qui concerne le liant (Lagouin et al., 2019), et à partir des analyses par tomographie de rayons X à haute résolution faites sur les particules pour les granulats. Les diverses porosités à l'intérieur des composites peuvent également être estimées à partir des masses volumiques des composites, des masses (ou dosages) de chacun de leurs constituants et des masses volumiques du solide de chacun de leurs constituants. La comparaison entre ces deux méthodes pour les deux composites est présentée dans le Tableau 4.12 ci-dessous.

Tableau 4.12. Comparaison entre les porosités obtenues par tomographie aux rayons X et par estimation à partir des masses volumiques dans le béton d'écorce de tournesol (CF-ET) et dans celui de moelle de tournesol prétraitée (CF-MTt) ($n_{inter\text{-}particule}$, $n_{intra\text{-}particule}$: porosités inter- et intra-particulaire ; $n_{intra\text{-}liant}$: porosité intra-liant ; et $n_{totale\ composite}$: porosité totale du composite).

	CF-ET		CF-MTt	
	Tomo RX	Estimation	Tomo RX	Estimation
$n_{inter\text{-}particule}$ (%)	32,0 ± 8,0	36,5 ± 3,8	25,0 ± 7,0	6,4 ± 0,8
$n_{intra\text{-}particule}$ (%)	28,8 ± 7,0	28,0 ± 4,4	39,0 ± 5,9	63,1 ± 11,9
$n_{intra\text{-}liant}$ (%)	15,7 ± 2,3	14,7 ± 1,5	16,3 ± 2,8	16,8 ± 1,7
$n_{totale\ composite}$ (%)	76,5 ± 17,3	79,1 ± 4,1	80,3 ± 15,7	86,2 ± 4,5

Pour la formulation CF-ET, tous les pores des granulats et des liants obtenus à partir des deux méthodes sont assez comparables malgré les incertitudes des résultats. De plus, les porosités totales de 76,5% par tomographie et de 79,1% par estimation à partir des masses volumiques sont du même ordre de grandeur que celles de bétons d'écorce de tournesol, de chanvre ou de bois trouvées dans la littérature (Chabannes et al., 2015; Nozahic, 2012; Rahim et al., 2015). Pour le mélange CF-MTt, les écarts des porosités inter- et intra-particulaire sont importants entre les deux méthodes. Ces différences proviennent vraisemblablement de l'hypothèse de non déformation des particules de moelle alors que la microstructure de la moelle compactée a montré des affaissements ponctuels sur certaines zones (cf. § 2.2.1). Ces décalages n'ont pas été observés pour l'écorce de tournesol, étant donné que les structures des particules ne se sont pas déformées pour ce granulat. Les fortes porosités de ces composites permettent de prédire des capacités isolantes prometteuses.

Les résultats des paramètres de caractérisation physique des particules d'ET dans le composite sont donnés sur la Figure 4.11 ci-dessous.

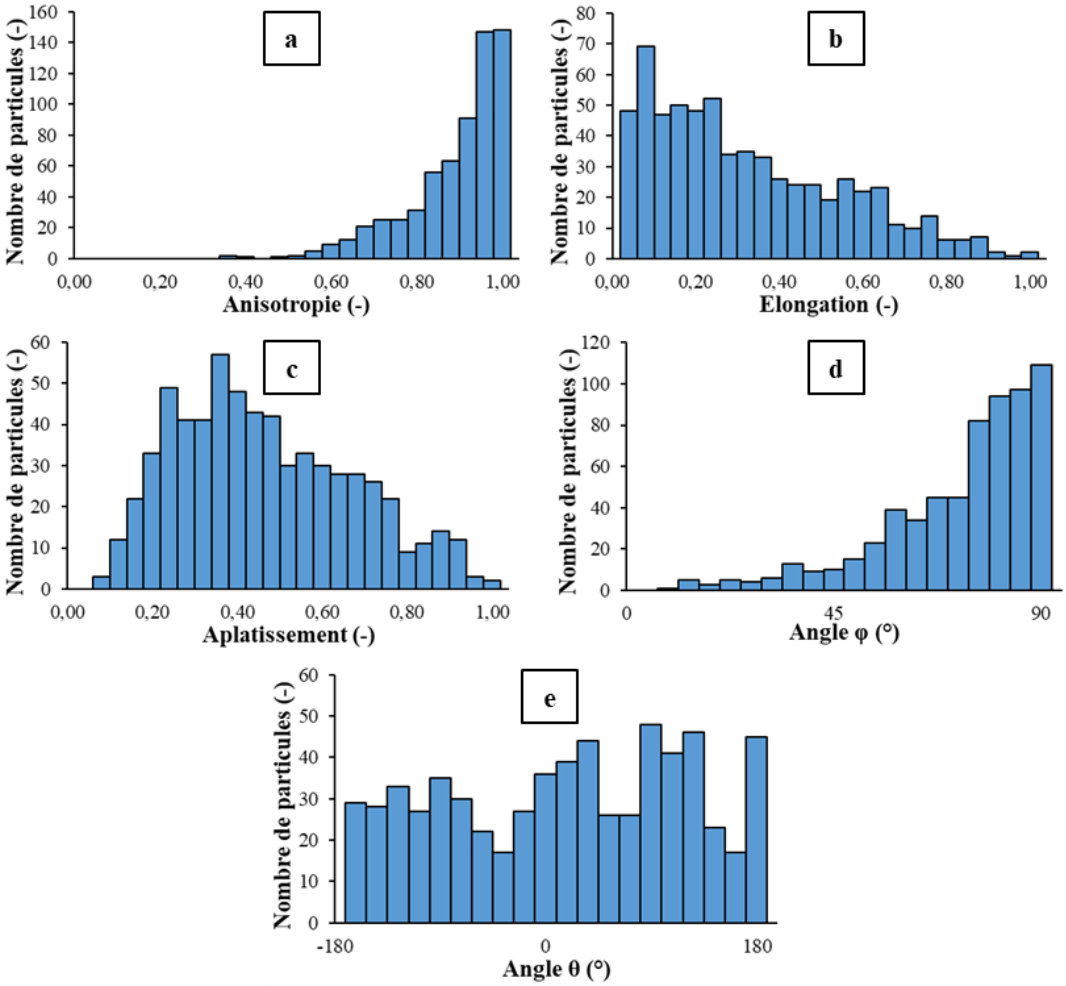

Figure 4.11. Paramètres de forme et d'orientation des particules d'écorce de tournesol dans le composite.

Comme pour les paramètres de forme et d'orientation des particules d'ET compactées humides puis séchées, on observe les mêmes tendances dans le composite. L'anisotropie, l'élongation et l'aplatissement montrent la forme allongée et plus ou moins aplatie des particules d'ET dans le composite. Quant à l'orientation des particules, les angles φ et θ permettent également de conclure à une orientation préférentielle des particules allongées et rigides d'ET dans le plan parallèle au plan horizontal (X_1,X_2), qui est perpendiculaire à la direction verticale de compactage. Les granulats compactés à l'état humide puis séchés constituent donc un modèle satisfaisant de l'orientation des particules dans le composite.

2.3. Conclusion

L'analyse tomographique à haute résolution des particules d'ET et de MT avant compaction a permis d'observer la microstructure alvéolaire des particules de MT qui présentent de gros pores, et la microstructure tubulaire des particules d'ET qui présentent des pores de tailles variées. Ces microstructures pourraient influencer les propriétés d'usage des composites, ce qui sera étudié dans les parties suivantes. L'analyse des particules d'ET et de MT après compaction a montré que le niveau de compactage utilisé n'avait pas déformé la

microstructure des particules d'ET qui sont faites de parois rigides, tandis que des déformations ponctuelles sont observées sur celles de MT. La comparaison des porosités particulaires de la particule d'ET avec celles obtenues par estimation à partir des masses volumiques a permis de confirmer la pertinence de notre méthode simplifiée et, qui plus est, peu onéreuse.

Les analyses à plus faible résolution des éprouvettes compactées à l'état humide puis séchées d'ET et de MTt seules, et par la suite des composites formés avec ces granulats, ont permis de déterminer les porosités, les morphologies et l'impact de la compaction sur l'orientation de ces particules. La compaction réduit considérablement la porosité inter-particulaire des granulats et, pour les granulats allongés d'écorce de tournesol, les granulats sont orientés préférentiellement dans le plan perpendiculaire à la direction de compaction. L'empilement des granulats donne alors aussi une bonne représentation de l'orientation des granulats dans le composite. La méthode estimative proposée à partir de la connaissance des masses volumiques des constituants des composites est une bonne approche pour déterminer les porosités des composites pour des granulats peu déformables. Les propriétés d'usage des composites pourront être influencées par les fortes porosités observées dans ces matériaux.

3. Caractérisation thermique

3.1. Méthode

Les conductivités thermiques des composites ont été mesurées au fil chaud. Cette méthode de mesure a été précédemment décrite dans le paragraphe 2.1 du Chapitre 3.

3.2. Influence de la nature des granulats et des types de liant

La Figure 4.12 montre l'effet de la nature des granulats et des types de liant sur la conductivité thermique sèche des composites.

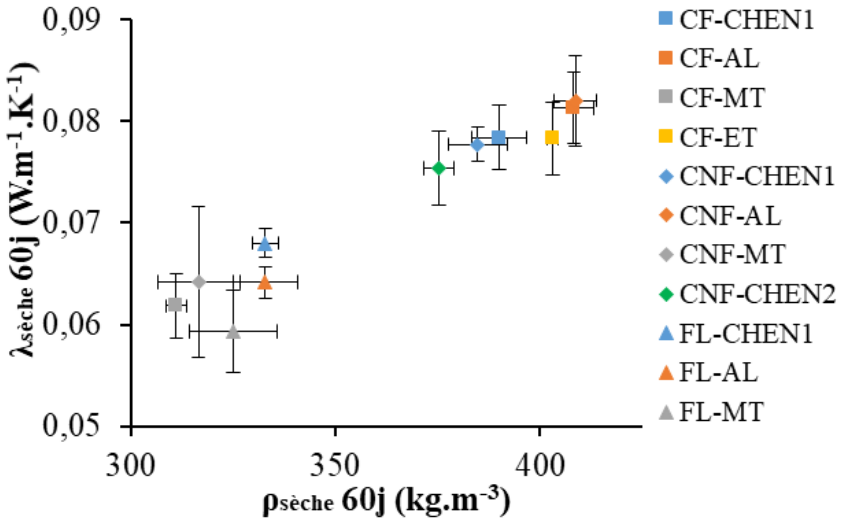

Figure 4.12. Conductivité thermique en fonction de la masse volumique sèche des formulations ayant le même dosage en liant de 258 kg.m^{-3}.

En ce qui concerne la nature des granulats, on remarque que les composites formés avec AL, ET, CHEN1 et CHEN2 ont des conductivités thermiques plus élevées par rapport à MT, s'expliquant par leurs masses volumiques qui sont également plus élevées. À dosage et nature de liant constants, les mélanges les plus intéressants du point de vue de l'isolation thermique sont donc ceux qui incorporent les granulats présentant la plus grande porosité intra-particulaire.

En ce qui concerne les types de liant, pour un même granulat, on remarque qu'il n'existe pas de différence significative entre les conductivités thermiques des composites formés avec CF et CNF, tandis que ceux formés avec FL présentent des masses volumiques et des conductivités thermiques assez faibles. En effet, contrairement aux liants CF et CNF, il n'existe pas de réaction d'hydratation entre les FL et l'eau. Pour le liant FL, l'eau ne sert qu'à le « fluidifier » lors de la fabrication du composite mais celle-ci s'évapore totalement après séchage. De ce fait, les composites formés avec FL ont des densités sèches faibles, ce qui explique leurs plus faibles conductivités thermiques par rapport aux composites formés avec CF et LH.

3.3. Influence des paramètres de fabrication et de formulation

Cette partie développera successivement l'influence du prétraitement des granulats, celle du dosage en liant, et enfin celle du type de vibrocompactage sur les performances thermiques des composites.

3.3.1. Influence du prétraitement des granulats

La Figure 4.13 ci-dessous montre l'effet du prétraitement des granulats sur la conductivité thermique des composites.

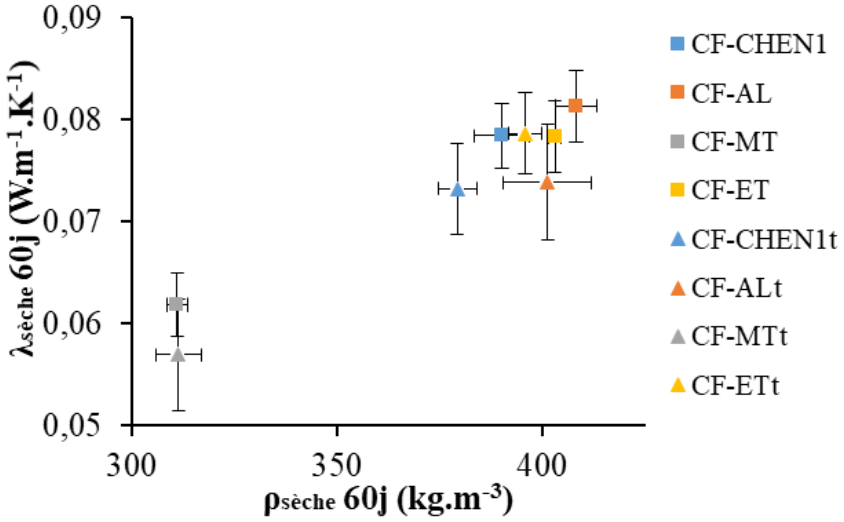

Figure 4.13. Comparaison des conductivités thermiques des formulations avec et sans prétraitement des granulats.

La Figure 4.13 montre qu'aucune différence significative n'existe entre les conductivités thermiques des composites avec et sans prétraitement des granulats. Les légères différences

sont liées aux légers décalages entre les masses volumiques ; elles sont d'ailleurs toujours incluses dans les incertitudes de mesures.

3.3.2. Influence du dosage en liant

L'influence du dosage en liant sur la conductivité thermique du composite est présentée sur la Figure 4.14 ci-dessous.

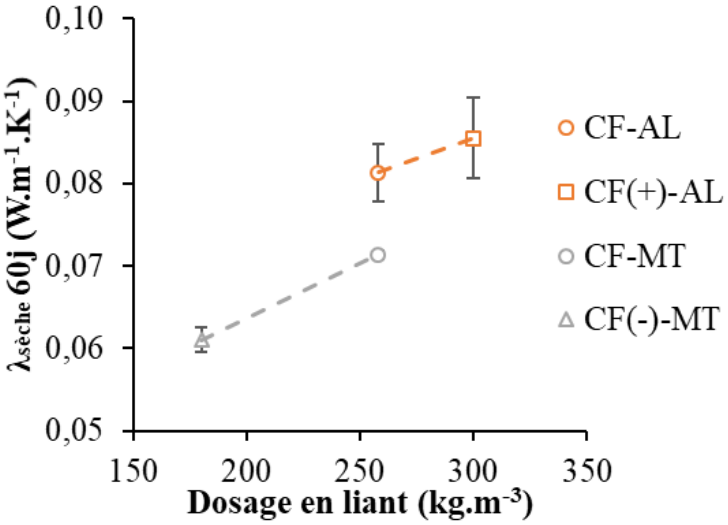

Figure 4.14. Comparaison des conductivités thermiques des formulations en fonction de leurs dosages en liant.

D'une manière générale, l'augmentation du dosage en liant augmente la densité du composite, ce qui fait augmenter également sa conductivité thermique. Pour les mélanges avec de la chaux formulée (CF), par rapport à la formulation CF-AL ayant un dosage en liant de 258 kg.m^{-3}, une augmentation de 5% de la conductivité thermique est observée pour la formulation CF(+)-AL présentant un dosage en liant de 300 kg.m^{-3}. Entre les formulations CF-MT dosée à 258 kg.m^{-3} de liant et CF(-)-MT dosée à 180 kg.m^{-3} de liant, une diminution de 14% de la conductivité thermique est observée.

3.3.3. Influence du type de vibrocompactage

La différence entre les résultats des composites vibrocompactés en laboratoire et en industrie est présentée sur la Figure 4.15 ci-dessous.

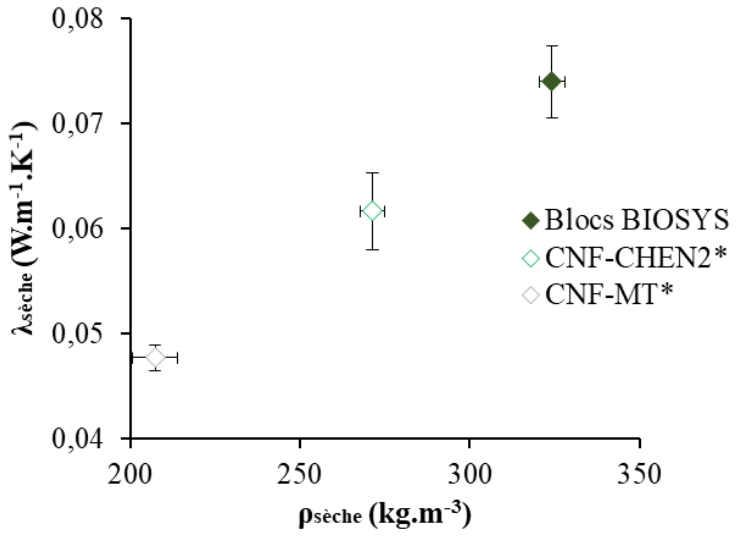

Figure 4.15. Comparaison entre les conductivités thermiques des blocs de mêmes paramètres de formulation fabriqués en laboratoire et en industrie.

La conductivité thermique des blocs BIOSYS est 1,2 fois supérieure à celle des composites CNF-CHEN2* et 1,5 fois supérieure à celle des composites CNF-MT*. En effet, la contrainte du vibocompactage utilisée en industrie est largement supérieure à celle faite manuellement en laboratoire, ce qui génère des blocs préfabriqués plus denses (324 kg.m^{-3}) que pour les formulations CNF-CHEN2 (271 kg.m^{-3}) et CNF-MT* (207 kg.m^{-3}). C'est cette différence de masse volumique qui est à l'origine de la différence observée pour les conductivités thermiques. La formulation CNF-MT* a une conductivité thermique très intéressante, et ce en raison de la structure très poreuse des particules de moelle tel que montré dans le paragraphe 2.2.1.

3.4. Evolution des performances thermiques des composites dans le temps

L'évolution des conductivités thermiques des formulations CF-CHEN1, CF-AL, CF-MT et CF-ET à 60j et 120j est présentée sur la Figure 4.16 ci-dessous.

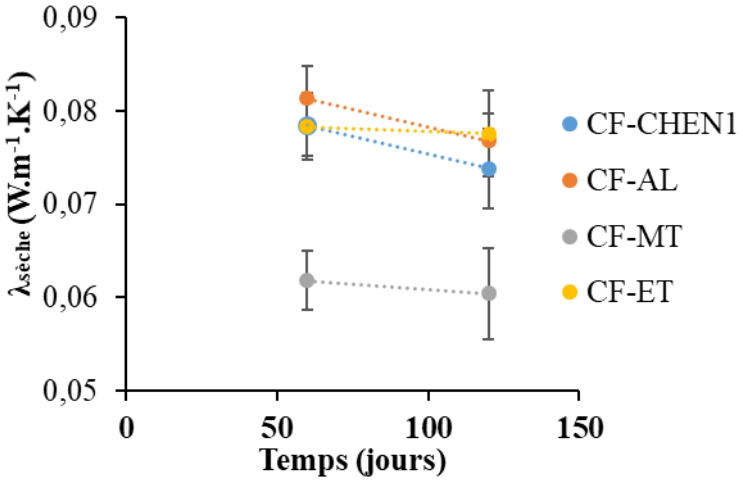

Figure 4.16. Comparaison des conductivités thermiques des formulations à 60 j et 120 j.

D'une manière générale, de 60 j à 120 j, aucune variation significative de la conductivité thermique des composites n'est observée. En effet, entre ces périodes, les composites ont presque atteint la stabilisation de masse et leur structure poreuse ne varie plus considérablement, d'où une stabilisation de leur conductivité thermique. Ces résultats sont en accord avec ceux de Delannoy et al. (2020) qui ont montré que pour un vieillissement normal des bétons de chanvre, les conductivités thermiques ne présentent pas de différence significative entre 3 mois et 24 mois. Les écart-types élevés peuvent être dus à l'augmentation de la teneur en eau au cours des répétitions des essais par l'humidité de l'ambiance. La conductivité thermique est en effet très sensible aux variations de teneur en eau d'un matériau.

3.5. Conclusion

La Figure 4.17 ci-dessous résume l'évolution de la conductivité thermique de toutes les formulations fabriquées en laboratoire avec leur masse volumique sèche à 60 j, et celle des blocs BIOSYS à une échéance plus tardive supérieure à 365 j.

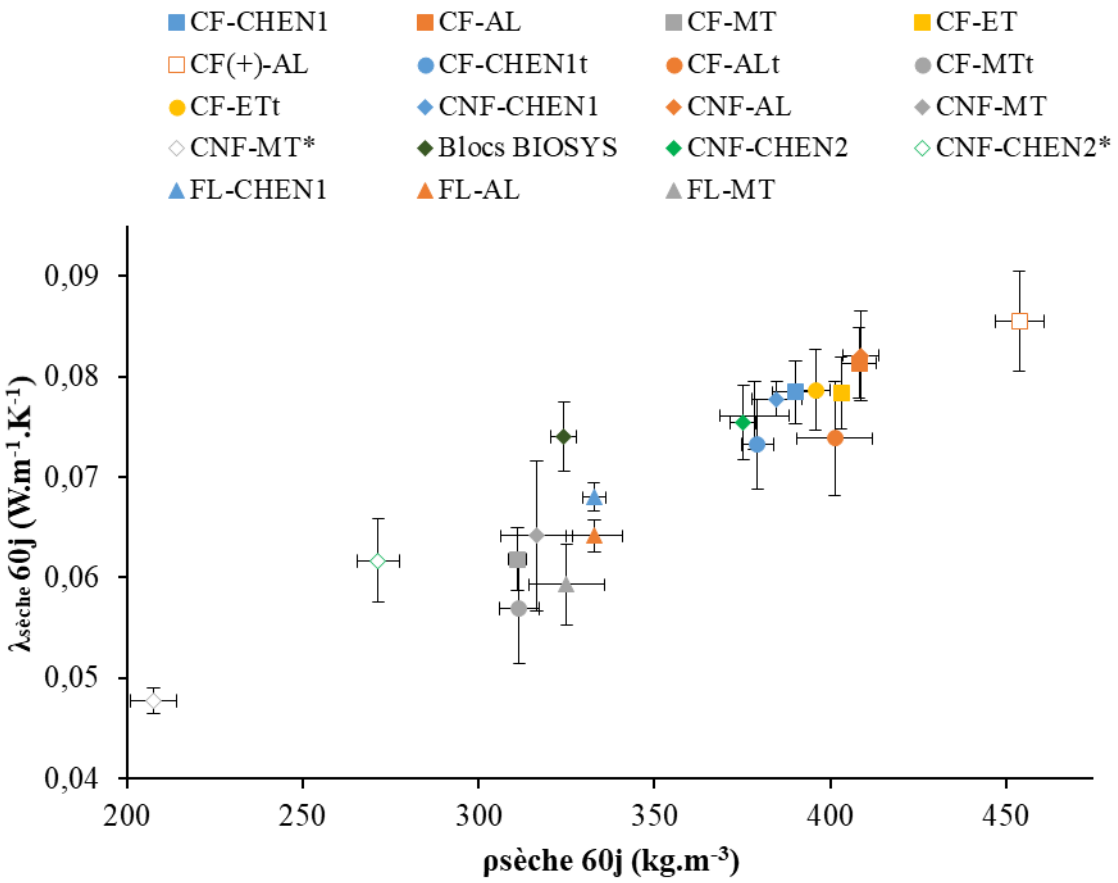

Figure 4.17. Conductivité thermique sèche des composites en fonction de leur masse volumique sèche à 60 j (échéance supérieure à 365 j pour les blocs BIOSYS).

A 60 j, les mélanges étudiés dans ce chapitre présentent des masses volumiques comprises entre 207 et 454 kg.m^{-3} et des conductivités thermiques comprises entre 0,048 et 0,086 W.m^{-1}.K^{-1}. Globalement, aucune différence significative n'est observée entre les conductivités thermiques des composites formés avec les liants réactifs CF et CNF. À

l'inverse, celles des composites formés avec le liant non réactif FL sont généralement plus basses à cause de leur faible masse volumique sèche.

La conductivité thermique des composites formés avec des granulats plus denses comme CHEN1, CHEN2, AL et ET est plus élevée que celle des composites formés avec MT qui est très faible. À dosage et nature de liant identiques, les composites sont donc d'autant plus isolants que la masse volumique particulaire des granulats est faible.

La Figure 4.17 montre également que la masse volumique sèche des composites est un bon indicateur de leurs performances thermiques, et ce quels que soient le liant ou le granulat utilisé, avec une tendance linéairement croissante.

Tant que les masses volumiques des composites ne présentent pas de différence significative, le prétraitement des granulats n'a pas d'influence sur leurs conductivités thermiques. Par contre, la réduction du dosage en liant a un impact positif marqué sur la performance thermique du composite, et ce quelle que soit la nature du granulat.

Enfin, le dernier paragraphe de cette partie a montré que la conductivité thermique des composites ne présentait pas de variation significative entre 60 j et 120 j, ce qui est en accord avec les résultats de Delannoy et al. (2020).

4. Caractérisation mécanique

4.1. Méthode

Pour évaluer les performances mécaniques des composites, ils sont soumis à une compression cyclique dont la méthode a été précédemment décrite dans le paragraphe 3.1.1 du Chapitre 3.

4.2. Influence de la nature des granulats et du type de liant

La Figure 4.18 présente les courbes contrainte-déformation et les modules flottants des composites dosés à 258 kg.m^{-3} de liant, dans les directions parallèle et perpendiculaire au compactage.

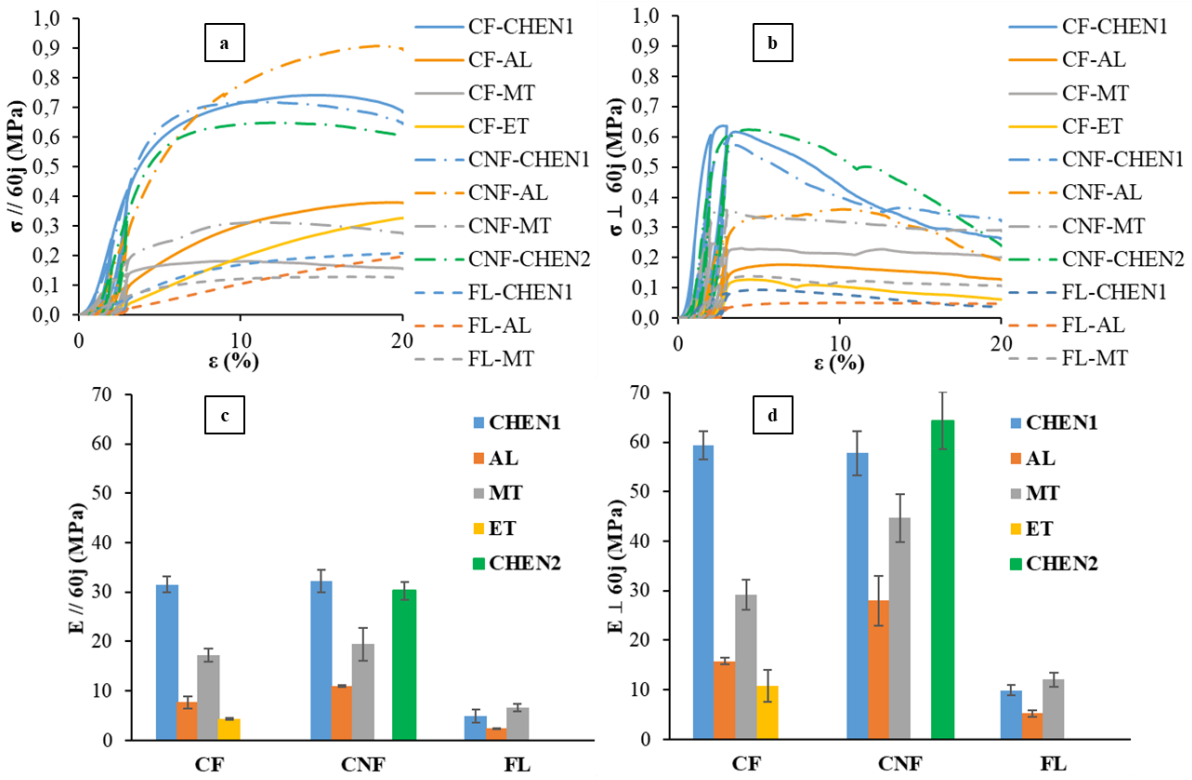

Figure 4.18. Courbes contrainte-déformation dans les directions (a) parallèle et (b) perpendiculaire au compactage, et module flottant dans les directions (c) parallèle et (d) perpendiculaire au compactage des formulations ayant un dosage en liant de 258 kg.m^{-3}.

Pour les formulations avec CF et CNF testées à 60 jours, les allures des courbes contrainte-déformation dans les directions parallèle et perpendiculaire au compactage sont identiques à celles des formulations avec CF testés à 120 j (cf. Figure 3.12, Chapitre 3). Pour les formulations avec FL dans la direction parallèle au compactage (Figure 4.18a), les courbes contrainte-déformation sont proches des comportements des empilements des granulats compactés seuls. En effet, le liant FL est peu rigide, générant une faible cohésion entre les granulats. Les contraintes de compression sont donc très vite reprises par les granulats, après une faible résistance des liants. Ces comportements sont identiques à ceux obtenus par Honoré (2020) sur des bétons de type terre/roseau ou terre/chanvre, de masses volumiques similaires à nos formulations faites avec le liant FL.

À dosage en liant constant, aucune différence significative n'est observée entre les composites formés avec CF et CNF. Les interactions chimiques entre les granulats et les liants ainsi que les comportements mécaniques des liants et des granulats dans ces composites sont alors comparables. À l'inverse, les formulations à base de FL entraînent une chute considérable du module flottant des composites, allant de 62% entre CF-MT et FL-MT jusqu'à 84% entre CF-CHEN1 et FL-CHEN1. Comme montré également sur les courbes contrainte-déformation (Figure 4.18), cette faible rigidité pour les mélanges avec FL est liée à la faible rigidité de la matrice liante elle-même et également à sa faible cohésion avec les granulats, ce qui réduit très rapidement le comportement mécanique des composites à celui d'un empilement de granulats seuls. À titre d'illustration, pour une étude sur le roseau en tant que granulat alternatif à la chènevotte de chanvre, Honoré (2020) avait obtenu un module

d'élasticité du béton terre/roseau de 5,90 MPa, pour une masse volumique du composite de 301 kg.m^{-3}, ce qui est du même ordre de grandeur que nos résultats pour les granulats mélangés avec le liant de type terre (liant FL).

En ce qui concerne la nature des granulats, les deux chènevottes (CHEN1 et CHEN2) présentes dans les mélanges avec du CNF permettent d'atteindre des modules flottants équivalents, malgré l'écart entre les teneurs en hydrosolubles (respectivement, 12,6% et 20,6%) et entre les modules élastiques des empilements de granulats (respectivement, 59,4 kPa et 86,0 kPa), ce qui pourrait suggérer que les effets de ces deux paramètres se compensent entre eux. La substitution de la chènevotte par de l'AL et de l'ET entraîne une chute considérable du module flottant. À titre d'illustration, pour AL mélangé avec CF et CNF, cette chute de module flottant est respectivement de 76% et 66%. Néanmoins, elle est réduite à 52% avec le liant FL. En effet, en l'absence d'interaction chimique entre le granulat et le liant, la réduction de performance entre la formulation à base de CHEN et celles à base d'AL ou d'ET est réduite. L'effet délétère des hydrosolubles ne contribue plus à l'amoindrissement des performances mécaniques.

Avec de la MT, cette chute est beaucoup moins importante avec les liants CF et CNF : de 45% et 40%, respectivement. Avec le liant non réactif FL, le module flottant de FL-MT est même supérieure de 33% par rapport à celle de FL-CHEN1, probablement en raison de l'apport des pectines en provenance des particules de moelle qui pourraient jouer un rôle de liant naturel entre les granulats, en l'absence d'interactions chimiques avec le liant.

La comparaison des Figure 4.18a et b montre encore une fois le caractère anisotrope des composites. Le rapport entre E ⊥ et E // des formulations ayant le même dosage en liant de 258 kg.m^{-3} est compris entre 1,7 et 2,5.

4.3. Influence des paramètres de fabrication et de formulation

4.3.1. Influence du prétraitement des granulats

La Figure 4.19 ci-dessous présente l'impact du prétraitement des granulats sur le module flottant des composites.

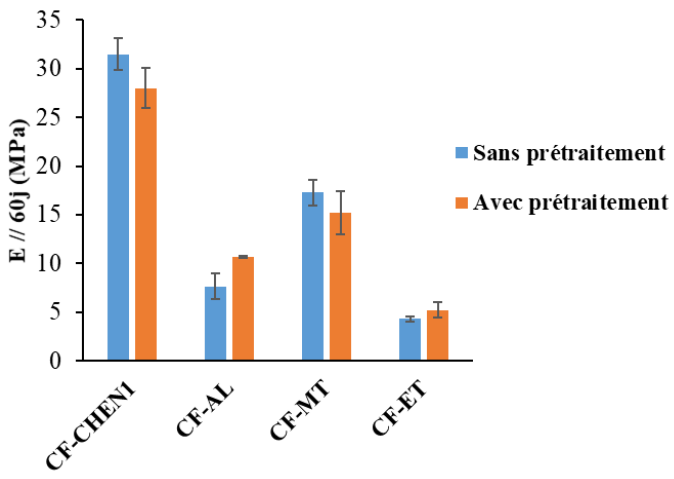

Figure 4.19. Comparaison des modules flottants des formulations avec et sans prétraitement des granulats.

Les résultats ne montrent pas de tendance claire concernant l'influence des prétraitements des granulats sur les performances mécaniques des composites. Néanmoins, on peut signaler ici que le prétraitement a eu un effet positif sur les deux granulats AL et ET présentant les plus fortes teneurs en hydrosolubles. Le prémouillage et l'enrobage des granulats pourraient limiter les quantités d'hydrosolubles dissoutes au moment de la fabrication, ce qui atténue l'effet de leur interaction néfaste avec le liant réactif. Une étude plus poussée serait tout de même nécessaire afin d'optimiser les paramètres de prétraitement en fonction des propriétés physiques des granulats utilisés.

4.3.2. Influence du dosage en liant

L'influence du dosage en liant sur le module flottant du composite est présentée sur la Figure 4.20 ci-dessous.

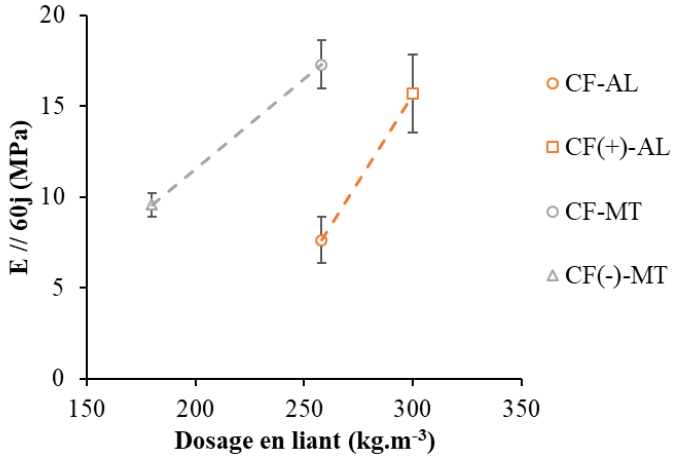

Figure 4.20. Comparaison des modules flottants des formulations en fonction de leurs dosages en liant.

La Figure 4.20 montre que le dosage en liant impacte significativement la performance mécanique du composite. Pour les mélanges à base d'AL et CF, le module augmente d'environ

2 fois pour un dosage en liant passant de 258 à 300 kg/m^3. Pour les mélanges à base de MT et CF testés à 60 j, une augmentation de 1,8 fois est observée entre deux dosages en liant de 180 à 258 kg.m^{-3}. Néanmoins, l'augmentation des performances mécaniques avec l'augmentation du dosage en liant s'explique surtout par l'augmentation de la masse volumique du composite, ce qui n'est pas bénéfique pour ses propriétés thermiques. Un dosage en liant optimal permettant d'accéder à un bon compromis entre ces deux paramètres sera alors nécessaire pour la suite.

4.3.3. Influence du type de vibrocompactage

La différence de performances mécaniques entre les composites vibrocompactés en laboratoire et à l'échelle industrielle est présentée sur la Figure 4.21 ci-dessous.

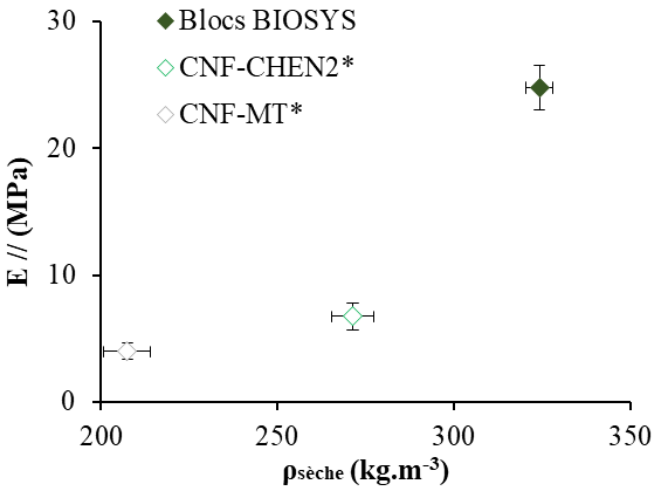

Figure 4.21. Comparaison entre les modules flottants des blocs de mêmes paramètres de formulation fabriqués en laboratoire et en industrie.

L'effet du vibrocompactage à l'échelle industrielle est également visible sur les performances mécaniques des composites. Le rapport entre le module des blocs BIOSYS fabriqués en industrie et celui de CNF-CHEN2* fabriqué en laboratoire est de 3,7. En effet, les blocs BIOSYS ayant subi un effort de vibrocompaction plus important, ils sont plus denses et compacts, d'où leurs performances mécaniques plus élevées. Pour la formulation CNF-MT*, le module flottant est comparable à celui du CNF-CHEN2*. Une fabrication à forte contrainte de compression en industrie pourrait donc être intéressante pour cette formulation.

Outre l'augmentation du dosage en liant, nos résultats ont montré qu'une augmentation de l'effort de vibrocompactage était aussi un moyen pour améliorer les performances mécaniques des composites. Ces conclusions sont en parfait accord avec les travaux de Nguyen (2010) qui avait étudié les propriétés mécaniques de bétons de chanvre à compactage élevé.

4.4. Evolution des performances mécaniques des composites dans le temps

La Figure 4.22 résume l'évolution dans le temps du module flottant et de la masse volumique sèche des composites avec le liant CF et avec un dosage en liant de 258 kg.m^{-3}.

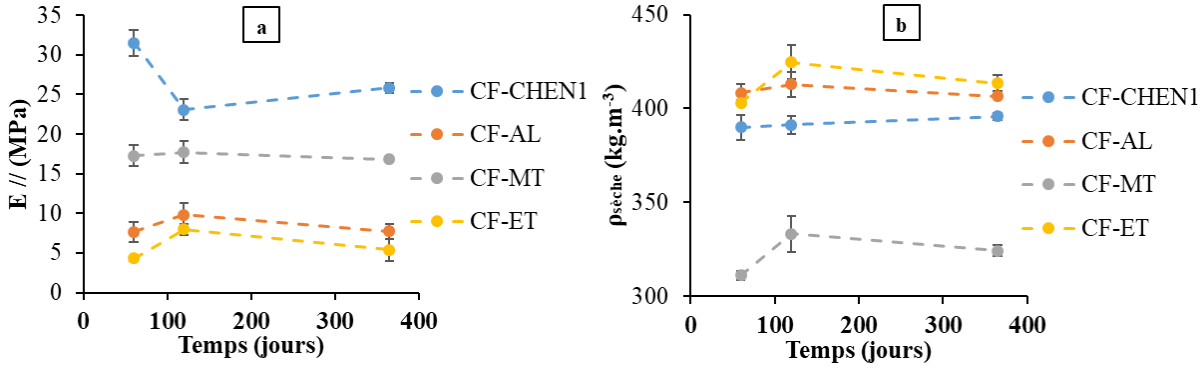

Figure 4.22. Comparaison des modules flottants et des masses volumiques sèches des formulations à échéances différentes (60 j, 120 j et 365 j).

À l'exception de la formulation CF-CHEN1, la Figure 4.22a montre une augmentation de la performance mécanique des composites entre 60 j et 120 j puis une légère diminution à 365 j. Ces résultats sont en accord avec les masses volumiques des composites, avec une augmentation de la masse volumique entre 60 j et 120 j puis une légère diminution de celle-ci à 365 j. Ces résultats peuvent être expliqués par la carbonatation et l'hydratation progressive de la chaux formulée du composite entre 60 j et 120 j, suivie d'une légère dégradation jusqu'à 365 j. Entre 60 j et 120 j, la matrice liante se densifie et se solidifie progressivement par carbonatation et par hydratation en formant continuellement des hydrates, d'où l'augmentation de la masse volumique et du module flottant. Une fois la carbonatation et l'hydratation totales du liant atteintes, la masse des composites se stabilise. Ils peuvent néanmoins par la suite se dégrader notamment par vieillissement environnemental sous l'effet des variations des conditions de température et d'humidité relative de la zone de stockage, d'où la diminution de leur masse volumique et de leur module pour l'échéance de temps la plus élevée (365 j). Pour la formulation CF-CHEN1, une perte de résistance est observée à 120 j. Nous n'avons pas d'explication claire sur ce phénomène mais il pourrait être lié à un endommagement des éprouvettes au cours de leur transport entre le laboratoire de stockage et l'atelier d'exécution des essais.

4.5. Conclusion

La Figure 4.23 ci-dessous synthétise les résultats des modules flottants de toutes les formulations fabriquées en laboratoire en fonction de leur masse volumique sèche à 60 j, et des blocs BIOSYS à une échéance plus tardive supérieure à 365 j.

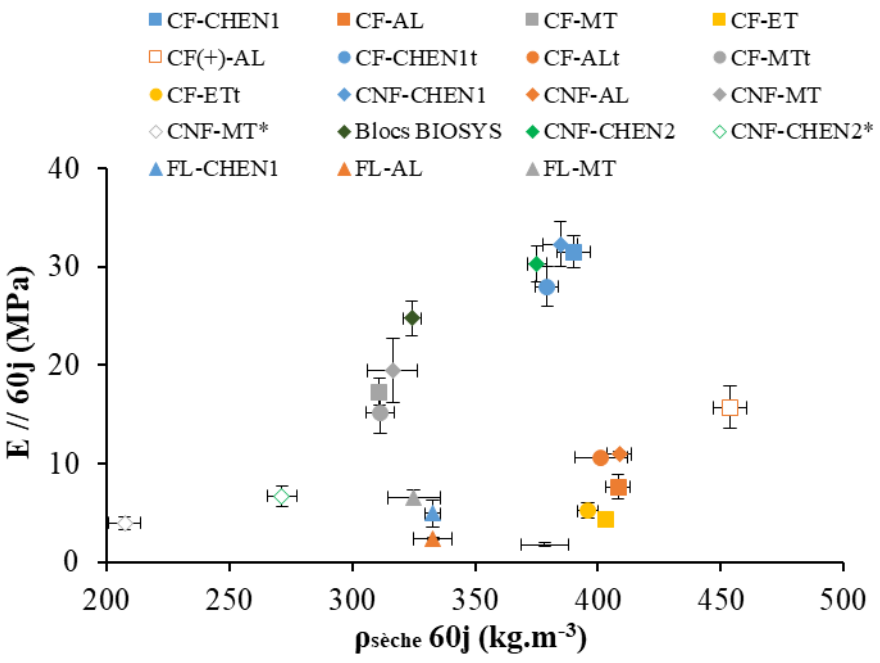

Figure 4.23. Module flottant des composites sollicités dans la direction parallèle à la direction de compaction en fonction de leur masse volumique sèche à 60 j (échéance supérieure à 365 j pour les blocs BIOSYS).

La Figure 4.23 révèle que la masse volumique, qui dépend du dosage en liant, reste un très bon indicateur de la performance mécanique des composites, et ce pour les deux liants réactifs testés (CF et CNF). Néanmoins, pour les composites formés avec AL et ET, avec des masses volumiques comparables à celles des composites avec des chènevottes, les performances mécaniques sont réduites de 3 à 4 fois, probablement à cause de leurs quantités d'hydrosolubles plus élevées et de la nature de ces composants et de compacités moins importantes qui ne permettent pas d'assurer pas la continuité de la matrice liante dans les trois dimensions et affaiblissent l'adhérence pâte/granulats.

D'une manière générale, les composites formés avec les liants non réactifs FL ont des performances mécaniques limitées, et ce quelle que soit la nature du granulat. Ce phénomène est lié à la faible rigidité ainsi qu'à la faible capacité cohésive de cette matrice liante. De ce fait, la rigidité du composite est plus proche de celle de l'empilement de granulats compactés seuls.

Les prétraitements ont donné des résultats satisfaisants sur les deux granulats AL et ET pour lesquels les quantités d'hydrosolubles sont les plus élevées. En effet, le prémouillage et l'enrobage permettent de réduire la part des hydrosolubles libérés dans le liant. Une optimisation de cette méthode sera tout de même nécessaire pour tout granulat.

Cette partie nous a aussi montré que l'augmentation du dosage en liant augmente de manière nette les performances mécaniques du composite, quelles que soient la nature du granulat et celle du liant. Néanmoins, un dosage en liant optimal est nécessaire pour avoir un bon compromis entre performances mécaniques et performances thermiques. Pour améliorer la performance mécanique du composite, l'exemple des blocs BIOSYS a montré qu'un effort de vibrocompaction plus important, comme pratiqué en industrie, pouvait être une solution.

Enfin, le dernier paragraphe de cette partie a montré que le module flottant du composite augmentait progressivement entre 60 j et 120 j à cause de la formation des hydrates par carbonatation et hydratation du liant, ce qui se traduit par une augmentation de sa masse volumique. La légère diminution observée à une échéance de 365j, pourrait s'expliquer par vieillissement environnemental, lié aux variations d'humidité relative ambiante, ou par l'endommagement des éprouvettes au cours de leur transport. Des essais complémentaires devront être menés pour confirmer cette hypothèse.

5. Caractérisations hydriques

5.1. Isotherme de sorption de vapeur

5.1.1. Méthode

La courbe hygroscopique d'isotherme de sorption de vapeur décrit l'équilibre entre la teneur en eau du matériau et l'humidité relative de l'air environnant à température constante. Que ce soit pour les granulats végétaux seuls, les pâtes de liant seules ou les composites, deux échantillons ont été à chaque fois testés par sorption dynamique de vapeur (Dynamic Vapour Sorption ou DVS). La masse des échantillons testés varie de 0,020 g pour les granulats jusqu'à 1,400 g pour les liants. La DVS est une technique gravimétrique qui mesure la quantité d'eau adsorbée par un échantillon à l'équilibre. Les échantillons sont séchés au DVS pendant 3 h à 60°C et l'essai de l'isotherme de sorption proprement dit se fait à 23°C en suivant le séchage. La quantité d'eau adsorbée est mesurée en continu pour différents paliers successifs d'humidité relative croissante : 0, 20, 40, 60, 80 et 95% HR. La teneur en eau (w) est calculée à partir de la masse mesurée (m) et de la masse sèche initiale (m_0) de l'échantillon selon l'équation suivante :

Equation 4.4

$$w = \frac{m - m_0}{m_0}.100$$

L'équilibre hydrique des échantillons à chaque étape est considéré comme atteint lorsque la variation de masse (en pourcentage) sur une période de temps (dm/dt) est inférieure à 5.10^{-5}%.min^{-1}, sur une période de 10 min ou dans un intervalle de temps maximum de 720 min pour les trois premières étapes, 1440 min pour 60 et 80% HR et 2160 min pour la dernière étape.

5.1.2. Influence de la nature des granulats

La Figure 4.24 ci-dessous compare les courbes d'adsorption de vapeur d'eau entre les 4 granulats en teneur massique et en masse d'eau adsorbée par m^3 du composite.

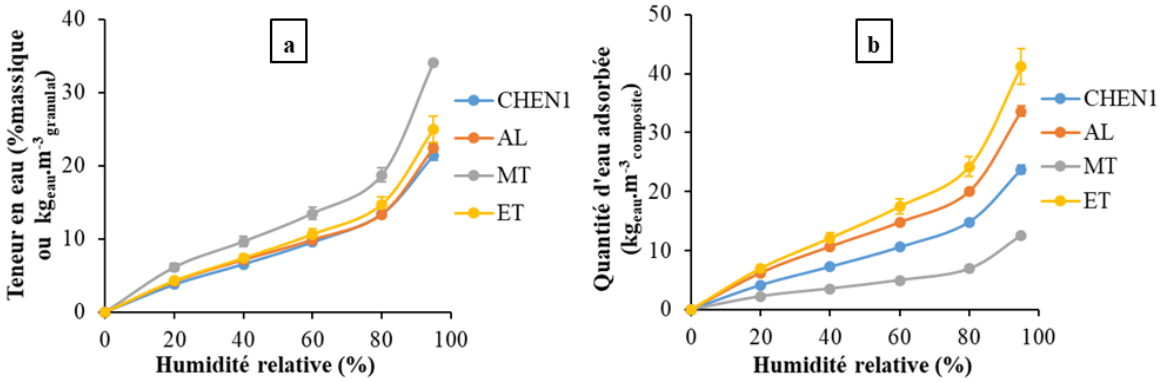

Figure 4.24. Courbes de sorption de vapeur d'eau des granulats (a) en teneur massique et (b) en quantité d'eau adsorbée par 1 m^3 de composite.

L'allure des courbes de sorption obtenues est typique des matériaux lignocellulosiques et correspond aux classes II ou III selon la classification de l'IUPAC (Sing, 1985). La Figure 4.24a montre la forte capacité hygroscopique de la MT par rapport aux trois autres granulats pour lesquels les courbes sont quasiment identiques. Cette capacité est reliée à la forte porosité particulaire de la MT (96,4%) par rapport aux autres granulats (CHEN1 : 83,5% ; AL : 71,2% ; ET :71,9%). Néanmoins, la faible masse volumique de la MT (20 $kg.m^{-3}$) fait que sa masse dans le composite est également très faible par rapport aux autres granulats. De ce fait, comme montré sur la Figure 4.24b, la masse d'eau adsorbée par la MT dans le composite est la plus faible. L'ET, qui constitue le granulat le plus dense (135 $kg.m^{-3}$) adsorbe le plus dans un même volume du composite, suivi des AL (115 $kg.m^{-3}$) et de la CHEN1 (100 $kg.m^{-3}$).

Ces capacités de sorption des granulats vont logiquement influencer celles des composites. La Figure 4.25 ci-dessous montre la différence entre les courbes d'adsorption de vapeur d'eau des mélanges formés avec les quatre granulats CHEN1, AL, MT et ET et de la chaux formulée (CF).

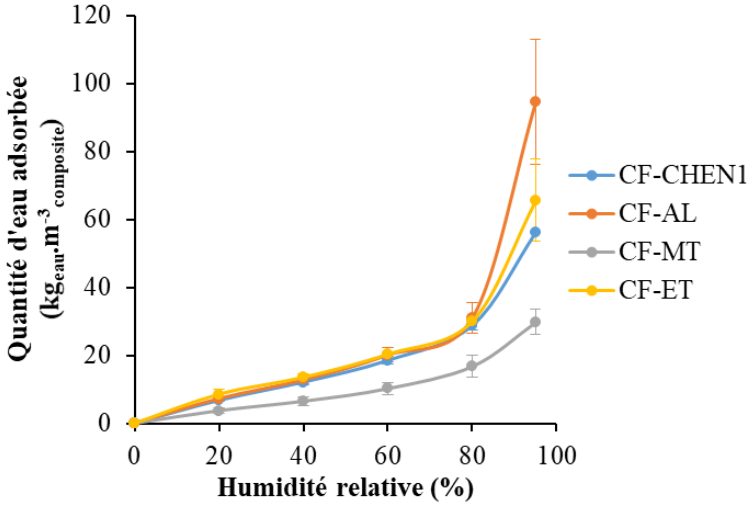

Figure 4.25. Comparaison des courbes de sorption de vapeur d'eau des formulations avec différents granulats contenant tous de la chaux formulée (CF) en guise de liant.

L'allure des courbes de sorption est typique des bétons végétaux et correspond aux classes II ou III selon la classification de l'IUPAC (Sing, 1985), comme pour les granulats. Mis à part le mélange CF-MT, les autres mélanges à base de CHEN1, AL et ET ont une capacité de sorption élevée, supérieure à celles des matériaux de construction conventionnels, et ce pour toutes les humidités relatives (Amziane and Collet, 2017).

La comparaison des courbes de sorption de la Figure 4.25 montre que la capacité d'adsorption d'eau de CF-MT est la plus faible, ce qui est en accord avec la faible capacité d'adsorption d'eau de la MT dans le composite, s'expliquant par sa faible densité comme évoqué précédemment. Les courbes des formulations CF-CHEN1, CF-AL et CF-ET sont pratiquement superposées entre 0 et 80% HR mais elles se séparent entre 80 et 95% HR, une zone où les incertitudes des résultats sont les plus marquées comme déjà souligné par Collet et al. (2008). La superposition des courbes pour ces trois granulats entre 0 et 80% HR peut être reliée à la similarité de leur structure poreuse tubulaire. Les variations des résultats entre 80 et 95% HR pourraient être dues à la différence des quantités des pores capillaires dans ces granulats qui sont responsables de la forte adsorption d'eau dans cette zone d'humidité relative.

5.1.3. Influence du type de liant

La Figure 4.26 ci-dessous compare les isothermes de sorption des pâtes de CF et FL dans 1 m^3 de composite.

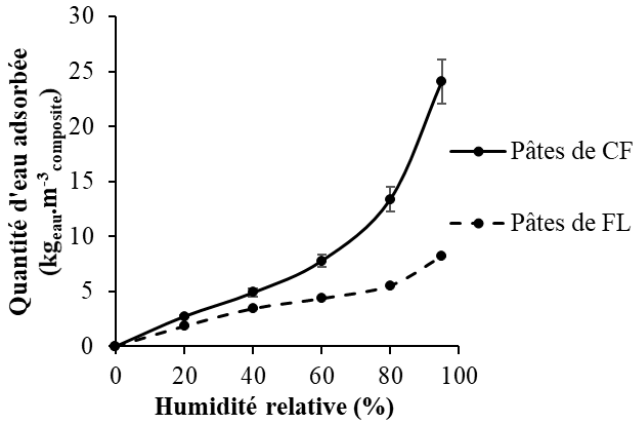

Figure 4.26. Comparaison des isothermes de sorption de vapeur d'eau des pâtes de CF et de LF.

La Figure 4.26 montre une capacité de sorption proches des deux pâtes à basse hygrométrie (de 0 à 20% HR). À hygrométrie intermédiaire de 60% HR, la capacité d'adsorption de vapeur d'eau de la pâte de FL est réduite de 43% par rapport à celle de la pâte de CF, cette réduction devenant ensuite plus importante et allant jusqu'à 65% sur la zone de condensation capillaire. Ce grand écart à plus forte hygrométrie pourrait être lié à l'existence de pores de plus petite dimension dans la pâte de CF, lui permettant d'adsorber plus de vapeur d'eau dans ces réseaux capillaires contrairement à la pâte de FL.

L'impact du type de liant sur la capacité de sorption des composites est mis en évidence sur la Figure 4.27 ci-dessous, qui compare les isothermes de sorption des mélanges formés avec les granulats CHEN1 et MT, tous les deux mélangés aux liants CF et FL.

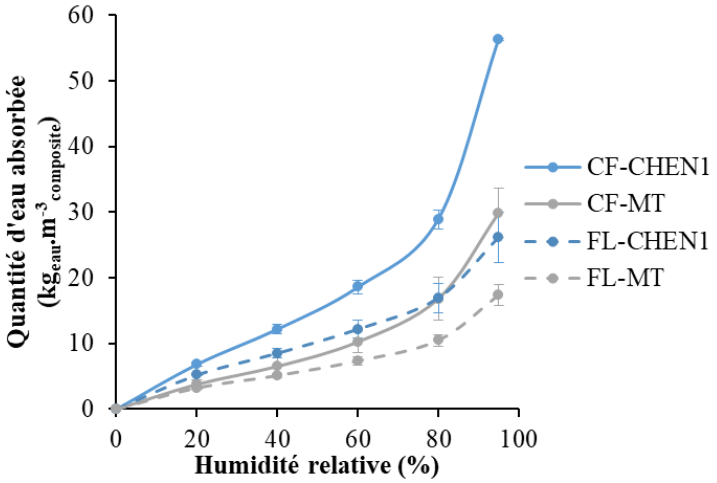

Figure 4.27. Comparaison des isothermes de sorption de vapeur d'eau des bétons de chanvre et de moelle de tournesol avec deux liants différents (CF : chaux formulée ; FL : fines de lavage).

Ces résultats montrent que le type de liant impacte significativement la capacité de sorption des composites avec une similarité avec les pâtes de liant. Les mélanges formés avec de la CF ont une meilleure capacité de sorption que ceux avec des FL. À faible hygrométrie comprise entre 0 et 20% HR, la différence n'est pas significative. Pour une hygrométrie intermédiaire de 60% HR, la capacité d'adsorption de FL-CHEN1 est réduite de 34% par rapport à CF-CHEN1, et celle de FL-MT est réduite de 28% par rapport à CF-MT. À forte hygrométrie de 95% HR, la différence devient plus importante avec une capacité d'adsorption de vapeur d'eau de FL-CHEN1 réduite de 54% par rapport à CF-CHEN1, et celle de FL-MT réduite de 42% par rapport à CF-MT.

5.1.4. Conclusion

La capacité d'adsorption de vapeur d'eau des composites est influencée par la nature des granulats mais aussi par le type de liant. Les formulations à base d'AL, ET et CHEN1 ont des meilleures capacités de sorption que celles à base de MT, et ce en raison de la morphologie et de l'inter-connectivité poreuse offerte par ces granulats aux composites. La capacité d'adsorption d'eau des mélanges à base de CF est supérieure à celle des mélanges à base de FL grâce aux pores capillaires se trouvant dans les pâtes de CF mais absents les pâtes de FL. L'isotherme de sorption de vapeur, donne une indication concernant la capacité de stockage de vapeur d'eau à l'équilibre. Néanmoins, en phase d'utilisation des bâtiments, les matériaux sont soumis à des variations d'humidité relative et c'est leur comportement dynamique qui guidera leur contribution à l'amélioration du confort hygroscopique des occupants. La capacité tampon hygrique (MBV) constitue un indicateur de cette propriété.

5.2. Capacité tampon hygrique (MBV)

5.2.1. Méthode

La capacité tampon hygrique (Moisture Buffer Value ou MBV) d'un matériau quantifie sa capacité à modérer les variations d'humidité relative environnante. Cette propriété correspond à la quantité d'eau adsorbée (et libérée) par surface ouverte du matériau sous une variation cyclique d'humidité relative, comme montré sur l'équation suivante :

Equation 4.5

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

Avec MBV la capacité tampon hygrique ($g.m^{-2}.\%HR^{-1}$), Δm la quantité d'eau adsorbée/libérée pendant une phase du cycle (g), A la surface ouverte (m^2) et $HR_{haute/basse}$ l'humidité relative haute ou basse du cycle.

Le protocole NORDTEST est une des méthodes pour déterminer le MBV (Rode et al., 2005). L'échantillon utilisé dans notre cas est une éprouvette prismatique de 7,5 × 7,5 × 15 cm^3 obtenue par sciage de l'éprouvette cubique de 15 × 15 × 15 cm^3 à la scie à fil. Pour chaque composite, 3 échantillons sont testés et, avant l'essai, toutes les surfaces des éprouvettes, sauf la surface d'échange, sont étanchéifiées avec de l'aluminium collant (cf. Figure 4.2, § 1.4). Les échantillons sont séchés à 60°C à l'étuve jusqu'à stabilisation de masse (variation de masse inférieure à 0,1% entre 2 pesées successives et espacées de 24 h). Après séchage, ils sont stabilisés à un environnement de 23 ± 0,5°C et 50 ± 3% HR. L'équilibre est atteint pour une variation de masse inférieure à 0,01% entre 2 pesées successives espacées de 24 h. Après la stabilisation, les échantillons sont placés dans une enceinte climatique de manière à ce que la vitesse de l'air soit d'environ 0,1 ± 0,05 $m.s^{-1}$ et exposés à une variation cyclique d'humidité relative : une haute humidité relative de 75% HR pendant 8 h et une basse humidité relative de 33% HR pendant 16 h. L'essai continue jusqu'à ce que la variation de masse Δm (g) soit inférieure à 5% entre les trois derniers cycles, et que la différence entre le gain et la perte de masse au sein de chaque cycle soit inférieure à 5% de Δm. Le MBV de chaque échantillon est ainsi la valeur moyenne calculée à partir des trois derniers cycles.

Rode et al. (2005), dans le projet NORDTEST, ont proposé de classer un matériau en 5 catégories allant d'une valeur de MBV négligeable à excellente selon sa capacité tampon hygrique, comme montré sur la Figure 4.28 ci-dessous.

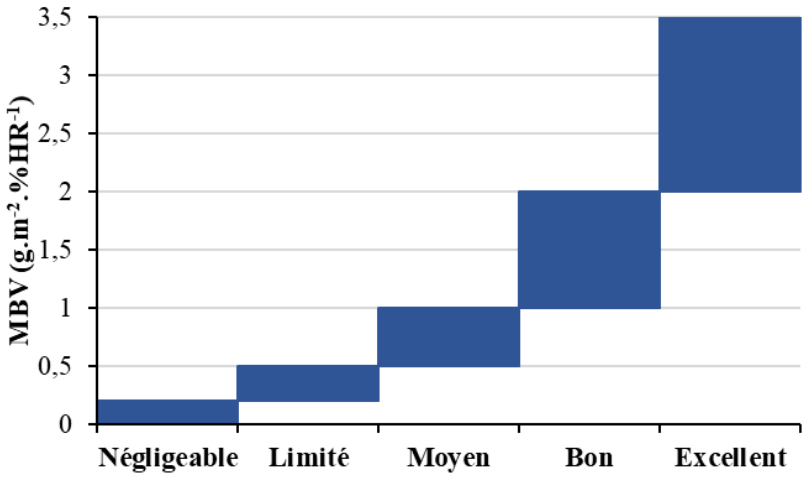

Figure 4.28. Présentation graphique des classes de MBV (Rode et al., 2005).

5.2.2. Influence de la nature des granulats

L'influence de la nature des granulats sur la capacité tampon hygrique du composite est montrée sur la Figure 4.29 ci-dessous. Celle-ci compare les MBV des formulations à base de liant CF et des quatre granulats CHEN1, AL, MT et ET.

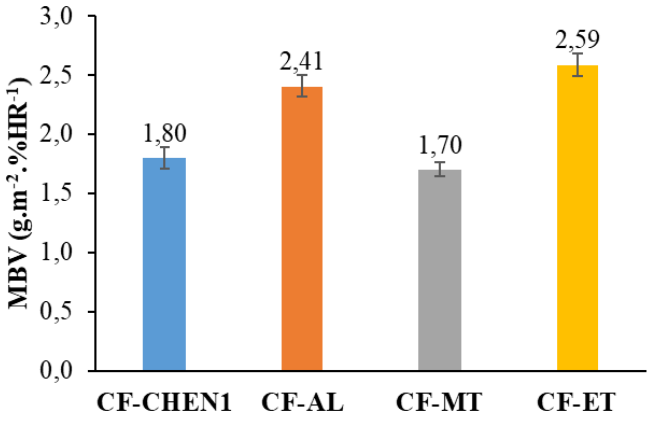

Figure 4.29. Comparaison des MBV des formulations avec différents granulats.

Selon la classification du projet NORDTEST (Figure 4.28), les capacités tampon hygrique de CF-CHEN et CF-MT sont qualifiées de bonnes (respectivement 1,80 et 1,70 $g.m^{-2}.\%HR^{-1}$), et celles de CF-AL et CF-ET d'excellentes (respectivement 2,41 et 2,59 $g.m^{-2}.\%HR^{-1}$). Ces résultats sont en parfaite adéquation avec ceux de la littérature concernant les MBV des bétons végétaux, les qualifiant de bons et/ou excellents régulateurs d'humidité (Collet et al., 2013; Collet and Pretot, 2012; Evrard, 2008; Lagouin, 2020; Mazhoud, 2015; Rahim et al., 2016b, 2015).

Les capacités régulatrices hydriques des quatre formulations obtenues sont d'ailleurs cohérentes avec les résultats des isothermes de sorption évoqués précédemment. En effet, cette similarité des résultats peut être expliquée par le fait que le MBV est proportionnel à l'effusivité hydrique du matériau, qui est liée à la pente de la courbe de sorption dans la gamme

d'humidité concernée par l'essai de MBV en question. De ce fait, la nature des granulats influence également la capacité tampon hygrique des composites.

Ces MBV des composites peuvent être reliés à la masse volumique des granulats. Les granulats légers comme la moelle de tournesol ont des masses faibles dans le composite, d'où son faible impact sur la capacité tampon hygrique du composite contrairement aux granulats denses que sont l'ET et les AL. Le MBV dépend également de la perméabilité à la vapeur de du matériau, ce qui peut être relié à la microstructure des granulats. En effet la perméabilité à travers les petits pores tubulaires des AL et de l'ET sera plus importante que celle à travers les pores de structure alvéolaire de la moelle ou les pores tubulaires plus grossiers de la chènevotte. Ce phénomène est montré par une capacité de diffusion capillaire K1 plus élevée pour les AL et l'ET (respectivement 88 et 91 $kg_{eau}.m^{-3}_{granulat}(Log(min)^{-1})$ par rapport à MT et CHEN (respectivement 34 et 54 $kg_{eau}.m^{-3}_{granulat}(Log(min)^{-1})$ (cf. Tableau 2.10).

5.2.3. Influence des types de liant

La Figure 4.30 ci-dessous met en évidence l'influence des types de liant sur la capacité de régulation d'humidité de bétons végétaux.

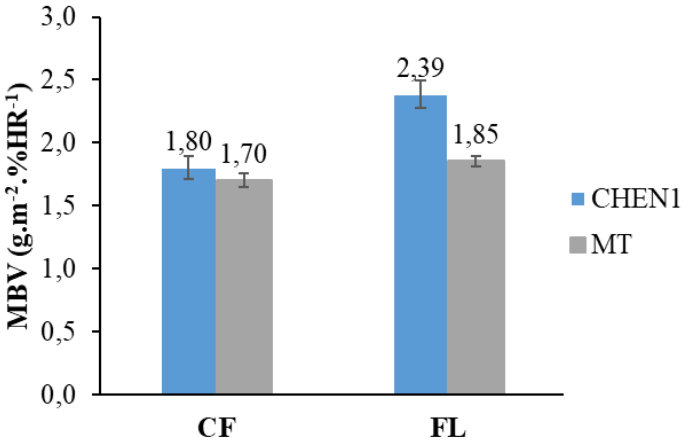

Figure 4.30. Comparaison des MBV des formulations avec des liants différents.

La différence des résultats de MBV entre les composites à base de CF et de FL montre l'impact du type de liant sur la capacité tampon hygrique des composites. On remarque que les MBV des formulations avec de la CF sont inférieurs à ceux des formulations avec des FL. Celles des formulations CF-CHEN1 et CF-MT sont respectivement de 1,80 et 1,70 $g.m^{-2}.\%HR^{-1}$, et celles des formulations FL-CHEN1 et FL-MT sont respectivement de 2,39 et 1,85 $g.m^{-2}.\%HR^{-1}$. Ces résultats ne varient pas dans le même sens que ceux des isothermes de sorption qui ont montré que la capacité de sorption à l'équilibre des composites à base de CF est supérieure à celle des composites à base de FL en raison des pâtes de CF ayant une meilleure capacité d'adsorption de vapeur d'eau que les pâtes de FL. Ceci s'explique car le MBV n'est pas uniquement dépendant de la capacité de sorption mais dépend également de la perméabilité à la vapeur du matériau. Cet essai n'a pas été effectué dans nos travaux mais il peut expliquer les résultats obtenus.

5.2.4. Conclusion

Il apparaît donc que la capacité tampon hygrique des composites est influencée par la nature des granulats. Plus les granulats sont légers avec des pores alvéolaires ou tubulaires grossiers, moins bonne sera la capacité régulatrice d'humidité du composite. En ce qui concerne l'impact des types de liants, les résultats mettent en évidence la meilleur capacité tampon hygrique des mélanges à base de liant terre, en dépit de sa capacité de sorption de vapeur limitée par rapport au liant à base de chaux. Ce résultat s'explique par la forte perméabilité à l'eau du liant argileux.

6. Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'étudier le potentiel des granulats d'AL, MT et ET en tant que granulats pour les bétons végétaux en comparaison avec deux chènevottes, CHEN1 et CHEN2, de natures différentes et utilisées comme références. Des bétons végétaux ont été fabriqués à partir de ces granulats avec deux liants réactifs, une chaux formulée (CF) et un ciment formulé naturel (CNF), ainsi qu'avec un autre liant non réactif, à savoir des fines de lavage de carrière (FL). Ces formulations ont été étudiées de manière approfondie en ce qui concerne les propriétés microstructurales, thermiques, mécaniques et hydriques des composites. L'impact de divers paramètres liés aux granulats, aux liants, à la fabrication et à la formulation a été évalué.

Après une présentation des matériaux étudiés dans ce chapitre, une étude microstructurale par tomographie aux rayons X sur les particules de MT et ET a été effectuée, suivie d'une analyse de l'empilement compacté séché de ces granulats et enfin des composites formés. Des pores alvéolaires et de tailles uniformes ont été observés pour la MT et des pores tubulaires et multi-échelles ont été mis en évidence pour l'ET. La microstructure de la particule d'ET ne change pas sous compaction à l'état humide tandis que celle de la moelle subit des déformations (écrasements) ponctuelles. La comparaison des résultats des porosités particulaires avec ceux obtenus par estimation à partir des masses volumiques a aussi montré la pertinence de notre méthode simplifiée et donc moins coûteuse. L'analyse à plus faible résolution effectuée sur l'empilement compacté séché d'ET et sur le composite formé a montré la forme allongée moyennement aplatie de ces granulats et leur orientation préférentielle dans le plan perpendiculaire à la compaction. Ce résultat montre également que l'empilement d'ET seule est un bon modèle pour représenter l'orientation des granulats dans le composite. Les analyses des empilements compactés de granulats de moelle prétraités et des composites les incorporant ont permis de résoudre les problèmes d'individualisation des particules. Elles ont également montré la forte porosité de ces arrangements à cause des pores intra-particulaires. Les porosités obtenues par tomographie ont pu être comparées avec celles obtenues par estimation à partir des masses volumiques, qui semble être une méthode pertinente. Dans tous les cas, les résultats de tomographie aux rayons X sont intéressants en ce sens qu'ils permettent d'éclaircir certains phénomènes liés aux propriétés thermiques, mécaniques et hydriques des composites.

Les résultats des conductivités thermiques ont mis en évidence que toutes les formulations présentées dans ce chapitre sont de bons isolants thermiques pour le bâtiment, avec des performances thermiques comparables à celle des blocs BIOSYS, et même meilleures pour

les bétons de MT et pour les formulations à base du liant non réactif FL. La faible conductivité thermique des bétons de MT est associée à la microstructure très poreuse des granulats de MT. Pour les composites à base de FL, leur faible densité due à l'absence de réaction d'hydratation du liant, est à l'origine de leur bonne performance thermique. Il a été aussi mis en évidence que la masse volumique du composite était un bon indicateur de sa performance thermique. Le prétraitement des granulats n'a pas d'influence significative sur les performances thermiques des composites car les masses volumiques des formulations avec et sans prétraitement sont comparables. Les faibles variations de la masse volumique dans le temps entre 60 j et 120 j n'ont pas d'impact significatif sur les conductivités thermiques des composites.

Les résultats sur les propriétés mécaniques ont montré que la masse volumique du composite était un bon indicateur de sa performance mécanique, pour les formulations avec des liants réactifs comme CF et CNF et des granulats ayant de faibles teneurs en hydrosolubles qui ne perturbent alors pas la réaction d'hydratation du liant. La nature et la quantité des hydrosolubles des granulats d'AL et d'ET font que les performances mécaniques des composites formés sont assez faibles. Dans le cas où le module élastique et la compacité de l'empilement des granulats sont élevés, malgré des teneurs en hydrosolubles conséquentes, comme c'est le cas des composites formés avec CHEN2, l'effet délétère de ces composants sur le liant pourrait être compensé par la continuité de la matrice dans l'espace et la bonne adhérence matrice/granulats. Pour améliorer la performance mécanique des composites, une augmentation du dosage en liant peut être une solution. La performance mécanique des bétons à base de CF et d'AL a ainsi été multipliée par 2 pour une augmentation du dosage de liant allant de 258 à 300 $kg.m^{-3}$. Cependant, l'augmentation du dosage en liant augmente la densité du composite, ce qui est désavantageux pour ses propriétés thermiques. Un dosage en liant permettant d'accéder à un bon compromis entre ces deux propriétés est donc nécessaire. Le prétraitement par enrobage de liant des granulats a été efficace sur les composites contenant les granulats d'AL et ET qui ont des teneurs en hydrosolubles élevées. Une optimisation de la méthode est requise pour s'adapter à tout type de granulat. Les résultats sur les blocs BIOSYS ont aussi montré qu'une plus forte contrainte de compaction peut améliorer considérablement le module flottant du composite. L'évolution des performances mécaniques des composites dans le temps a également mis en évidence une augmentation des performances mécaniques entre 60 et 120j. Ce phénomène est associé à l'évolution de la densification du composite par carbonatation et hydratation du liant. Avec le liant non réactif FL, les performances mécaniques des composites sont très faibles à cause de la faible rigidité et de la faible cohésion de cette matrice liante. Le comportement mécanique en compression de ces composites est proche de celui des empilements des granulats seuls. L'anisotropie mécanique des composites est expliquée par l'orientation préférentielle des granulats dans le plan perpendiculaire à la direction de compactage.

Du point de vue hydrique, contrairement à leurs propriétés mécaniques assez faibles, les propriétés hydriques des composites avec des granulats d'AL et d'ET sont les meilleures avec des capacités de sorption de vapeur d'eau élevées et une capacité tampon hygrique excellente. Pour la formulation CF-CHEN1, sa capacité de sorption est moyenne et sa capacité régulatrice d'humidité est qualifiée de bonne. Les performances hydriques de ces composites précédemment évoqués sont attribuées à leur dosage plus élevé dans le composite, et à la

structure tubulaire interconnectée des pores de ces granulats, avec des tailles de pores microscopiques. La formulation CF-MT a la plus faible capacité de sorption mais elle est quand même qualifiée de bon régulateur hydrique. Ces résultats sont associés à la microstructure poreuse alvéolaire de la moelle qui dispose de gros pores. Le MBV est influencé par le dosage des granulats dans le composite et suit les mêmes tendances que l'isotherme de sorption pour un même type de liant et des granulats différents. L'influence du type de liant sur le MBV montre quant à lui le bénéfice du liant à base de fines argileuses sur la capacité de régulation de l'humidité même s'il ne s'agit pas du liant avec la plus forte capacité de sorption de vapeur à l'équilibre.

D'un point de vue global, après les chènevottes qui sont les granulats de référence, la MT est le granulat qui offre aux composites les meilleures performances thermiques et mécaniques mais avec des performances hydriques plus basses bien que toujours qualifiées de bonnes. Les granulats d'AL et d'ET donnent des composites avec des conductivités thermiques et des masses volumiques les plus élevées. Pour autant, ces composites sont encore dans la gamme des matériaux isolants pour le bâtiment. Les propriétés mécaniques des composites formés avec ces granulats sont assez faibles en raison des composés hydrosolubles que ceux-ci contiennent. Néanmoins, elles peuvent être améliorées par augmentation du dosage en liant, par prétraitement des granulats ou par application d'une contrainte de compaction plus élevée. Les composites à base d'AL et d'ET ont également des capacités de sorption de vapeur élevées de même qu'ils sont d'excellents régulateurs d'humidité. Les composites à base de FL ont les meilleures propriétés thermiques et hygriques comparés à ceux à base de CF et CNF. Cependant, ces derniers sont largement les meilleurs du point de vue mécanique.

Les résultats des caractérisations des granulats présentés dans le Chapitre 2 ainsi que les corrélations effectuées entre leurs propriétés et celles des composites permet d'enrichir la base de donnée des agroressources valorisables dans la construction. De plus, un référentiel de caractérisation des granulats végétaux pour la construction a pu être initié et présenté dans la synthèse suivante.

Conclusion générale et perspectives

Cette thèse de doctorat a permis de contribuer à l'acquisition de nouvelles connaissances concernant la valorisation de co-produits agricoles disponibles dans le Sud-Ouest de la France dans le domaine de la construction. Basée sur une approche expérimentale multidisciplinaire, son objectif principal était de mettre en place un référentiel de caractérisation adapté à chaque type de granulat végétal.

Pour ce faire, dans un premier temps, une étude bibliographique sur les propriétés multi-physiques des granulats végétaux déjà utilisés dans les bétons végétaux a été effectuée afin de dresser un bilan exhaustif des connaissances sur les méthodes et les résultats de leurs caractérisations, et dans le but d'identifier les verrous scientifiques à lever pour nous conduire à l'élaboration du référentiel. Puis, sur la base de ces éléments issus de la littérature, des méthodes de caractérisation chimique, physique et mécanique ont été proposées afin d'évaluer le potentiel d'un granulat végétal pour la construction. Elles ont été appliquées sur neuf granulats végétaux, tous sélectionnés pour leur disponibilité locale, et une chènevotte de chanvre commerciale prise comme granulat de référence. Dans un troisième temps, une méthode de formulation des bétons végétaux, applicable sur tous types de granulats, a été développée et les propriétés d'usage (thermiques et mécaniques) des composites formés ont été étudiées afin de déterminer l'impact des propriétés des granulats sur celles-ci et d'identifier, pour la suite de l'étude, les granulats contribuant à de meilleures performances pour les composites. Enfin, la dernière partie a été consacrée à une étude approfondie des propriétés microstructurales, hygrothermiques et mécaniques des mélanges obtenus à partir des trois granulats finalement retenus et de deux granulats de chènevotte de chanvre de natures différentes avec deux liants réactifs et un liant non réactif. L'impact de divers paramètres liés aux granulats, aux liants, à la fabrication et à la formulation des composites a ainsi été analysé.

Plus précisément, la review présentée comme chapitre bibliographique a montré l'inadéquation entre la disponibilité des agroressources en France et le nombre d'articles les mettant en œuvre dans les bétons végétaux. Ainsi, une majorité de travaux de recherche a été consacrée à l'utilisation des chènevottes dans les bétons de chanvre alors même que leur présence sur le territoire Français est marginale en comparaison avec d'autres co-produits agricoles. Une variabilité des propriétés des granulats végétaux a aussi été mise en évidence en raison de la diversité des natures des granulats mais surtout des différentes méthodes de caractérisation rencontrées dans la littérature. Par ailleurs, certaines propriétés comme la masse volumique en vrac sont fréquemment déterminées dans la littérature alors que celle-ci n'est pas vraiment représentative du comportement des granulats dans le béton végétal qui est plutôt soumis à une compaction à l'état humide lors de sa fabrication. Il a aussi été souligné que les masses volumiques des particules et du solide, qui sont des paramètres intrinsèques aux granulats, sont plus adaptées et que des méthodes plus simples pour les caractériser devraient être développées. Par ailleurs, la connaissance de ces différentes masses volumiques permettra à terme d'estimer les diverses porosités des granulats. D'un point de vue chimique, l'effet néfaste des hydrosolubles des granulats sur la prise des liants réactifs a été maintes fois signalé dans la littérature. Une détermination de la teneur en ces constituants extraits à l'aide d'une solution basique, proche du pH des liants réactifs dans lesquels les granulats seront incorporés, serait néanmoins plus adaptée qu'avec une solution neutre comme cela est pourtant pratiqué classiquement dans la littérature. Les données sur les propriétés thermiques,

hydriques et mécaniques des granulats végétaux seuls sont aussi rares dans la littérature alors que ces dernières pourraient être de bons indicateurs de performance pour les composites. La diversité des formulations dans les différentes études n'a pas permis d'identifier correctement l'impact des paramètres liés aux seuls granulats sur les composites. De plus, il a été mis en lumière que les paramètres de formulation usuels, comme par exemple le rapport G/L ou le rapport E/L, selon le niveau de compaction des composites, ne permettaient pas d'obtenir des bétons végétaux avec des dosages en liant identiques pour une comparaison des potentiels des granulats entre eux. Tous ces résultats nous ont permis d'orienter la suite de l'étude.

Le second chapitre a présenté les granulats végétaux retenus pour notre étude en fonction de leur disponibilité, de leur coût ou bien de leur éventuel potentiel de développement dans le Sud-Ouest de la France. En plus d'une chènevotte de chanvre commerciale utilisée comme granulat de référence, neuf granulats végétaux locaux ont été sélectionnés : les anas de lin oléagineux (AL), la moelle de tournesol (MT), l'écorce de tournesol (ET), la paille de coriandre (PC), la paille de blé (PB), les menues pailles de blé (MP), les spathes de maïs (SM), la tige de miscanthus (TM) et les sarments de vigne (SV). Ils ont été soumis à une série de caractérisations chimiques, physiques et mécaniques qui nous a permis d'élaborer le catalogue des paramètres et des méthodes de caractérisation des granulats végétaux, constituant le référentiel final proposé dans le Tableau 1.

- D'un point de vue chimique, les constituants pariétaux ont été déterminés à partir de la méthode de Van Soest et Wine. Celle-ci présente une fiabilité intéressante, en particulier pour la détermination de la teneur en lignines, étape indispensable pour la détermination de la masse volumique du solide. Les résultats des analyses chimiques ont montré que la cellulose était le composant majeur des granulats végétaux avec une teneur supérieure à 30% pour tous les granulats testés. Par ailleurs, les quantités d'hydrosolubles sont plus élevées à pH 12 qu'à pH 7, ce qui montre la pertinence de la détermination de cette teneur en milieu basique afin de mieux appréhender l'impact des hydrosolubles issus des granulats sur les liants. Rappelons ici que ceux-ci sont classiquement mis en œuvre dans des conditions alcalines dans le composite. C'est donc tout logiquement que la teneur en hydrosolubles des granulats végétaux à pH 12 a été intégrée dans le catalogue de notre référentiel.

- Pour les caractéristiques physiques, la morphologie des granulats végétaux, déterminée par analyse d'image, a permis leur classification en trois catégories selon leur valeur de circularité : une circularité faible pour les pailles de type 1, une circularité moyenne pour les écorces de type 2 et une circularité élevée pour la moelle de type 3. La masse volumique des particules, déterminée par pycnométrie au sable fin, ainsi que la masse volumique du solide, estimée à partir de ses constituants chimiques, toutes deux proposées dans cette étude, ont été validées par comparaison des résultats obtenus avec ceux de Glé et al. (2021) sur différentes chènevottes de chanvre *via* quatre méthodes de mesure distinctes. La masse volumique compactée à l'état humide puis séchée s'avère représenter le comportement réel des granulats dans le composite. Deux comportements bien distincts ont ainsi été observés : un foisonnement ou un tassement des granulats selon leur rigidité, leur capacité d'absorption d'eau et leur porosité. À partir des masses volumiques, les diverses porosités des granulats ont pu être estimées. La cinétique d'absorption d'eau des granulats a également pu être déterminée

par la méthode recommandée par le TC RILEM 263-BBM et les résultats sont en parfait accord avec ceux de la littérature. Néanmoins, il a été montré que l'absorption réelle d'eau après compaction permettait une meilleure estimation du besoin réel en eau des granulats dans le composite. Par ailleurs, il a été mis en évidence que les granulats végétaux étudiés avaient un fort potentiel en tant qu'isolants en vrac avec des conductivités inférieures à 0,080 $W.m^{-1}.K^{-1}$. En particulier, la moelle de tournesol apparaît comme l'isolant thermique le plus remarquable en raison de sa très faible conductivité thermique de 0,033 $W.m^{-1}.K^{-1}$, plus faible que celle des isolants en vrac du marché.

- Pour déterminer le comportement mécanique des granulats végétaux, un essai de compression monotone asservi en déplacement a été effectué sur l'empilement compacté séché des granulats. Les résultats des courbes contrainte – déformation ont montré deux comportements selon l'état d'enchevêtrement des granulats entre eux et leur rigidité : l'existence d'un pic correspondant à une contrainte de rupture ou une évolution exponentiellement croissante de la courbe correspondant à une déformation sans rupture de l'empilement des granulats.

- Des corrélations ont été observées entre certaines propriétés des granulats. Il a ainsi été montré que la porosité inter-particulaire augmentait avec l'élongation des particules et que les performances mécaniques diminuaient avec l'axe majeur des granulats, dépendamment de la famille du granulat. La porosité inter-particulaire diminue également le module élastique des empilements compactés des granulats. Le coefficient de diffusion capillaire des granulats est pour sa part lié à leur porosité particulaire et à leur microstructure poreuse. Une corrélation linéaire existe également entre la conductivité thermique des granulats et leur masse volumique en vrac ou leur porosité totale.

La masse volumique compactée et l'absorption réelle d'eau des granulats précédemment déterminées nous ont permis dans le Chapitre 3 de formuler des composites avec tous les granulats, et ce en gardant un dosage en liant constant de 258 $kg.m^{-3}$ selon les recommandations d'un fabricant de liant pour une formulation d'application en tant que mur. Deux types de liants ont été utilisés : une chaux formulée commerciale (CF) et un liant pouzzolanique à base de métakaolin (LP). Par ailleurs, deux séquences de malaxage ont été testées : une séquence de malaxage M1 avec préparation au préalable d'un lait de liant et une séquence de malaxage M2 avec prémouillage des granulats avant l'ajout du liant anhydre. Les composites fabriqués étaient des blocs cubiques de 15 × 15 × 15 cm^3, mis en œuvre par vibro-compaction à démoulage immédiat et conservés à l'ambiance du laboratoire.

- Les résultats sur la conductivité thermique ont montré leur sensibilité à l'humidité. En effet, une augmentation de 3 à 8% de la teneur en eau des composites fait augmenter la conductivité thermique de 5 à 15%. La masse volumique compactée des granulats est un bon paramètre de prédiction des performances thermiques des composites. La conductivité thermique n'est pas influencée par les séquences de malaxage ni par le type de liant utilisé. Elle est seulement corrélée de façon linéaire avec la masse volumique du composite. Cette dernière est donc un bon indicateur des performances thermiques des composites.

● Les essais de compression cyclique effectués sur les composites ont montré que la quantité d'hydrosolubles à pH 12, la porosité interparticulaire et les performances mécaniques des granulats agissaient ensemble pour influencer les performances mécaniques en compression des composites. La quantité d'hydrosolubles à pH 12 est celle qui perturbe le plus les performances mécaniques des composites. Celles-ci varient également seulement avec la nature du liant réactif utilisé. C'est la raison pour laquelle des limites différentes ont été imposées dans notre référentiel selon la nature du liant réactif mis en œuvre (Tableau 1). Les liants pouzzolaniques sont les plus sensibles aux hydrosolubles avec des performances mécaniques très faibles pour tous les granulats testés, raison pour laquelle une limite d'hydrosolubles à pH 12 inférieure à 5 $kg_{Hydr\ pH12}.m^{-3}{}_{granulats\ compactés}$ a été fixée. Pour les composites à base de chaux formulée, tous ceux faits avec des granulats ayant une quantité d'hydrosolubles inférieure à 15 $kg_{Hydr\ pH\ 12}.m^{-3}{}_{granulats\ compactés}$ ont une performance mécanique au-dessus de la limite pour une application en toiture. La séquence de malaxage M1 donne une meilleure performance en compression pour les composites quand l'hydratation du liant n'est pas perturbée par une absorption d'eau brusque des granulats comme c'est par exemple le cas avec la moelle de tournesol.

● Les résultats des essais de flexion pratiqués sur les échantillons prismatiques obtenus par sciage des blocs cubiques des composites ont montré une corrélation linéaire entre la résistance en flexion et celle en compression. Par ailleurs, la séquence de malaxage M2 conduit à une meilleure résistance en flexion car elle offrirait une meilleure liaison des granulats avec la matrice liante.

● Les différentes formulations ont été finalement évaluées en fonction de trois paramètres : le volume de granulats disponible, la conductivité thermique sèche et le module d'Young flottant du composite. Les formulations à base de chaux formulée et des trois granulats AL, MT et ET ont été retenues pour leurs performances au-dessus de la moyenne sur ces trois paramètres. La formulation avec de la moelle de tournesol est celle ayant les meilleures performances d'usage, avec une conductivité thermique très faible et qui fait donc du composite correspondant un isolant thermique pour le bâtiment, et un module d'Young convenable permettant une application en tant que mur. Par ailleurs, une application pour la fabrication de briques de terre crue pour lesquelles les dosages en granulats végétaux sont plus faibles a été proposée pour les granulats de type paille dont les performances mécaniques dans les bétons végétaux sont faibles.

Avec deux granulats de chènevotte de chanvre (CHEN1 et CHEN2) de natures différentes, utilisés tous les deux comme granulats de référence, le quatrième et dernier chapitre a consisté en l'étude de manière approfondie du potentiel des trois granulats retenus précédemment (AL, MT et ET) en tant que granulats pour les bétons végétaux. Deux liants réactifs (une chaux formulée commerciale (CF) et un ciment naturel formulé (CNF)) et un liant non réactif (des fines de lavages d'une carrière locale (FL)) ont été testés avec ces différents granulats. Les propriétés microstructurales, thermiques, mécaniques et hydriques des bétons végétaux ainsi obtenus ont ensuite été explorées, tout en analysant l'impact des paramètres liés aux granulats, aux liants, à la fabrication et à la formulation.

● L'analyse tomographique aux rayons X a montré une microstructure poreuse alvéolaire avec des pores de grandes dimensions pour la particule de MT tandis qu'une microstructure tubulaire interconnectée et des pores multi-échelles sont observés pour la particule d'ET. Les résultats des porosités particulaires des granulats, obtenus par cette méthode de tomographie, sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus par estimation à partir des masses volumiques, ce qui confirme la pertinence de la méthode simplifiée et peu coûteuse que nous avons proposée dans le référentiel de caractérisation (Tableau 1). L'analyse des empilements compactés séchés d'ET et du composite formé avec le liant CF a mis en évidence la forme allongée et aplatie des granulats d'ET avec une orientation préférentielle des granulats dans le plan perpendiculaire à la compaction. L'empilement compacté séché d'ET seule a été un bon modèle de représentation de l'orientation des particules dans le composite. Les résultats des analyses de l'empilement compacté séché de MT et du composite associé n'ont pas pu être interprétés convenablement dans un premier temps car les granulats collés n'ont pas pu être individualisés, mais le prétraitement des MT a résolu le problème. Les résultats ont montré la forte porosité intra-particulaire de la MT ce qui explique les faibles masses volumiques et conductivités thermiques des composites résultants.

● En ce qui concerne la performance thermique des composites, l'analyse par tomographie RX a permis de qualifier la structure alvéolaire très poreuse de la moelle de tournesol, responsable de ses performances d'isolation thermique remarquable. Les composites à base de FL ont des conductivités thermiques très faibles, et ce quelle que soit la nature du granulat. Ceci est la conséquence de la faible densité des composites correspondants pour lesquels l'eau ne réagit pas avec la matrice liante et s'évapore donc. Par ailleurs, le prétraitement des granulats et l'âge du composite n'ont pas d'influence significative sur les performances thermiques des composites lorsque leurs masses volumiques sont peu variables.

● Pour les mélanges avec les liants réactifs CF et CNF, la masse volumique du composite est un bon indicateur de leurs performances mécaniques quand les quantités d'hydrosolubles sont faibles et que la nature de ces composants ne perturbe pas la réaction d'hydratation. Les résultats obtenus pour les composites formés avec ces deux liants sont comparables. C'est pourquoi les limites de chaque paramètre du référentiel de caractérisation des granulats sont les mêmes pour ces deux liants (Tableau 1). Il a aussi été montré dans le cas du composite formé avec le granulat CHEN2 et le liant CNF que l'effet néfaste dû à une quantité d'hydrosolubles supérieure à la limite pouvait être compensé si le module élastique de l'empilement des granulats était élevé. Les composites formés avec les AL et l'ET sont les moins performants mécaniquement parmi les formulations retenues. Afin d'améliorer les performances mécaniques du composite, une augmentation du dosage en liant, un prétraitement des granulats par enrobage avec du liant et une contrainte de compaction plus élevée ont été proposés comme des solutions efficaces. Toutefois, un compromis avec les performances thermiques devra être trouvé si la technique utilisée impacte la densité du composite. Le module flottant du composite varie également avec son âge. Entre 60 et 120 jours, le module fottant du composite augmente avec l'évolution de sa carbonatation. Néanmoins, à 365 jours, une légère diminution du module flottant est observée en raison d'un vieillissement ou d'un endommagement des éprouvettes au cours du temps. Les composites formés avec des FL sont très peu rigides à cause de la faible rigidité intrinsèque et de la mauvaise cohésivité de cette matrice liante. Le comportement mécanique de ces composites

est fortement lié à celui des granulats qu'ils contiennent. C'est pourquoi une limite plus élevée des paramètres mécaniques des granulats a été imposée dans notre référentiel pour une application avec ce liant (Tableau 1). L'anisotropie mécanique des composites est associée à l'orientation préférentielle des granulats dans le plan perpendiculaire à la direction de compactage qui a été clairement mise en évidence lors de l'analyse tomographique aux rayons X.

- Le comportement hydrique des composites a montré que les composites formés avec les AL, ET et CHEN1 avaient de meilleures capacités de sorption d'eau et qu'ils sont donc d'excellents ou bons régulateurs d'humidité à cause de la structure tubulaire interconnectée des pores de ces granulats et de la taille microscopique de ceux-ci. À l'inverse, les composites formés avec de la MT sont moins performants du point de vue hydrique, s'expliquant par la structure poreuse alvéolaire faite de pores de plus grosse taille pour les granulats de MT et leur faible masse volumique. Les capacités de sorption de vapeur des composites avec de la CF sont supérieures à celles des composites avec des FL. Néanmoins les composites à base de liant argileux présentent une meilleure capacité de régulation de l'humidité. Leur capacité tampon hydrique (MBV : Moisture Buffer Value) surpasse celle des composites à base de liant chaux, vraisemblablement plus élevée.

À partir des résultats des caractérisations des granulats végétaux présentés dans le Chapitre 2, le catalogue des méthodes de caractérisation des granulats pour la construction, qui constitue notre référentiel, a pu être élaboré (Tableau 1). En complément, les résultats des impacts des propriétés des granulats sur les propriétés d'usage des composites, présentés dans les Chapitre 3 et 4, nous ont permis de fixer des limites pour certains paramètres des granulats, et ce en fonction de leurs utilisations dans un liant réactif dont les interactions chimiques sont limitées comme CF et CNF, dans un liant réactif très sensibles aux interactions avec les hydrosolubles comme LP, dans un liant non réactif comme FL, ou en vrac. Le référentiel en question est présenté dans le Tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1. Référentiel de caractérisation des granulats végétaux pour la construction, constitué par un catalogue de méthodes de caractérisation et des limites pour chaque paramètre en fonction de leurs utilisations (CF : chaux formulée commerciale ; CNF : ciment naturel formulé et FL : fines de lavages).

Caractéristique	Notation	Unité	Méthode	Paramètre de formulation	Liants réactifs (très sensibles aux interactions chimiques)	Liants réactifs (interactions chimiques limitées)		Liant non réactif	Utilisation en vrac
					LP	CF	CNF	FL	
Quantité d'hydrosolubles à pH 12	Hydr pH 12	$kg_{Hydr\ pH12}.\ m^{-3}$ granulats compactés	Attaque à chaud avec une solution à pH 12 de soude (NaOH)		< 5	< 15			
Taille et morphologie									
Aplatissement	Apl	-	Tomographie de rayons X		AD	AD		AD	
Masses volumiques									
Masse volumique en vrac	ρ_v	$kg.m^{-3}$	Recommandation du TC RILEM 236-BBM						< 200
Masse volumique compactée	ρ_{comp}	$kg.m^{-3}$	Méthode de compaction à l'état humide puis séchage	X	< 120	< 120		< 120	
Porosités			Méthode estimative à partir des masses volumiques						
Porosité totale	n_{totale}	%							> 87
Porosité inter-particulaire	n_{inter}	%			< 75	< 75		< 75	
Porosité particulaire	n_p	%			> 60	> 60		> 60	
Absorptions d'eau									
Quantité d'absorption réelle d'eau	$w_{réelle}$	$kg_{eau}.m^{-3}{}_{granulats\ compactés}$	Méthode de compaction à l'état humide puis séchage	X					
Conductivité thermique sèche en vrac	$\lambda_{sèche}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	Recommandation du TC RILEM 236-BBM		< 0,080	< 0,080		< 0,080	< 0,065
Comportement mécanique en compression			Méthode de compression monotone desservie en déplacement						
Module élastique	E	kPa			> 50	> 10		> 50	

AD : à déterminer, X : propriété considérée comme paramètre de formulation

En conclusion, ce travail de thèse constitue une contribution significative à la normalisation des méthodes de caractérisation de tout type de granulats végétaux pour la construction. Le référentiel de caractérisation ainsi élaboré est une première étape même si des voies d'amélioration ont d'ores et déjà été identifiées afin d'accéder pour l'avenir à un référentiel plus complet :

● Étant donné que les granulats végétaux sont utilisés pour une amélioration de l'aspect environnemental des matériaux de construction, un volet en Analyse de Cycle de Vie (ACV) serait nécessaire afin de compléter les caractéristiques multi-physiques des granulats dans le référentiel et de juger de façon objective de leur impact environnemental en construction.

● Le référentiel présenté ne dispose pas non plus d'information concernant l'évolution des performances des granulats au cours du temps. Une étude concernant la durabilité de plusieurs agroressources, notamment celles étudiées dans cette thèse, serait alors nécessaire afin d'assurer des bonnes performances d'usage aux composites dans le temps.

● Pour le moment, aucune limite n'a été fixée quant à la quantité maximale d'hydrosolubles contenus dans les granulats pour une utilisation avec un liant non réactif de type FL. Afin de vérifier cette hypothèse, une étude des propriétés mécaniques des mélanges de ce liant avec des granulats à forte teneur en hydrosolubles serait nécessaire.

● Une optimisation des tailles et des formes des granulats manque également à ce référentiel. En effet, Nous avons montré que plus les granulats sont allongés, plus les pores inter-particulaires augmentent et les performances mécaniques de l'empilement des granulats diminue. Néanmoins, les tailles dans les trois directions ainsi que les formes et les répartitions granulaires optimales des granulats permettant un meilleur enchevêtrement entre les particules reste méconnues. Il reste également beaucoup de travaux à mener dans cette partie.

● Les nombreux résultats expérimentaux relatifs aux propriétés des granulats et des composites obtenus dans le cadre de cette thèse de doctorat devront être exploités pour valider des modèles prédictifs des propriétés physiques et mécaniques des composites à partir de celles des granulats utilisés.

Références

Aamr-Daya, E., Langlet, T., Benazzouk, A., Quéneudec, M., 2008. Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties. Cement and Concrete Composites 30, 957–963. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.06.002

Abbas, M.S., McGregor, F., Fabbri, A., Ferroukhi, M.Y., 2020. The use of pith in the formulation of lightweight bio-based composites: Impact on mechanical and hygrothermal properties. Construction and Building Materials 259, 120573. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120573

Al Rim, K., Ledhem, A., Douzane, O., Dheilly, R.M., Queneudec, M., 1999. Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. Cement and Concrete Composites 21, 269–276. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(99)00008-6

Amziane, S., Collet, F., 2017. Bio-aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM. Springer.

Amziane, S., Collet, F., Lawrence, M., Magniont, C., Picandet, V., Sonebi, M., 2017. Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. Mater Struct 50, 167. https://doi.org/10.1617/s11527-017-1029-3

Arizzi, A., Cultrone, G., Brümmer, M., Viles, H., 2015. A chemical, morphological and mineralogical study on the interaction between hemp hurds and aerial and natural hydraulic lime particles: Implications for mortar manufacturing. Construction and Building Materials 75, 375–384. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.11.026

Arnaud, L., Gourlay, E., 2012. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. Construction and Building Materials 28, 50–56. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052

Ashour, T., Wieland, H., Georg, H., Bockisch, F.-J., Wu, W., 2010. The influence of natural reinforcement fibres on insulation values of earth plaster for straw bale buildings. Materials & Design 31, 4676–4685. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.05.026

Barnett, J., Jeronimidis, G., 2009. Wood Quality and its Biological Basis. John Wiley & Sons.

Benmahiddine, F., Cherif, R., Bennai, F., Belarbi, R., Tahakourt, A., Abahri, K., 2020. Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete. Construction and Building Materials 262, 120077. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120077

Bouasker, M., Belayachi, N., Hoxha, D., Al-Mukhtar, M., 2014. Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications. Materials 7, 3034–3048. https://doi.org/10.3390/ma7043034

Bourdot, A., Magniont, C., Lagouin, M., Lambaré, G., Labonne, L., Evon, P., 2018. Evaluation of the potential of corn and sunflower bark particles as bio-aggregates for lightweight concrete, in: SynerCrete'18 - 24,25,26 Octobre 2018 - Madeira Island, Funchal, Portugal. Presented at the SynerCrete' 18 International Conference on Interdisciplinary Approaches for Cement-based Materials and Structural Concrete, RILEM Publications, pp. 499–504.

Bourdot, A., Magniont, C., Lagouin, M., Niyigena, C., Evon, P., Amziane, S., 2019. Impact of Bio-Aggregates Properties on the Chemical Interactions with Mineral Binder, Application to Vegetal Concrete. Journal of Advanced Concrete Technology 17, 542–558. https://doi.org/10.3151/jact.17.542

Brouard, Y., Belayachi, N., Hoxha, D., Méo, S., Abdallah, W., 2017. Hygrothermal Behavior of Clay - Sunflower (Helianthus annuus) and Rape Straw (Brassica napus) Plaster Bio-

Composites for Building Insulation. Advanced Engineering Forum 21, 242–248. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AEF.21.242

Bütschi, P.-Y., 2003. Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction. Annual Conference of the Canadian Society for Civil Engineering.

Cassagnabere, F., 2007. Produits préfabriqués en béton filé : vers l'amélioration des performances du matériau pour mieux gérer le procédé de production (These de doctorat). Toulouse 3.

CenC, 2012. Construire en chanvre - Règles professionnelles d'exécution Edition 2012 [WWW Document]. SEBTP. URL https://librairie.sebtp.com/construire-en-chanvre-r%C3%A8gles-professionnelles-dex%C3%A9cution-edition-2012 (accessed 9.26.21).

Cérézo, V., 2005. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique (thesis). Lyon, INSA.

Chabannes, M., 2015. Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction (phdthesis). Université Montpellier.

Chabannes, M., Nozahic, V., Amziane, S., 2015. Design and multi-physical properties of a new insulating concrete using sunflower stem aggregates and eco-friendly binders. Mater Struct 48, 1815–1829. https://doi.org/10.1617/s11527-014-0276-9

Chen, Y., Yu, Q.L., Brouwers, H.J.H., 2017. Acoustic performance and microstructural analysis of bio-based lightweight concrete containing miscanthus. Construction and Building Materials 157, 839–851. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.161

Colinart, T., Vinceslas, T., Lenormand, H., Menibus, A.H.D., Hamard, E., Lecompte, T., 2020. Hygrothermal properties of light-earth building materials. Journal of Building Engineering 29, 101134. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2019.101134

Collet, F., Bart, M., Serres, L., Miriel, J., 2008. Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials. Construction and Building Materials 22, 1271–1280. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018

Collet, F., Chamoin, J., Pretot, S., Lanos, C., 2013. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. Energy and Buildings 62, 294–303. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.03.010

Collet, F., Pretot, S., 2014. Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content. Construction and Building Materials 65, 612–619. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039

Collet, F., Pretot, S., 2012. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. Construction and Building Materials 36, 58–65. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.139

Delannoy, G., Marceau, S., Glé, P., Gourlay, E., Guéguen-Minerbe, M., Amziane, S., Farcas, F., 2020. Durability of hemp concretes exposed to accelerated environmental aging. Construction and Building Materials 252, 119043. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119043

Delannoy, G., Marceau, S., Glé, P., Gourlay, E., Guéguen-Minerbe, M., Diafi, D., Nour, I., Amziane, S., Farcas, F., 2018. Aging of hemp shiv used for concrete. Materials & Design 160, 752–762. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.10.016

Dietrich, B., Schell, G., Bucharsky, E.C., Oberacker, R., Hoffmann, M.J., Schabel, W., Kind, M., Martin, H., 2010. Determination of the thermal properties of ceramic sponges. International Journal of Heat and Mass Transfer 53, 198–205. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.09.041

Dinh, T.M., 2014. Contribution to the development of precast hempcrete using innovative pozzolanic binder (phd). Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Dinh, T.M., Magniont, C., Coutand, M., Escadeillas, G., 2015. Hemp concrete using innovative pozzolanic binder. Academic Journal of Civil Engineering 33, 265–270. https://doi.org/10.26168/icbbm2015.40

Diquélou, Y., Gourlay, E., Arnaud, L., Kurek, B., 2016. Influence of binder characteristics on the setting and hardening of hemp lightweight concrete. Construction and Building Materials 112, 506–517. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.138

Ehrnrooth, E.M.L., 1984. Change in Pulp Fibre Density With Acid-Chlorite Delignification. Journal of Wood Chemistry and Technology 4, 91–109. https://doi.org/10.1080/02773818408062285

European Commission, 2014. Energy performance of buildings [WWW Document]. Energy - European Commission. URL https://ec.europa.eu/energy/en/topics/energy-efficiency/energy-performance-of-buildings (accessed 7.2.19).

Evrard, A., 2008. Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials (Thesis). UCL - Université Catholique de Louvain, Louvain-la-Neuve, Belgique.

Feldkamp, L.A., Davis, L.C., Kress, J.W., 1984. Practical cone-beam algorithm. J. Opt. Soc. Am. A, JOSAA 1, 612–619. https://doi.org/10.1364/JOSAA.1.000612

Flament, C., 2013. Valorisation des fines de lavage de granulats : application à la construction en terre crue (thesis). Artois.

FRD, 2011. Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France (ADEME) 84.

Garikapati, K., Sadeghian, P., 2018. Physical and Mechanical Properties of Flax Lime Concrete.

Garikapati, K.P., Sadeghian, P., 2020. Mechanical behavior of flax-lime concrete blocks made of waste flax shives and lime binder reinforced with jute fabric. Journal of Building Engineering 29, 101187. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101187

Giroudon, M., Laborel-Préneron, A., Aubert, J.-E., Magniont, C., 2019. Comparison of barley and lavender straws as bioaggregates in earth bricks. Construction and Building Materials 202, 254–265. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.126

Glé, P., Lecompte, T., Hellouin de Ménibus, A., Lenormand, H., Arufe, S., Chateau, C., Fierro, V., Celzard, A., 2021. Densities of hemp shiv for building: From multiscale characterisation to application. Industrial Crops and Products 164, 113390. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113390

Gourlay, E., Glé, P., Marceau, S., Foy, C., Moscardelli, S., 2017. Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes. Construction and Building Materials 139, 513–523. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.018

Honoré, M., 2020. Mise au point de nouveaux bio-composites verts innovants à base de roseau commun Phragmites australis : applications en plasturgie et en éco-construction pour le bâtiment (phdthesis). Université de Bretagne Sud.

Karaky, H., Maalouf, C., Bliard, C., Polidori, G., 2017. Elaboration and physical characterization of an agro-material based on sugar beet pulp and potato starch.

Khazma, M., El Hajj, N., Goullieux, A., Dheilly, R.M., Queneudec, M., 2008. Influence of sucrose addition on the performance of a lignocellulosic composite with a cementious matrix. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, 1901–1908. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.09.014

Khazma, M., Goullieux, A., Dheilly, R.M., Laidoudi, B., Queneudec, M., 2011. Impact of aggregate coating with a PEC elastomer on properties of lightweight flax shive

concrete. Industrial Crops and Products 33, 49–56. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.08.005

Khazma, M., Goullieux, A., Dheilly, R.-M., Rougier, A., Quéneudec, M., 2014. Optimization of flax shive-cementitious composites: Impact of different aggregate treatments using linseed oil. Industrial Crops and Products 61, 442–452. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.07.041

Kidalova, L., Stevulova, N., Terpakova, E., Helcman, M., n.d. Effective Utilization of Alternative Materials in Lightweight Composites 6.

Laborel-Préneron, A., Aubert, J.-E., Magniont, C., Maillard P., Poirier C., 2017. Effect of Plant Aggregates on Mechanical Properties of Earth Bricks. Journal of Materials in Civil Engineering 29, 04017244. https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002096

Laborel-Préneron, A., Aubert, J.E., Magniont, C., Tribout, C., Bertron, A., 2016. Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review. Construction and Building Materials 111, 719–734. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119

Laborel-Préneron, A., Magniont, C., Aubert, J.-E., 2018. Characterization of Barley Straw, Hemp Shiv and Corn Cob as Resources for Bioaggregate Based Building Materials. Waste Biomass Valor 9, 1095–1112. https://doi.org/10.1007/s12649-017-9895-z

Laborel-Préneron, A., Magniont, C., Aubert, J.-E., 2018. Characterization of Barley Straw, Hemp Shiv and Corn Cob as Resources for Bioaggregate Based Building Materials. Waste Biomass Valor 9, 1095–1112. https://doi.org/10.1007/s12649-017-9895-z

Lagouin, M., 2020. Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi bicouche bio et géosourcée (phd). Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Lagouin, M., Magniont, C., Sénéchal, P., Moonen, P., Aubert, J.-E., Laborel-préneron, A., 2019. Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes. Construction and Building Materials 222, 852–871. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.004

Limodin, N., Réthoré, J., Buffière, J.-Y., Gravouil, A., Hild, F., Roux, S., 2009. Crack closure and stress intensity factor measurements in nodular graphite cast iron using three-dimensional correlation of laboratory X-ray microtomography images. Acta Materialia 57, 4090–4101. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.05.005

Magniont, C., 2010. Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources (phd). Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Magniont, C., Escadeillas, G., Coutand, M., Oms-Multon, C., 2012. Use of plant aggregates in building ecomaterials. European Journal of Environmental and Civil Engineering 16, s17–s33. https://doi.org/10.1080/19648189.2012.682452

Mazhoud, B., 2015. Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés 213.

Ministère de la Transition écologique, 2020. Construction et performance environnementale du bâtiment [WWW Document]. Ministère de la Transition écologique. URL https://www.ecologie.gouv.fr/construction-et-performance-environnementale-du-batiment (accessed 11.15.21).

Monreal, P., Mboumba-Mamboundou, L.B., Dheilly, R.M., Quéneudec, M., 2011. Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites. Cement and Concrete Composites 33, 301–308. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.10.017

Nguyen, T.T., 2010. Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre (phdthesis). Université de Bretagne Sud. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01017510/document

Nguyen, T.-T., Picandet, V., Amziane, S., Baley, C., 2009. Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. European Journal of Environmental and Civil Engineering 13, 1039–1050. https://doi.org/10.1080/19648189.2009.9693171

Nguyen, T.T., Picandet, V., Carre, P., Lecompte, T., Amziane, S., Baley, C., 2010. Effect of compaction on mechanical and thermal properties of hemp concrete. European Journal of Environmental and Civil Engineering 14, 545–560. https://doi.org/10.1080/19648189.2010.9693246

Niyigena, C., Amziane, S., Chateauneuf, A., 2019. Assessing the impact of calculation methods on the variability of Young's modulus for hemp concrete material. Construction and Building Materials 198, 332–344. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.174

Niyigena, C., Amziane, S., Chateauneuf, A., 2018. Multicriteria analysis demonstrating the impact of shiv on the properties of hemp concrete. Construction and Building Materials 160, 211–222. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.026

Niyigena, C., Amziane, S., Chateauneuf, A., Arnaud, L., Bessette, L., Collet, F., Lanos, C., Escadeillas, G., Lawrence, M., Magniont, C., Marceau, S., Pavia, S., Peter, U., Picandet, V., Sonebi, M., Walker, P., 2016. Variability of the mechanical properties of hemp concrete. Materials Today Communications 7, 122–133. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2016.03.003

Nozahic, V., 2012. Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant / végétal : application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce / chaux (phdthesis). Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.

Nozahic, V., Amziane, S., 2012. Influence of sunflower aggregates surface treatments on physical properties and adhesion with a mineral binder. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 43, 1837–1849. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.07.011

Nozahic, V., Amziane, S., Torrent, G., Saïdi, K., De Baynast, H., 2012. Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder. Cement and Concrete Composites 34, 231–241. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.09.002

Qi, C., Hou, S., Lu, J., Xue, W., Sun, K., 2020. Thermal characteristics of birch and its cellulose and hemicelluloses isolated by alkaline solution. Holzforschung 74, 1099–1112. https://doi.org/10.1515/hf-2019-0285

Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Langlet, T., 2016a. Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials. Construction and Building Materials 111, 119–127. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.061

Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Promis, G., Laidoudi, B., Crigny, A., Dupre, B., Langlet, T., 2015. Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. Energy and Buildings 88, 91–99. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.11.043

Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Promis, G., Langlet, T., 2016b. Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete. Construction and Building Materials 102, 679–687. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.11.021

Rajeha, H., 2015. Optimisation des méthodes d'extraction des composés phénoliques des raisins libanais et de leurs coproduits (Thèse de doctorat). UTC, Université de Technologie Compiègne, 29 juin 2015.

Ratiarisoa, R.V., Magniont, C., Ginestet, S., Oms, C., Escadeillas, G., 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 124, 801–815. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.08.011

Rode, C., Peuhkuri, R.H., Mortensen, L.H., Hansen, K.K., Time, B., Gustavsen, A., Ojanen, T., Ahonen, J., Svennberg, K., Arfvidsson, J., 2005. Moisture buffering of building materials. Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering.

Rowell, R.M., 2012. Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites. CRC Press. https://doi.org/10.1201/b12487

Salas, J., Alvarez, M., Veras, J., 1986. Lightweight insulating concretes with rice husk. International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 8, 171–180. https://doi.org/10.1016/0262-5075(86)90038-2

Sheridan, J., Sonebi, M., Taylor, S., Amziane, S., 2017. EFFECT OF VISCOSITY MODIFYING AGENT ON THE MECHANICAL AND TRANSPORT PROPERTIES OF HEMP AND RAPESEED STRAW CONCRETE, in: Eds. Sofiane AMZIANE, M.S. (Ed.), ICBBM 2017, 2nd International Conference On Bio-Based Building Materials, ICBBM 2017, Proceedings Of The 2nd International Conference On Bio-Based Building Materials. RILEM, Clermont Ferrand, France.

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 57, 603–619. https://doi.org/10.1351/pac198557040603

Stefanidou, M., Assael, M., Antoniadis, K., Matziaroglou, G., 2010. Thermal Conductivity of Building Materials Employed in the Preservation of Traditional Structures. Int J Thermophys 31, 844–851. https://doi.org/10.1007/s10765-010-0750-8

Stevulova, N., Cigasova, J., Estokova, A., Terpakova, E., Geffert, A., Kacik, F., Singovszka, E., Holub, M., 2014. Properties Characterization of Chemically Modified Hemp Hurds. Materials 7, 8131–8150. https://doi.org/10.3390/ma7128131

Stevulova, N., Kidalova, L., Cigasova, J., Junak, J., Sicakova, A., Terpakova, E., 2013. Lightweight Composites Containing Hemp Hurds. Procedia Engineering, Concrete and concrete structures 2013 - 6th International Conference, Slovakia 65, 69–74. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.09.013

Strandberg-de Bruijn, P., Johansson, P., 2014. Moisture transport properties of lime–hemp concrete determined over the complete moisture range. Biosystems Engineering 122, 31–41. https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2014.03.001

Sun, C. (Calvin), 2005. True Density of Microcrystalline Cellulose. Journal of Pharmaceutical Sciences 94, 2132–2134. https://doi.org/10.1002/jps.20459

Terashima, N., Kitano, K., Kojima, M., Yoshida, M., Yamamoto, H., Westermark, U., 2009. Nanostructural assembly of cellulose, hemicellulose, and lignin in the middle layer of secondary wall of ginkgo tracheid. Journal of Wood Science 55, 409–416. https://doi.org/10.1007/s10086-009-1049-x

Tronet, P., Lecompte, T., Picandet, V., Baley, C., 2016. Study of lime hemp concrete (LHC) – Mix design, casting process and mechanical behaviour. Cement and Concrete Composites 67, 60–72. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.12.004

Tronet, P., Lecompte, T., Picandet, V., Baley, C., 2014. Study of lime hemp composite precasting by compaction of fresh mix — An instrumented die to measure friction and stress state. Powder Technology 258, 285–296. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.03.002

Van Soest, P.J., Wine, R.H., 1968. Determination of lignin and cellulose in acid-detergent fiber with permanganate. Journal of the Association of Official Analytical Chemists 51, 780–785.

Viel, M., Collet, F., Lanos, C., 2018. Chemical and multi-physical characterization of agro-resources' by-product as a possible raw building material. Industrial Crops and Products 120, 214–237. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.04.025

Viel, M., Collet, F., Prétot, S., Lanos, C., 2019. Hemp-Straw Composites: Gluing Study and Multi-Physical Characterizations. Materials 12, 1199. https://doi.org/10.3390/ma12081199

Walker, R., Pavía, S., 2014. Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes. Construction and Building Materials 64, 270–276. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.081

Walker, R., Pavia, S., Mitchell, R., 2014. Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes. Construction and Building Materials 61, 340–348. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.02.065

Williams, J., Lawrence, M., Walker, P., 2018. The influence of constituents on the properties of the bio-aggregate composite hemp-lime. Construction and Building Materials 159, 9–17. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.10.109

Williams, J., Lawrence, M., Walker, P., 2016. A method for the assessment of the internal structure of bio-aggregate concretes. Construction and Building Materials 116, 45–51. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.088

Youssef, A., Lecompte, T., Picandet, V., Challamel, N., 2015. Compressive and shearing behavior of lime and hemp concrete. Academic Journal of Civil Engineering 33, 405–411. https://doi.org/10.26168/icbbm2015.62