

UNIVERSITÉ D'ORLÉANS
*ECOLE DOCTORALE ENERGIE,
MATÉRIAUX, SCIENCES DE LA TERRE ET
DE L'UNIVERS*

Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé

THÈSE présentée par :

Brahim ISMAIL

soutenue le : **11 Septembre 2020**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université d'Orléans**

Discipline/ Spécialité : **Génie Civil**

**Contribution au développement et optimisation d'un
système composite biosourcé-enduit de protection pour
l'isolation thermique de bâtiment**

THÈSE DIRIGÉE PAR :

Mme. Naima BELAYACHI
M. Dashnor HOXHA

Maître de conférences-HDR, Université d'Orléans
Professeur des universités, Université d'Orléans

RAPPORTEURS :

Mme. Anne PANTET
M. Sofiane AMZIANE

Professeur des universités, Université Le
Havre Normandie
Professeur des universités, Université Cler-
mont Auvergne

JURY :

Mme. Anne PANTET
M. Sofiane AMZIANE
M. Ouali AMIRI
M. Frédéric BECQUART
M. Toufik KANIT
Mme. Naima BELAYACHI
M. Dashnor HOXHA

Professeur des universités, Université Le Havre Normandie
Professeur des universités, Université Clermont Auvergne
Professeur des universités, Université de Nantes
Maître de conférences, IMT Lille-Douai
Maître de conférences-HDR, Université Lille 1
Maître de conférences-HDR, Université d'Orléans
Professeur des universités, Université d'Orléans

Remerciements

Cette thèse a été réalisée au sein du laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé à l'université d'Orléans, dans le cadre du projet de recherche PEPITE (Procédés et Enduits de Protection des Isolants de paille céréalière pour la rénovation Thermique), financé par la Région Centre Val de Loire. Je souhaite remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mes directeurs de thèse Naima BELAYACHI et Dashnor HOXHA pour leur disponibilité inconditionnelle, leurs conseils avisés, échangés au cours de nos nombreuses discussions, leur enthousiasme et leurs vifs encouragements tout au long de ces années de thèse ainsi que pour la liberté et l'autonomie qu'ils m'ont accordées dans la gestion de mes travaux de recherche.

J'adresse mes remerciements à tous les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail ainsi que pour leurs remarques pertinentes, leurs conseils judicieux, et leurs suggestions constructives. Je tiens à remercier chaleureusement Anne PANTET et Sofiane AMZIANE pour avoir rapporté sur ce travail de thèse. Je remercie particulièrement Ouali AMIRI pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de soutenance. Mes remerciements chaleureux vont également à Toufik KANIT et Frederic BECQUART pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Je souhaiterais également remercier Laurent ARBARET de m'avoir accueilli au sein de l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO) pour réaliser les essais de tomographie à rayons X et pour son aide précieuse.

Je tiens aussi à remercier Kévin BECK pour les mesures de la porosité au mercure et ses conseils sur l'analyse des résultats. Grand merci à Annie RICHARD pour son aide dans l'obtention et l'interprétation d'images en microscopie électronique. Un merci également à Audrey GUIRIMAND-DUFOUR pour les analyses de chromatographie ionique.

Je remercie également toute l'équipe de Génie Civil du laboratoire LAMÉ et du département de Génie Civil de Polytech Orléans, enseignants-chercheurs, enseignants, doctorants, étudiants stagiaires, personnel administratif et informatique, pour leur présence,

leur gentillesse, leur disponibilité et leur bonne humeur. Merci tout particulièrement à Benoît CLAVIER et Antoine CHRETIEN pour leur aide technique.

Je remercie chaleureusement Dr. Samia HAOUARI HARRAK pour son soutien quotidien indéfectible, pour tous ses mots de motivation, pour ses conseils précieux et pour son encouragement tout au long de ce parcours doctoral. Merci d'être là !

A tous mes proches et amis, je souhaite leur exprimer ma profonde reconnaissance pour leurs encouragements.

Enfin, je terminerai en remerciant de tout cœur mes parents, mon frère et mes deux sœurs pour leur soutien inconditionnel, leur affection, et leurs encouragements sans faille. Toute ma reconnaissance et mes remerciements vont au-delà des mots. Merci pour tout.

A mes chers parents
A mon cher frère et mes chères sœurs
A la mémoire de mon beau-frère "Mohamed AJBAR"

Tables des matières

Liste des figures	xiii
-------------------	------

Liste des tableaux	xxi
--------------------	-----

Introduction

Chapitre 1

Optimisation des formulations de béton paille
--

1.1	Matériaux biosourcés : aperçu de la littérature	8
1.2	Matériaux utilisés	12
1.2.1	Liants minéraux	13
1.2.2	Paille céréalière	13
1.2.3	Additifs	16
1.3	Méthodologie et procédures d'optimisation	16
1.3.1	Augmentation de la porosité de la matrice	17
1.3.2	Augmentation de la porosité de la matrice et amélioration de l'interface fibre-matrice	17
1.3.3	Substitution partielle du liant minéral par un liant à base de gélatine	19
1.4	Élaboration des composites	19
1.5	Caractérisation des composites	22
1.5.1	Conductivité thermique et comportement mécanique à la compression	22

1.5.2	Analyse microscopique et minéralogique (MEB-DRX-ATG)	22
1.6	Résultats et discussion	23
1.6.1	Conductivité thermique des composites	23
1.6.2	Comportement mécanique des composites	27
1.7	Choix des formulations optimales	31
1.8	Effets des additifs sur la microstructure et la minéralogie des liants	32
1.9	Conclusion	39

Chapitre 2

Modélisation du comportement thermique et mécanique de béton paille

2.1	Méthodologie d'homogénéisation	42
2.1.1	Représentation	43
2.1.2	Localisation	44
2.1.3	Homogénéisation	46
2.1.4	Notions d'homogénéisation en conduction de chaleur	46
2.2	État de l'art sur l'homogénéisation du comportement thermique et mécanique des matériaux biossourcés	47
2.3	Détermination de la taille du VER	55
2.3.1	Conditions aux limites	59
2.3.2	Orientation des inclusions	59
2.3.3	Résultats et discussion	61
2.4	Description de la microstructure des composites	63
2.4.1	Fraction des différents composants de la microstructure : Microtomographie à rayons X	63
2.4.2	Choix de la forme, de la taille et d'orientation des inclusions	67
2.5	Modélisation de la conductivité thermique effective	71
2.6	Modélisation du comportement élastoplastique du biocomposite	76

2.7 Conclusion	83
--------------------------	----

Chapitre 3

Caractérisation du comportement hydrique des biocomposites

3.1 Eléments bibliographiques sur les propriétés hydriques des matériaux bio-sourcés	86
3.2 Matériaux et méthodes de caractérisation hydrique :	92
3.2.1 Matériaux	92
3.2.2 Méthodes de caractérisation hydrique	92
3.3 Résultats et discussion	98
3.3.1 Isothermes d'adsorption-désorption	98
3.3.2 Perméabilité à la vapeur d'eau	101
3.3.3 Diffusivité hydrique isotherme Dw	103
3.3.4 La valeur Tampon hydrique, MBV	107
3.4 Conclusion	109

Chapitre 4

Evaluation de la durabilité des biocomposites à base de paille

4.1 Etat de l'art : étude de durabilité au laboratoire	112
4.1.1 Vieillissement dans des conditions environnementales stables	113
4.1.2 Vieillissement accéléré	114
4.2 Matériaux et méthodes d'investigation de la durabilité	116
4.2.1 Matériaux	116
4.2.2 Méthodes d'investigation de la durabilité	117
4.3 Évolution dans le temps de la résistance mécanique en compression et de conductivité thermique	121
4.3.1 Résistance mécanique en compression	122
4.3.2 Conductivité thermique	124

4.4	Évolution des propriétés du béton paille vis-à-vis des environnements humides	126
4.4.1	Résistance mécanique en compression	126
4.4.2	Conductivité thermique	127
4.5	Impact des cycles d'humidification-séchage sur les propriétés des composites	128
4.5.1	Variation de volume et observation macroscopiques	128
4.5.2	Résistance mécanique en compression	131
4.5.3	Conductivité thermique	132
4.6	Impact des cycles gel-dégel sur les propriétés des composites	132
4.6.1	Variation de la masse volumique et observation macroscopiques . .	132
4.6.2	Chromatographie ionique de l'eau d'immersion	134
4.6.3	Résistance mécanique en compression	136
4.6.4	Conductivité thermique	137
4.7	Conclusion	138

Chapitre 5

Enduit de protection des isolants à base de paille

5.1	État de l'art sur les enduits de protection des matériaux biosourcés	141
5.2	Critères règlementaires des enduits de protection	146
5.3	Matériaux utilisés	147
5.3.1	Liants minéraux	148
5.3.2	Agrégats	148
5.3.3	Additifs	148
5.4	Formulation des mortiers	149
5.4.1	Démarche expérimentale	149
5.4.2	Préparation et confection des éprouvettes	152
5.5	Méthodes de caractérisation des mortiers	153

5.5.1	Résistance mécanique à la compression et à la flexion	153
5.5.2	Conductivité thermique	155
5.5.3	Porosité accessible à l'eau	155
5.5.4	Capillarité	156
5.5.5	Perméabilité à la vapeur d'eau et isothermes de sorption-désorption	157
5.5.6	Test d'arrachement	158
5.5.7	Valeur de tampon hydrique (MBV) du système enduit-biocomposite	159
5.5.8	Résistance au gel-dégel	160
5.6	Résultats et discussion	161
5.6.1	Propriétés mécaniques	161
5.6.2	Analyse minéralogique	165
5.6.3	Conductivité thermique	167
5.6.4	Capillarité	169
5.6.5	Synthèse et choix de la formulation optimale	170
5.7	Amélioration des performances des formulations optimales	171
5.8	Propriétés des formulations optimales	173
5.8.1	Porosité à l'eau et au mercure	174
5.8.2	Isothermes de sorption-désorption	176
5.8.3	Effet de l'enduit sur la MBV des composites	177
5.8.4	Adhérence enduit-biocomposite	177
5.8.5	Résistance aux cycles gel-dégel	179
5.9	Conclusion	181

Conclusion et perspectives

Liste des figures

1.1	Paille utilisée (a) et (b) formes identifiées (c) surface extérieure (d) surface intérieure	14
1.2	Étapes d'analyse d'images pour déterminer la distribution granulométrique de la paille (a) image des particules (b) seuillage (c) confrontation des particules à une forme élliptique	15
1.3	Distribution granulométrique de la paille utilisée	15
1.4	Observations microscopiques des additifs utilisés (a) Hémoglobine (b) Caséine (c) Gélatine	16
1.5	Aspect des composites à base de chaux PF70 (a) Référence (b) +5% Hémoglobine (c) +5% Hémoglobine+5% Caséine (d) +5% Hémoglobine+2.5% Caséine.	18
1.6	Processus de fabrication des composites (a)Préparation du liant avec l'hémoglobine et la caséine (c) Préparation du liant avec gélatine (d) Mélange des constituants	20
1.7	Préparation des échantillons	21
1.8	Caractérisation thermique et mécanique (a) test thermique (b) emplacements de la sonde (c) test de compression uni-axial	22
1.9	Conductivité thermique des composites à l'état sec et à l'état humide (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine	25

1.10	Variation de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine	27
1.11	Comportement mécanique des différents composites élaborés (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine	28
1.12	Observation microscopique de (a) PF1 (b) PF20 (c) matrice du composite PL10 et (d) matrice du composite PL20	30
1.13	Analyse thermogravimétrique des liants à base de (a) chaux PF70 (b) chaux Thermo (c) plâtre	34
1.14	Diffraction des rayons X des liants à base de (a) la chaux PF70 (b) la chaux Thermo (c) plâtre	36
1.15	Images MEB des liants (a) PF0 (b) PF1 (c) PF5 (d) PF20 (e) TH0 (f) TH20 (g) PL0 (h) PL10	38
2.1	Processus d'homogénéisation et description de séparation des échelles ($d \ll l \ll L$).	43
2.2	Structure du modèle utilisé par Cérézo [10] pour estimer le module d'Young (a) du béton de chanvre (b) de particule de chanvre	48
2.3	Structure du modèle utilisé par Cerezo 2005 [10] pour estimer la conductivité thermique à l'état humide (a) Positions de la phase liquide (b) Approche à double homogénéisation	49
2.4	Motif élémentaire utilisé par Akkaoui 2014 [6] pour modéliser les propriétés élastiques du béton de bois.	50
2.5	Microstructure utilisée Pham 2014 [72] pour estimer (a) la conductivité thermique (b) le module de Young	51
2.6	Microstructure utilisée par Couture et al [78] (a) Particules de chènevotte (b) Matrice de chaux	53
2.7	Microstructure utilisée (a) Inclusion tordue (b) Orientation aléatoire dans le plan.	56

2.8	Fractions volumiques utilisées (a) 25% (b) 50%.	57
2.9	Exemple des trois réalisations différentes pour une même fraction volumique.	57
2.10	Tailles des VER considérées (a) $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ (b) $1.5 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$ (c) $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$ (d) $2.5 \times 2.5 \times 2.5 \text{ cm}^3$ (e) $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$	58
2.11	Orientation d'une inclusion individuelle.	60
2.12	Exemple du tenseur d'orientation d'ordre 2.	61
2.13	Variations des propriétés apparentes effectives en fonction de la taille de l'arête du VER (a) et (b) Conductivité thermique respectivement pour une fraction de 25% et 60% (c) et (d) Module d'Young respectivement pour une fraction de 25% et 60%	62
2.14	Principe de la tomographie aux rayons X	64
2.15	Tomographe Nanotom de l'ISTO avec un échantillon de béton paille.	64
2.16	Reconstitution 3D d'un échantillon de béton paille (a) Paille (b) Combinaison de la paille et du liant (c) Composite (paille+liant+vide).	65
2.17	Porosité de la Paille (a) et de la Matrice (b)	66
2.18	Observation au MEB de la coupe horizontale de la paille.	67
2.19	Aspect des composites (a) Fort dosage en liant (b) Faible dosage en liant.	68
2.20	Répartition des élancements des fibres utilisées pour la fabrication des composites	68
2.21	Directions de sollicitation (a) Vertical (b) Horizontal	69
2.22	Comportement mécanique dans le sens (a) Horizontal (b) Vertical.	70
2.23	Microstructure adoptée dans la configuration 1	72
2.24	Microstructure adoptée dans la configuration 2.	73
2.25	Microstructure adoptée dans la configuration 3	73
2.26	Microstructure adoptée dans la configuration 4.	74
2.27	Microstructure adoptée dans la configuration 5.	75
2.28	Comportement mécanique des liants purs	78
2.29	Comportement mécanique calibré et expérimentale de deux composites.	79

2.30	Détermination du comportement des matrices par analyse inverse	80
2.31	Comparaisons du comportement mécanique calibré et expérimentale des composites	81
2.32	Comparaison entre le comportement mécanique calibré et expérimentale des matrices.	82
3.1	Classification des isothermes d'adsorption [91]	87
3.2	Représentation schématique des différentes parties d'un isotherme d'adsorption de vapeur et des mécanismes de fixation d'eau associés [59]	87
3.3	Comparaison entre les isothermes d'adsorption de béton de chanvre : HLC1 ($\rho = 430Kg/m^3$) HLC2 ($\rho = 317Kg/m^3$), Tesson de terre cuite : VPB ($\rho = 400Kg/m^3$) et le béton cellulaire autoclavé : AAC ($\rho = 837Kg/m^3$) Samri 2008 [92]	88
3.4	Exemples des isothermes de sorption-désorption des bétons végétaux	89
3.5	Évolution des coefficients de diffusion isotherme (De Vries 1958 [105]) . . .	91
3.6	Dispositif expérimental pour l'essai de sorption-désorption (Appareil Vsorp)	93
3.7	Dispositif expérimental de mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau . .	95
3.8	Exemple de cinétique de prise/perte de masse d'un échantillon	96
3.9	Dispositif expérimental et mise en place des échantillons	98
3.10	Cinétique de prise/perte de masse aux différents paliers d'humidité imposés	99
3.11	Isothermes de sorption-désorption des composites (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	100
3.12	Variation de la masse en fonction du temps (a) coupelle humide (50%/93%) (b) coupelle sèche (3%/50%)	101
3.13	Lissage des courbes d'adsorptions par le modèle GAB (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	105
3.14	Évolution de la diffusivité hydrique isotherme en fonction de la teneur en eau massique (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	106
3.15	Valeur tampon hydrique de composite PF5 en fonction de son épaisseur . .	107

3.16	Valeur tampon hydrique de composite PF20 en fonction de son épaisseur .	108
3.17	Valeur tampon hydrique de composite PL10 en fonction de son épaisseur .	108
4.1	Mise en place des échantillons dans l'enceinte climatique	118
4.2	Variation de l'humidité relative et de température pour un cycle d'humidification-séchage	119
4.3	Exemple de variation de masse des échantillons en fonction des cycles d'humidification-séchage	119
4.4	Variation de température pour un cycle de gel-dégel	120
4.5	Saturation des échantillons dans l'eau	121
4.6	Pertes de masse induites par le séchage des composites (a) PF5, PF20 (b) PL10	121
4.7	Exemple de répétabilité des essais pour un composite	122
4.8	Évolution de la résistance mécanique en fonction du temps de cure dans des conditions constantes de température et d'humidité	123
4.9	Évolution du taux de carbonatation des composites à base de chaux en fonction du temps de cure	124
4.10	Évolution de la conductivité thermique en fonction du temps de cure (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	125
4.11	Effet de l'humidité relative sur la résistance mécanique (a) PF5 (b) PF20 et PL10	127
4.12	Effet de l'humidité relative sur la conductivité thermique (a) PF5 (b) PF20 et PL10	128
4.13	Effet des cycles d'humidification-séchage sur la variation des échantillons .	129
4.14	États des échantillons des composites avant et après 60 cycles d'humidification-séchage (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	130
4.15	Effet des cycles d'humidification-séchage sur la résistance mécanique en compression (a) PF5 (b) PF20 et PL10	131
4.16	Effet des cycles d'humidification-séchage sur la conductivité thermique . .	132

4.17	Effet des cycles de gel-dégel sur la masse volumique apparente	133
4.18	États des échantillons des composites avant et après 10 cycles de gél-dégel (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10	134
4.19	Changement de couleur de l'eau d'immersion des échantillons de biocom- posites pendant les cycles gel-dégel	135
4.20	Concentration des ions de calcium, de sulfate dans l'eau en fonction des cycles d'immersion.	135
4.21	Effet des cycles de gel-dégel sur la résistance mécanique(a) PF5 (b) PF20 et PL10	136
4.22	Effet des cycles de gel-dégel sur la conductivité thermique	137
5.1	(a) Aérogel de silice (b) mortier à base de ciment et d'aérogel Soares et al 2018 [139]	141
5.2	Evolution des propriétés de mortier en fonction du pourcentage d'aérogel (a) conductivité thermique et (b) perméabilité à la vapeur d'eau Westgate et al 2017 [141]	142
5.3	Évolution de la perte de masse des matériaux étudiées par Jiang et al 2020 [112] en fonction de temps d'exposition au feu	145
5.4	Essais au cône calorimètre (a) échantillon de bois+plâtre (b) exposition de l'échantillon au feu Liblik et al 2020 [145]	145
5.5	Évolution de la température enregistrée à l'interface enduit-bois Liblik et al 2020 [145]	146
5.6	Détermination de diamètre d'étalement au mini-cône (NF EN 459-2 2010 [153])	150
5.7	Évolution de la masse volumique apparente à l'état frais de mortier à base de PF70 en fonction du pourcentage de caséine et d'hémoglobine	150
5.8	Texture des mortiers à la fin du malaxage (a) Référence (sans additif) (b) avec hémoglobine (c) avec caséine	151
5.9	Démarche expérimentale utilisée pour la formulation des enduits	151
5.10	Protocole de malaxage des mortiers à base de chaux	152

5.11	Protocole de malaxage des mortiers à base de plâtre	152
5.12	Essais mécaniques (a) résistance à la compression (b) résistance à la flexion	154
5.13	Mesure de la conductivité thermique (a) refroidissement des échantillons (b) dispositif de mesure	155
5.14	Dispositif de mesure de la porosité à l'eau	156
5.15	Test de capillarité	157
5.16	Dispositif Vsorp pour la caractérisation hydrique (a) perméabilité à la va- peur d'eau (b) isothermes d'adsorption-désorption	157
5.17	Test d'arrachement (a) support biocomposite (b) application d'enduit (c) application des pastilles (d) instrument Proceq DY-216	158
5.18	Exemple d'échantillon enduit-biocomposite	159
5.19	Mise en place des échantillons dans l'enceinte climatique	160
5.20	Résistance mécanique en compression (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (e) Plâtre+Hémoglobine .	162
5.21	Structure cellulaire créée après l'ajout d'hémoglobine	163
5.22	Résistance mécanique en flexion (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (d) Plâtre+Hémoglobine . . .	164
5.23	Taux de carbonatation des différents mortiers base de chaux	165
5.24	Diffraction des rayons X des liants à base de (a) chaux PF70 (b) chaux PF80 (c) plâtre	166
5.25	Conductivité thermique (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (d) Plâtre+Hémoglobine	168
5.26	Porosité des différents liants en fonction du pourcentage des additifs	169
5.27	Coefficient d'absorption d'eau par capillarité des trois liants en fonction du pourcentage des additifs	170
5.28	Prédiction de la conductivité thermique (a) VER utilisé (b) évolution de la conductivité thermique de mortier de chaux en fonction de la fraction massique de la paille	172

5.29	Protocole de malaxage des formulations optimales contenant des granulats végétaux	173
5.30	Étapes d'élaboration des mortiers contenant les granulats végétaux	173
5.31	Distributions de la taille des pores obtenues par intrusion au mercure (a) OPC-P (b) OPP-P (c) OPP	175
5.32	Isothermes d'adsorption-désorption	176
5.33	Effets des trois enduits optimaux sur la MBV des composites	177
5.34	Modes de rupture après les tests d'arrachement (a) PF5/OPC-P (b) PF20/OPC-P (c) PL10/OPP-P (d) PL10/OPP	178
5.35	Évolution de la résistance mécanique et de la perte de masse des échantillons d'enduit de chaux (OPC-P) en fonction des cycles de gel-dégel . . .	179
5.36	État des échantillons de mortier seul (a) à 0 cycle (b) après 35 cycles de gel-dégel	180
5.37	Echantillons de PF20+enduit (a) état de la couche d'enduit après 15 cycles (b) état de l'interface enduit/composite après 15 cycles	180
5.38	Echantillons de PF5+enduit (a) état de la couche d'enduit après 35 cycles (b) état de l'interface enduit/composite après 35 cycles	180

Liste des tableaux

1.1	Dosage des composites élaborés	21
1.2	Comparaison de la conductivité thermique des composites élaborés dans la présente étude avec celle trouvée dans la littérature	26
1.3	Propriétés mécaniques des biocomposites	31
1.4	Classement des composites selon la conductivité thermique et la résistance mécanique à la compression	32
1.5	Effet des additifs sur la carbonatation des chaux	35
2.1	Analogie entre les grandeurs mécaniques et thermiques	47
2.2	Méthodes d'homogénéisation appliquées aux matériaux à base des fibres végétales	54
2.3	Paramètres utilisés pour déterminer les propriétés effectives.	58
2.4	Fractions volumiques des phases dans les composites élaborés	66
2.5	Porosité des deux liants et de la paroi de paille.	67
2.6	Comparaison de la conductivité thermique dans le sens horizontal et vertical	71
2.7	Conductivités thermiques des constituants.	71
2.8	Comparaison entre les conductivités thermiques expérimentales et modélisées.	76
2.9	Propriétés élastiques des inclusions	76
2.10	Paramètres utilisés pour la modélisation du comportement mécanique . .	78
2.11	Comparaison entre les propriétés mécaniques calibrées et expérimentales des composites.	82

2.12 Paramètres calibrés des deux matrices.	83
3.1 Dosage des composites optimaux	92
3.2 Profondeur de pénétration ($d_{1\%}$) des trois composites	97
3.3 Résultats d'essai de perméabilité à la vapeur d'eau pour la coupelle humide (50%/93%)	102
3.4 Résultats d'essai de perméabilité à la vapeur d'eau pour la coupelle sèche (3%/50%)	102
3.5 Comparaison de coefficient de la résistance à la diffusion de la vapeur d'eau des composites élaborés dans la présente étude avec ceux trouvés dans la littérature	103
3.6 Paramètres de modèle de GAB	105
3.7 Comparaison de la MBV des composites étudiés avec celle d'autres maté- riels de la littérature	109
5.1 Les exigences imposées par la norme EN 998-1 sur les propriétés d'un enduit d'isolation thermique	147
5.2 Dosage des mortiers élaborés	153
5.3 Dosage des formulations optimales	172
5.4 Comparaisons entre les propriétés des formulation optimales et les exigences imposées par la norme EN 998-1	174
5.5 Comparaison entre la porosité accessible à l'eau et au mercure des formu- lations optimales	175
5.6 Résultats d'essai d'adhérence entre les enduits et les composites de béton paille optimaux	178

Introduction

Devant une industrialisation et urbanisation grandissante, le domaine de bâtiment est devenu parmi les plus consommateur d'énergie, de matières premières granulaires, accentuant ainsi les problèmes de pollution et d'empreinte carbone. Par ailleurs, cette augmentation est en parallèle avec une pénurie des énergies primaires, et un réchauffement climatique. Dans ce contexte, l'utilisation des éco-matériaux provenant de sous-produits industriels, de co-produits agricoles ou encore de déchets, comme alternative aux matériaux traditionnels, constitue une solution alliant un besoin économique et environnemental. Cela explique sans doute le développement et l'intérêt grandissant que les matériaux biosourcés ont connu ces dernières années. Ces matériaux à base de matières premières végétales renouvelables, représentent une alternative intéressante et désormais crédible, aux matériaux classiques cimentaires avec un potentiel important pour lutter contre les problèmes environnementaux du secteur du bâtiment. Ils ont des propriétés intéressantes d'isolation permettant à la fois de diminuer la consommation d'énergie et d'émission de gaz à effet de serre.

En particulier, l'utilisation de ce type de matériaux dans l'isolation thermique des bâtiments prend tout son sens dans le contexte actuel de la rénovation thermique des bâtiments inscrite parmi les actions prioritaires de la transition énergétique en France. En fait, la nouvelle réglementation fournit le cadre d'amélioration de l'efficacité énergétique du bâtiment neuf ou existant, détermine les performances à respecter et encourage l'utilisation de matériaux qui respectent le confort (thermique, hydrique, respiratoire, sonore...), la santé de l'occupant et son environnement, tout en conciliant le développement durable, économique et social. Ces exigences, procurent aux matériaux biosourcés une place de premier choix parmi les matériaux de l'isolation thermique et leur utilisation encouragée dans la loi de transition énergétique. Ces matériaux à base de fibres végétales ont un comportement hydrique intéressant pour réguler le confort intérieur, un caractère naturel pour absorber le gaz carbonique et diminuer l'empreinte carbone, des propriétés isolantes excel-

lentes dues à leur porosité et en plus constituent une ressource renouvelable dans le temps.

Cette très forte demande d'utilisation/production de ce type de matériaux est accompagnée par des efforts sans précédent de la communauté scientifique à formuler des matériaux performants, à étudier leur comportement, à comprendre les mécanismes régissant leur comportement thermo-hydro-mécanique, et à assurer leur état de service à court et long terme sous des conditions d'usage changeantes de température, d'humidité et de sollicitation mécanique.

Dans cette dynamique internationale et nationale, la Région Centre-Val de Loire, premier producteur européen de céréales, s'est aussi intéressée au développement de ces matériaux comme un levier pour valoriser les déchets agricoles importants, isoler et rénover le parc existant des bâtiments, participer à la diminution de l'empreinte carbone/d'énergie nationale et créer des filières économiques locales de la production des granulats et allant jusqu'à la mise en œuvre de ce nouveau type de matériau. La valorisation de différents granulats végétaux (paille de céréales, colza, Tournesol) a fait l'objet de différents programmes de recherche financés par la région CVL tels que PROMETHE, BIOCOMP, pour en citer ceux où notre équipe de recherche a été fortement impliquée. Le résultat de cette démarche est l'élaboration de nombreux matériaux de construction et d'isolation thermique avec des procédés très peu énergivores. Néanmoins, la maîtrise du comportement de ces matériaux en termes de performances, de prédiction de leurs propriétés, de leur durabilité, et de leur mise en œuvre avec un enduit n'était pas encore complète.

Le projet PEPITE (Procédés et Enduits de Protection des Isolants de paille céréalière pour la rénovation Thermique), financé aussi par la Région Centre Val de Loire, démarré en 2016 a pour objectif de continuer l'optimisation de la formulation des matériaux biosourcés à base de paille céréalière de blé, élaborés dans le cadre des travaux précédents, afin d'obtenir une performance thermique concurrentielle en comparaison avec les isolants classiques (laine de roche, polystyrène...), et surtout proposer une solution technique complète (isolant-enduit de protection) pour une isolation thermique par extérieur/intérieur des bâtiments.

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans le cadre des problèmes et objectifs du projet PEPITE. La problématique de l'optimisation des propriétés thermiques des biocomposites

déjà obtenus dans le cadre des travaux précédents réalisés au sein de notre équipe, soulève un certain nombre de questions dont on apporte les réponses via les travaux présentés ici : quel liant/additif utiliser ou substituer à la chaux et au plâtre, avec quelle quantité, quel protocole de mélange et quel rapport de granulat/liant et /ou eau/liant ? Deux solutions peuvent être utilisées, la première est de créer une porosité supplémentaire dans le liant, et la seconde est d'augmenter le taux de granulats végétaux eux-mêmes, offrant une porosité importante. L'approche adoptée a permis d'utiliser ces deux possibilités pour améliorer les propriétés des biocomposites à base de paille. A ce problème d'optimisation de la formulation du béton végétal s'ajoute le problème d'adhérence entre le liant et le granulat végétal qui demande des adjuvants capables d'améliorer l'interface matrice-granulat sans impacter le comportement thermique du biocomposite. Parmi les contraintes que nous avons imposées pour ce travail est l'utilisation d'additifs ou adjuvants à base de biomasse végétale ou animale.

Afin de mettre en œuvre ces procédures d'amélioration, deux approches complémentaires peuvent être utilisées : une approche expérimentale permettant de caractériser les constituants et d'identifier les paramètres des lois de comportement et une approche numérique permettant de modéliser et prédire les propriétés des biocomposites pour orienter la formulation et le pourcentage des matériaux élémentaires et éviter un plan d'expérience important.

Ceci nous mène donc vers le deuxième objectif de ce travail de thèse qui est de modéliser le comportement mécanique et thermique des biocomposites à partir de la connaissance du comportement des matériaux constituants afin de guider la conception de la formulation et de prédire les propriétés effectives de ces biocomposites, fortement hétérogènes. Pour cela, le choix d'une méthode d'homogénéisation numérique basée sur les résultats expérimentaux, a été retenu. Cela permet de prendre en compte une microstructure complexe, la distribution des hétérogénéités, leur taille et leur comportement éventuellement non-linéaire, en plus de la fraction volumique des différentes phases.

La caractérisation fine et complète des formulations optimales pour comprendre les mécanismes en compétition dans le processus de durcissement des matériaux a également été réalisée pour répondre aux objectifs du projet. En lien à la fois avec le confort hygrothermique du bâtiment et la durabilité des biocomposites, nous avons travaillé aussi au développement d'un enduit de protection. Cet enduit doit être à la fois résistant pour protéger les biocomposites, et avec des bonnes propriétés hygrothermiques pour assurer le

confort des occupants. La réglementation actuelle présente de manière précise des critères de mortiers isolants monocouches destinés aux supports classiques (bétons, différents types de maçonnerie...), néanmoins aucune recommandation n'existe pour les supports biosourcés.

Ce manuscrit qui synthétise les travaux de recherches expérimentaux et numériques est organisé en cinq chapitres :

Le premier chapitre porte sur l'optimisation des propriétés des composites développés. L'objectif est de diminuer leur conductivité thermique tout en gardant une bonne tenue mécanique. Des procédures basées sur l'incorporation d'additifs naturels, issue d'une source renouvelable et biodégradable, ont été adoptées. Puis, une caractérisation thermique et mécanique a été entreprise en lien avec la compréhension des mécanismes microstructuraux afin de sélectionner les formulations optimales.

Le deuxième chapitre aborde dans un premier temps, un rappel sur la méthode d'homogénéisation et une synthèse bibliographique sur la modélisation du comportement mécanique et thermique des matériaux à base de granulats végétaux. Dans un deuxième temps nous nous intéressons d'une part à déterminer la taille du volume élémentaire représentatif en conduction de chaleur et en élasticité linéaire et d'autre part à déterminer la conductivité thermique effective et le comportement mécanique macroscopique à la compression des biocomposites. Une homogénéisation numérique basée sur une microstructure proche de la microstructure réelle a été choisie pour la modélisation.

Le troisième chapitre présente une étude du comportement hydrique des biocomposites retenus dans le chapitre 1. Après une synthèse bibliographique sur les propriétés hydriques des matériaux à base de fibres végétales et les techniques utilisées pour les déterminer, une campagne expérimentale a été menée sur les composites de béton paille développés. Différentes caractéristiques ont été déterminées, à savoir les courbes d'adsorption-désorption, la perméabilité à la vapeur d'eau, la diffusivité hydrique et la valeur tampon hydrique. Ces propriétés sont étudiées en lien avec le confort du bâtiment.

Le quatrième chapitre est dédié à l'étude de durabilité des nouveaux bio-composites. Dans un premier temps, une description des travaux de la littérature qui portent sur

la durabilité des matériaux biosourcés a été effectuée. Ensuite, une caractérisation thermique et mécanique des composites optimisés a été réalisée après différentes échéances de cure dans des conditions d'humidité et de température constantes. La dernière partie du chapitre a fait l'objet d'une étude de vieillissement accéléré. Les biocomposites ont été exposés à des cycles d'humidification-séchage et de gel-dégel puis ont été caractérisés afin d'apporter une meilleure compréhension de leur comportement sous ce type de sollicitation et d'évaluer leur durabilité dans des conditions sévères.

Le cinquième chapitre est consacré à la formulation et la caractérisation thermique, hydrique et mécanique d'un enduit destiné à la protection des composites développés, face aux conditions environnementales extrêmes.

Enfin, nous présentons un bilan de ces résultats et les perspectives de la thèse.

Chapitre 1

Optimisation des formulations de béton paille

Sommaire

1.1	Matériaux biosourcés : aperçu de la littérature	8
1.2	Matériaux utilisés	12
1.2.1	Liants minéraux	13
1.2.2	Paille céréalière	13
1.2.3	Additifs	16
1.3	Méthodologie et procédures d'optimisation	16
1.3.1	Augmentation de la porosité de la matrice	17
1.3.2	Augmentation de la porosité de la matrice et amélioration de l'interface fibre-matrice	17
1.3.3	Substitution partielle du liant minéral par un liant à base de gélatine	19
1.4	Élaboration des composites	19
1.5	Caractérisation des composites	22
1.5.1	Conductivité thermique et comportement mécanique à la com- pression	22
1.5.2	Analyse microscopique et minéralogique (MEB-DRX-ATG) . .	22
1.6	Résultats et discussion	23
1.6.1	Conductivité thermique des composites	23
1.6.2	Comportement mécanique des composites	27
1.7	Choix des formulations optimales	31

1.8 Effets des additifs sur la microstructure et la minéralogie des liants	32
1.9 Conclusion	39

Nous nous intéressons dans ce chapitre à l'optimisation des performances de deux composites à base de paille céréalière, développés dans le cadre des travaux de recherche précédents. Il s'agit d'un matériau à base de deux liants différents, à savoir la chaux et le plâtre. L'objectif est d'optimiser la formulation, les proportions, les quantités des constituants et le protocole d'élaboration des matériaux biosourcés en vue de réduire leur conductivité thermique et garder des propriétés mécaniques acceptables, leur permettant de résister à leur poids propre. À cet égard, des additifs issus d'une source renouvelable et biodégradable ont été utilisés soit pour augmenter la porosité des matériaux, soit pour améliorer le comportement mécanique. Le chapitre est divisé en trois parties. Tout d'abord, une description des matériaux utilisés et de la méthodologie d'optimisation est présentée. Ensuite, une caractérisation thermique et mécanique des différents composites élaborés a été effectuée. Puis, en se basant sur les résultats de la conductivité thermique et de la résistance mécanique, trois formulations qui répondent aux objectifs visés ont été sélectionnées. Dans la dernière partie, une étude de l'effet des additifs sur la microstructure et la minéralogie des liants a été réalisée mettant en évidence les mécanismes microstructuraux et leur interaction avec le comportement macroscopique des biocomposites.

1.1 Matériaux biosourcés : aperçu de la littérature

Dans la littérature, la plupart des matériaux biosourcés étudiés sont à base de ciment comme dans les travaux de Arfvidsson 1999 [1], Coatanlem 2006 et al [2], Khazma el al 2008 [3], Khazma et al 2014 [4], Sellami et 2013[5], Akkaoui 2014 [6], Sheridan et al 2020 [7], Delannoy et al 2020 [8] ou de chaux comme dans les travaux de Collet 2004 [9], Cerezo 2005[10], Elfordy et al 2008[11], Nguyen et al 2009 [12], Arnaud et Gourlay 2012 [13], Nozahic et al 2012 [14], Walker et al 2014 [15]. Ces liants ont montré des avantages en termes de comportement mécanique et de durabilité. Néanmoins, leur faible pouvoir collant nécessite de les utiliser avec des fractions assez élevées afin d'assurer les liaisons entre les granulats végétaux. Cela influence la conductivité thermique du composite élaboré, qui est dans la majorité des cas plus grande que celle des matériaux d'isolation classiques (laine de roche, polystyrène). En outre, le processus de fabrication de ciment génère une

quantité élevée de CO_2 [16] [17] [18]. En effet, la production d'une tonne de ciment engendre 900 kg de CO_2 [19]. L'industrie de la chaux a également un taux d'émission de CO_2 non-négligeable [20], [21]. Après la prise en compte de la quantité de CO_2 fixé lors de la carbonatation de la chaux, le taux d'émission de CO_2 est estimé entre 335 et 415 kg/t [19].

Nous décrivons dans cette section quelques travaux de la littérature qui ont porté sur le développement des composites biosourcés à base des liants alternatifs au ciment ou la chaux. Nous nous intéressons également aux techniques utilisées pour améliorer le pouvoir collant des liants minéraux et leur performance thermique.

Plusieurs études ont porté sur le développement des liants organiques biodégradables issus d'une source renouvelable et à faible impact environnemental.

Umurigirwa-vasseur en 2014 [22] a élaboré un agro-matériau à base d'amidon et du chanvre. Il a montré que la conductivité thermique à l'état sec de ce composite est de l'ordre de 0,049 W/m.K. Cette valeur est inférieure à celle du béton de chanvre-chaux. De plus, la mesure de la capacité tampon hydrique a montré que le chanvre-amidon présente une excellente capacité à réguler l'humidité relative de l'air ambiant, mieux que le béton chanvre-chaux. Le composite développé a une résistance mécanique à la compression de 0.41 MPa. Cette valeur est comparable à celle de chanvre-chaux. Mati-Baouche et al 2014 [23] ont développé un matériau 100% naturel à base de broyats de tiges de tournesol et du chitosane. L'adoption d'un ratio massique en chitosane/broyats de tiges de tournesol de 4,3% et une taille de granulats de 3.1 mm a permis d'obtenir un composite avec des propriétés thermiques et mécaniques compétitives aux isolants existants. Les résultats ont montré une conductivité thermique de 0.056 W/m.K et une résistance mécanique à la compression de 2 MPa. Cependant, pour des raisons écologiques et économiques, les auteurs ont proposé dans un autre travail Mati-Baouche et al 2015 [24] de substituer partiellement le chitosane par la génipine, l'alginate, l'amidon et le guar. Ils ont obtenu un composite avec une résistance de 0,22 MPa et une conductivité thermique de 0,07 W/m.K pour un ratio massique de liant formulé/broyats de 5,5% et une granulométrie de particules entre 3 et 5 mm.

El Hajj et al 2012 [25] ont utilisé un liant protéinique pour fabriquer un matériau d'isolation thermique à base des anas de lin. Le liant est un mélange de caséine et de vinaigre. En fonction de la taille des granulats utilisés, la résistance mécanique à la compression et la conductivité thermique de composite élaboré sont respectivement comprises entre 3.1 MPa et 5.8 MPa et de 0.10 à 0.14 W/m.K. Les résultats obtenus montrent que le composite répond aux exigences de la directive RILEM [26] pour les matériaux isolants et les panneaux isolants.

L'élaboration d'un agro-composite autolié à partir d'étoupes de lin sans aucun additif minéral ou synthétique a fait l'objet de l'étude de El hajj et al 2011 [27]. Le procédé consiste à mélanger les particules fibreuses de lin fines avec l'eau jusqu'à l'obtention d'une pâte. Cette pâte subit ensuite un traitement thermique modéré qui permet d'extraire un gel assurant la liaison entre les granulats. La caractérisation du matériau a montré une conductivité thermique comprise entre 0.06 et 0.09 W/m.K et une résistance à la flexion variante entre 0.18 et 0.25 MPa.

Collet et al 2015 [28] ont étudié l'effet du type de liant sur les propriétés thermiques, hydriques et mécaniques des composites de chanvre. Pour cela, les auteurs ont utilisé trois liants différents : la chaux, le ciment et un polymère biodégradable. Ils ont montré que le composite à base de polymère est plus performant que les liants minéraux en ce qui concerne la conductivité thermique et la résistance à la compression. Cependant, les liants minéraux conduisent aux meilleures performances hydriques. L'utilisation de polymère comme un liant a permis d'obtenir selon les auteurs un compromis entre les propriétés thermiques, mécaniques et hydriques. Collet et al 2017 [29] ont également développé un composite à base du chanvre et d'un liant extrait de la paille de blé. La caractérisation du composite élaboré a montré une bonne conductivité thermique comprise entre 0.071 W/m.K et 0.076 W/m.K et aussi un excellent comportement hydrique.

De nombreuses études ont également porté sur l'amélioration de pouvoir adhésif des liants minéraux en intégrant des polymères ou des additifs. Les latex sont les plus utilisés dans le secteur de construction pour améliorer les propriétés des liants minéraux à l'état frais et à l'état durci. Ngassam 2013 [30], Do et al 2003 [31], Anagnostopoulos et al 2007 [32], Medeiros et al 2009 [33] ont étudié l'effet de plusieurs types de polymères latex sur les différentes propriétés du mortier y compris l'adhérence. Les résultats ont montré que ce dernier augmente de manière significative après l'ajout de ces polymères quel que soit le type utilisé. Ceci s'explique selon les auteurs par la formation des films de polymère à l'interface mortier-support. L'ajout de polymère latex dans les mortiers améliore également leur maniabilité, ce qui permet de réduire la quantité d'eau de gâchage pour une consistance donnée [34] [35] [36] et par conséquent une augmentation des propriétés mécaniques en particulier la résistance à la traction et à la flexion [37], [38]. D'autre part, les latex favorisent l'entraînement d'air pendant le malaxage du mortier grâce à la présence des surfactants dans le mélange, comme a été discuté dans les travaux de Eren et al 2017 [39], Ribeiro et al 2007 [40]. La quantité d'air entraîné peut atteindre 20% selon Ngassam 2013 [30]. Cela, provoque une augmentation de la porosité du mortier à l'état durci et par conséquent une diminution de sa conductivité thermique.

Dans le même contexte, Ventolà et al 2011 [41] ont travaillé sur l'amélioration des proprié-

tés des mortiers de chaux en utilisant plusieurs types d'additifs organiques y compris la caséine. L'objectif était d'élaborer des mortiers compatibles pour la restauration des bâtiments historiques. La préparation de mortier a été basée sur une formulation contenant une fraction chaux/agrégats égale à 1/3 en volume, un pourcentage d'additifs d'environ 5 % en masse et un rapport eau/liant allant de 0,5 à 1,2. L'ensemble a été mélangé manuellement pendant 20 min puis, il a été mis en forme dans des moules cubiques de 50 cm sous une légère pression. Les auteurs ont montré que l'ajout de 5% de caséine a permis d'augmenter la résistance à la compression par un pourcentage de 68%. Smith 1940 [42] a évoqué que la présence de caséine dans le mélange de ciment lui donne des qualités adhésives intéressantes, ce qui permet de produire un mortier de ciment adapté pour être appliqué à une surface sèche ou lisse sans aucun mouillage préalable. Germann et al 1999 [43] ont affirmé que l'ajout de la caséine aux constituants du mortier de chaux permet d'améliorer l'adhérence entre la pâte de ce dernier et la surface du support d'application. Cela aide à éviter l'écaillage des couches minces de mortier. De Gasparoet al 2009 [44] ont constaté que la caséine est le meilleur superplastifiant qui permet à la fois d'ajuster les propriétés rhéologiques du mortier de ciment à l'état frais et d'augmenter sa dureté superficielle à son état durci.

Par ailleurs, dans le but d'améliorer les performances thermiques des matériaux, des additifs naturels et biodégradables ont été utilisés par certains auteurs dans la littérature. Dans les travaux de thèse de Madjouj 2004 [45], il a montré que l'hémoglobine agit sur la pâte d'argile-ciment comme un adjuvant entraîneur d'air. Cet additif a permis de créer une structure poreuse cellulaire régulière, ce qui a été traduit par une diminution de la conductivité thermique. En effet, la conductivité thermique mesurée pour le matériau allégé était inférieure à celle du matériau de base (non allégé) quel que soit le degré de saturation. Remadnia et al [46] ont travaillé sur le développement d'un composite cimentaire à base de granulats de polyethylene terephthalate (PET) recyclés. Le composite a été produit conformément aux résultats des travaux de Yazoghli-Marzouk et al 2005 [47] en utilisant les rapports massiques suivants : sable/ciment $S/C = 2.8$, eau/ciment $E/C = 0,45$ et en substituant 35 % de sable par les granulats de PET. Dans un objectif d'obtenir un matériau léger, possédant des bonnes performances thermiques, les auteurs ont proposé d'utiliser l'hémoglobine en poudre. Cet additif a été ajouté après l'eau en utilisant trois rapports massiques Hémoglobine/Ciment : $H/C=0.5\%$, $H/C=1\%$ $H/C=2\%$ et trois temps de malaxages différents : 1 min, 2 min, 3 min. Les résultats ont confirmé que l'addition de la poudre d'hémoglobine aux constituants du matériau améliore son ouvrabilité à l'état

frais et agit comme un adjuvant entraîneur d'air. A l'état durci, la densité apparente du matériau a été diminuée après l'ajout de l'hémoglobine, ce qui a conduit à une diminution des propriétés mécaniques. En effet, la résistance à la compression et à la flexion à 28 jours de cure, ont été diminuées respectivement par 54.41% et 45.35%. En revanche, la conductivité thermique a été réduite par 64.54% grâce à la microstructure poreuse créée par la poudre d'hémoglobine.

1.2 Matériaux utilisés

L'importante diversité de composants (matrice et renfort en utilisant le vocabulaire des composites), rend la sélection des matières premières difficile d'un côté, mais permet d'un autre côté de produire des matériaux en fonction du besoin exprimé pour chaque problématique. Comme nous l'avons souligné dans l'introduction, l'élaboration des biocomposites dans le cadre de cette étude est réalisée en utilisant deux types de liants (Chaux et plâtre), et des granulats végétaux à savoir la paille céréalière, dans un objectif d'optimisation des matériaux précédemment développés [48, 49, 50, 51]. La chaux pré-formulée utilisée ici a montré des résultats satisfaisants avec d'autres types de végétaux dans le cadre du confort hygrothermique des bâtiments. Le plâtre a été utilisé pour deux avantages, la rapidité de démoulage et son inertie thermique. Dans le cadre particulier de ce travail qui est de proposer un matériau isolant avec une performance thermique intéressante, le critère de formulation est d'augmenter la porosité et de diminuer la densité en utilisant une fraction de granulats végétaux importante afin de profiter de leur forte porosité et faible densité. Le renfort en fibres (courtes ou longues) améliore classiquement les propriétés mécaniques des composites, la paille a le rôle d'améliorer les propriétés thermiques des matériaux grâce à sa porosité.

Compte tenu des objectifs de la thèse à savoir l'optimisation de la formulation pour obtenir des biocomposites avec une meilleure performance thermique et mécanique, l'adjuvantation des matériaux développés précédemment est l'idée principale utilisée dans ce travail. Souvent, les adjuvants (additifs) sont des produits ajoutés aux bétons pour améliorer certaines propriétés du béton frais ou durci selon les exigences d'utilisation ou même les méthodes de mise en œuvre. La liste est longue lorsqu'il s'agit des bétons classiques, on trouve des accélérateurs ou des retardateurs de prise, des super-plastifiants, des entraîneurs d'air ou encore des rétenteurs d'eau. Certains sont aussi utilisés pour les bétons

biosourcés comme les travaux de Nozahic 2012 [52] ou de Patural et al 2009 [53] qui ont montré une amélioration des performances mécaniques. Les bétons biosourcés présentent plusieurs problèmes comme l'interface liant granulat, une absorption d'eau importante, les extractibles (ou sucres) qui influence de manière très importante les propriétés mécaniques. La littérature permet de montrer que le choix des additifs dépend du problème spécifique que l'on souhaite traiter, et dans le cas particulier des matériaux biosourcés, il dépend en plus de l'impact environnemental.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons choisi un additif permettant d'augmenter la porosité du liant, un autre pour améliorer l'interface liant végétal, et un additif pour substituer la matrice pour améliorer son comportement mécanique et gagner en légèreté pour respecter notre objectif, augmenter la porosité et diminuer la densité tout en gardant une tenue mécanique au poids propre.

1.2.1 Liants minéraux

- Tradical PF70 : est un liant préformulé fabriqué conformément aux exigences de la norme NF 459. Il est composé de la chaux aérienne (75%), des liants hydrauliques (15%) et de pouzzolane (10%).
- Tradical Thermo : est également un liant préformulé fabriqué conformément aux exigences de la norme NF 459. Il est constitué de la chaux aérienne (85%) et des liants hydrauliques (15%). Il se caractérise par un temps de prise plus court que la tradical PF70.
- Le plâtre commercial Diall à prise rapide (10-15min) a également été utilisé comme liant .

1.2.2 Paille céréalière

Le granulat végétal utilisé dans cette thèse est la paille de blé, récoltée dans la région Centre Val de loire en France. La paille a été découpée manuellement au laboratoire seulement dans le sens longitudinal afin de conserver sa forme tubulaire naturelle. Un broyage en utilisant un bol broyeur (à végétaux) a également été effectué pour produire des blocs de béton-paille pour la réalisation de l'expérimentation à l'échelle réelle du projet après vérification de la granulométrie et du comportement thermique du bio-composite. Néanmoins, le broyage manuel a été utilisé pour toutes les caractérisations au laboratoire. Trois formes différentes ont été identifiées après ce broyage : aplatie, cylindrique et elliptique.

L'observation de la paille au microscope électronique a montré que la surface de la paroi externe est rugueuse par rapport à celle de la paroi interne, ce qui peut favoriser une bonne liaison entre la paille et le liant.

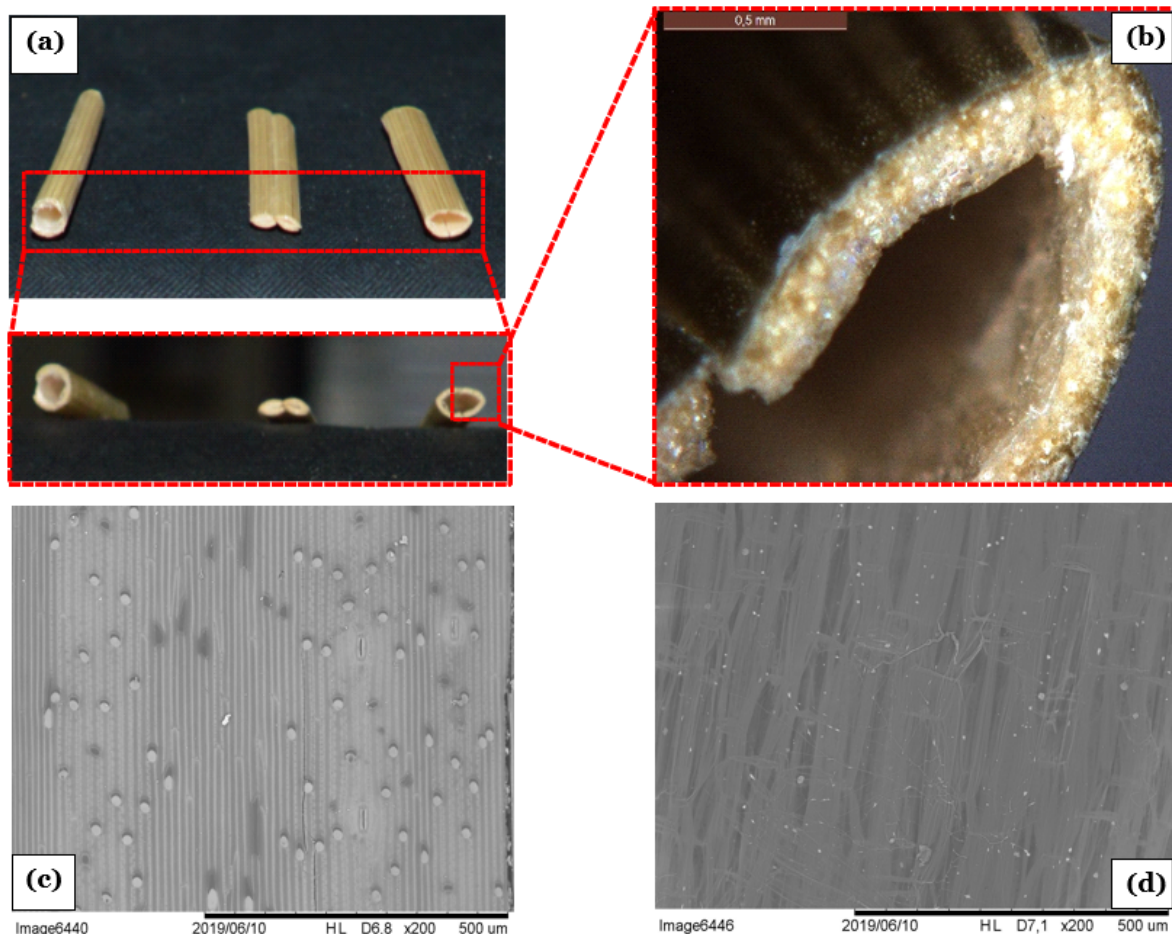


FIGURE 1.1 – Paille utilisée (a) et (b) formes identifiées (c) surface extérieure (d) surface intérieure

La distribution granulométrique de la paille a été déterminée en se basant sur la technique de traitement d'image proposée par les recommandations de RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux, systèmes de construction et ouvrages) [54]. Un échantillon de 100 g contenant plus de 3000 particules a été étalé sur un fond noir puis des images ont été prises et ont fait l'objet d'un traitement en utilisant un code Matlab. La première étape consiste à faire un seuillage de l'image acquise. Ensuite, chaque particule détectée a été modélisée par une ellipse. La longueur et la largeur de chaque particule ont été définies respectivement selon le grand et le petit axe de l'ellipse

ajustée. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 1.3 montrant la distribution granulométrique de la paille utilisée pour l'élaboration des échantillons.

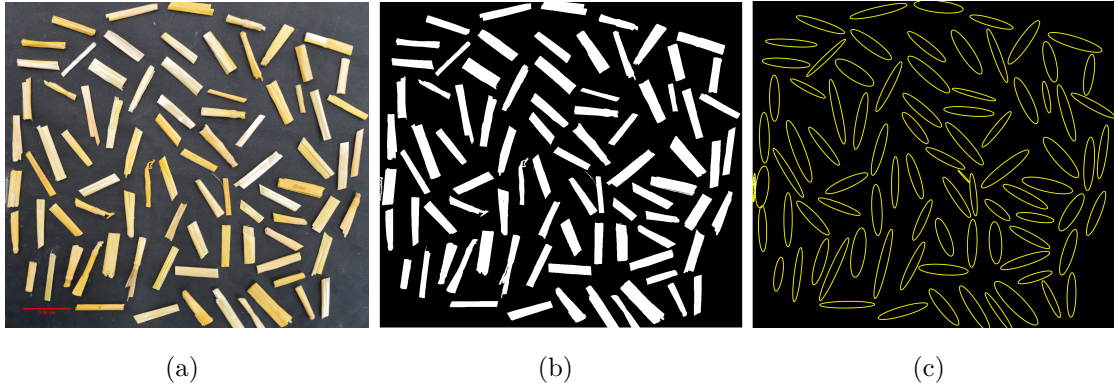


FIGURE 1.2 – Étapes d'analyse d'images pour déterminer la distribution granulométrique de la paille (a) image des particules (b) seuillage (c) confrontation des particules à une forme élliptique

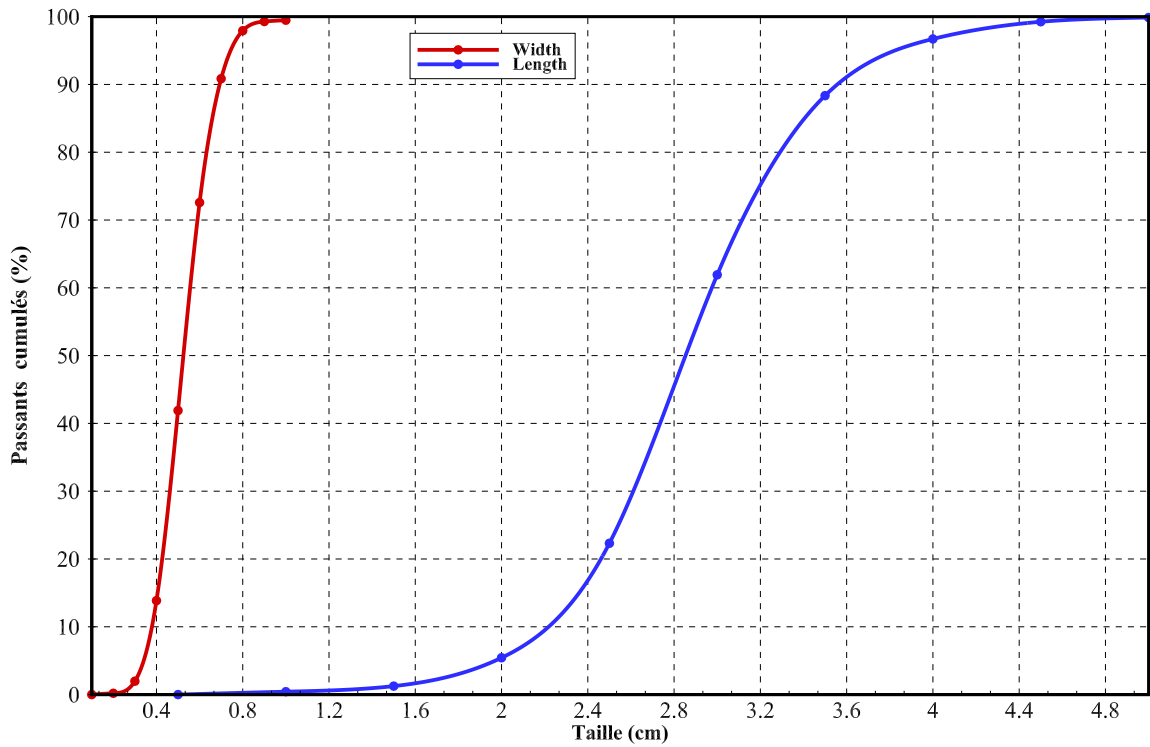


FIGURE 1.3 – Distribution granulométrique de la paille utilisée

1.2.3 Additifs

- Hémoglobine : il s'agit d'une substance protéique produite à partir du sang de porc par fractionnement et séchage par pulvérisation. Le produit technique utilisé dans cette étude porte le nom commercial Vepro 95 PHF, est fabriqué par la société Vapran (Figure 1.4(a)).
- Caséine : c'est une protéine extraite du lait, elle est produite par le groupe EPI ingrédients sous forme d'une fine poudre blanche, elle est utilisée comme fixateur naturel pour les enduits à la chaux (Figure 1.4(b)).
- Gélatine : il s'agit d'une gélatine technique de 200 bloom produite par WEISHARDT groupe sous forme d'une poudre jaune avec une granulométrie de 20 mesh (Figure 1.4(c)).

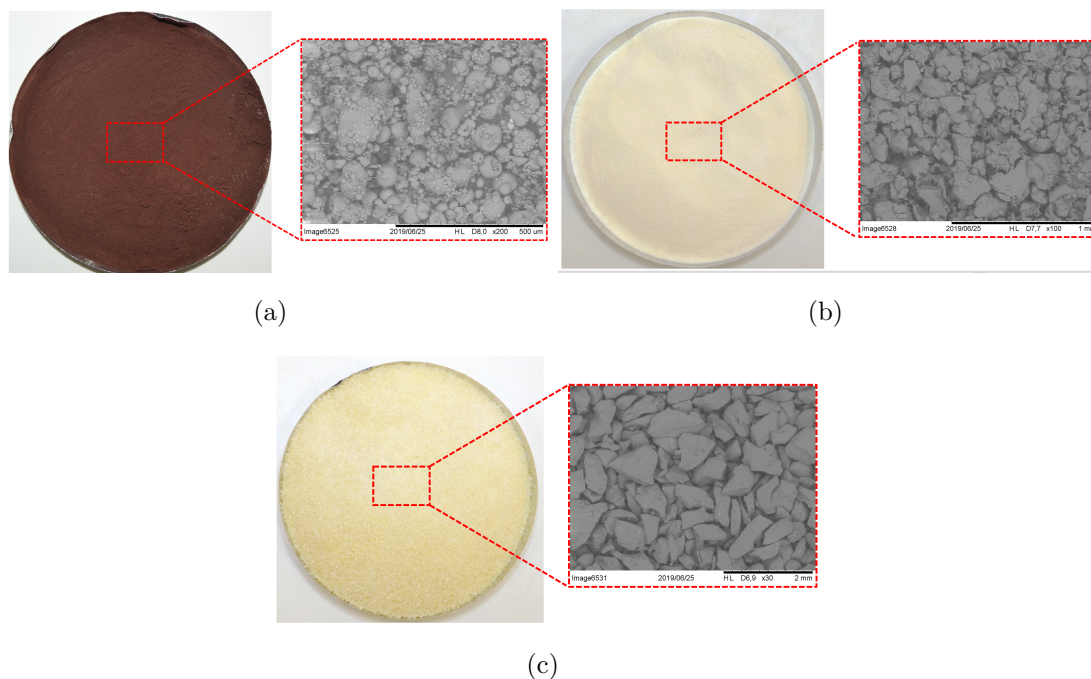


FIGURE 1.4 – Observations microscopiques des additifs utilisés (a) Hémoglobine (b) Caséine (c) Gélatine

1.3 Méthodologie et procédures d'optimisation

Nous présentons dans cette section la démarche expérimentale adoptée pour améliorer les performances des composites de béton paille. Comme il a été souligné précédemment,

deux formulations ont été retenues à partir des résultats des travaux précédents, une à base de chaux avec un rapport Eau/Liant = 1.1 et Paille/Liant = 0.2 et une autre à base de plâtre avec un rapport Eau/Liant = 1.1 et Paille/Liant = 0.4. Le but est d'optimiser ces deux formulations en se basant sur trois procédures, les deux premières concernent seulement la formulation à base de chaux et la troisième s'intéresse aux deux formulations chaux et plâtre.

1.3.1 Augmentation de la porosité de la matrice

Cette procédure consiste dans une première étape à substituer 5% de chaux en masse sèche par la poudre d'hémoglobine en gardant les mêmes fractions de la formulation de référence Eau/Liant = 1.1 et Paille/Liant = 0.2 (le protocole de fabrication sera détaillé dans la section suivante). Le composite obtenu a montré un aspect très différent par rapport à celui de référence (sans additif) (Figure 1.5(b)). Les granulats ne sont plus enrobés par le liant mais sont devenus totalement noyés dans une matrice très poreuse. Cette structure poreuse cellulaire de la matrice est principalement due aux propriétés tensioactives de l'hémoglobine qui favorisent la formation d'une mousse stable lorsque l'on mélange avec la chaux et l'eau [55]. Cet aspect qui se caractérise par un excès de liant a ensuite permis d'augmenter le rapport Paille/Liant à 0,3 et 0,4.

1.3.2 Augmentation de la porosité de la matrice et amélioration de l'interface fibre-matrice

Il s'agit ici de substituer 10% de chaux par 5% d'hémoglobine et 5% de caséine. Le rapport Paille/Liant a été conservé à 0.2 tandis que le rapport Eau/Liant a été réduit à 1 pour éviter le phénomène de ségrégation dans le composite qui a été observé pour le rapport 1.1. La figure 1.5(c) montre l'aspect du composite obtenu. La porosité inter-granulaire a disparue et le composite est devenu plus dense et plus compacte, ce qui influence de manière importante ses propriétés mécaniques et thermiques. Cela peut s'expliquer par le fait que la caséine empêche les molécules d'hémoglobine à former une mousse lorsqu'elle est utilisée au même pourcentage que ce dernier. Par conséquent, le pourcentage de l'hémoglobine a été conservé à 5% et le pourcentage de la caséine a été diminué à 2.5% (Figure 1.5(d)). En suivant la même procédure, le rapport Paille/Liant a également été augmenté à 0.3 et 0.4.

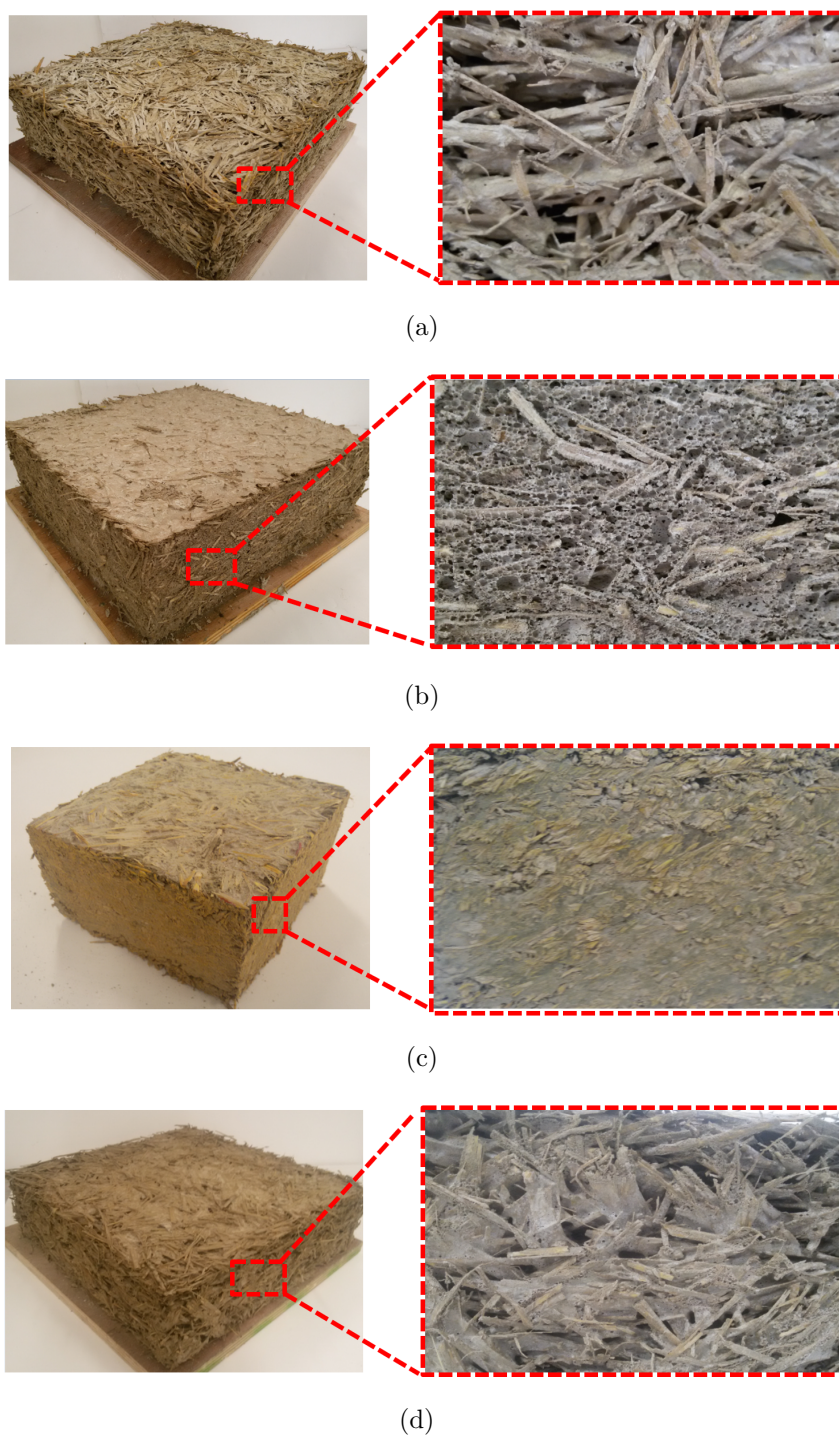


FIGURE 1.5 – Aspect des composites à base de chaux PF70 (a) Référence (b) +5% Hémoglobine (c) +5% Hémoglobine+5% Caséin (d) +5% Hémoglobine+2.5% Caséin.

1.3.3 Substitution partielle du liant minéral par un liant à base de gélatine

Cette procédure vise à substituer un pourcentage du liant minéral (chaux+eau) par un liant à base de gélatine. Ce dernier est préparé par la dissolution de gélatine en poudre dans l'eau à 50 °C en respectant un rapport Eau/Gélatine de 3 (le rapport Eau/gélatine a été déterminé en se basant sur une étude préliminaire, quatre fractions ont été testées $E/L=1$, $E/L=2$, $E/L=3$ et $E/L=4$. La fraction, $E/L=3$, sélectionnée est celle qui a permis d'assurer une liaison entre les granulats avec une quantité minimale de gélatine). En ce qui concerne l'optimisation de la formulation à base de chaux PF70, trois pourcentages de substitution ont été choisis : 10 %, 20 % et 50 %. Cette substitution était accompagnée aussi par une augmentation de la fraction Paille/Liant de 0.2 à 0.4. Dans une deuxième étape, la chaux PF70 a été remplacée totalement par la chaux Thermo. Ce dernier liant a également été substitué par le liant de gélatine en utilisant les mêmes pourcentages précédents (10 %, 20 % et 50 %) et de même en augmentant le rapport Paille/Liant de 0.2 à 0.4. Pour la formulation à base de plâtre, le liant a été substitué par deux pourcentages : 10 % et 20 % en conservant le rapport Paille/Liant à 0.4.

1.4 Élaboration des composites

La fabrication des biocomposites a été réalisée en deux étapes :

Préparation des liants : pour la première et la deuxième procédure, les constituants ont été mélangés à sec pendant 5 min à une vitesse de 140 tr/min en utilisant un malaxeur électrique, l'eau a été ajoutée progressivement pendant 2 min en gardant la même vitesse. Ensuite, la vitesse de malaxage a été augmentée à 240 tr/min pendant 3 min afin de favoriser l'entraînement d'air (Figure 1.6(a)).

En ce qui concerne la troisième procédure, d'une part, la chaux (ou le plâtre) a été mélangée avec l'eau pendant 2 min à une vitesse de 140 tr/min. D'autre part, l'eau a été chauffée à 50 °C, puis la gélatine a été ajoutée et mélangée pendant 2 minutes à la même vitesse jusqu'à la disparition des grains. Enfin, le liant de gélatine a été ajouté au liant de chaux (ou de plâtre) (Figure 1.6(b)) et l'ensemble a été mélangé pendant 2 min à 285 tr/min.

Préparation du mélange liant+paille : pour les trois procédures, après la préparation des liants, la paille est introduite dans le malaxeur horizontal à béton avec l'eau de pré-mouillage pour un malaxage pendant 1 min. Ensuite, le liant préparé précédemment est

ajouté et l'ensemble est mélangé pendant 5 min (Figure 1.6(c) et 1.6(d)) avant la récupération du mélange homogénéisé.

Des blocs de $30 \times 30 \times 10 \text{ cm}^3$ ont été préparés à partir de ces différents mélanges sans compactage et sans vibration. Les matériaux ont été nommés selon leurs constituants comme indique le Tableau 1.1. Les composites à base de chaux ont été conservés dans une salle humide à $T=20 \text{ °C}$ et $Hr= 65\%$ pendant 28 jours. Les composites à base de plâtre ont été mis dans une étuve à une température de 45 °C jusqu'à stabilisation de leur masse afin d'éviter l'apparition des micro-organismes, puis ont été stockés dans la même salle contrôlée pendant 28 jours. Après avoir terminé la période de cure, les composites ont été découpés pour obtenir des échantillons de $20 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ (Figure 1.7) pour la caractérisation thermique et mécanique. Une étude physico-chimique a également été réalisée pour comprendre les mécanismes microstructuraux à l'origine du comportement macroscopique des biocomposites.



FIGURE 1.6 – Processus de fabrication des composites (a)Préparation du liant avec l'hémoglobine et la caséine (c) Préparation du liant avec gélatine (d) Mélange des constituants

Formulation		Rapport massique (kg/kg)			
Désignation courte	Désignation longue	P/L	H/L	C/L	LG/L
PF0	PF70_Référence_P/L=0,2	0,2	-	-	-
PF1	PF70 +5% H_P/L=0,2	0,2	0,05	-	-
PF2	PF70+5% H_P/L=0,3	0,3	0,05	-	-
PF3	PF70+5% H_P/L=0,4	0,4	0,05	-	-
PF4	PF70+5% H+5% C_P/L=0,2	0,2	0,05	0,05	-
PF5	PF70+5% H+2,5% C_P/L=0,3	0,3	0,05	0,025	-
PF6	PF70+5% H+2,5% C_P/L=0,4	0,4	0,05	0,025	-
PF10	PF70+10%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,1
PF20	PF70+20%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,2
PF50	PF70+50%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,5
TH10	Thermo+10%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,1
TH20	Thermo+20%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,2
TH50	Thermo+50%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,5
PL0	Plâtre_Reference_P/L=0,4	0,4	-	-	-
PL10	Plâtre+10%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,1
PL20	Plâtre+20%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,2

P/L : Paille/Liant, E/L : Eau/Liant, H/L : Hémoglobine/Liant, C/L : Caséine/Liant,
 LG : Liant de gélatine, L : Liant (chaux ou plâtre)

TABLE 1.1 – Dosage des composites élaborés



FIGURE 1.7 – Préparation des échantillons

1.5 Caractérisation des composites

1.5.1 Conductivité thermique et comportement mécanique à la compression

La conductivité thermique a été mesurée en utilisant le conductivimètre NeoTIM basé sur la technique du fil chaud. Les mesures ont été effectuées dans la direction perpendiculaire au sens du coulage et sur des échantillons de $20 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ (Figure 1.8(a)). Ce sens est bien celui du transfert thermique du bloc lors de son utilisation dans la paroi. La sonde a été placée dans cinq positions différentes pour prendre en compte le caractère fortement hétérogène du matériau (Figure 1.8(b)). Le test a été répété trois fois dans chaque position.

Le comportement mécanique des composites a été évalué dans le sens privilégié par les fibres pendant le coulage (qui est aussi la direction de sollicitation du composite lors sa mise en œuvre). Des essais de compression uni-axiale ont été effectués sur des échantillons de $20 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ en utilisant une presse IGM d'une capacité de 250 KN avec une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min.

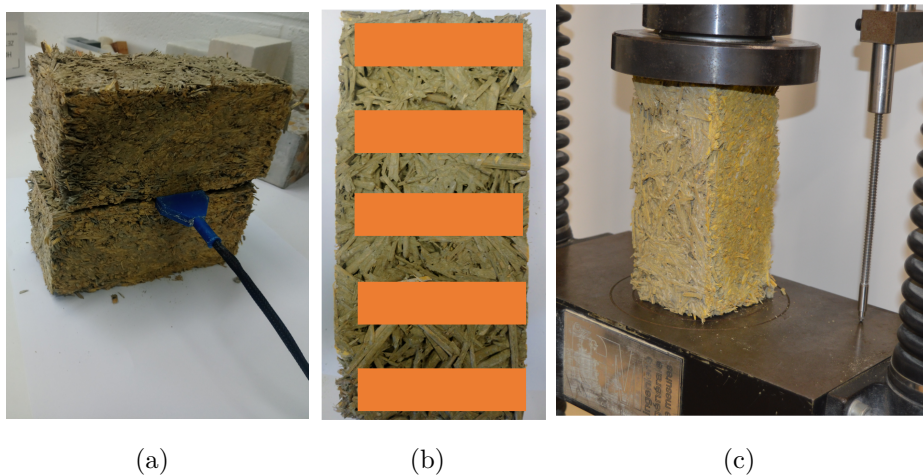


FIGURE 1.8 – Caractérisation thermique et mécanique (a) test thermique (b) emplacements de la sonde (c) test de compression uni-axial

1.5.2 Analyse microscopique et minéralogique (MEB-DRX-ATG)

Dans le but d'évaluer l'effet des additifs sur la composition et la structure des liants, différentes analyses ont été effectuées. Des analyses thermogravimétriques ont été réalisées

à l'aide d'un appareil LINSEIS STA PT-1000 sous atmosphère inerte. Des échantillons prélevés au cœur des matériaux sont broyés en poudre et placés dans un creuset en alumine (environ 60 mg). Ils sont chauffés de la température ambiante (20 °C) jusqu'à 1000 °C à une vitesse de chauffe de 5 °C/min. D'autre part, la composition minéralogique des échantillons a été étudiée en se basant sur les analyses de diffraction des rayons X (DRX) à l'aide du diffractomètre Philips PW-1830. Les conditions d'analyse étaient les suivantes : rayonnement $CuK\alpha 1$ ($\lambda = 1.78897\text{\AA}$), la zone explorée de $2-60^\circ 2\theta$, tension de 40 kV, intensité du courant de 15 mA. Enfin, la morphologie de surface et la structure de différents spécimens ont été observées par microscopie électronique à balayage (MEB).

1.6 Résultats et discussion

1.6.1 Conductivité thermique des composites

La Figure 1.9 présente les valeurs mesurées de la conductivité thermique à l'état humide et à l'état sec (nous avons choisi cette désignation à l'état des échantillons après la cure (humide)), et après séchage à l'étuve jusqu'à stabilité de masse. Nous pouvons constater que les valeurs enregistrées à l'état humide sont plus élevées que à l'état sec pour les différentes formulations aussi bien pour la chaux que le plâtre. L'écart est compris entre 11 et 25% selon les différents mélanges. Cela s'explique par la forte capacité d'absorption de vapeur d'eau des matériaux à base de granulats végétaux. Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature, comme Collet et al [56] qui ont montré que l'écart entre la conductivité thermique de béton de chanvre à l'état sec et un état humide ($H_r=90\%$) varie entre 15% et 20%. Dans une autre étude similaire sur le béton de chanvre, Gourlay et al [57] ont remarqué que la conductivité thermique augmente de 60% à 75% entre un état sec et un état saturé. Taoukil et al [58] ont étudié l'influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique d'un béton à base de granulats de bois. Ils ont trouvé que le rapport entre la conductivité thermique à l'état saturé et celle à l'état sec varie entre 2.44 et 2.76 selon les constituants du mélange.

Il est clairement démontré en comparant ces résultats que la substitution du liant par 5% d'hémoglobine a engendré une diminution significative de la conductivité thermique. Elle a été réduite de 0.075 W/m.K (référence) à 0.054 W/m.K (PF1) grâce à la porosité créée dans la matrice. Nous pouvons remarquer également que malgré l'augmentation de la fraction Paille/Liant de 0.2 à 0.3 et à 0.4, la conductivité thermique reste la même. Cela peut s'expliquer par le fait que la matrice poreuse a une conductivité équivalente à

celle de la paille. En revanche, dans le cas de la deuxième procédure, comme attendu pour la première formulation (PF4) où nous avons remplacé 10% de la chaux par 5% d'hémoglobine et 5% de caséine, la conductivité thermique a augmenté pour dépasser même celle de la formulation de référence. Elle atteint 0.091 W/m.K contre 0.075 W/m.K de la formulation de référence. Cela est justifié par la disparition de la porosité de la matrice et la porosité intergranulaire comme il a été indiqué précédemment. La réduction de pourcentage de substitution de caséine à 2.5% et l'augmentation du rapport Paille/Liant à 0.3 et 0.4 ont permis de retrouver des valeurs plus intéressantes au voisinage de celles obtenues dans le cas de la première procédure d'adjuvantation par ajout d'hémoglobine. Enfin, le remplacement du liant minéral par le liant de gélatine et l'augmentation de la fraction massique de granulats végétaux Paille/Liant de 0.2 à 0.4 ont entraîné une diminution de la conductivité thermique à l'état humide et à l'état sec. Par exemple, pour un pourcentage de remplacement de 50%, la valeur moyenne de la conductivité thermique sèche est de $0,059$ et $0,057 \text{ W/m.K}$, respectivement pour les composites à base de chaux PF70 et de chaux Thermo. Cette conductivité thermique est diminuée de 21% et 22% par rapport aux composites de référence. Il semble que l'augmentation du pourcentage de substitution n'a pas une influence importante sur la diminution de la conductivité thermique des matériaux. L'évolution est similaire entre les deux types de chaux. Dans le cas des composites à base de plâtre, la conductivité thermique est passée de $0,064 \text{ W/m.K}$ à $0,058 \text{ W/m.K}$ et de $0,057 \text{ W/m.K}$ pour un pourcentage de remplacement de 10% et 20 %, respectivement. En général, les valeurs de la conductivité thermique obtenues pour les formulations optimisées sont compétitives par rapport à celles trouvées dans la littérature pour d'autres biocomposites à base de chaux ou de bio-liants (Tableau 1.2). Par rapport aux composites à matrice cimentaire, la différence est importante de 20% à 130%, ce qui montre la pertinence des formulations proposées dans ce travail. De plus, ces résultats montrent que les composites peuvent être considérés comme des matériaux d'isolation thermique selon la norme française NFP 75-101.

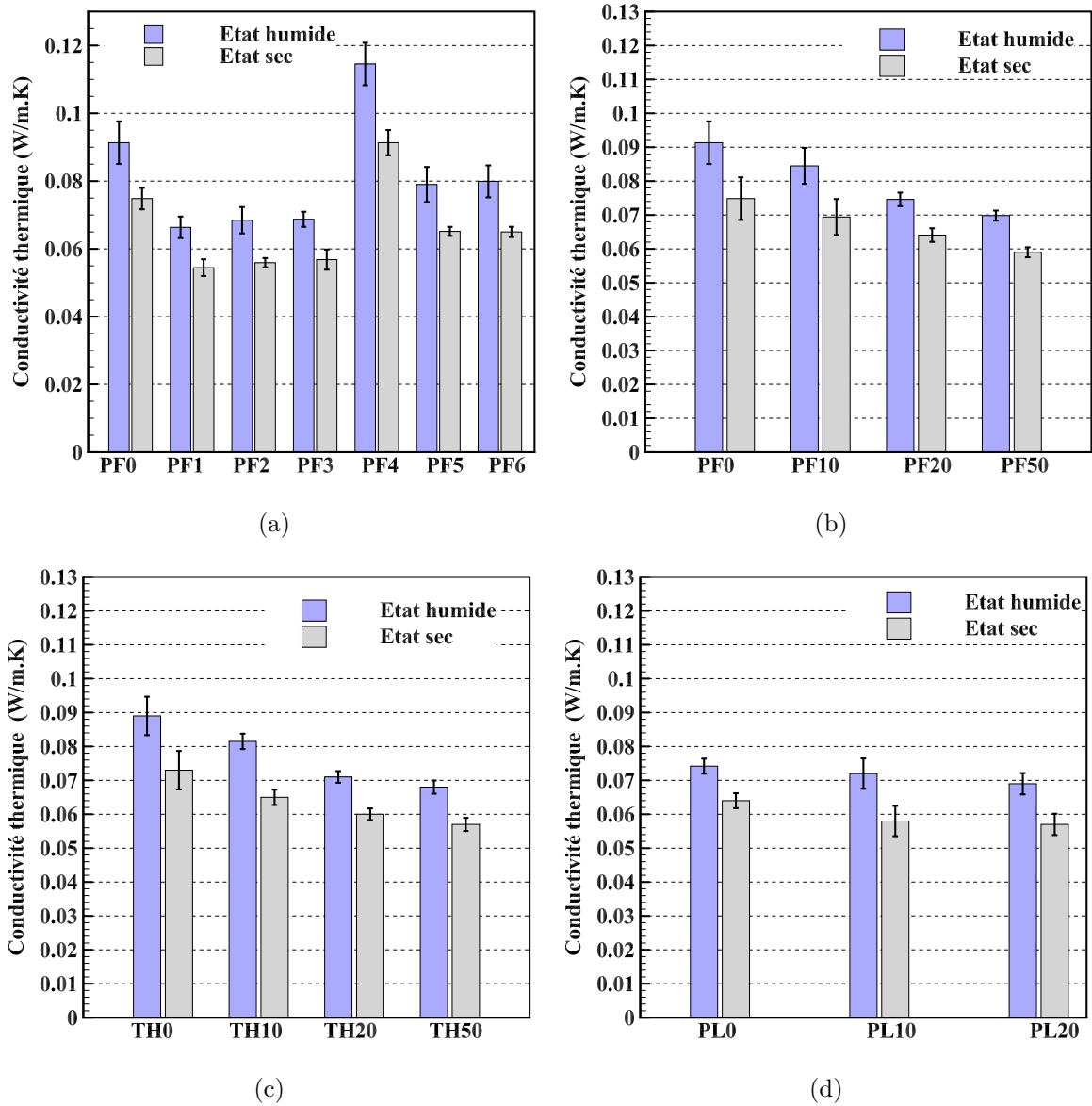


FIGURE 1.9 – Conductivité thermique des composites à l'état sec et à l'état humide (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine

Matériaux	$\lambda(W/m.K)$	Références
Chaux (PF70)+Hémoglobine+Paille	0.054-0.057	Présente étude
Chaux (PF70)+Hémoglobine+caséine+Paille	0.065	Présente étude
Chaux (PF70)+Gélatine+Paille	0.059-0.069	Présente étude
Chaux (Thermo)+Gélatine+Paille	0.057-0.065	Présente étude
Plâtre+Gélatine+Paille	0.057-0.058	Présente étude
Chaux +Chanvre	0.09-0.16	Collet et al [56]
Chaux+Chanvre	0.138	Walker et al [15]
Pouzzolane+Tournesol	0.132	Magniont [59]
Chitosane + Tournesol	0.056	Mati-Baouche et al [23]
Amidon + Chanvre	0.049	Umurigirwa-Vasseur [22]
Liant Protéique + Lin	0.1-0.14	EL Hajj et al [25]
Liant extrait de la paille de blé+Chanvre	0.071-0.076	Collet et al [29]
Ciment au phosphate de magnésium+Tige de maïs	0.051-0.643	Ahmad et al [60]
Ciment + Granulats de bois	0.24-0.54	Akkoui [6]
Ciment + Paille	0.75-1.32	Bedrina et al [61]

TABLE 1.2 – Comparaison de la conductivité thermique des composites élaborés dans la présente étude avec celle trouvée dans la littérature

Sur la Figure 1.10, les résultats présentent une relation attendue entre la conductivité thermique et la masse volumique. Pour les différents composites, la conductivité thermique augmente lorsque la masse volumique apparente augmente. La même tendance a été observée à l'état humide et à l'état sec. Dans la première procédure, la densité apparente est passée de 447 kg/m^3 pour le PF0 à 270 kg/m^3 pour le PF3, ce qui représente une diminution d'environ 40%. Ceci est attribué à l'augmentation des vides : porosité de la matrice et porosité apporté par l'augmentation du pourcentage en masse de granulats dans le mélange. Une diminution similaire a été observée dans le cas de la deuxième procédure (à l'exception de PF5). La substitution partielle du liant minéral par un liant à base de gélatine d'une faible masse volumique et l'augmentation du rapport Paille/Liant ont entraîné une diminution d'environ 36% de la masse volumique des composites à base de chaux PF70 et Thermo. Dans le cas des composites à base de plâtre, la substitution du liant minéral par le liant de gélatine n'a pas entraîné une diminution significative de la masse volumique, puisque le rapport Paille/Liant n'a pas été modifié par rapport à la formulation de référence.

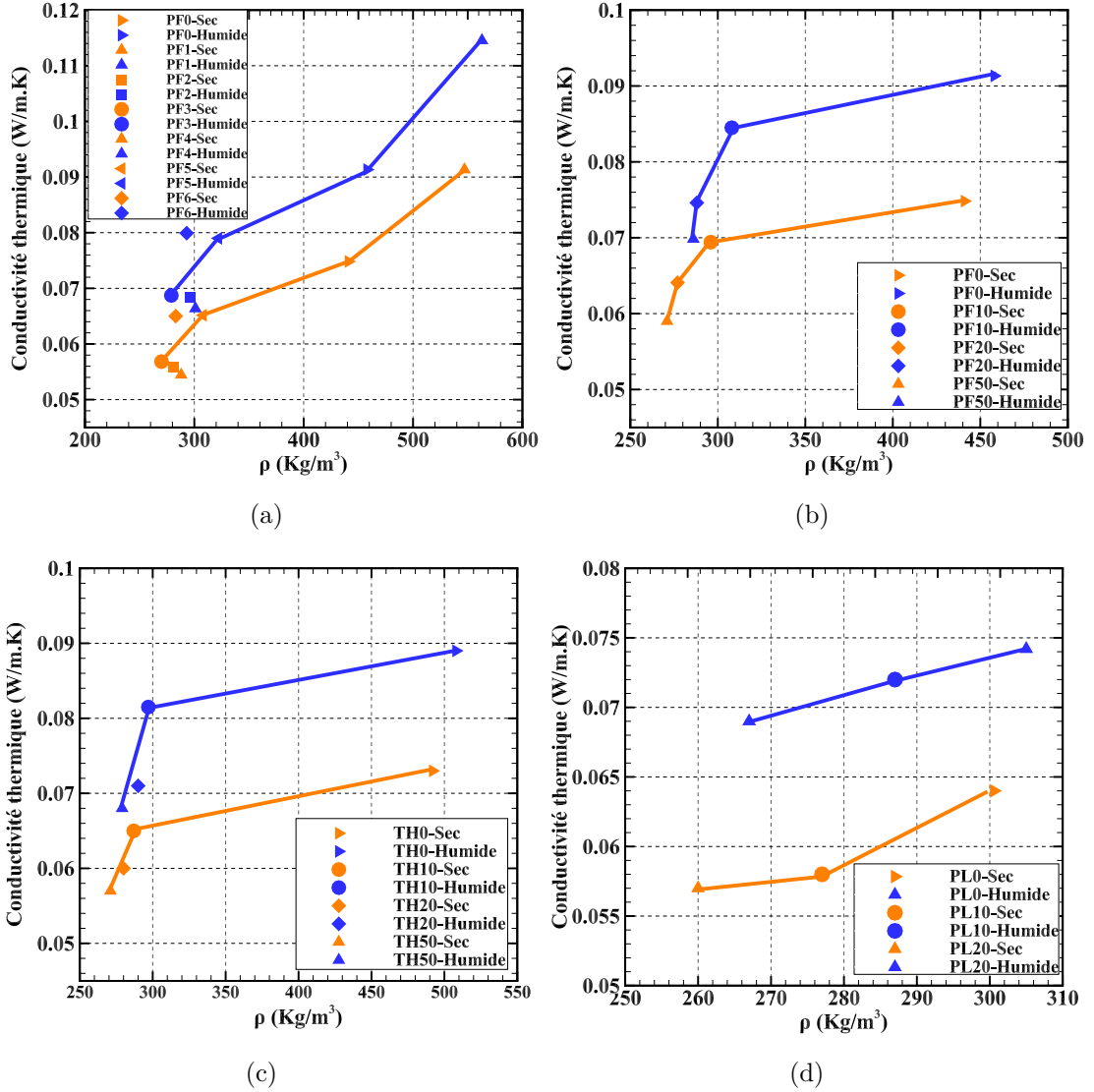


FIGURE 1.10 – Variation de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine

1.6.2 Comportement mécanique des composites

La Figure 1.11 présente les courbes de contrainte-déformation déterminées à partir des essais de compression uniaxiale des composites étudiés. La tendance des courbes est similaire pour les différents matériaux. Chaque courbe présente trois zones : une zone élastique, où le liant supporte l'effort de compression exercé, une zone non linéaire qui traduit la fissuration progressive du liant jusqu'à la rupture. La zone post-pic correspond à la par-

tie où le liant est totalement endommagé et l'effort est reporté par les fibres végétales. La rupture des composites est comprise entre une déformation de 10 % et 20 % selon le dosage de chaque formulation. Le même comportement a été observé par Amziane et Arnaud 2013 [62] pour le béton de chanvre.

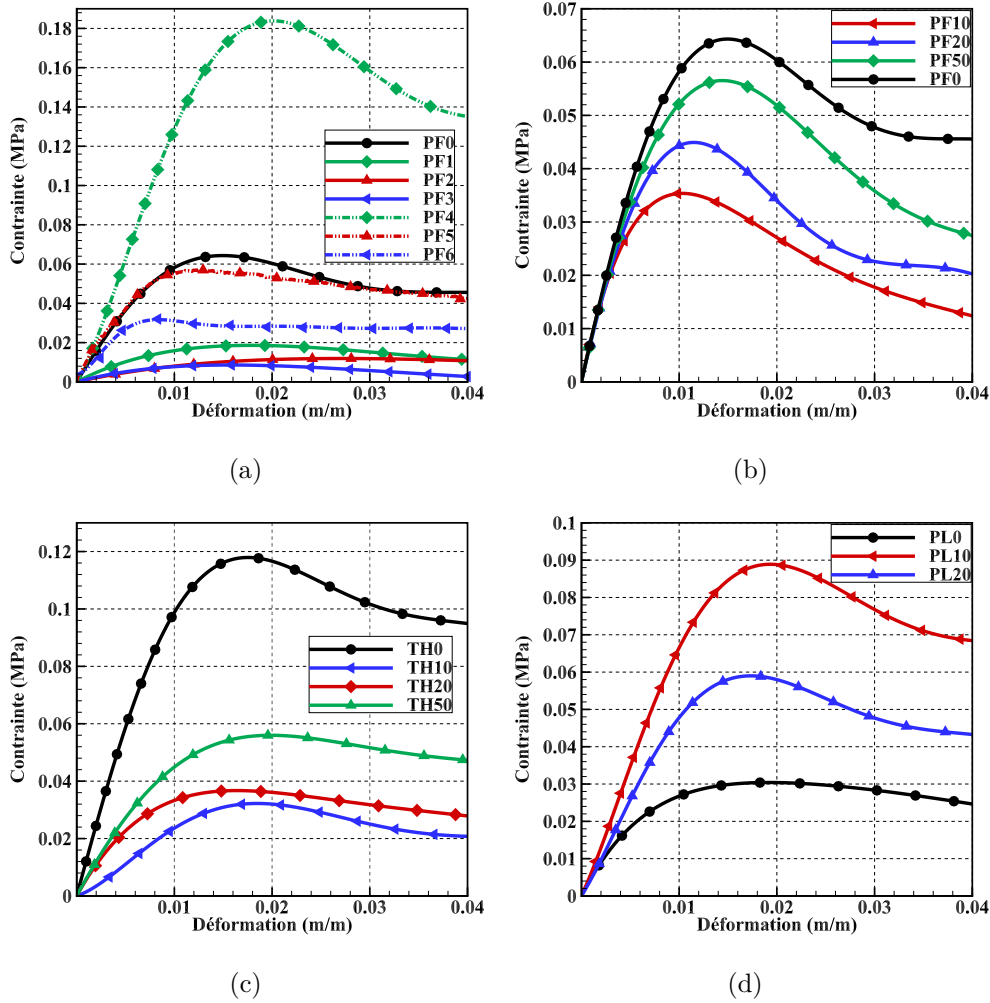


FIGURE 1.11 – Comportement mécanique des différents composites élaborés (a) Chaux PF70 avec l'hémoglobine et la caséine (b) Chaux PF70 avec le liant de gélatine (c) Chaux Thermo avec le liant de gélatine (d) Plâtre avec le liant de gélatine

Le Tableau 1.3 regroupe les propriétés mécaniques des différents composites. La résistance mécanique de chaque matériau a été déterminée à partir des courbes de contrainte-déformation. Elle correspond à la contrainte maximale qui conduit à la rupture des matériaux. Le module d'Young a été mesuré dans la première partie linéaire de la courbe (zone élastique). Il est clair que la résistance à la rupture des formulations de référence

(hormis le PF5 et les formulations à base de plâtre) est supérieure à celle des formulations optimisées, puisque basées sur un faible rapport Paille/Liant (quantité de liant élevée). Pour la première procédure, la résistance à la compression a été fortement diminuée suite à la porosité créée. En effet, malgré l'avantage de l'hémoglobine en termes de conductivité thermique, son introduction a engendré une fragilisation de la matrice de liant à cause de cette structure poreuse créée (Figure 1.12(a)) [46]. L'augmentation du rapport Paille/Liant a diminué encore la résistance des composites. L'ajout de la caséine dans la deuxième procédure a permis d'améliorer les résistances en comparant avec celles de la première procédure. À titre d'exemple, pour un même rapport Paille/Liant=0.3, la résistance est augmentée de 0.013 MPa à 0.058 MPa.

Il est important de noter également que dans le cas de la troisième procédure, la résistance de composite de référence à base de la chaux Thermo (TH0) est deux fois plus grande que celle de même composite à base de la chaux PF0. Cette augmentation peut être justifiée par la durée de séchage courte de la chaux Thermo et qui est dû à sa composition différente de la chaux PF 70. Par ailleurs, on observe que la résistance des composites contenant le liant de gélatine évolue proportionnellement avec le pourcentage de substitution. La résistance augmente avec l'augmentation du pourcentage de substitution que ce soit pour la chaux PF70 ou la chaux Thermo. Cela est dû essentiellement au pouvoir collant du liant formé (chaux+gélatine) qui permet de créer des liaisons plus fortes entre les granulats quand le pourcentage de gélatine est élevé (Figure 1.12(b)).

La substitution de 10 % de plâtre par le liant de gélatine a permis d'augmenter la résistance à la compression de 0.031 MPa à 0.089 MPa. Cependant pour un pourcentage de substitution plus élevé de 20 %, cette résistance a été réduite à 0.06 MPa. En effet, les images de la microstructure (Figure 1.12(c) et 1.12(d)) montrent que le mélange du liant de gélatine avec le plâtre conduit à une matrice avec une structure cellulaire qui devient plus remarquable lorsque le pourcentage de substitution augmente. Par conséquent, le liant devient plus fragile malgré son pouvoir collant.

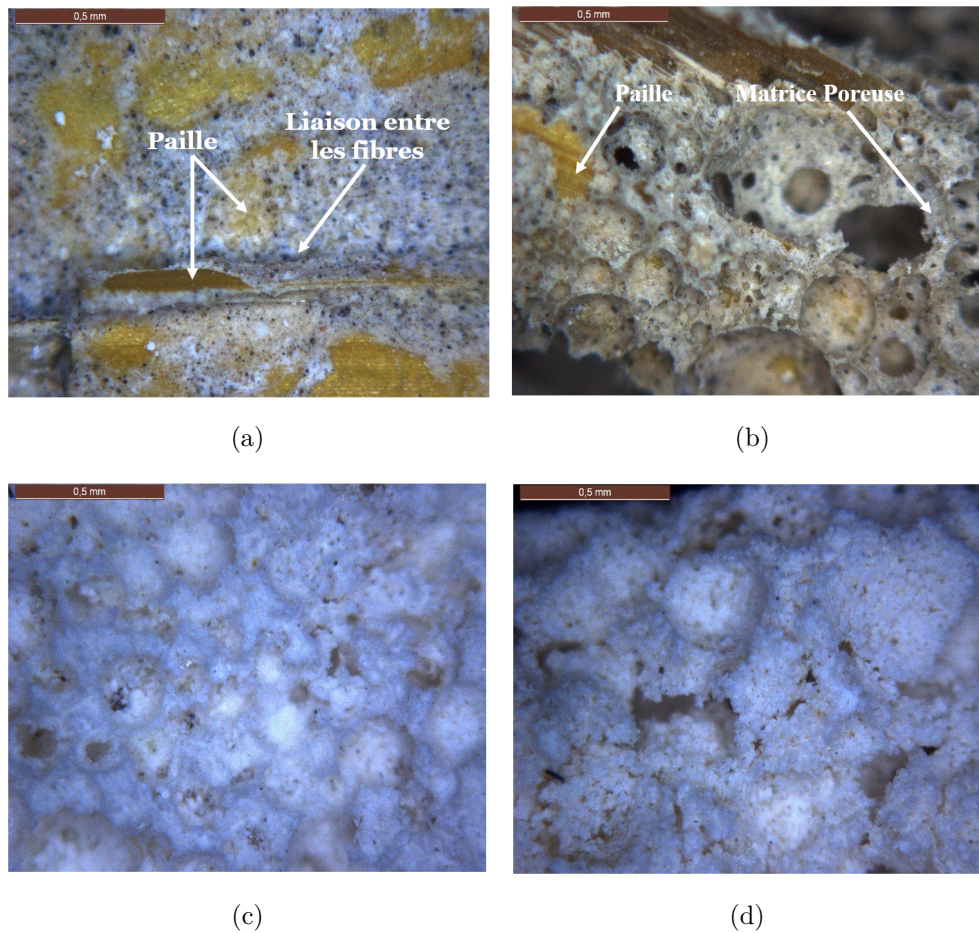


FIGURE 1.12 – Observation microscopique de (a) PF1 (b) PF20 (c) matrice du composite PL10 et (d) matrice du composite PL20

La variation du module d'Young suit la même tendance que la résistance à la compression. Les valeurs sont comprises entre 1.22 et 11.82 MPa. La plupart de ces valeurs sont supérieures à 3 MPa, valeur définie par les règles professionnelles françaises pour le béton de chanvre (pour une application en toiture) [63].

Les résistances obtenues sont inférieures à celles de la littérature pour le béton de chanvre qui sont comprises entre 0,2 et 0,8 MPa [2] [58] [2] [11] [57].

Les valeurs faibles de la résistance à la compression des différents composites ne les qualifient pas une utilisation comme des matériaux porteurs. Cependant, la mise en place de ces composites en briques maçonnées pour construire un mur d'isolation intérieur ou extérieur exige la nécessité de supporter au moins les efforts de leurs poids propres. Pour cela, et dans l'absence d'exigences minimales dans les normes françaises sur les performances mécaniques des isolants thermiques, nous avons vérifié selon la norme NF EN 1992-1-1

pour chaque composite sa capacité à supporter le poids propre $\sigma_{pp(h=3m)}$ d'un mur de 3 m de hauteur.

Le Tableau 1.3 indique également que cette condition a été bien vérifiée pour les différents composites étudiés à l'exception d'un seul composite (PF3). En effet, la résistance à la rupture est supérieure de 3 à 8 fois par rapport à la contrainte due au poids propre. De plus, les déformations $\epsilon_{pp(h=3m)}$ induites sont comprises entre $1.4.10^{-3}$ et $9.7.10^{-3}$, ce qui est admissible par rapport à l'exigence de la norme.

<i>Composites</i>	$\sigma_{rupture}(MPa)$	$E(MPa)$	$\sigma_{pp(h=3m)}(MPa)$	$\epsilon_{pp(h=3m)}$
PF0	0,064	8,02	0,018	0,0023
PF1	0,021	2,52	0,012	0,0047
PF2	0,013	1,22	0,012	0,0097
PF3	0,009	1,41	0,011	0,0078
PF4	0,184	9,44	0,022	0,0024
PF5	0,058	6,7	0,013	0,0019
PF6	0,033	2,82	0,012	0,0041
PF10	0,036	7,54	0,012	0,0016
PF20	0,045	7,39	0,011	0,0015
PF50	0,058	7,29	0,011	0,0016
TH0	0,118	11,82	0,02	0,0017
TH10	0,033	1,7	0,012	0,0069
TH20	0,037	5,25	0,012	0,0022
TH50	0,057	5,8	0,011	0,0019
PL0	0,031	6,88	0,01	0,0014
PL10	0,089	5,38	0,011	0,0021
PL20	0,06	4,05	0,01	0,0025

TABLE 1.3 – Propriétés mécaniques des biocomposites

1.7 Choix des formulations optimales

Après la synthèse des résultats précédents, il est possible de sélectionner des formulations optimales en termes de performance thermique et mécanique en respectant les objectifs de ce travail. Les différents composites ont été classés selon leur conductivité thermique et leur résistance mécanique à la compression. Les résultats obtenus sont illustrés dans

le Tableau 1.4. Les meilleurs compromis sont obtenus dans le cas de PL10, PL20, TH50, PF50 et PF5. Néanmoins, pour des raisons économiques, nous avons sélectionné en plus de PF5 deux formulations qui contiennent moins de gélatine : PF20 et PL10. Ces trois formulations feront l'objet d'une caractérisation approfondie dans les chapitres subséquents.

<i>Composites</i>	$\sigma_{rupture}(MPa)$	$\lambda(W/m.K)$	<i>Classement</i>
PF0	+	++	7 ^{ème}
PF1	+++++	+	7 ^{ème}
PF2	+++++	+	8 ^{ème}
PF3	+++++	+	8 ^{ème}
PF4	+	+++++	8 ^{ème}
PF5	+++	+++	3^{ème}
PF6	++++	+	5 ^{ème}
PF10	++	+	6 ^{ème}
PF20	++++	++	4^{ème}
PF50	+++++	+++	2 ^{ème}
TH0	+	+++++	7 ^{ème}
TH10	++++	+	5 ^{ème}
TH20	++++	+	5 ^{ème}
TH50	+++++	+++	2 ^{ème}
PL0	++++	+	6 ^{ème}
PL10	+++++	++++	1^{ème}
PL20	+++++	+++	2 ^{ème}

+++++ : Excellente performance + : Faible performance

TABLE 1.4 – Classement des composites selon la conductivité thermique et la résistance mécanique à la compression

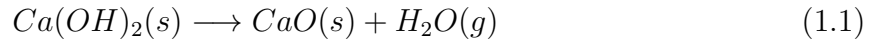
1.8 Effets des additifs sur la microstructure et la minéralogie des liants

Dans l'objectif d'étudier l'effet des additifs sur la carbonatation de deux types de chaux et l'hydratation de plâtre d'une part et comprendre les mécanismes physico-chimique microstructuraux d'autre part, des analyses thermogravimétriques (ATG), de diffracto-

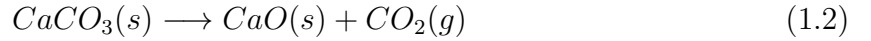
métries de rayon X (DRX) et des observations de microscope à balayage (OMEB) ont été effectuées. Ces analyses ont été menées sur des échantillons avec et sans additifs ainsi que sur les liants bruts (non hydratés). La Figure 1.13(a) et 1.13(b) présentent les courbes de perte de masse et de DTG obtenues pour les matériaux à base de chaux.

Comme dans la littérature, quatre phases peuvent être observées [64] :

- $T_{\text{ambiante}} - 200\text{ }^{\circ}\text{C}$: évaporation de l'eau libre
- $200\text{ }^{\circ}\text{C} - 380\text{ }^{\circ}\text{C}$: décomposition des additifs (hémoglobine, caséine et gélatine)
- $400\text{ }^{\circ}\text{C} - 500\text{ }^{\circ}\text{C}$: déshydratation de la portlandite selon l'équation suivante :



- $500\text{ }^{\circ}\text{C} - 850\text{ }^{\circ}\text{C}$: décarbonatation de la calcite selon l'équation suivante :



Les quantités de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et de CaCO_3 ont été calculées à partir des courbes de perte de masse en utilisant les relations 1.3 et 1.4 [19] :

$$\text{Ca}(\text{OH})_2\% = (ML_{400} \circ_{C-500} \circ_C) \times k_1 \quad (1.3)$$

$$\text{CaCO}_3\% = (ML_{500} \circ_{C-850} \circ_C) \times k_2 \quad (1.4)$$

Avec :

$$k_1 = \frac{Mw(\text{Ca}(\text{OH})_2)}{Mw(\text{H}_2\text{O})} \quad (1.5)$$

$$k_2 = \frac{Mw(\text{CaCO}_3)}{Mw(\text{CO}_2)} \quad (1.6)$$

M_w : la masse molaire

ML : perte de masse (mass loss)

Le taux de carbonatation est donné par :

$$T_{\text{carb}} = \frac{CH_{\text{carb}}}{CH_{\text{carb}} + CH_{\text{liant}}} \quad (1.7)$$

$$CH_{\text{carb}} = (CC_{\text{liant}}) \times k_3 \quad (1.8)$$

$$k_3 = \frac{Mw(\text{Ca}(\text{OH})_2)}{Mw(\text{CaCO}_3)} \quad (1.9)$$

CC_{liant} : Quantité de calcite dans le liant de chaux (hydraté)

$$CC_{liant} = ((ML_{500} \circ C_{-850} \circ C) \times k_2) - ((CC_{LB}) \times (\%chaux)) \quad (1.10)$$

CC_{LB} : Quantité de calcite dans le liant de chaux brute (non hydraté)

CH_{libre} : Portlandite libre présente dans le liant

$$CH_{libre} = (ML_{400} \circ C_{-500} \circ C) \times k_1 \quad (1.11)$$

CH_{liant} : Portlandite totale présente dans le liant

$$CH_{liant} = CH_{carb} + CH_{libre} \quad (1.12)$$

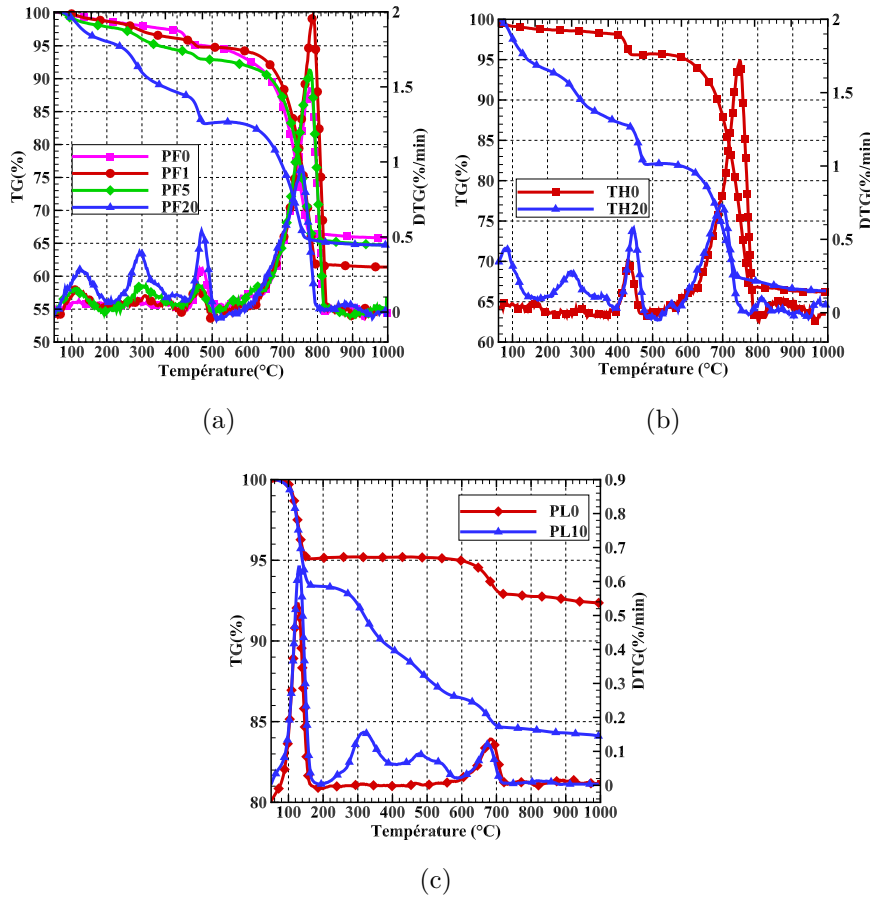


FIGURE 1.13 – Analyse thermogravimétrique des liants à base de (a) chaux PF70 (b) chaux Thermo (c) plâtre

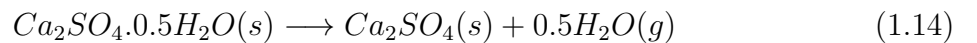
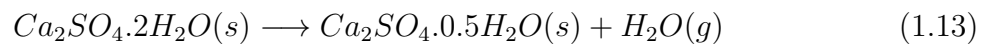
Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau 1.5. Pour la chaux PF70, le taux de carbonatation atteint 76.56% dans le cas du matériau de référence PF0. Il passe à 90.74% et 88.18% respectivement pour PF2 et PF5. En effet, la porosité créée par ajout d'hémo-

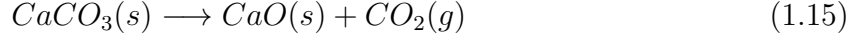
globine favorise la diffusion de CO_2 dans le matériau à l'état durci et par conséquent un degré de carbonatation plus élevée. L'ajout du liant à base de gélatine a réduit le taux de carbonatation à 56% (PF20). Une diminution similaire a été observée dans le cas de la chaux Thermo. Le taux de carbonatation est réduit de 70% pour l'échantillon de référence TH0 à 50% pour TH20. Cela peut s'expliquer par le fait que la gélatine se polymérise et forme un film mince qui ralentit la diffusion de CO_2 dans le matériau.

Échantillon	$Ca(OH)_2$ (%)	$CaCO_3$ (%)	Taux de carbonatation (%)
Chaux PF70 (brute)	40.29	20.3	–
PF0 (Référence)	10.29	65.96	76.56
PF2(PF70+5%H)	4.11	75.06	90.74
PF5 (PF70+5%H+2.5%C)	4.52	66.18	88.18
PF20(PF70+20%LG)	14.81	41.85	55.94
Chaux Thermo (brute)	40.21	8.84	–
TH0(Référence)	9.36	64.41	81.04
TH20(Thermo+20%LG)	19.67	32.68	49.10

TABLE 1.5 – Effet des additifs sur la carbonatation des chaux

La Figure 1.13(c) montre les résultats obtenus pour les liants à base de plâtre. Deux phases ont été détectés dans le cas de l'échantillon de référence comme annoncé dans la littérature [65, 66]. La première située entre 80 °C et 200 °C due à la déshydratation de plâtre (équations 1.13, 1.14) et la deuxième entre 500 °C et 700 °C attribué à la décarbonatation de calcite (équation 1.15). Pour l'échantillon PL10, un troisième pic apparaît entre 200 °C et 380 °C associé à la décomposition de gélatine ajoutée. La perte de masse due à la désydratation de plâtre pour l'échantillon PL10 est estimée à 10%. Elle est plus grande que celle de l'échantillon de référence et par conséquent un degré d'hydratation plus grand. Wu et al [67] ont étudié l'effet d'ester polyacrylique sur le plâtre. Ils ont constaté d'après les analyses thermogravimétriques que la présence de cet additif diminue la perte de masse due à la déshydratation de plâtre ce qui traduit un faible degré d'hydratation.





La Figure 1.14 illustre les résultats de DRX obtenus pour les différents liants. Ces analyses montrent que les trois additifs n'ont pas d'effet sur la composition minéralogique des liants. Les mêmes phases ont été observées dans les liants sans et avec additifs. La portlandite $Ca(OH)_2$ et la calcite $CaCO_3$ sont les principaux minéraux détectés dans le cas des liants de chaux. Nous pouvons également remarquer sur la Figure 1.14(a) que l'intensité du pic qui correspond à la portlandite (à 18 °C) est plus grande dans le cas de PF20 tandis qu'elle prend la valeur minimale dans le cas de PF1. La même tendance a été observée pour la chaux Thermo (Figure 1.14(b)). Cela confirme les résultats de taux de carbonatation obtenus à partir des analyses TG.

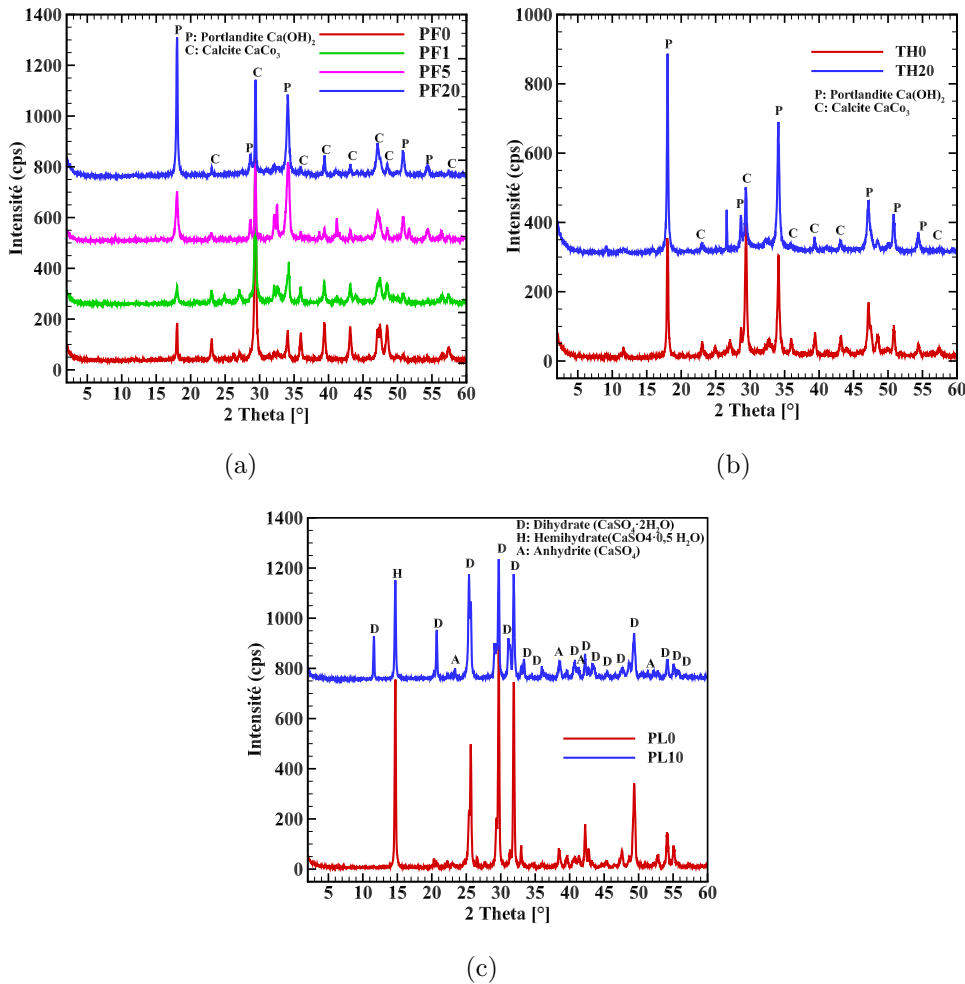


FIGURE 1.14 – Diffraction des rayons X des liants à base de (a) la chaux PF70 (b) la chaux Thermo (c) plâtre

En ce qui concerne les liants à base de plâtre, les phases minérales trouvées sont le dihydrate $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ et l'hémihydrate $CaSO_4 \cdot 0.5H_2O$. Il est clair dans la Figure 1.14(c) que l'intensité du pic (à 14.7°) qui correspond à $CaSO_4$ est plus grande dans le cas de PL10, cela confirme que le degré d'hydratation après l'ajout de gélatine est plus grand que dans le cas de référence.

Si l'on s'intéresse maintenant aux observations microscopiques, la morphologie des cristaux formés après hydratation des liants est un indicateur qui montre l'effet des additifs et en même temps explique l'impact direct sur les propriétés macroscopiques des matériaux à l'état durci. En effet, la structure microscopique des liants est illustrée dans la Figure 1.15(a). Les différents liants à base de chaux contiennent des cristaux de calcite en forme d'aiguilles à l'exception de PF5 où la caséine a été ajoutée. Dans ce cas, les cristaux sont devenus plus petits et présentent une forme arrondie (Figure 1.15(c)). Par conséquent, cette morphologie conduit à des bonnes performances mécaniques. Des résultats similaires ont été trouvés par Ventola et al [41] et Liu et al [68]. Ces derniers auteurs ont montré que la présence de caséine contrôle la morphologie et conduit à la génération de cristaux de calcite avec différentes formes, de type haltère, sphérique et elliptique. Les Figures 1.15(g) et 1.15(h) correspondent aux images obtenues pour les liants à base de plâtre. Les cristaux de $CaSO_4 \cdot H_2O$ formés dans PL0 et PL10 ne sont pas similaires. Dans le cas de l'échantillon de référence, les cristaux présentent sous forme de bâtonnet de grande taille. La modification de la forme et de la taille des cristaux est bien visible dans le cas du liant plâtre-gélatine, ce qui a également amélioré la résistance mécanique. Compte-tenu de ces résultats, le gain de performance mécanique est en lien direct avec la microstructure modifiée par l'ajout des additifs et permet de confirmer la pertinence de la formulation.

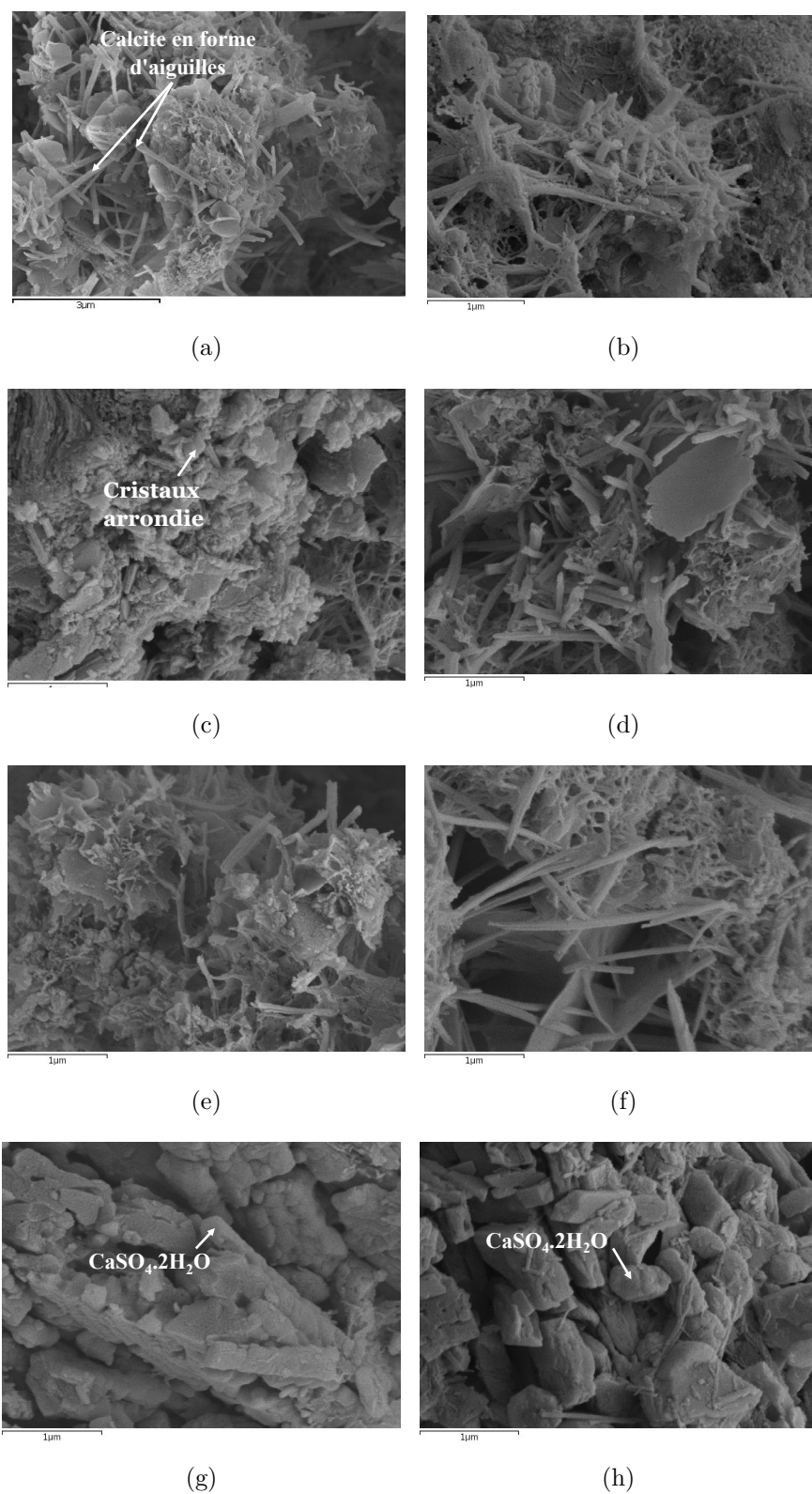


FIGURE 1.15 – Images MEB des liants (a) PF0 (b) PF1 (c) PF5 (d) PF20 (e) TH0 (f) TH20 (g) PL0 (h) PL10

1.9 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étayer la procédure d'optimisation de la formulation des biocomposites à base de paille, chaux/plâtre dans un but de réduire d'avantage la conductivité thermique tout en conservant des propriétés mécaniques suffisantes pour supporter leur poids propre.

L'ajout de 5% d'hémoglobine à la chaux a permis de réduire la conductivité thermique avec une diminution drastique de la résistance mécanique. Par ailleurs, la combinaison de 5% d'hémoglobine avec 5% de caséine a conduit à un composite plus dense avec une résistance mécanique trois fois plus grande que celle de la formulation de référence mais avec une conductivité très élevée. C'est une piste qui reste intéressante dans le cas de développement d'un bloc porteur. Un compromis a été obtenu entre la conductivité thermique et la résistance mécanique en utilisant 5% d'hémoglobine et 2.5% de caséine selon l'objectif de la présente étude. Le mélange de liant de gélatine avec les liants minéraux a permis d'augmenter la fraction volumique des fibres dans les composites grâce à ses propriétés adhésives et par conséquent, la conductivité thermique est diminuée pour les différents composites étudiés.

Le taux de carbonatation de la chaux a été amélioré avec l'utilisation de l'hémoglobine grâce à la porosité créée qui favorise la diffusion du dioxyde de carbone dans le matériau. Bien que la gélatine ait réduit le taux de carbonatation des deux types de chaux, les résistances mécaniques obtenues pour les composites étaient acceptables et ont satisfait les critères visés grâce à ses propriétés adhésives. En revanche, le degré d'hydratation de plâtre a été légèrement amélioré en présence du liant de gélatine comme il a été observé dans les analyses TG et DRX.

Les images MEB ont montré que l'ajout de caséine conduit à la formation des cristaux de calcite en forme arrondie à l'origine de l'amélioration de la résistance mécanique des composites. De même, la gélatine entraîne un changement de la microstructure de plâtre qui conduit également à l'amélioration des propriétés mécaniques des composites. Les matériaux développés ont une conductivité thermique intéressante avec des propriétés mécaniques suffisantes pour être utilisés dans l'isolation thermique et ainsi optimiser le bilan énergétique des bâtiments.

Enfin, trois formulations ayant un bon compromis de performance thermique et mécanique ont été sélectionnées pour une caractérisation approfondie en fonction du temps de cure et vis-à-vis des conditions d'humidité et de température différentes dans les chapitres suivants.

Chapitre 2

Modélisation du comportement thermique et mécanique de béton paille

Sommaire

2.1	Méthodologie d’homogénéisation	42
2.1.1	Représentation	43
2.1.2	Localisation	44
2.1.3	Homogénéisation	46
2.1.4	Notions d’homogénéisation en conduction de chaleur	46
2.2	État de l’art sur l’homogénéisation du comportement ther- mique et mécanique des matériaux biossourcés	47
2.3	Détermination de la taille du VER	55
2.3.1	Conditions aux limites	59
2.3.2	Orientation des inclusions	59
2.3.3	Résultats et discussion	61
2.4	Description de la microstructure des composites	63
2.4.1	Fraction des différents composants de la microstructure : Micro- tomographie à rayons X	63
2.4.2	Choix de la forme, de la taille et d’orientation des inclusions . .	67
2.5	Modélisation de la conductivité thermique effective	71
2.6	Modélisation du comportement élastoplastique du biocom- posite	76

2.7 Conclusion 83

En raison de leur microstructure complexe, la prédiction des propriétés effectives des matériaux à base de granulats végétaux reste une problématique encore largement ouverte et constitue un enjeu scientifique important pour compléter les données expérimentales existantes sur ce type de matériaux et leur utilisation.

Comme il a été souligné dans le chapitre précédent, les propriétés thermiques et mécaniques des composites renforcés par les fibres végétales dépendent fortement de la fraction et de la morphologie des constituants, en particulier la teneur en liant, l'orientation et la taille de l'hétérogénéité. Il a également été signalé que l'humidité est un facteur très influençant à cause du caractère hygroscopique des matériaux. Afin de tenir en compte de ces facteurs dans l'optimisation des propriétés thermiques et mécaniques selon le type d'application visée tout en limitant les essais expérimentaux, coûteux en matière première et en temps de fabrication, le recours aux outils de modélisations paraît une solution pertinente.

Ce chapitre présente les travaux consacrés à la modélisation du comportement thermique et mécanique du béton paille en se basant sur une approche d'homogénéisation numérique et en employant une micro-structure plus représentative de l'aspect du composite réel. Le chapitre est divisé en six parties. Dans la première partie, nous exposons d'abord un rappel sur la méthodologie d'homogénéisation. Ensuite, dans la deuxième partie nous abordons une synthèse bibliographique sur la modélisation de la conductivité thermique et du comportement mécanique des composites à base des fibres végétales. La troisième partie vise à déterminer la taille du volume élémentaire représentatif en utilisant une approche basée sur la convergence des propriétés apparentes. La quatrième partie est dédiée à la description de la microstructure des composites à modéliser. Enfin, et après avoir déterminé la taille de la microstructure, la cinquième et dernière partie consiste à modéliser la conductivité thermique et le comportement mécanique non-linéaire.

2.1 Méthodologie d'homogénéisation

L'utilisation des matériaux composites a connu un essor important dans les différents domaines (automobiles, génie civil ...) grâce à leurs nombreux atouts fonctionnels. Les propriétés macroscopiques de ces matériaux sont étroitement liées aux mécanismes physiques intervenants à l'échelle de leur microstructure. Afin d'enrichir les codes de calcul de structure par des lois du comportement prédictives, l'homogénéisation peut être un outil

performant permettant de prédire les propriétés des matériaux hétérogènes en prenant en compte les informations reliées à la microstructure. Autrement dit, cette technique consiste à transformer un milieu hétérogène en un milieu homogène équivalent fictif en tenant en compte des paramètres morphologiques des phases constituantes. Le comportement de ce matériau fictif est celui qui sera utilisé par l'ingénieur pour modéliser la réponse de la structure sous les différentes sollicitations.

Cette démarche s'appuie sur trois étapes principales : la représentation, la détermination des champs locaux et l'homogénéisation.

2.1.1 Représentation

Le choix d'un volume élémentaire représentatif (VER) constitue la première étape de la technique d'homogénéisation. Ce choix repose sur la description de la microstructure réelle du matériau à modéliser. Il s'agit de décrire la forme, la distribution et l'orientation des hétérogénéités ainsi que la fraction volumique et le comportement local de chaque phase.

Une fois cette description effectuée, il convient de déterminer la taille caractéristique du VER en respectant les exigences de séparation d'échelles.

Soit :

- d : la taille caractéristique d'hétérogénéité
- l : la taille caractéristique du VER
- L : la dimension caractéristique de la structure macroscopique.

Ces paramètres doivent vérifier les deux conditions suivantes :

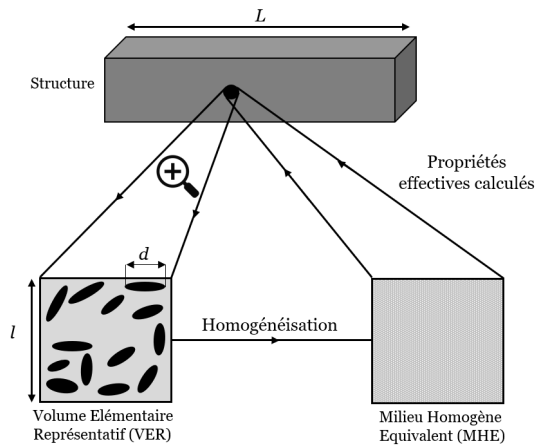


FIGURE 2.1 – Processus d'homogénéisation et description de séparation des échelles ($d \ll l \ll L$).

$-d \ll l$: Condition nécessaire pour qu'un comportement homogène puisse être affecté aux points macroscopiques de la structure constituée d'un matériau macroscopiquement homogène.

$-l \ll L$: Condition nécessaire pour que l'on puisse traiter la structure comme un milieu continue.

2.1.2 Localisation

Après avoir défini le volume élémentaire représentatif, l'étape de la localisation vise à établir un lien entre les grandeurs microscopiques et celles à l'échelle macroscopique. Il s'agit simplement de poser les équations du problème à résoudre.

Dans le cas de l'élasticité linéaire, on s'intéresse à déterminer les champs locaux de contraintes $\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x})$ et de déformations $\underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x})$ induits au sein du VER par un chargement global qui peut être une déformation $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$ ou une contrainte $\underline{\underline{\Sigma}}$ imposée.

2.1.2.1 Sollicitation homogène en déformation

On considère un VER occupant un volume $\mathbf{V}$ avec $\partial\mathbf{V}$ son contour, $\mathbf{n}$ la normale extérieure à ∂V et $\underline{\mathbf{x}}$ le vecteur position d'un point du VER. On impose un déplacement affine $\underline{u} = \underline{\underline{\mathbf{E}}}\cdot\underline{x}$ sur ∂V avec $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$ uniforme. Ce champ de déformation macroscopique $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$ est défini comme la moyenne volumique du champs de déformation $\underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x})$

$$\underline{\underline{\mathbf{E}}} = \langle \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) dV \quad (2.1)$$

Les contraintes macroscopiques $\underline{\underline{\Sigma}}$ sont définies par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\underline{\sigma}}(\underline{u}) dV \quad (2.2)$$

Le comportement local d'un matériau en élasticité linéaire s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) = \mathbb{C}(\underline{x}) : \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) \quad (2.3)$$

Avec $\mathbb{C}(\underline{x})$ est le tenseur des rigidités d'ordre 4

Le problème à résoudre à l'échelle microscopique est donc :

$$\begin{cases} \mathbf{div} \underline{\underline{\sigma}} = \mathbf{0} & (V) \\ \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) = \mathbb{C}(\underline{x}) : \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) & (V) \\ u = \underline{\underline{\mathbf{E}}}.x & (\partial V). \end{cases} \quad (2.4)$$

La solution de ce problème est le champs $\underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x})$ qui est relié au chargement macroscopique $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$ par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x}) = \mathbb{A}(\underline{x}) : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \quad (2.5)$$

où $\mathbb{A}$ est le tenseur de localisation des déformations.

2.1.2.2 Sollicitation homogène en contrainte

Dans ce cas, on impose sur ∂V des forces surfaciques $\underline{T} = \underline{\underline{\Sigma}}.n$ avec $\underline{\underline{\Sigma}}$ uniforme. Ce champ de contraintes macroscopiques $\underline{\underline{\Sigma}}$ est défini comme la moyenne volumique du champ de contraintes locales $\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x})$:

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\underline{\sigma}}(\underline{u}) dV \quad (2.6)$$

Les déformations macroscopiques $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$ sont définies par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\mathbf{E}}} = \langle \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) dV \quad (2.7)$$

Le problème à résoudre dans ce cas devient :

$$\begin{cases} \mathbf{div} \underline{\underline{\sigma}} = \mathbf{0} & (V) \\ \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) = \mathbb{C}(\underline{x}) : \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) & (V) \\ \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}).\underline{n}(\underline{x}) = \underline{\underline{\Sigma}}.\underline{n}(\underline{x}) & (\partial V). \end{cases} \quad (2.8)$$

et de la même façon que dans le cas de sollicitation en déformation, la solution s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) = \mathbb{B}(\underline{x}) : \underline{\underline{\Sigma}} \quad (2.9)$$

Avec $\mathbb{B}$ est le tenseur de localisation des contraintes.

2.1.3 Homogénéisation

L'objectif de l'étape d'homogénéisation est d'identifier la loi du comportement fictif du milieu homogène équivalent.

- Dans le cas de sollicitation en déformation homogène, en utilisant les relations de moyenne (2.1) et (2.2), la loi du comportement local (2.3) et la relation de localisation (2.5) :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}}(\underline{u}) \rangle = \langle \mathbb{C}(\underline{x}) : \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{u}) \rangle = \langle \mathbb{C}(\underline{x}) : \mathbb{A}(\underline{x}) : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \rangle = \langle \mathbb{C} : \mathbb{A} \rangle : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \quad (2.10)$$

On obtient :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \mathbb{C}^{hom} : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \quad (2.11)$$

Où $\mathbb{C}^{hom}$ désigne le tenseur des rigidités homogénéisé :

$$\mathbb{C}^{hom} = \langle \mathbb{C} : \mathbb{A} \rangle \quad (2.12)$$

- En suivant la même démarche dans le cas de sollicitation en contrainte homogène, on obtient :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \mathbb{S}^{hom} : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \quad (2.13)$$

Où $\mathbb{S}^{hom}$ est le tenseur des complaisances homogénéisé :

$$\mathbb{S}^{hom} = \langle \mathbb{S} : \mathbb{B} \rangle \quad (2.14)$$

2.1.4 Notions d'homogénéisation en conduction de chaleur

La démarche adoptée en élasticité linéaire peut être appliquée dans le cas de la conduction de chaleur en remplaçant les grandeurs mécaniques par leurs analogues thermiques. Le Tableau (2.3) présente une analogie entre les variables en élasticité linéaire et ceux en conduction de chaleur :

De la même façon, on distingue également deux approches de sollicitation : gradient thermique imposé et flux thermique imposé.

- Dans le cas du gradient thermique imposé le problème local à résoudre s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \mathbf{div} \underline{\underline{\phi}} = \underline{\underline{0}} & (V) \\ \underline{\underline{\phi}}(\underline{x}) = -\underline{\underline{\lambda}}(\underline{x}) \cdot \underline{\underline{\mathbf{g}}}(T) & (V) \\ T(\underline{x}) = \underline{\underline{G}} \cdot \underline{x} & (\partial V). \end{array} \right. \quad (2.15)$$

Variables Mécaniques	Variables Thermiques
$\underline{\underline{\mathbf{u}}}(\underline{x})$: Champ de déplacements	$\mathbf{T}(\underline{x})$: Champ de température
$\underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x})$: Champ de déformations	$\underline{\underline{g}}(\underline{x}) = \underline{\underline{\nabla}}T(\underline{x})$: Champ de gradient de température
$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x})$: Champ de contraintes	$\underline{\underline{\phi}}(\underline{x})$: Champ de flux de chaleur
$\mathbb{C}(\underline{x})$: Tenseur des rigidités	$\underline{\underline{\lambda}}(\underline{x})$: Tenseur des conductivités thermiques
$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) \rangle_V$: Contraintes macroscopiques	$\underline{\underline{\Phi}} = \langle \underline{\underline{\phi}}(\underline{x}) \rangle_V$: Flux de chaleur macroscopiques
$\underline{\underline{\mathbf{E}}} = \langle \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x}) \rangle_V$: Déformations macroscopiques	$\underline{\underline{\mathbf{G}}} = \langle \underline{\underline{g}}(\underline{x}) \rangle_V$: Gradient de température macroscopiques

TABLE 2.1 – Analogie entre les grandeurs mécaniques et thermiques

La solution de ce problème est le vecteur du gradient thermique $\underline{\underline{g}}(\underline{x})$, tel que :

$$\underline{\underline{g}}(\underline{x}) = \underline{\underline{\mathbf{a}}}(\underline{x}) : \underline{\underline{G}} \quad (2.16)$$

Avec $\underline{\underline{\mathbf{a}}}(\underline{x})$: est le tenseur de localisation du gradient de température.

Ce qui conduit après l'étape d'homogénéisation à la loi de comportement fictif suivant :

$$\underline{\underline{\Phi}} = -\lambda^{hom} : \underline{\underline{\mathbf{G}}} \quad (2.17)$$

Où λ^{hom} désigne le tenseur des conductivités thermiques

- En suivant les mêmes étapes dans le cas de flux thermique imposé, on obtient la loi du comportement homogénéisé sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{\mathbf{G}}} = -\mathbf{R}^{hom} : \underline{\underline{\Phi}} \quad (2.18)$$

Où $\mathbf{R}^{hom}$ représente le tenseur des résistivités thermiques.

2.2 État de l'art sur l'homogénéisation du comportement thermique et mécanique des matériaux biossourcés

La modélisation des propriétés mécaniques et thermiques des matériaux à base de fibres végétales a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche ces dernières années. Cette modélisation est effectuée à l'aide des approches d'homogénéisation analytiques ou numériques.

Nous décrivons dans cette section quelques exemples :

Dans l'objectif de modéliser les propriétés élastiques du béton de chanvre, Cérézo [10] a utilisé l'homogénéisation autocohérente en se basant sur une structure sphérique constituée de trois phases (Figure 2.2(a)) qui représentent respectivement de l'intérieur vers l'extérieur l'air, les particules végétales et le liant.

Le modèle appliqué nécessite de connaître les caractéristiques de chacune des phases. À cet effet, l'auteur a effectué une analyse inverse en utilisant un modèle bicomposite (Figure 2.2(b)) pour déterminer les propriétés de la particule du chanvre à partir de celles du chanvre en vrac (particules végétales+air interparticule). D'autre part, les propriétés du liant ont été déterminées à partir des essais expérimentaux.

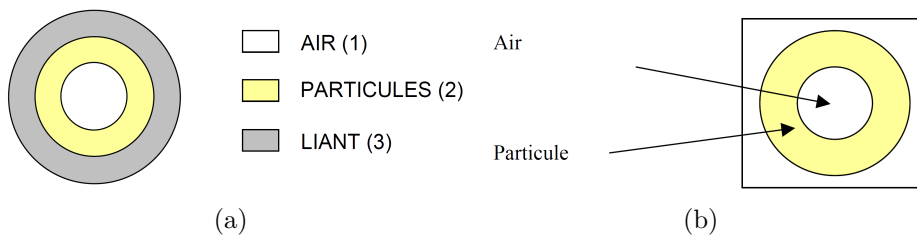


FIGURE 2.2 – Structure du modèle utilisé par Cérézo [10] pour estimer le module d'Young (a) du béton de chanvre (b) de particule de chanvre

Les résultats obtenus par le modèle ne sont cohérents avec les mesures expérimentales que pour les formulations de fraction volumique en liant supérieure à 19 %, tandis que dans le cas des composites à faible dosage en liant (inférieure à 19 %) les propriétés estimées sont très éloignées de celles obtenues expérimentalement. Cela revient selon l'auteur à l'hypothèse de la continuité de la matrice qui n'est pas vérifiée pour ces dernières formulations. Cérézo [10] a aussi utilisé l'homogénéisation autocohérente pour estimer la conductivité thermique du béton de chanvre à l'état sec et à l'état humide. Dans le cas de l'état sec, l'auteur a employé les modèles précédents (Figure 2.2(a)). De la même manière, il a réalisé dans un premier temps une analyse inverse pour accéder à la conductivité thermique de particule de chanvre et il a mesuré expérimentalement celle du liant. Puis, il a introduit les valeurs trouvées dans le modèle tricomposite pour déterminer la conductivité thermique du béton de chanvre. Il a remarqué que les écarts entre les résultats fournis par le modèle et les résultats expérimentaux sont inférieurs à 10 %, alors selon l'auteur le modèle d'homogénéisation autocohérente possède un caractère prédictif satisfaisant de la conductivité à l'état sec.

Dans le cas de l'état humide Cérézo 2005 [10] s'est basé sur deux approches d'homogénéisation autocohérente.

généisation différentes. La première fait appel à un motif générique de type sphérique constituée de quatre phases. L'auteur a testé trois positions de l'eau au sein du motif générique comme le montre la Figure 2.3(a). Il a conclu que les résultats trouvés sont en accord avec les mesures expérimentales lorsque la masse volumique du matériau varie entre 350 et 600 kg/m^3 mais ils restent éloignés de la réalité pour les faibles et les forts dosages en liant. Cela peut être justifié par le fait que la microstructure choisie n'est pas représentative du matériau.

Ensuite, étant donné que le modèle à quatre phases de l'approche précédente a montré des limites dans le cas des matériaux à densité élevée, l'auteur a proposé une deuxième approche basée sur une double homogénéisation (Figure 2.3(b)). La démarche consiste à homogénéiser dans une première étape l'eau et la phase solide (liant ou granulats) en utilisant des inclusions sphériques bicomposites. Puis, intégrer dans une seconde étape le matériau fictif dans le modèle tricomposite. L'auteur a conclu que le modèle de double homogénéisation n'apporte qu'une légère amélioration de point de vue numérique par rapport au modèle à quatre phases développé dans la première approche.

Le modèle d'homogénéisation autocohérente reste le plus utilisé dans la littérature et le

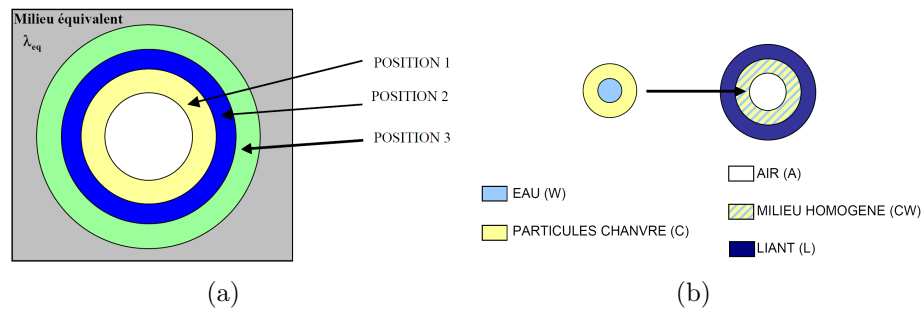


FIGURE 2.3 – Structure du modèle utilisé par Cerezo 2005 [10] pour estimer la conductivité thermique à l'état humide (a) Positions de la phase liquide (b) Approche à double homogénéisation

plus adapté pour ce type des matériaux en le comparant aux autres modèles analytiques. Collet et al 2014 [56], Collet 2004 [9] ont utilisé le modèle à deux phases pour prédire la conductivité thermique de béton de chanvre à l'état sec en considérant une phase représentant la porosité et une autre le liant et les granulats. Par ailleurs, et dans le but d'étudier l'influence de la teneur en eau sur la conductivité thermique, les auteurs ont adopté le modèle des inclusions tri-composites. Bedrina et al 2007 [69] ont appliqué la même démarche utilisée par Cérézo [10] pour le béton de chanvre à l'état sec afin d'estimer la conductivité thermique d'un béton à base de sciure de bois. De même, EL Hajj 2010 [70] a modélisé les propriétés élastiques et thermiques d'un agrocomposé à base

des anas de lin en utilisant les modèles proposés par Cérézo 2005 [10]. Nguyen et al 2016 [71] ont utilisé le modèle élémentaire à quatre phases pour évaluer l'effet de l'humidité sur la conductivité thermique du béton de chanvre. Dans ses travaux de thèse, Akkaoui 2014 [6] a effectué la prédiction du module de Young et de la conductivité thermique de béton de granulats de bois en utilisant également l'homogénéisation autocohérente mais avec un motif élémentaire différent des travaux précédents. En effet, il a remarqué à partir des observations de la microstructure du matériau que les granulats de bois sont entourés par une couche de liant plus ou moins fine tandis que l'air occupe la porosité entre ces granulats. Selon l'auteur, les sphères tricomposites employées par Cérézo 2005 [10] (avec l'air au centre de la sphère) ne permettent pas de bien décrire la micro-structure du matériau étudié. Pour cette raison, il a proposé le motif présenté dans la Figure 2.4. Ce dernier est composé d'une inclusion simple qui représente l'air qui occupe la porosité intergranulaire et une inclusion bi-composite qui représente la fibre revêtue par le liant. Par la suite, il a transformé le problème avec deux inclusions en deux problèmes élémentaires avec une seule inclusion simple ou bicomposite. Les résultats obtenus dans le problème élastique montrent que le modèle développé est en bonne concordance avec les mesures expérimentales et peut être considéré selon l'auteur comme un outil prédictif pour optimiser les propriétés élastiques du béton de granulats de bois. Cependant le modèle reste limité au cas des bétons avec une porosité intergranulaire inférieure à 50 % (rapport Ciment/Bois compris entre 0,95 et 0,96) qui est la limite de percolation du modèle autocohérent.

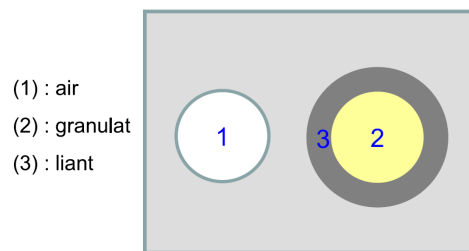


FIGURE 2.4 – Motif élémentaire utilisé par Akkaoui 2014 [6] pour modéliser les propriétés élastiques du béton de bois.

Pham 2014 [72] s'est également intéressé à la modélisation des propriétés mécaniques et thermiques du béton de chanvre. Pour le module d'Young du composite, l'auteur a utilisé des méthodes analytiques telles que Mori-Tanaka, autocohérente et Hashin-Shtrikman ainsi qu'une modélisation numérique 3D à l'aide du logiciel Abaqus. Dans cette approche, les particules de chanvre ont été modélisées par des inclusions sphériques (Figure 2.5(b))

disposées selon deux configurations : périodique et aléatoire. Les résultats ont montré que les différentes méthodes utilisées surestiment les valeurs du module élastique du béton chanvre. La surestimation des prédictions numériques effectuées par le modèle 3D est attribuée selon l'auteur à la non-prise en compte de l'ensemble de la porosité du matériau dans les simulations.

En ce qui concerne la conductivité thermique, l'auteur a également appliqué les trois modèles d'homogénéisations analytiques, Mori-Tanaka, auto-cohérent et Hashin-Strikman et une simulation par éléments finis en 2D. Il a modélisé les particules de chanvre par des inclusions ellipsoïdales avec un élanement constant (Figure 2.5(a)). Dans le modèle numérique, deux maillages ont été adoptés, l'un représente le cas où l'orientation des particules de chènevotte est selon une direction donnée et l'autre simule une orientation aléatoire en 2D. Les résultats obtenus révèlent aussi une surestimation des valeurs de la conductivité thermique par rapport aux mesures expérimentales à l'exception de la simulation numérique en 2D pour des orientations alignées. Les valeurs trouvées dans ce dernier cas sont en bon accord avec les mesures expérimentales.

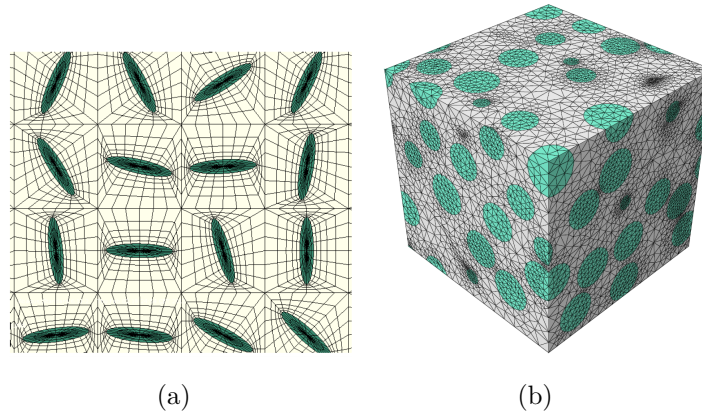


FIGURE 2.5 – Microstructure utilisée Pham 2014 [72] pour estimer (a) la conductivité thermique (b) le module de Young

Benmansour [73], a effectué des simulations numériques tridimensionnelles en utilisant le logiciel Comsol pour estimer la conductivité thermique d'un mortier renforcé par les fibres de bois de palmier, il a choisi comme cellule élémentaire un parallélépipède chargé par une seule inclusion cylindrique. Il a noté que le modèle adopté ne donne pas une bonne estimation de la conductivité thermique au fait de ne pas prendre en compte l'ensemble des paramètres influençant à savoir l'orientation, la distribution, les différentes formes et tailles des fibres utilisées.

Pour caractériser le comportement macroscopique du béton de chanvre, Mom et al [74] se sont intéressés à un modèle itératif d'homogénéisation qui a montré son intérêt dans la prédiction des propriétés des composites polydispersés à renforts sphériques, ainsi que les milieux poreux utilisés dans les travaux de Benhamida et al [75], et Zouari et al [76]. La démarche consiste à introduire les inclusions en plusieurs étapes jusqu'à atteindre la fraction volumique souhaitée. À chaque étape, le comportement fictif équivalent est déterminé et utilisé comme une matrice de l'étape suivante. Une forme plaquettaire a été adoptée pour représenter les particules de chanvre. La complexité de cette géométrie rend la résolution analytique du problème d'homogénéisation difficile, ce qui a conduit les auteurs à effectuer une résolution numérique en utilisant le logiciel Cast3M. Par ailleurs et afin de prendre en compte leur orientation, les hétérogénéités ont été introduites séquentiellement avec la même orientation ce qui implique l'anisotropie des milieux fictifs obtenus à chaque étape. Par la suite et lorsque la fraction volumique visée est atteinte, les auteurs ont appliqué à la matrice une rotation pour prendre en compte la distribution spatiale des chènevottes. Enfin, les auteurs ont confronté les résultats du modèle avec les mesures expérimentales de Cérézo 2005 [10] et Nguyen et al 2016 [77]. Ils ont conclu que l'approche itérative adoptée fournit une prédiction des propriétés élastiques et thermiques de béton de chanvre en bon accord avec les résultats expérimentaux.

Toujours dans l'objectif de modéliser la conductivité thermique de béton de chanvre, Couture et al 2017 [78], ont utilisé une démarche numérique basée sur des calculs éléments finis en utilisant le Code Aster. La génération de la morphologie de la microstructure a été effectuée à l'aide du logiciel ProjectChrono. Les granulats de chanvre ont été représentés par des inclusions cylindriques alignées selon un axe donné et disposées de façon aléatoire (Figure 2.6(a)). Cependant leur fraction volumique ne dépasse pas 15%. Les auteurs ont confirmé par les simulations effectuées, le caractère isotrope transverse du tenseur de conductivité thermique de béton de chanvre.

Dans une étude récente, Tran-Le et al [79] ont développé un nouveau modèle permettant de prédire la conductivité thermique de béton de chanvre en prenant en compte l'anisotropie, la taille, l'orientation des granulats et l'interface entre le liant et les particules. Le modèle est basé sur la généralisation de la solution du problème d'Eshelby à plusieurs inclusions. Une analyse inverse a été effectuée pour accéder au tenseur des conductivités thermiques de la phase solide du liant et de particule de chanvre. La modélisation de la taille et de l'orientation des granulats a été assurée par deux fonctions de densité de probabilité. Ensuite, les auteurs ont utilisé les données expérimentales de Williams et al [80] et [81] pour valider le modèle développé. En premier lieu, ils ont effectué des simulations

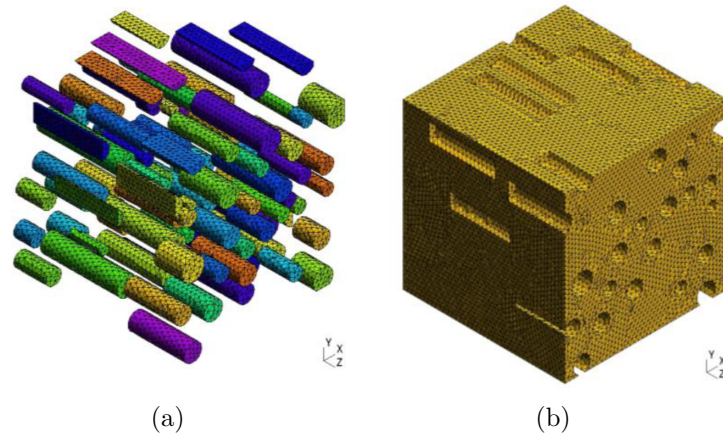


FIGURE 2.6 – Microstructure utilisée par Couture et al [78] (a) Particules de chènevotte (b) Matrice de chaux

en considérant une interface parfaite entre les granulats et le liant, ils ont remarqué que le modèle surestime la valeur de la conductivité thermique. Par la suite, ils ont calibré le modèle sur les résultats expérimentaux en introduisant une résistance thermique de contact. Les résultats trouvés dans ce cas sont en bon accord avec ceux obtenus expérimentalement. Cependant, le modèle n'est valable que pour estimer la conductivité thermique de béton de chanvre à l'état sec.

Le Tableau 2.2 résume les différents travaux décrits dans cette section en les classant selon deux catégories d'homogénéisations : analytiques et numériques.

	Composites étudiés	Propriétés modélisées	Méthodes utilisées	Références
Approche d'homogénéisation analytiques	Béton de chanvre	Conductivité thermique	Autocohérent	Collet 2004 [9]
	Béton de chanvre	Module d'Young, Conductivité thermique	Autocohérent	Cérézo 2005 [10]
	Agrocomposite à base des anas de lin	Module d'Young, Conductivité thermique	Autocohérent	El Hajj 2010 [70]
	Mortier allégé à la sciure de bois	Conductivité thermique	Autocohérent	Bedrina et al [69]
	Béton de chanvre	Conductivité thermique	Autocohérent	Nguyen et al [71]
	Béton à base de granulats de bois	Module d'Young, Conductivité thermique	Autocohérent	Akkaoui 2014 [6]
	Béton de chanvre	Module d'Young, Conductivité thermique	Mori-Tanaka, autocohérente, Hashin-Strikman	Pham 2014 [72]
	Béton de chanvre	Conductivité thermique	Eshelbey	Tran-Le et al [79]
Approche d'homogénéisation numériques	Béton de chanvre	Module d'Young, Conductivité thermique	Éléments Finis 3D, 2D	Pham 2014 [72]
	Mortier renforcé par les fibres de bois de palmier	Module d'Young, Conductivité thermique	Éléments Finis 3D	Benmasour 2015 [73]
	Béton de chanvre	Module d'Young, Conductivité thermique	Éléments Finis 3D	Mom et al 2011 [74]
	Béton de chanvre	Conductivité thermique	Éléments Finis 3D	Couture et al[78]

TABLE 2.2 – Méthodes d'homogénéisation appliquées aux matériaux à base des fibres végétales

Nous avons présenté dans cette section une synthèse bibliographique sur la modélisation du comportement des matériaux composites à base de fibres naturelles en utilisant la technique d'homogénéisation. Nous avons constaté que la majorité des travaux s'appuient sur l'approche autocohérente pour estimer les propriétés thermiques et mécaniques de ces matériaux. Cette méthode a montré sa limite dans la prédiction des propriétés effectives des composites à faible dosage en liant, ainsi que dans la prise en compte de l'anisotropie des matériaux. Par conséquent, certains auteurs ont fait appel aux outils numériques permettant d'atteindre un taux de charge élevé et en prenant en compte la morphologie de la microstructure. Cependant, la notion de la taille du volume élémentaire représentatif (VER) n'a pas été discutée. En outre, l'ensemble des travaux présentés ne s'intéressent que à la prédiction du module d'Young. Néanmoins, la résistance mécanique en compression est un paramètre essentiel pour tester la capacité des matériaux à jouer leur rôle. Dans la suite de ce chapitre, nous nous intéressons dans un premier temps à déterminer la taille du VER dans le cas du problème mécanique et thermique puis dans un second temps nous visons à modéliser la conductivité thermique de béton paille ainsi que son comportement non-linéaire pour pouvoir accéder à la résistance mécanique à la compression.

2.3 Détermination de la taille du VER

Nous avons souligné précédemment que le choix pertinent d'un volume élémentaire représentatif (VER) constitue la première étape permettant de décrire fidèlement la microstructure réelle du matériau à modéliser. Plusieurs approches ont été proposées dans la littérature pour déterminer sa taille. Selon Hill [82], le VER est un échantillon qui contient suffisamment d'hétérogénéités pour que les propriétés macroscopiques soient indépendantes des conditions aux limites. Hashin [83] indique que le VER doit être suffisamment grand par rapport à l'échelle de l'hétérogénéité et suffisamment petit par rapport à l'échelle macroscopique du matériau composite. Autrement dit, il doit vérifier le principe de séparation d'échelle suivant : $\text{Micro} \ll \text{Meso} \ll \text{Macro}$ où Micro représente l'échelle de la taille de l'hétérogénéité, Meso correspond à l'échelle du VER et Macro représente l'échelle du matériau composite. Drugan et al [84] ont souligné que le VER est le plus petit élément du matériau composite où les propriétés apparentes convergent. Kanit et al [85], Gitman et al [86], Pelissou et al [87] ont proposé une procédure statistique basée sur la convergence de la réponse effective. En effet, la démarche consiste à estimer les propriétés apparentes du matériau en effectuant plusieurs calculs numériques sur différentes tailles de la microstructure contenant la même fraction volumique des hétérogénéités et

sous les mêmes conditions aux limites. La taille de la micro-structure à partir de laquelle les propriétés apparentes convergent correspond à la taille du Volume Élémentaire Représentatif VER

Plusieurs travaux sur l'homogénéisation numérique ont montré que les propriétés effectives des composites sont très sensibles à la distribution des phases, la morphologie des inclusions (renforts), la taille et la fraction volumique des renforts. Il est donc nécessaire avant de commencer un processus d'homogénéisation de bien définir le volume élémentaire représentatif du matériau étudié et de prendre en compte les paramètres géométriques de la microstructure. En effet, dans ce travail, nous nous appuyons sur une démarche similaire à celle suivie par Kanit et al [85] pour déterminer la taille du VER des composites de béton paille dans le cas thermique et mécanique, en utilisant une forme particulière d'inclusion (Figure ??). Nous considérons cinq tailles d'un VER cubique dont la dimension de l'arête est comprise entre 1 et 3 *cm* (Figure 2.10). Nous visons à déterminer pour chaque taille la conductivité thermique effective ainsi que le module d'Young. Nous considérons également que le VER contient une seule forme d'inclusion avec une taille constante et une distribution aléatoire dans le plan. Ce choix sera expliqué dans la section 2.4. Par ailleurs, plusieurs réalisations (5 au minimum) ont été effectuées pour chaque taille afin de déterminer l'écart type des paramètres estimés. La démarche a été appliquée pour deux fractions volumiques des inclusions : 25% et 60% (Figure 2.8). Les calculs et la génération de la microstructure ont été réalisés en utilisant le logiciel Digimat.

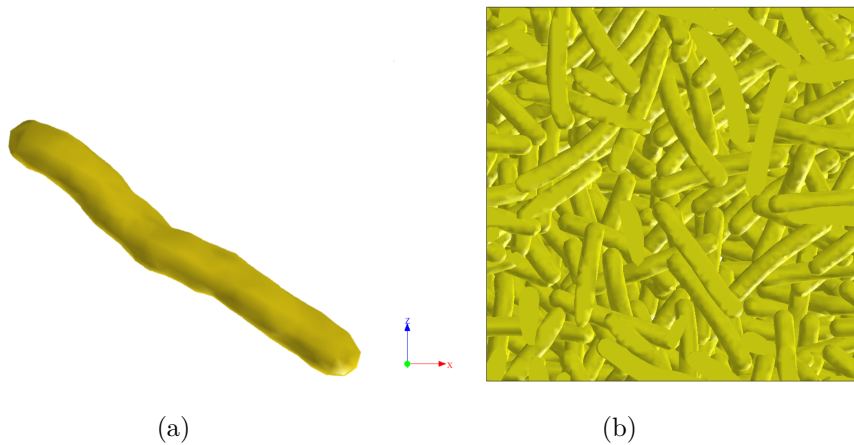


FIGURE 2.7 – Microstructure utilisée (a) Inclusion tordue (b) Orientation aléatoire dans le plan.

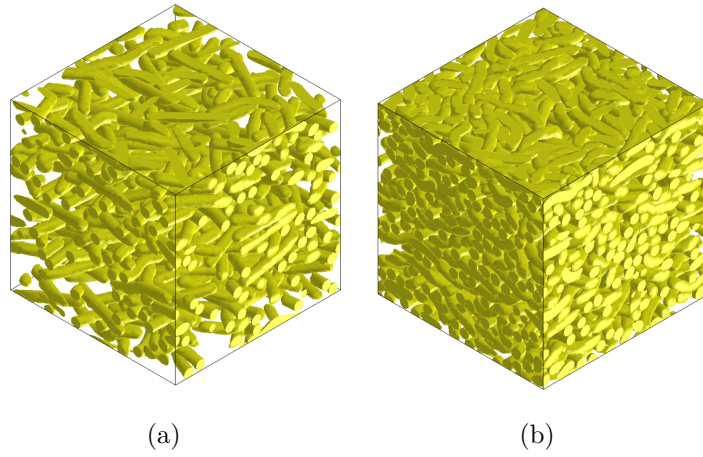


FIGURE 2.8 – Fractions volumiques utilisées (a) 25% (b) 50%.

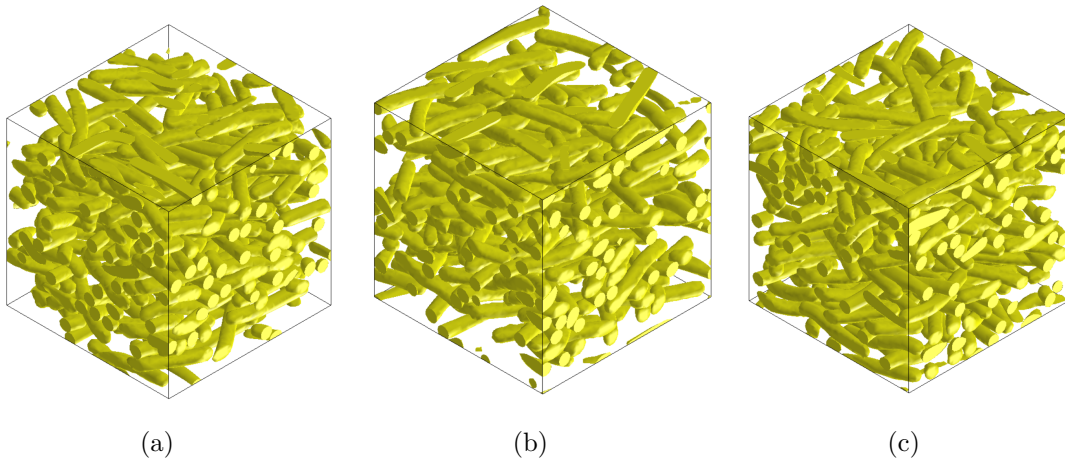


FIGURE 2.9 – Exemple des trois réalisations différentes pour une même fraction volumique.

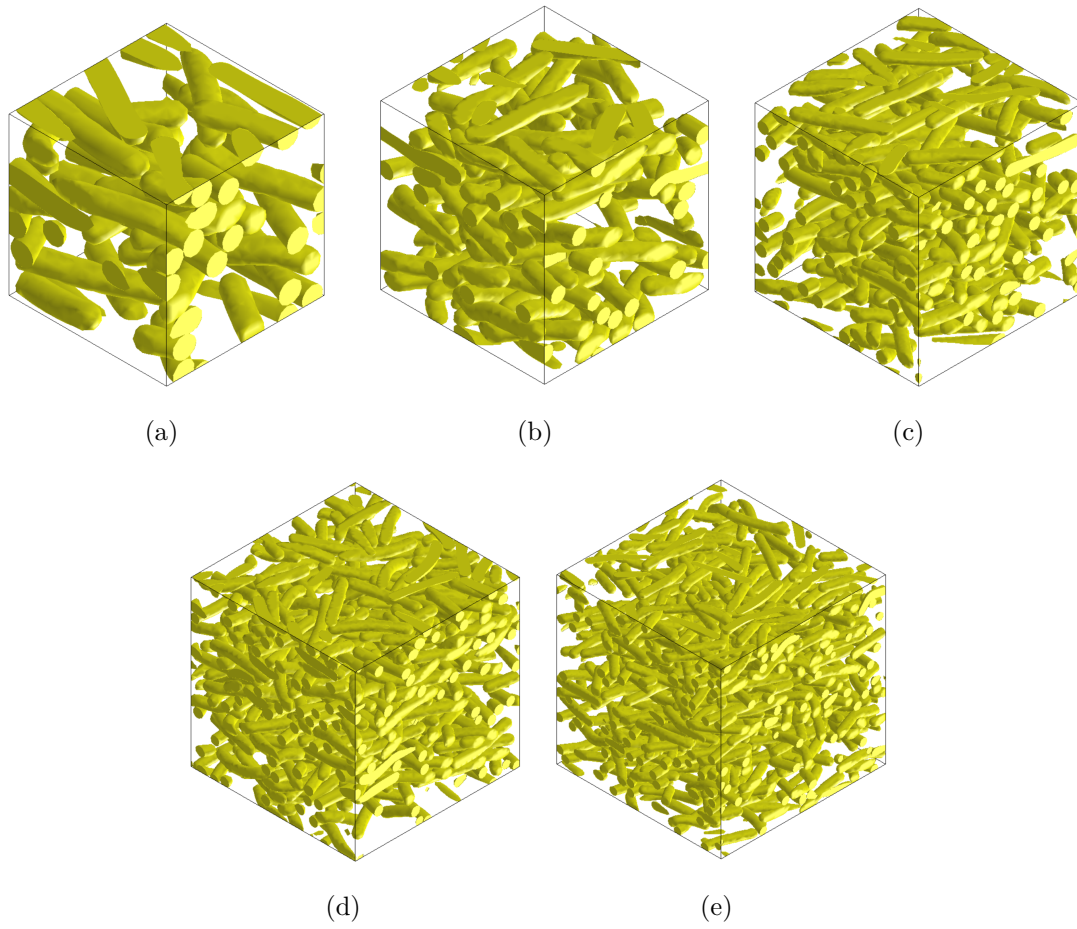


FIGURE 2.10 – Tailles des VER considérées (a) $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ (b) $1.5 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$ (c) $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$ (d) $2.5 \times 2.5 \times 2.5 \text{ cm}^3$ (e) $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$

Le Tableau 2.3 indique les propriétés thermiques et mécaniques considérées dans les simulations numériques.

	Matrice	Inclusion
Modul d'Young $E(\text{MPa})$	100	0.2
Coefficient de Poisson ν	0.3	0.1
Conductivité thermique $\lambda \text{ (W/m.K)}$	0.168	0.051

TABLE 2.3 – Paramètres utilisés pour déterminer les propriétés effectives.

2.3.1 Conditions aux limites

Plusieurs types des conditions aux limites ont été proposées dans la littérature pour estimer les propriétés effectives. Dans cette thèse nous avons choisi d'appliquer des conditions aux limites périodiques dans le cas d'élasticité linéaire ainsi qu'en conduction de chaleur :

- En élasticité, on impose un vecteur de déplacement u sur tous les nœuds de la surface extérieure ∂V du VER, tel que :

$$\begin{cases} \underline{u}(\underline{x}) = \underline{\mathbf{E}} \cdot \underline{x} + \underline{v}(\underline{x}) & (\partial V) \\ \underline{\mathbf{E}} = \langle \underline{\epsilon}(\underline{x}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\epsilon}(\underline{x}) dV. \end{cases} \quad (2.19)$$

Où $\underline{v}(\underline{x})$ est une fluctuation périodique, c'est-à-dire qu'elle prend la même valeur en deux points homologues de (∂V) .

- En conduction de chaleur, on impose une température T sur tous les nœuds de la surface extérieure ∂V du VER, tel que :

$$\begin{cases} T(\underline{x}) = \underline{G} \cdot \underline{x} + \underline{t}(\underline{x}) & (\partial V) \\ \underline{\mathbf{G}} = \langle \underline{\mathbf{g}}(\underline{x}) \rangle_V = \frac{1}{|V|} \int_V \underline{\mathbf{g}}(\underline{x}) dV. \end{cases} \quad (2.20)$$

Où $\underline{t}(\underline{x})$ est une fluctuation périodique.

2.3.2 Orientation des inclusions

L'orientation de chaque inclusion individuelle est décrite par un vecteur unitaire $\underline{p}$ colinéaire à son axe de révolution tel que ses composantes dans un repère sphérique sont écrites de la manière suivante :

$$\begin{cases} p_1 = \sin\theta \cos\phi \\ p_2 = \sin\theta \sin\phi \\ p_3 = \cos\theta \end{cases} \quad (2.21)$$

Étant donné que le vecteur $\underline{p}$ varie d'une inclusion à une autre dans le même VER, une fonction de distribution d'orientation $\Psi(\theta, \phi)$ ou $\Psi(p)$ est proposée par Advani et al [88] permettant de décrire l'état d'orientation global dans un matériau. Elle donne la probabilité de trouver une inclusion dont l'orientation appartient aux intervalles définis par les angles suivants $[\theta_1; (\theta_1 + d\theta)]$ et $[\phi_1; (\phi_1 + d\phi)]$:

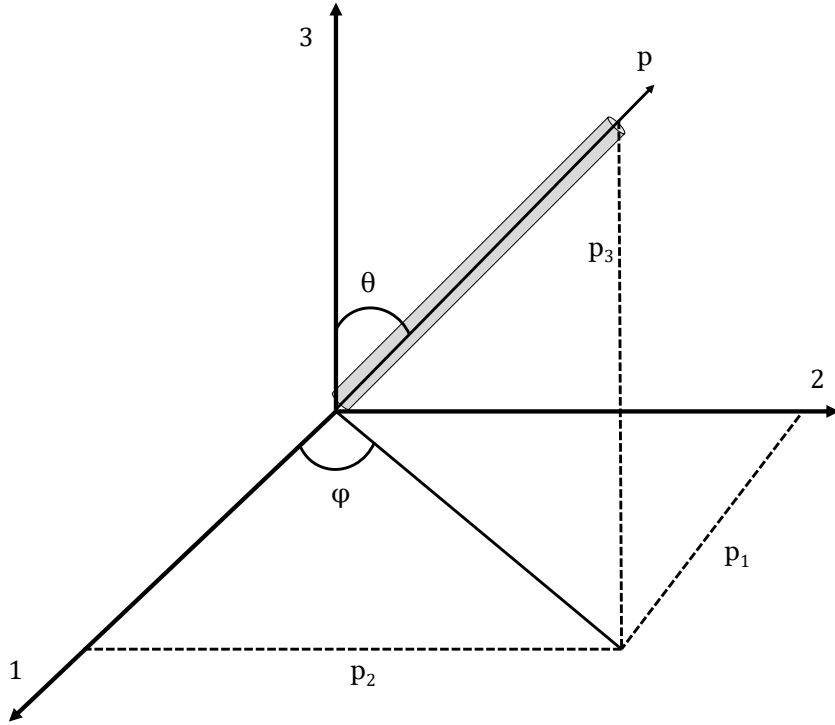


FIGURE 2.11 – Orientation d'une inclusion individuelle.

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta, \phi_1 \leq \phi \leq \phi_1 + d\phi) = \int_{\theta_1}^{\theta_1 + d\theta} \int_{\phi_1}^{\phi_1 + d\phi} \Psi(\theta_1, \phi_1) \sin(\theta_1) d\theta_1 d\phi_1 \quad (2.22)$$

La fonction Ψ obéit les deux conditions suivantes :

- Ψ est symétrique, c'est-à-dire qu'il est impossible de distinguer deux inclusions dont leur orientation est définie par des vecteurs opposés :

$$\Psi(p) = \Psi(-p) \quad (2.23)$$

- Ψ est normée, c'est-à-dire que la somme des probabilités de toutes les orientations possibles vaut égale à 1.

$$\int_p \Psi(p) dp = 1 \quad (2.24)$$

L'état d'orientation globale du VER est décrit par des tenseurs d'orientation qui s'écrivent en fonction de $\underline{p}$ et de Ψ , les composantes du tenseur du second ordre a_2 sont exprimés

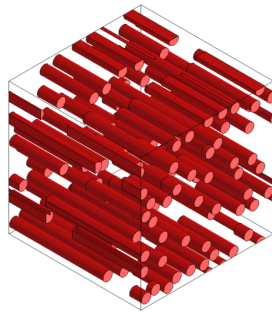
par :

$$a_2 = \int p \otimes p \Psi(p) dp = \langle p \otimes p \rangle \quad (2.25)$$

Autrement dit :

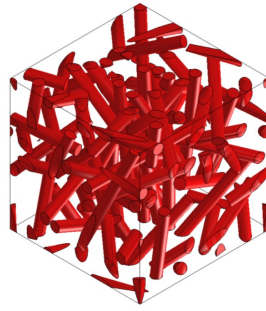
$$\begin{cases} a_{11} = \langle \sin^2 \theta \cdot \cos^2 \phi \rangle \\ a_{22} = \langle \sin^2 \theta \cdot \sin^2 \phi \rangle \\ a_{33} = \langle \cos^2 \theta \rangle \\ a_{12} = a_{21} = \langle \sin^2 \theta \cdot \cos \phi \cdot \sin \phi \rangle \\ a_{13} = a_{31} = \langle \sin \theta \cdot \cos \theta \cdot \cos \phi \rangle \\ a_{23} = a_{32} = \langle \sin \theta \cdot \cos \theta \cdot \sin \phi \rangle \end{cases} \quad (2.26)$$

La Figure 2.12 illustre un exemple des situations particulières de tenseur d'orientation de second d'ordre :



Orientation
unidirectionnelle

$$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$



Orientation isotrope
(aléatoire en 3D)

$$\begin{bmatrix} 1/3 & 0 & 0 \\ 0 & 1/3 & 0 \\ 0 & 0 & 1/3 \end{bmatrix}$$



Orientation orthotrope
(aléatoire en 2D)

$$\begin{bmatrix} 1/2 & 0 & 0 \\ 0 & 1/2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

FIGURE 2.12 – Exemple du tenseur d'orientation d'ordre 2.

2.3.3 Résultats et discussion

La figure 2.13, présente l'évolution de la conductivité thermique et du module d'Young en fonction de la taille du VER pour les deux fractions volumiques considérées. Nous pouvons remarquer dans le cas thermique que la conductivité effective converge à partir

d'une de taille de 2 cm pour une fraction volumique de 25 % tandis que pour une fraction de 60 % la convergence est décalée vers une taille de 2.5 cm.

Une tendance similaire a été constatée en élasticité linéaire. En effet, pour une fraction de 25 % la convergence de module d'Young a été observée au voisinage de 2.5 cm alors que pour un pourcentage des inclusions de 60 %, elle est reportée à une taille de 3 cm. Nous pouvons noter également que dans les différents cas, l'écart type diminue avec l'augmentation de la taille du VER.

Par ces résultats nous pouvons affirmer que la taille du VER dépend de la fraction volumique des hétérogénéités que ce soit en élasticité linéaire ou en conduction de chaleur.

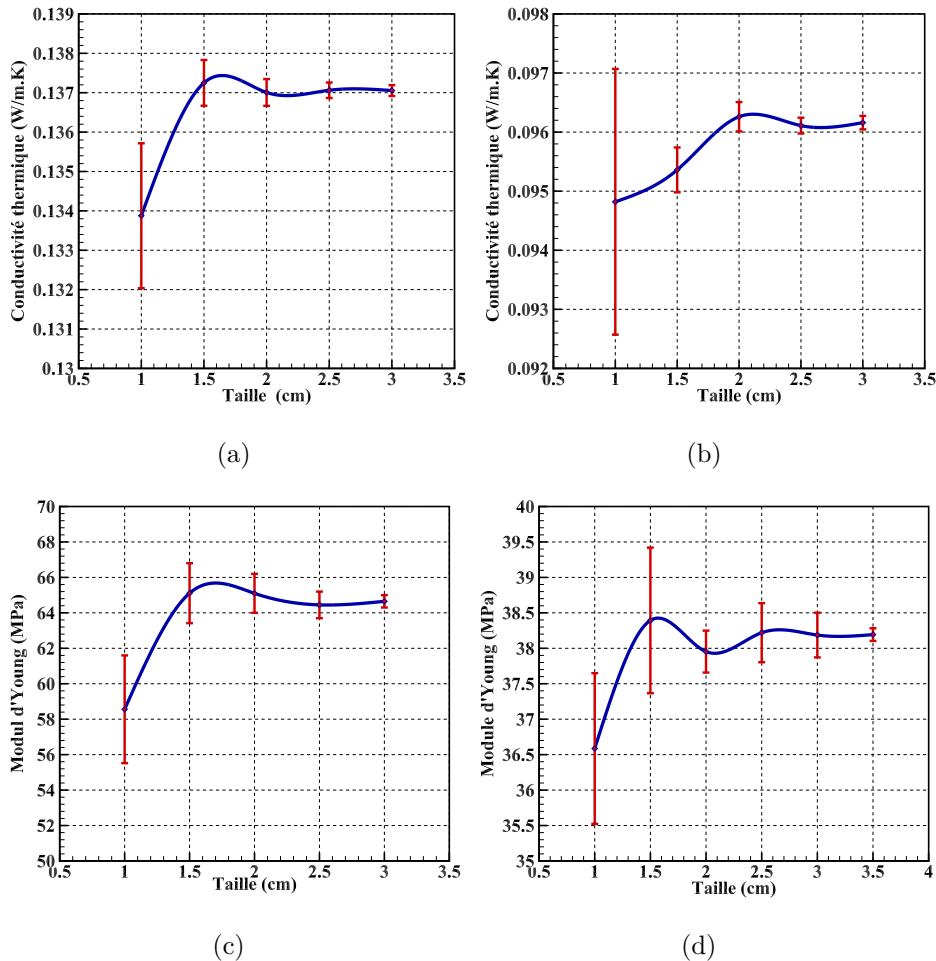


FIGURE 2.13 – Variations des propriétés apparentes effectives en fonction de la taille de l'arête du VER (a) et (b) Conductivité thermique respectivement pour une fraction de 25% et 60% (c) et (d) Module d'Young respectivement pour une fraction de 25% et 60%

2.4 Description de la microstructure des composites

Nous cherchons dans cette section en premier lieu à calculer la fraction volumique de chaque phase du béton paille en utilisant la technique de tomographie aux rayons X puis dans un second temps nous préciserons la forme, la taille et l'orientation des hétérogénéités en se basant sur quelques résultats expérimentaux ainsi que des observations macroscopiques sur les matériaux. Pour mener cette étude, nous avons sélectionné deux composites différents, il s'agit du composite témoin (PF0) à base de chaux tel que le rapport Paille/Liant=0.2 et celui qui est à base de chaux + 20% de gélatine (PF20) avec un rapport de Paille/Liant =0.4. Les deux composites seront appelés respectivement dans la suite de ce chapitre, composite à fort et à faible dosage en liant.

2.4.1 Fraction des différents composants de la microstructure : Micro-tomographie à rayons X

La tomographie à rayons X, employée pour la première fois dans le domaine médical, est apparue ces dernières années comme un outil privilégié permettant d'identifier avec précision et sans destruction la microstructure des matériaux multiphasiques. Le principe consiste à soumettre un échantillon du matériau à un faisceau de rayons X et à recueillir à l'aide d'un détecteur le spectre du rayonnement transmis (Figure 2.14). En effet, la technique est basée sur la loi de Beer-Lambert qui exprime le nombre de photons transmis N en fonction du nombre de photons incidents N_0 et du coefficient d'absorption ou d'atténuation linéique $\mu(m^{-1})$ de la matière traversée le long du trajet s (équation 2.27). La variation du coefficient d'une matière à une autre traduit le contraste visualisé dans les projections enregistrées.

$$N = N_0 \exp \left[\int_s -\mu(s) ds \right] \quad (2.27)$$

Un traitement informatique des radiographies détectés pour les différentes positions angulaires de l'échantillon permet de reconstruire un volume tridimensionnel qui servira à visualiser les différentes phases du matériau observé.

Nous avons utilisé dans le cadre de ce travail de thèse, le microtomographe Nanotom de l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO). Il est équipé d'un tube à rayons X 180kV /15W avec une précision mécanique qui permet d'avoir une résolution de $1.2 \mu m$. Cette résolution dépende fortement de la taille de l'échantillon à tester, plus le volume

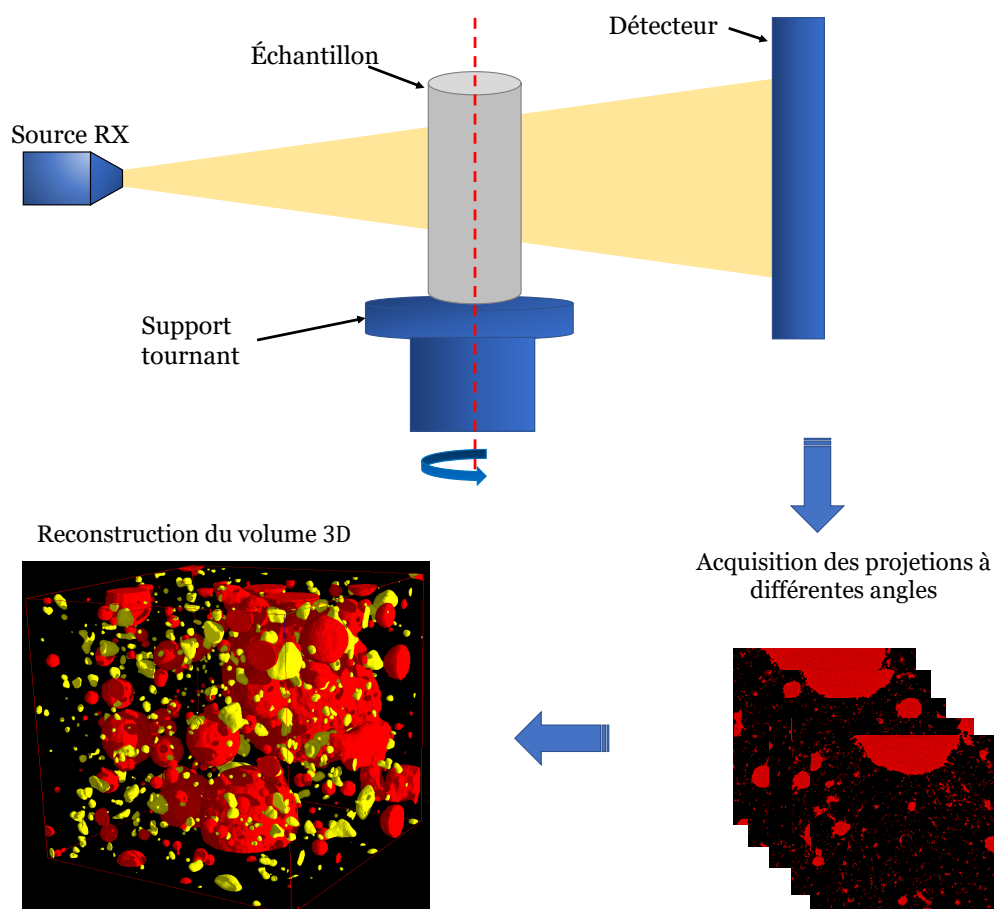


FIGURE 2.14 – Principe de la tomographie aux rayons X

est petit plus la résolution est meilleure.

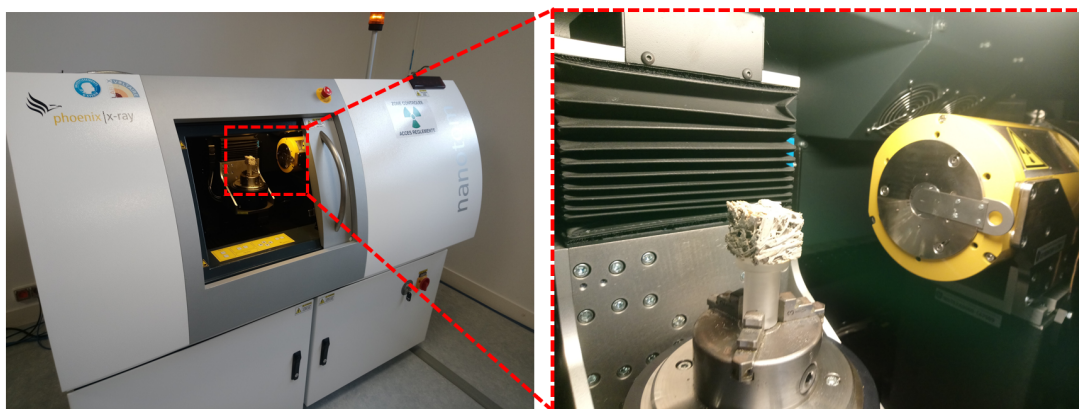


FIGURE 2.15 – Tomographe Nanotom de l'ISTO avec un échantillon de béton paille.

Dans notre cas et afin d'assurer une bonne représentativité du matériau, nous avons

utilisé un échantillon cubique d'environ $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$ ce qui nous a permis d'avoir une résolution de $17 \mu\text{m}^3$. Les échantillons ont été séchés préalablement dans une étuve à 60°C jusqu'à la stabilisation de leurs masses afin d'éliminer les particules d'eau. La Figure 2.16 présente un exemple de la reconstruction tridimensionnelle obtenu pour la formulation à fort dosage en liant. Le traitement des données a été effectué à l'aide du logiciel VGStudio MAX.

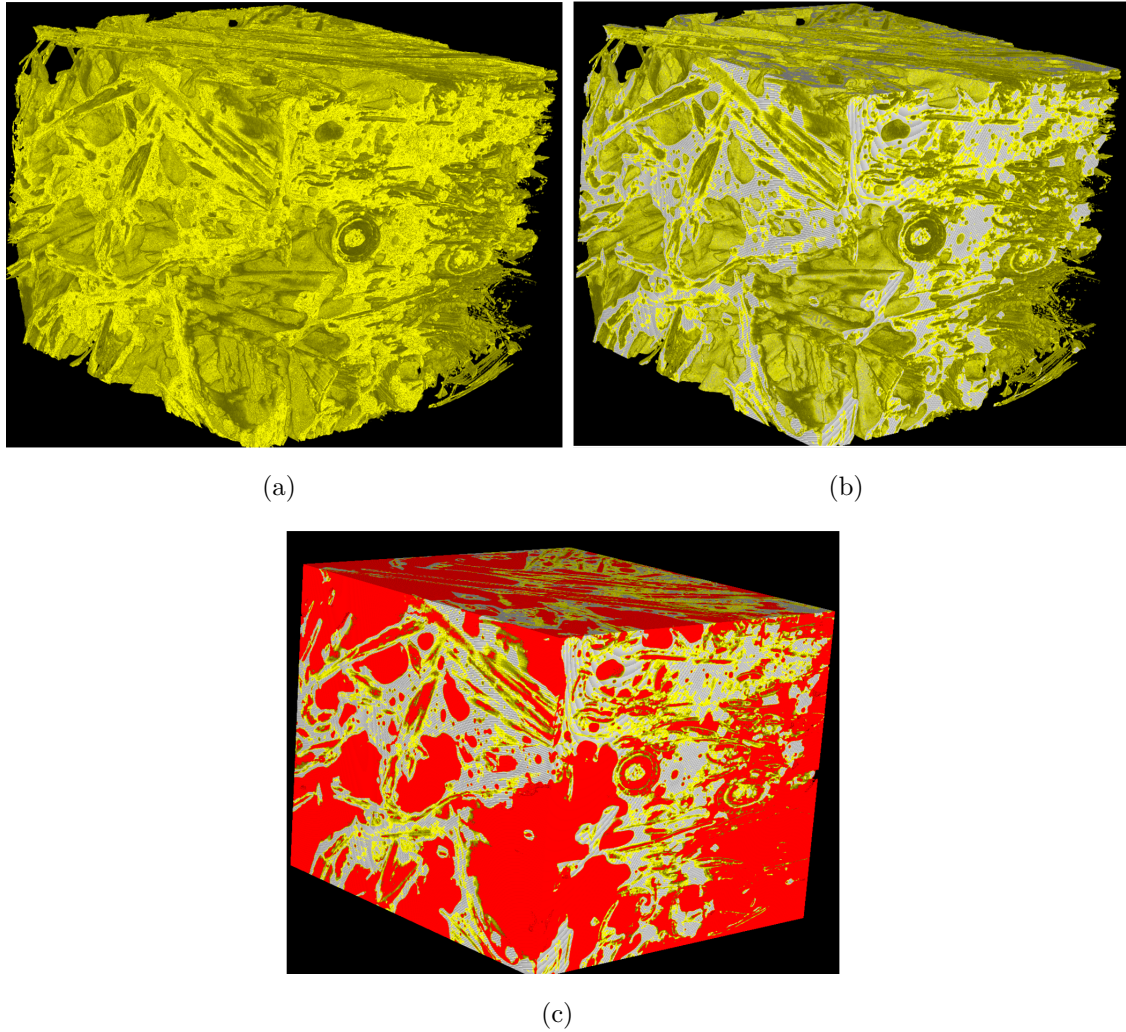


FIGURE 2.16 – Reconstitution 3D d'un échantillon de béton paille (a) Paille (b) Combinaison de la paille et du liant (c) Composite (paille+liant+vide).

Le Tableau 2.4 regroupe les résultats obtenus pour les deux formulations, la porosité totale détectée est de l'ordre de 37 % et 54 %, respectivement pour les formulations à fort et à faible dosage en liant. Ces valeurs sont très inférieures à celles obtenues expérimentalement (de l'ordre de 85%) en utilisant la méthode de pycnomètre [9]. De plus, les

travaux de la littérature portés sur des matériaux à une masse volumique similaire [56] ont montré par exemple, que la porosité totale du béton de chanvre varie entre 72% et 85% pour une masse volumique comprise entre 258 et 463 kg/m^3 . Les résultats trouvés peuvent s'expliquer par le fait que la résolution adoptée ne permet pas d'accéder à la totalité de la porosité des matériaux [89]. Par conséquent, nous avons fait l'hypothèse que la valeur obtenue représente seulement la porosité inter-granulaire et la porosité tubulaire de la paille sans porosité de matrice et celle qui se situant dans la paroi de la paille (Figure 2.17).

Phases \ Composites	Fort dosage	Faible dosage
Liant	33%	11%
Paille	30%	35%
Vide	37%	54%

TABLE 2.4 – Fractions volumiques des phases dans les composites élaborés

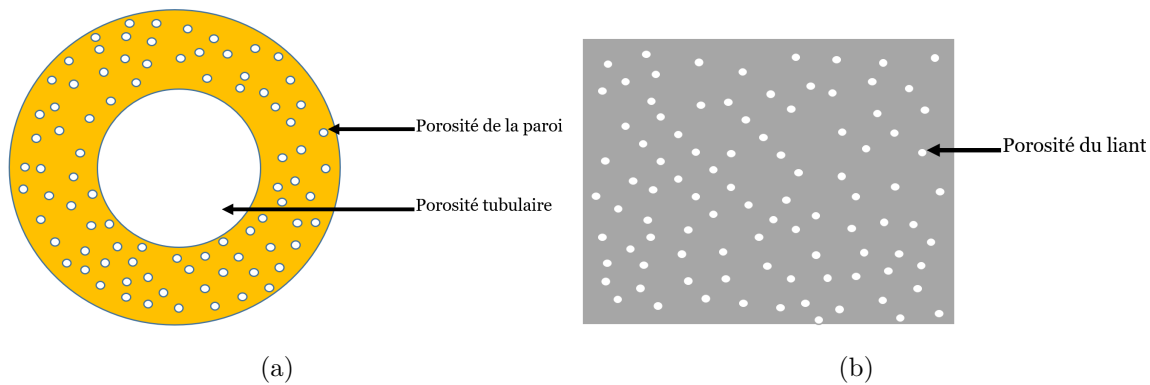


FIGURE 2.17 – Porosité de la Paille (a) et de la Matrice (b)

Par la suite et dans le but de quantifier la porosité totale des composites, nous avons d'une part déterminé la porosité de chaque matrice en utilisant la méthode de la pesée hydrostatique [90]. Par ailleurs, nous nous sommes basés sur la technique d'analyse d'image pour évaluer la porosité de la paroi de paille. En effet, nous avons effectué une image MEB de la coupe horizontale de paille puis nous avons réalisé une segmentation d'une partie de la paroi en utilisant le logiciel ImageJ (cf. Figure 2.18).

Les valeurs trouvées sont indiquées dans le Tableau 2.5. Ces résultats ont conduit finalement à une porosité totale de 74% pour le composite à fort dosage et de 79.22% pour

le composite à faible dosage en liant, ce qui est dans le même ordre de grandeur que les valeurs de la littérature.

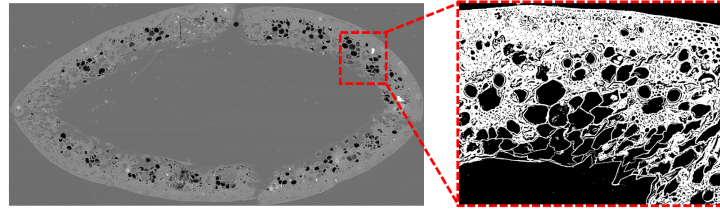


FIGURE 2.18 – Observation au MEB de la coupe horizontale de la paille.

Matériau	Porosité
Liant de chaux	65%
Liant de chaux+20%gélatine	67%
Paroi de paille	51 %

TABLE 2.5 – Porosité des deux liants et de la paroi de paille.

2.4.2 Choix de la forme, de la taille et d'orientation des inclusions

La Figure 2.19 montre l'aspect des deux composites étudiés. Nous pouvons observer que dans les deux cas, les fibres sont enrobées par une couche de liant avec l'air qui occupe les vides entre elles. La liaison entre ces dernières est assurée par des ponts de liant. Nous pouvons noter également que les fibres sont disposées aléatoirement et ne sont pas toujours droites mais présentent une distorsion à cause de leur faible rigidité. De ce fait, nous adoptons dans la suite du chapitre l'inclusion tordue illustrée dans la Figure 2.7(b) pour représenter les fibres.



FIGURE 2.19 – Aspect des composites (a) Fort dosage en liant (b) Faible dosage en liant.

Par ailleurs, et à partir des résultats de la distribution granulométrique des fibres (cf.section 1.2), nous avons déduit la répartition de leurs élancements qui est présentée dans la Figure 2.20. Nous pouvons constater que l'élancement de plus de 75% des fibres est compris entre 3 et 7, le plus grand pourcentage est attribué aux élancements appartenant à l'intervalle $]4;5]$. Par conséquent, nous avons choisi d'utiliser dans les simulations une inclusion avec un élancement constant égale à 4.

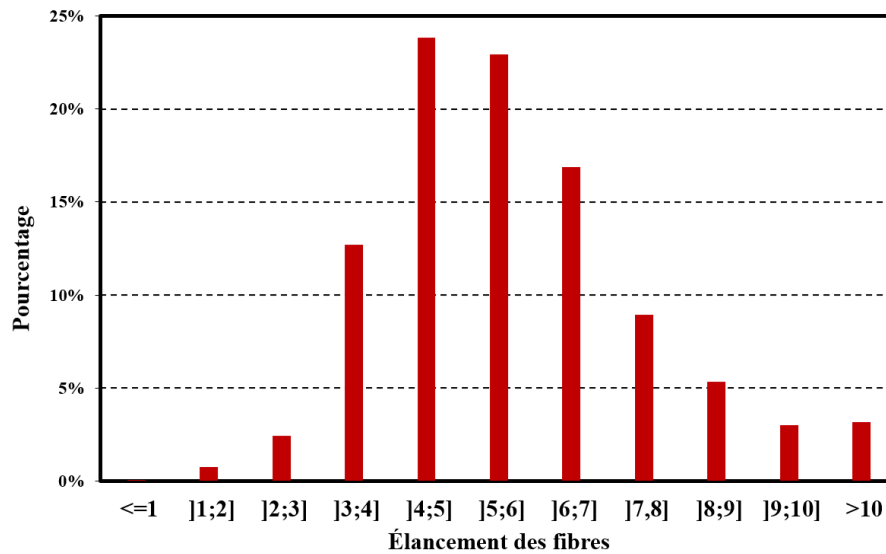


FIGURE 2.20 – Répartition des élancements des fibres utilisées pour la fabrication des composites

Dans le but d'étudier l'effet de l'orientation des fibres sur le comportement des matériaux. Une caractérisation thermique et mécanique a été effectuée dans le sens de coulage "vertical" (Figure 2.21(a)) ainsi que dans le sens perpendiculaire "horizontal" (Figure 2.21(b)).

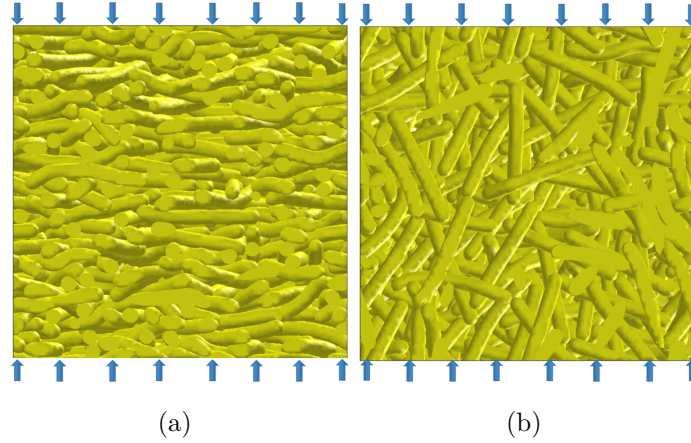


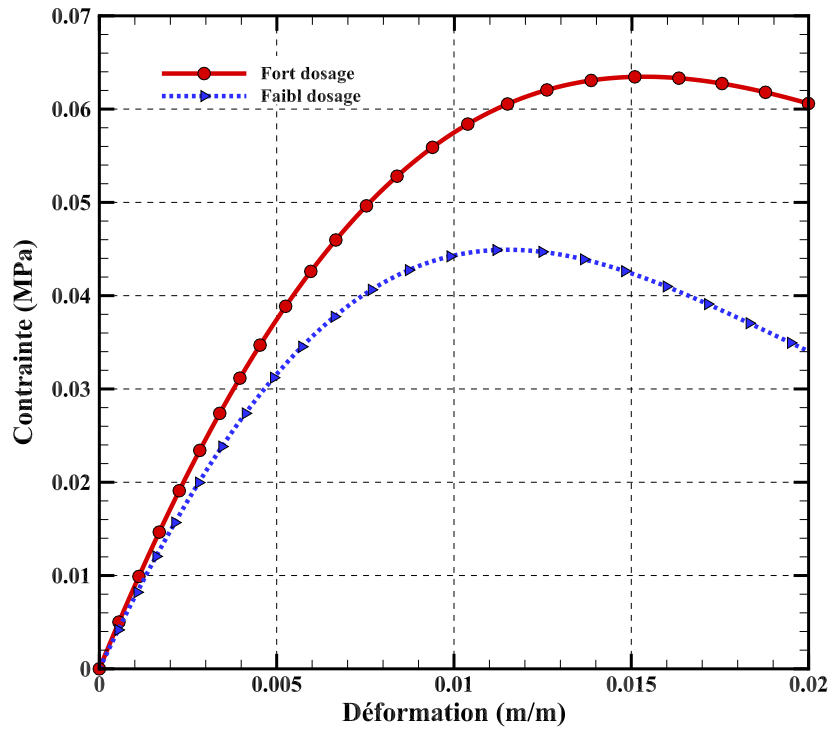
FIGURE 2.21 – Directions de sollicitation (a) Vertical (b) Horizontal

La Figure 2.22 montre une comparaison entre les courbes de contrainte-déformation évaluées à partir des essais de compression uniaxiale sur les composites étudiés dans les deux sens de sollicitation. Le comportement mécanique obtenu dans la première configuration est intégralement différent par rapport à la deuxième. Dans le sens horizontal (Figure 2.22(a)) et comme nous avons montré dans la section 1.6, la courbe obtenue présente trois zones, une première zone, où la variation de contrainte-déformation est linéaire, puis une zone pré-pic, non linéaire qui caractérise la fissuration progressive de liant jusqu'à la rupture, et enfin une zone poste-pic où le liant est totalement détérioré et l'effort est repris par les granulats. Contrairement au sens horizontal, la sollicitation des composites dans le sens vertical résulte un comportement en grande déformation qui se caractérise par l'absence de pic de rupture (Figure 2.22(b)), le composite continu à se déformer jusqu'à la fin de l'essai.

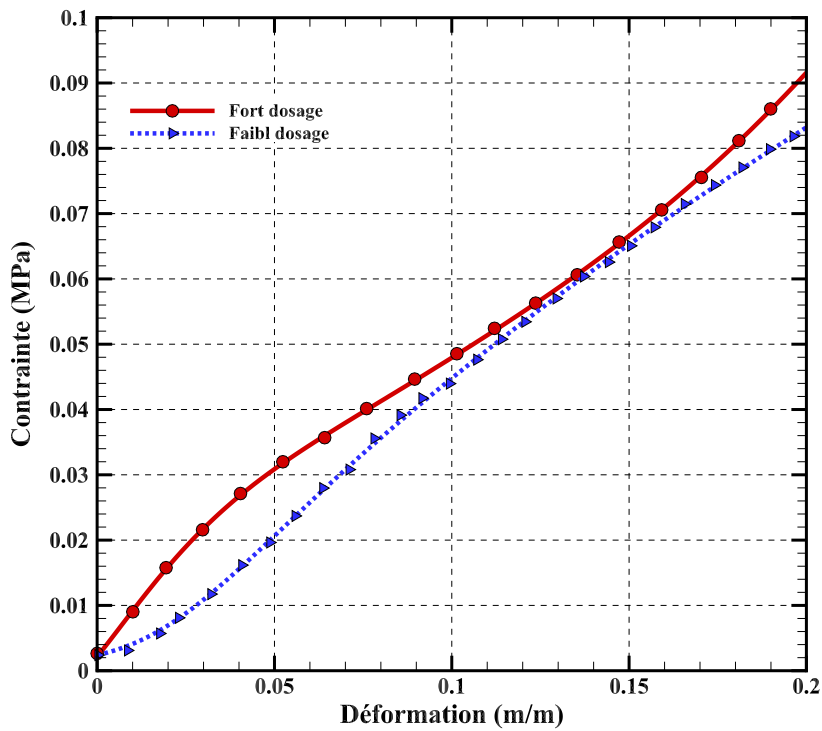
Une tendance similaire a été remarquée dans la mesure de la conductivité thermique des matériaux dans les deux sens. En effet, les valeurs mesurées dans le sens vertical sont supérieures à celles obtenues dans le sens horizontal pour les deux formulations (Tableau 2.6).

Ces résultats montrent que l'orientation des fibres influence fortement les propriétés des composites et conduit à une isotropie transverse des matériaux. Pour cela et afin de prendre en considération cette anisotropie, les inclusions tordues seront orientées aléatoirement dans le plan (2D). En d'autres termes, le tenseur d'orientation d'ordre deux a_2 sera écrit comme suit :

$$a_2 = \begin{bmatrix} 0.5 & 0 & 0 \\ 0 & 0.5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$



(a)



(b)

FIGURE 2.22 – Comportement mécanique dans le sens (a) Horizontal (b) Vertical.

$\lambda(W/m.K)$	sens horizontal	sens vertical
Composites		
Fort dosage	0.075	0.064
Faible dosage	0.057	0.051

TABLE 2.6 – Comparaison de la conductivité thermique dans le sens horizontal et vertical

2.5 Modélisation de la conductivité thermique effective

Nous considérons un VER composé d'une matrice et de deux types d'inclusions : sphériques représentant la porosité (inter-granulaire et tubulaire de la paille) et sphéro-cylindre tordues correspondant aux fibres végétales. Le Tableau 2.7 indique les données d'entrée des trois constituants. Les conductivités thermiques des matrices ont été mesurées expérimentalement sur des échantillons des pâtes de liant en utilisant la méthode du fil chaud. Par ailleurs, et comme il a été souligné précédemment, les inclusions ont un élanement constant et une disposition aléatoire dans le plan. En utilisant ces données, des simulations ont été effectuées sur le logiciel Digimat en imposant une différence de température de 20 °C entre deux faces opposées et des conditions de périodicité dans les autres faces. La sollicitation a été effectuée dans la direction verticale afin de pouvoir comparer les résultats numériques avec les mesures expérimentales. Concernant le maillage, il est constitué d'éléments tétraédriques.

Constituants	Conductivités thermiques (W/m.K)
Liant de chaux	0.168
Liant de chaux+20%gélatine	0.143
Paille	0.051
Air	0.026

TABLE 2.7 – Conductivités thermiques des constituants.

Dans l'objectif de mettre en évidence l'influence de la micro-structure sur la conductivité thermique effective des matériaux, nous adoptons cinq configurations différentes :

Configuration 1 : Il s'agit d'introduire les hétérogénéités du matériau en deux étapes successives. Tout d'abord, le liant et la porosité ont été homogénéisés. Ensuite, le milieu

homogène équivalent obtenu a constitué la matrice dans la deuxième étape, alors que les inclusions de paille ont été intégrées pour déterminer la conductivité effective du matériau homogénéisé final (Figure 2.23).

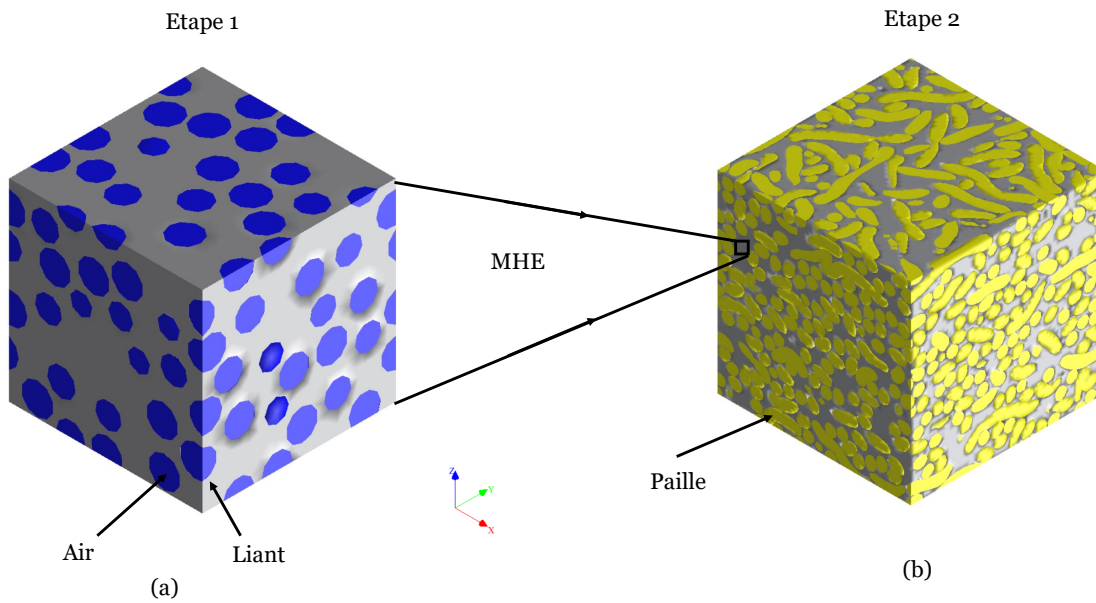


FIGURE 2.23 – Microstructure adoptée dans la configuration 1

Configuration 2 : Nous avons divisé le liant en deux parties, une grande partie (95%) qui enrobe les fibres et une autre (5%) qui assure les ponts de liaisons (liant poreux) entre elles. De ce fait, les hétérogénéités ont été représentées par une inclusion tri-composite contenant l'air entouré de la paille et elle-même enrobée du liant. Ensuite, une homogénéisation en deux étapes a également été adoptée : la première étape consiste à déterminer séparément la conductivité thermique effective de l'inclusion tri-composite (air+paille+liant) et du liant poreux. Quant à la deuxième, elle consiste à inclure les deux milieux homogènes déterminés dans le VER pour obtenir le comportement effectif final (Figure 2.24)

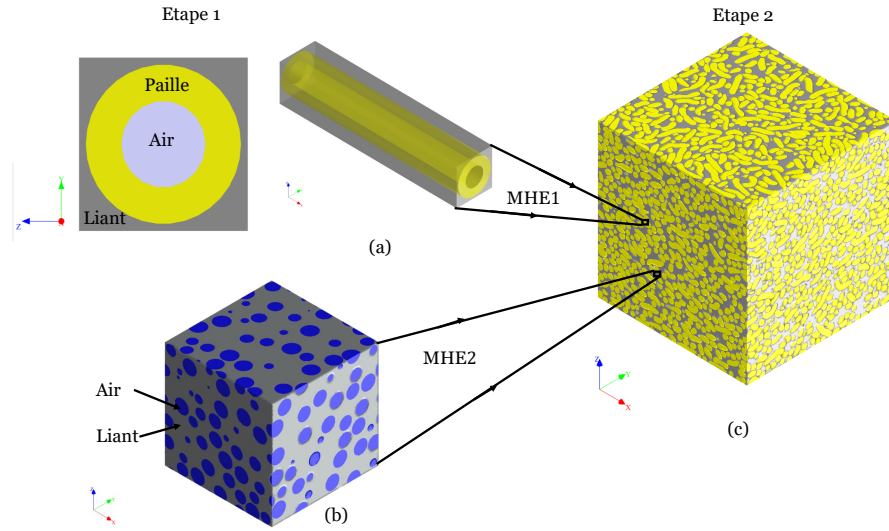


FIGURE 2.24 – Microstructure adoptée dans la cofiguration 2.

Configuration 3 : Nous supposons dans ce cas que le matériau est constitué d'un réseau de fibres enrobées par le liant et noyées dans le vide. Le processus consiste dans une première étape à déterminer la conductivité thermique effective d'un motif élémentaire bi-composite représentant la paille enrobée par le liant. Ensuite, cette conductivité sera affectée à des inclusions plongées dans une matrice représentant le vide et une deuxième homogénéisation sera effectuée. Notons que le contact entre le liant et la paille est considéré comme parfait (Figure 2.25).

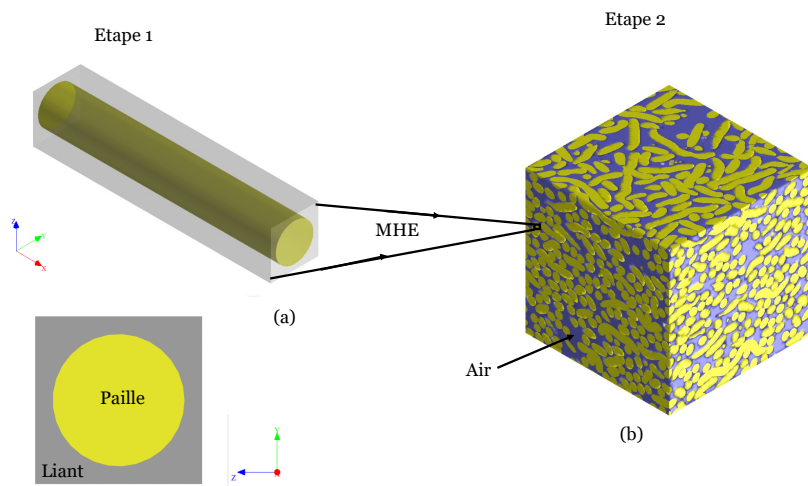


FIGURE 2.25 – Microstructure adoptée dans la configuration 3

Configuration 4 : De même que la deuxième configuration, le liant a été devisé en deux parties, un pourcentage de 95% qui enrobe les fibres et un autre de 5% qui les relie entre elles. Dans un premier temps, les MHEs de l'inclusion bi-composite et du liant poreux ont été déterminés puis dans un second temps, les deux MHEs ont été intégrés dans un VER où la matrice représente le liant poreux et les hétérogénéités représentent la paille enrobée. Une interface parfaite a également été considérée dans ce cas (Figure 2.26).

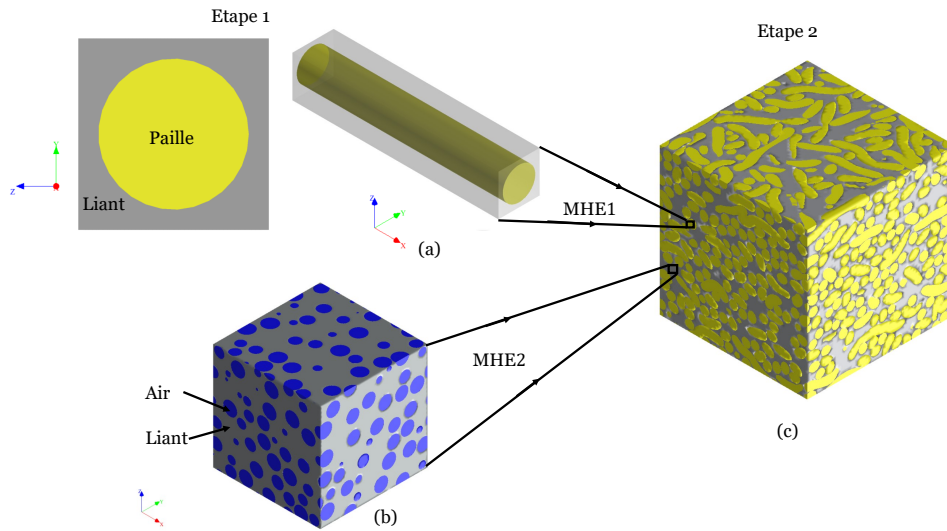


FIGURE 2.26 – Microstructure adoptée dans la configuration 4.

Configuration 5 : La même démarche précédente a été suivie dans cette configuration mais en introduisant une inter-phase entre le liant et la paille. Les propriétés de cette zone ont été déterminées par la calibration du modèle numérique sur les résultats expérimentaux. Quant à son épaisseur, elle est supposée infinitésimale devant le diamètre d'inclusion (Figure 2.27).

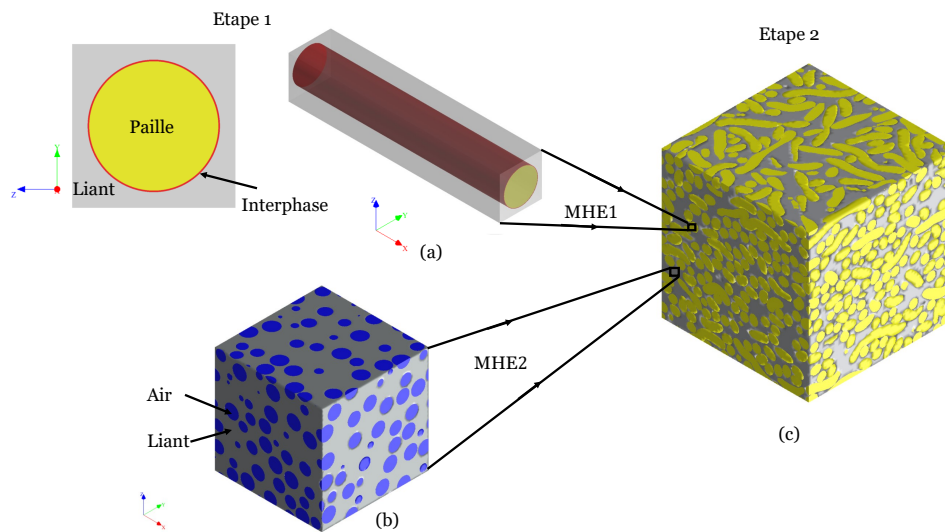


FIGURE 2.27 – Microstructure adoptée dans la configuration 5.

Le Tableau 2.8 récapitule les résultats obtenus dans les différentes configurations présentées ci-dessus. Il apparaît que la représentation classique de la microstructure par des inclusions noyées dans une matrice, fournit des résultats largement éloignés de ceux obtenus expérimentalement que ce soit pour le composite à faible ou à fort dosage en liant. La microstructure adoptée dans la deuxième configuration a permis d'améliorer les résultats numériques obtenus. En effet, les valeurs effectives sont proches de celles expérimentales, les erreurs relatives sont de l'ordre de 4.13% et 7.03%, respectivement pour le composite à faible et à fort dosage en liant. Par ailleurs, la démarche proposée dans la troisième configuration en introduisant directement des fibres enrobées par le liant dans un volume vide a largement sous-estimé la conductivité thermique des matériaux. Cependant, le remplacement de cette matrice (vide) par une matrice poreuse a permis d'obtenir des résultats satisfaisants en particulier pour le composite à faible dosage. Enfin, la prise en compte d'une autre phase entre le liant et la matrice a permis de bien reproduire les résultats expérimentaux dans le cas des deux composites.

Nous pouvons confirmer à partir de ces résultats l'impact significatif de choix de la microstructure sur l'estimation de la conductivité thermique effective des matériaux. En effet, bien que les fractions volumiques des trois phases du matériau soient les mêmes dans les cinq configurations considérées, les résultats étaient très variables. Par conséquent, le choix d'une microstructure proche de celle du matériau réel est une étape indispensable pour pouvoir prédire précisément la conductivité thermique effective.

	Fort dosage		Faible dosage	
	$\lambda(W/m.K)$	Erreur re- latif (%)	$\lambda(W/m.K)$	Erreur re- latif (%)
Expérimentale	0,075	-	0,057	-
Configuration numérique 1	0,091	21,8	0,068	20,96
Configuration numérique 2	0,071	-4,13	0,053	-7,02
Configuration numérique 3	0,064	-14,27	0,039	-30,53
Configuration numérique 4	0,084	12	0,059	3,51
Configuration numérique 5	0,074	0,4	0,056	0,26

TABLE 2.8 – Comparaison entre les conductivités thermiques expérimentales et modélisées.

2.6 Modélisation du comportement élastoplastique du biocomposite

Nous cherchons dans cette section à reproduire le comportement mécanique de deux composites de béton paille en utilisant une homogénéisation numérique. À cet effet, on considère un VER qui se compose des hétérogénéités élastiques et d'une matrice élastoplastique. De même que le problème de conduction de chaleur, deux formes d'inclusion ont été considérées, une forme sphérique représentant le vide et une seconde sphéro-cylindre tordue représentant les fibres végétales. Le Tableau 2.9 donne les propriétés élastiques des inclusions prises en compte dans les simulations.

	Paille	Air
Modul d'Young $E(\text{MPa})$	0.2	10^{-6}
Coefficient de Poisson ν	0.1	0.001

TABLE 2.9 – Propriétés élastiques des inclusions

Le comportement de la matrice est décrit par un modèle avec écrouissage isotrope non-

linéaire basé sur la contrainte équivalente de Von Mises, définie par :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{J_2(\sigma)} = \sqrt{\frac{3}{2}(s : s)} \quad (2.28)$$

avec $J_2(\sigma)$ est le second invariant du tenseur de contrainte déviatorique s exprimé par :

$$\begin{aligned} J_2(\sigma) &= \frac{3}{2}(s : s) \\ &= \frac{3}{2} \left[\left(\sigma - \frac{1}{3} \text{Tr}(\sigma) I \right) : \left(\sigma - \frac{1}{3} \text{Tr}(\sigma) I \right) \right] \\ &= \left[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 3(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2) \right] \end{aligned}$$

La déformation est supposée composer d'une partie élastique ϵ^e et d'une partie plastique ϵ^p :

$$\epsilon = \epsilon^e + \epsilon^p \quad (2.29)$$

La loi de comportement locale s'est écrit donc sous la forme suivante :

$$\sigma = \mathbb{C} : (\epsilon - \epsilon^p) \quad (2.30)$$

La réponse du matériau est supposée élastique si la fonction de charge $f(\sigma, p)$ vérifiée la condition suivante :

$$f(\sigma, p) = J_2(\sigma) - \sigma_Y - R_p \leq 0 \quad (2.31)$$

avec σ_Y est la limite d'élasticité , R_p est la contrainte écrouissage et p est la déformation plastique équivalente cumulée donnée par :

$$p(t) = \int_0^t \dot{p}(\tau) \, d\tau \quad (2.32)$$

Avec :

$$\dot{p} = \frac{2}{3} \sqrt{J_2(\dot{\epsilon}^p)} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}^p : \dot{\epsilon}^p} \quad (2.33)$$

L'évolution de la déformation plastique ϵ^p est donnée par la loi normale :

$$\dot{\epsilon}^p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \sigma} \quad (2.34)$$

Le modèle d'écrouissage isotrope est exprimé par une loi exponentielle et linéaire :

$$R(p) = kp + \sigma_\infty [1 - \exp(-mp)] \quad (2.35)$$

Où k est un module d'écroissage linéaire, σ_∞ : est un module d'écroissage et m : est un exposant d'écroissage

Dans le but de déterminer les paramètres du modèle micromécanique, des essais de compression uniaxiale ont été effectués sur des pâtes de liant pour chaque cas, la Figure 2.28 illustre les courbes contrainte-déformation obtenues pour les deux matrices et le tableau 2.10 indique l'ensemble des paramètres identifiés à partir de ces courbes :

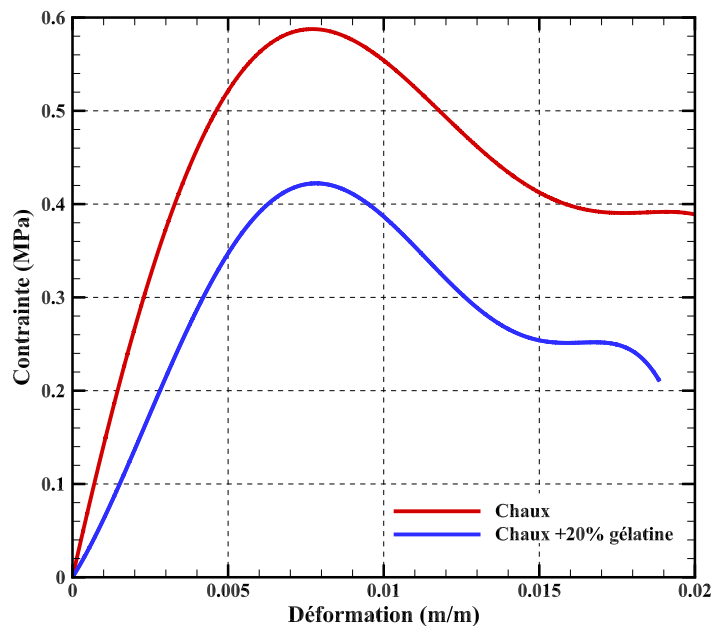


FIGURE 2.28 – Comportement mécanique des liants purs

	Chaux	Chaux+20% gélatine
Coefficient de Poisson ν	0.3	0.3
Modul d'Young E (MPa)	100	85
Limite d'élasticité σ_Y (MPa)	0.25	0.09
Module d'écroissage σ_∞ (MPa)	0.38	0.37
Exposant d'écroissage m (MPa)	1400	1396
Module d'écroissage linéaire k (MPa)	-5.5	-3.8

TABLE 2.10 – Paramètres utilisés pour la modélisation du comportement mécanique

Ensuite, le comportement mécanique de deux composites a été estimé en suivant les étapes de la configuration 1 utilisé dans la section précédente. Tout d'abord les inclusions

sphériques et la matrice ont été homogénéisées. Puis, dans un deuxième temps, les fibres tordues ont été intégrées dans le milieu équivalent déterminé dans la première étape et une nouvelle homogénéisation est alors effectuée pour obtenir le comportement mécanique fictif du composite. Les simulations ont été réalisées en imposant sur une face du VER une déformation uniaxiale (dans la direction x , Figure 2.23) et des conditions de périodicité dans les autres faces. Un maillage tétraédrique a été utilisé dans les deux étapes de calcul. La Figure 2.29 compare les courbes de contrainte-déformation expérimentales et celles prédites par le modèle numérique. Il est clair que ces dernières sont largement au-dessus des courbes expérimentales que ce soit dans la phase élastique ou dans la phase plastique. Cet écart peut être associé aux données d'entrée de la matrice, évaluées à partir des essais de compression sur les pâtes de liant seul. Autrement dit, le comportement des liants purs peut être différent de celui des liants mélangés avec les fibres, ce qui conduit à des erreurs significatives.

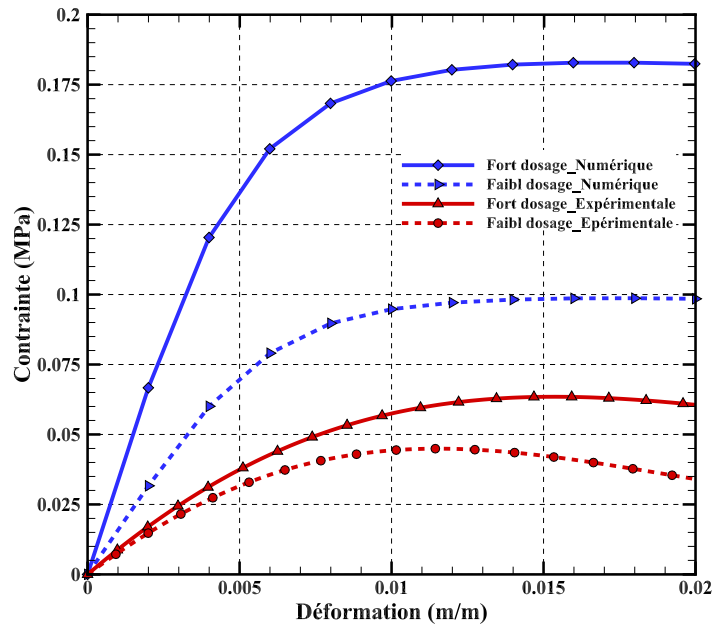


FIGURE 2.29 – Comportement mécanique calibré et expérimentale de deux composites.

Ce problème a été discuté par Akkaoui [6]. En effet, dans le but de déterminer les propriétés élastiques des phases constituantes le béton de bois, l'auteur a réalisé une calibration du modèle développé sur les résultats expérimentaux du composite. Il a remarqué que les modules calibrés sont inférieurs à ceux mesurés sur la pâte de liant pure. Cette différence est due aux interactions entre les fibres végétales et le liant. En d'autres termes, la présence des fibres impacte fortement le processus d'hydratation et de séchage du liant. De plus, les

fissures qui apparaissent dans certaines zones d'interfaces fibre-matrice conduisent à une porosité supplémentaire qui peut être également à l'origine de la faiblesse des propriétés calibrées pour le liant. Il est aussi clair que le liant seul a une certaine compacité qu'il n'a pas quand il est mélangé avec un taux de fibres important ce qui affecte ses propriétés mécaniques.

De ce fait, nous proposons de déterminer le comportement de la matrice en s'appuyant sur une analyse inverse basée sur une homogénéisation numérique. Pour cela, nous admettons les hypothèses suivantes :

- Le volume élémentaire représentatif est cubique de côté égale à 3 cm
- Les fibres ont une forme shpéro-cylindre tordue, orientées aléatoirement dans le plan et elles ont le même élanement
- La porosité a une forme sphérique
- Le comportement des inclusions est élastique dont les propriétés sont indiquées dans le Tableau 2.9
- Le comportement de la matrice est élastoplastique

Nous supposons que la morphologie de la micro-structure et le comportement des hétérogénéités sont connus et nous visons à évaluer les propriétés de la matrice en suivant les étapes présentées dans la Figure 2.30.

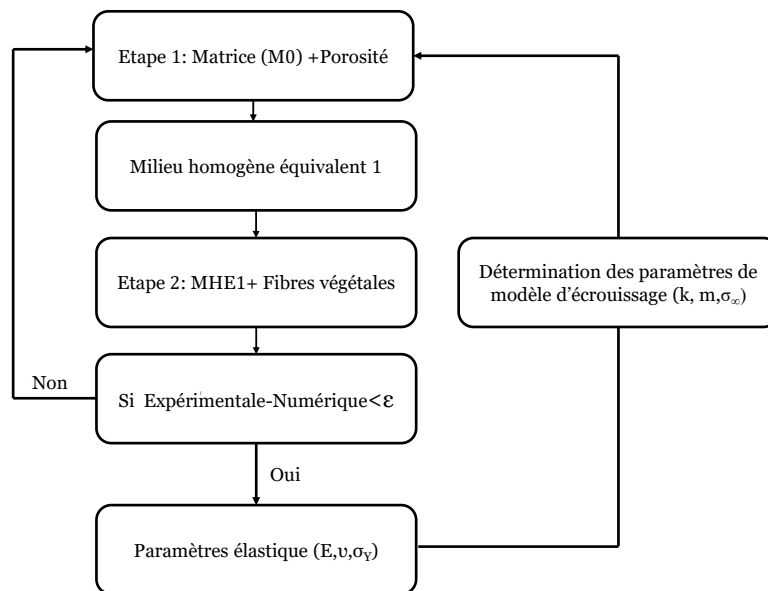


FIGURE 2.30 – Détermination du comportement des matrices par analyse inverse

En effet, nous cherchons dans un premier temps les propriétés élastiques de la matrice

permettant de minimiser l'écart entre la courbe expérimentale et numérique à une valeur inférieure à ϵ . Une fois cette condition satisfaite, nous fixons les paramètres élastiques et nous procédons à déterminer les paramètres du modèle d'écrouissage en s'appuyant sur la même démarche.

La Figure 2.31 montre une bonne concordance entre le comportement effectif calibré et celui obtenu à partir des essais expérimentaux que ce soit pour le composite à fort ou à faible dosage en liant. En effet, les modules d'Young et les résistances mécaniques estimés sont très proches des valeurs expérimentales, l'écart type ne dépasse pas 3% comme il est détaillé dans le Tableau 2.11. Par ailleurs, la Figure 2.32 indique que les courbes de contrainte-déformation déduites des essais de compression sur les liants purs sont très éloignées de celles obtenues par analyse inverse. Autrement dit, les propriétés identifiées à partir des courbes expérimentales (Tableau 2.10) sont supérieures à celles calibrées (Tableau 2.12). Cela confirme l'impact majeur des fibres végétales sur la réduction des propriétés mécaniques des matrices.

Enfin, la démarche proposée peut être utilisée pour orienter les formulations des matériaux à base des fibres végétales en proposant des composites adaptés à chaque utilisation avec un critère bien défini.

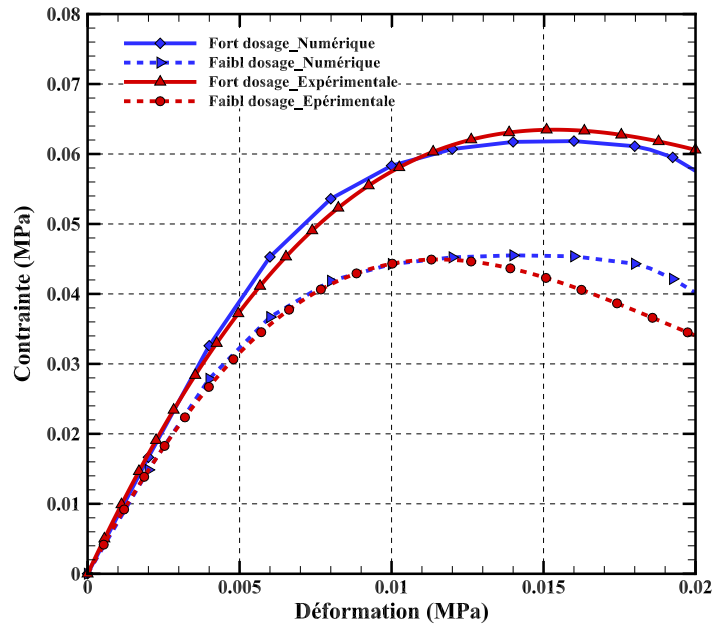


FIGURE 2.31 – Comparaisons du comportement mécanique calibré et expérimentale des composites

		$\sigma_{max}(Mpa)$	Erreur relative (%)	$E(Mpa)$	Erreur relative (%)
Fort dosage	Expérimentale	0.063	-	8.02	-
	Numérique	0.061	-3	8.14	1
Faible dosage	Expérimentale	0.044	-	7.39	-
	Numérique	0.045	1	7.42	0.4

TABLE 2.11 – Comparaison entre les propriétés mécaniques calibrées et expérimentales des composites.

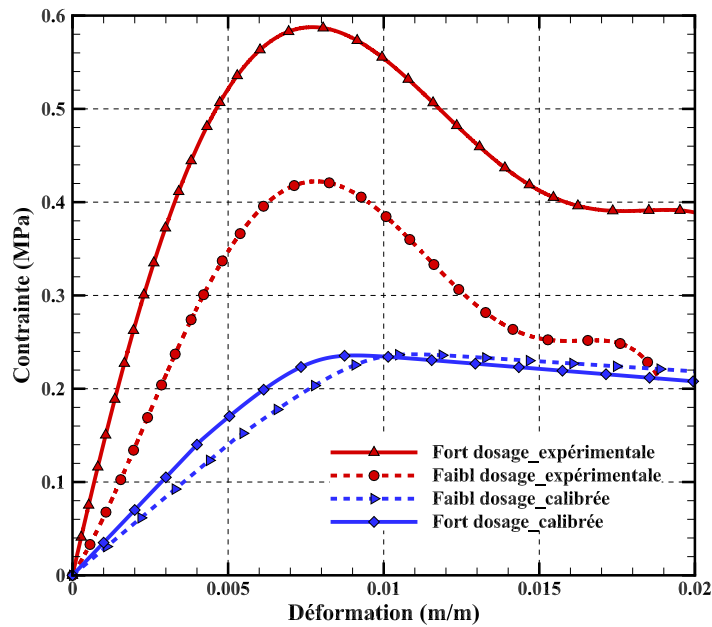


FIGURE 2.32 – Comparaison entre le comportement mécanique calibré et expérimentale des matrices.

	Chaux	Chaux+20% gélatine
Coefficient de Poisson ν	0.3	0.3
Modul d'Young E(MPa)	30	35
Limite d'élasticité σ_Y (MPa)	0.15	0.145
Module d'écrouissage σ_∞ (MPa)	0.098	0.097
Exposant d'écrouissage m (MPa)	1800	1795
Module d'écrouissage linéaire k (MPa)	-2.9	-2.5

TABLE 2.12 – Paramètres calibrés des deux matrices.

2.7 Conclusion

Ce chapitre a fait l'objet de la modélisation du comportement thermique et mécanique de deux types de formulation de béton paille. Compte-tenu des limites des méthodes analytiques dans la prise en compte de l'ensemble des paramètres influençant le comportement des matériaux biosourcés, dont la microstructure, une homogénéisation numérique est adoptée avec une microstructure complexe. Dans un premier temps, une démarche statistique basée sur la convergence des propriétés apparentes a été appliquée pour déterminer la taille du volume élémentaire représentative. Ensuite, une description détaillée de la microstructure des matériaux a été effectuée (distribution des phase, morphologie et taille des inclusions). L'utilisation de la microtomographie à rayons X nous a permis de déterminer les fractions volumiques des différentes phases des matériaux. Ces données ont été utilisées par la suite pour modéliser la conductivité effective et le comportement non-linéaire des composites. Dans le cas de la conductivité thermique, cinq configurations ont été proposées afin de mettre en évidence l'effet de la microstructure sur la prédiction de cette propriété. Les résultats obtenus ont montré que la représentation classique des matériaux par des hétérogénéités noyées dans une matrice est inappropriée pour le cas thermique.

Le comportement mécanique à la compression a été modélisé dans un premier temps en utilisant comme données d'entrée de la matrice, les résultats déterminés à partir des essais expérimentaux sur les liants seuls. Cela a conduit à une large surestimation du comportement mécanique. Par conséquent, une calibration du modèle numérique sur les résultats expérimentaux des composites était nécessaire pour accéder aux propriétés des matrices.

Chapitre 3

Caractérisation du comportement hydrique des biocomposites

Sommaire

3.1	Eléments bibliographiques sur les propriétés hydriques des matériaux biosourcés	86
3.2	Matériaux et méthodes de caractérisation hydrique :	92
3.2.1	Matériaux	92
3.2.2	Méthodes de caractérisation hydrique	92
3.3	Résultats et discussion	98
3.3.1	Isothermes d'adsorption-désorption	98
3.3.2	Perméabilité à la vapeur d'eau	101
3.3.3	Diffusivité hydrique isotherme Dw	103
3.3.4	La valeur Tampon hydrique, MBV	107
3.4	Conclusion	109

Le présent chapitre est consacré à la caractérisation hydrique des trois formulations optimales de béton paille. Dans un premier temps, nous présentons un état de l'art sur les différentes propriétés hydriques des matériaux poreux et en particulier les matériaux à base de fibre végétales. Puis dans un deuxième temps, nous nous intéressons à étudier le comportement hydrique des composites de béton paille, en se basant sur la détermination des courbes de sorption-désorption, la perméabilité à la vapeur d'eau, la diffusivité hydrique isotherme et la valeur tapon hydrique. Enfin une conclusion sur l'ensemble des résultats de cette partie est présentée.

3.1 Eléments bibliographiques sur les propriétés hydriques des matériaux biosourcés

Dans la littérature, l'étude du comportement hydrique des matériaux à base de fibres végétales est effectuée globalement à travers trois propriétés : les isothermes de sorption-désorption, la perméabilité à la vapeur d'eau et la valeur tampon hydrique.

Les isothermes de sorption-désorption caractérisent l'aptitude d'un matériau à échanger la vapeur d'eau et l'humidité avec le milieu environnant. En d'autres termes, ces courbes décrivent l'évolution de la teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative de milieu environnant dans des conditions de température constante. L'identification de ces courbes est essentielle pour évaluer les modifications des propriétés induites par le comportement hygroscopique et pour déduire les propriétés de diffusion de vapeur d'eau. En général, compte-tenu de leur forte hygroscopicité comme la plupart des matériaux poreux, les isothermes de sorption des matériaux à base de fibres végétales présentent une forme sigmoïde de type II ou III selon la classification IUPAC [91] (cf.figure 3.1). L'adsorption d'eau s'effectue en trois étapes (cf.figure 3.2). Tout d'abord, les molécules d'eau recouvrent la surface des parois internes des pores en une seule couche : c'est l'adsorption monomoléculaire. Ensuite, d'autres couches de molécules d'eau viennent se fixer à la première : c'est l'adsorption polymoléculaire. Enfin, les couches polymoléculaires se rejoignent et forment des ponts liquides ou ménisques capillaires. L'eau est retenue à la surface des pores par les forces capillaires ce qui entraîne le remplissage des pores les plus fins puis des pores plus gros : c'est la condensation capillaire. Selon la structure poreuse du matériau, ces phénomènes peuvent se produire successivement ou simultanément [9].

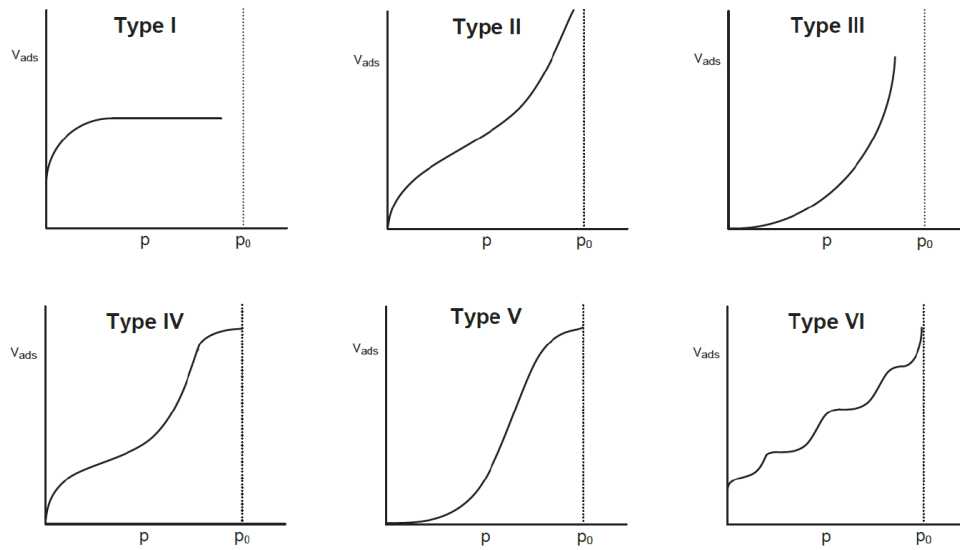


FIGURE 3.1 – Classification des isothermes d'adsorption [91]

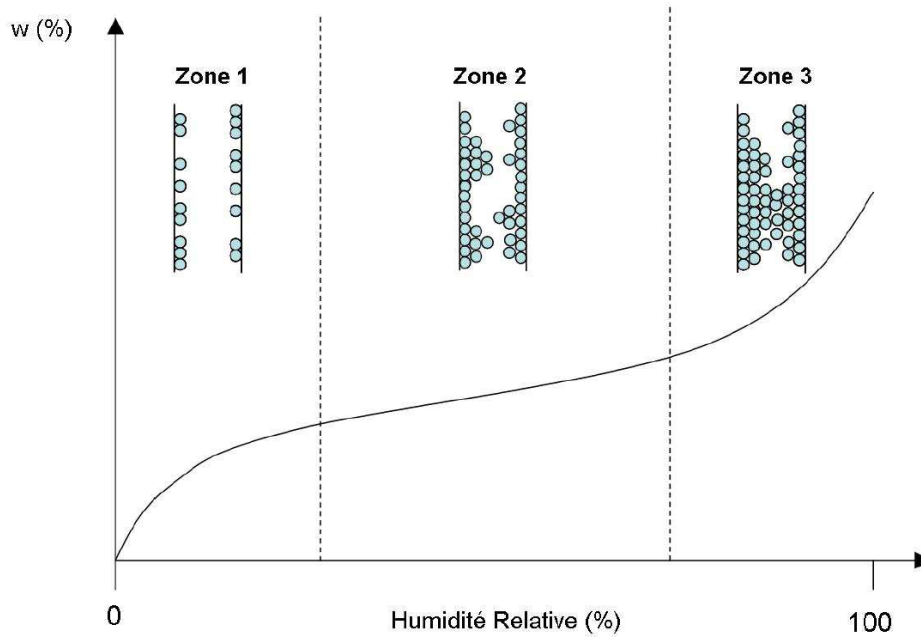


FIGURE 3.2 – Représentation schématique des différentes parties d'un isotherme d'adsorption de vapeur et des mécanismes de fixation d'eau associés [59]

Les matériaux à base de fibres/granulats végétaux présentent une grande aptitude au stockage d'humidité par rapport aux autres matériaux de construction. Samri 2008 [92] a comparé les isothermes d'adsorption de béton cellulaire et de terre cuite avec ceux de béton de chanvre (cf.figure 3.3). Il a remarqué que la capacité de stockage d'humidité

de ce dernier est plus élevée lorsque l'humidité relative est comprise entre 40% et 90%. Selon l'auteur cette propriété a des conséquences directes sur la capacité des matériaux à amortir des fluctuations en humidité relative, présente au sein d'une habitation (activité humaine, cuisine, salle de bain).

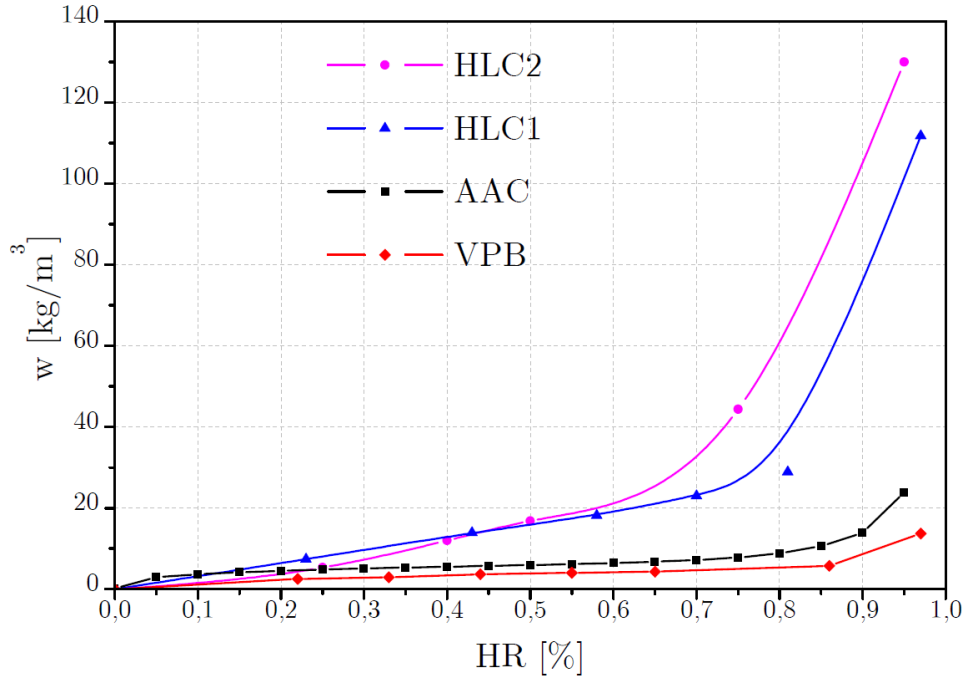


FIGURE 3.3 – Comparaison entre les isothermes d'adsorption de béton de chanvre : HLC1 ($\rho = 430 \text{ Kg/m}^3$) HLC2 ($\rho = 317 \text{ Kg/m}^3$), Tesson de terre cuite : VPB ($\rho = 400 \text{ Kg/m}^3$) et le béton cellulaire autoclavé : AAC ($\rho = 837 \text{ Kg/m}^3$) Samri 2008 [92]

Les différents bétons végétaux étudiés dans la littérature présentent des courbes de sorption-désorption similaires. La figure 3.4 montre un exemple de ces courbes pour quelques matériaux biosourcés. Pour l'isotherme d'adsorption, la teneur en eau massique des matériaux augmente progressivement en fonction de l'humidité relative jusqu'à 80% selon les constituants de chaque formulation. Au-delà de $\text{HR}=80\%$ la teneur en eau augmente rapidement pour atteindre des valeurs comprises entre 10 et 26% selon les matériaux. Inversement, en désorption, la teneur en eau diminue rapidement de $\text{HR}=98\%$ jusqu'à $\text{HR}=80\%$ puis évolue progressivement entre $\text{HR}=80\%$ et les faibles humidités. Une hystérésis entre l'isotherme d'adsorption et celui de désorption a été mise en évidence par plusieurs auteurs pour les différentes formulations des bétons végétaux. En effet, il a été remarqué que la teneur en eau du matériau observée en adsorption pour une humidité relative donnée est inférieure à celle observée en désorption. Cet écart est expliqué par

l'existence des pores en forme de bouteille d'encre [9].

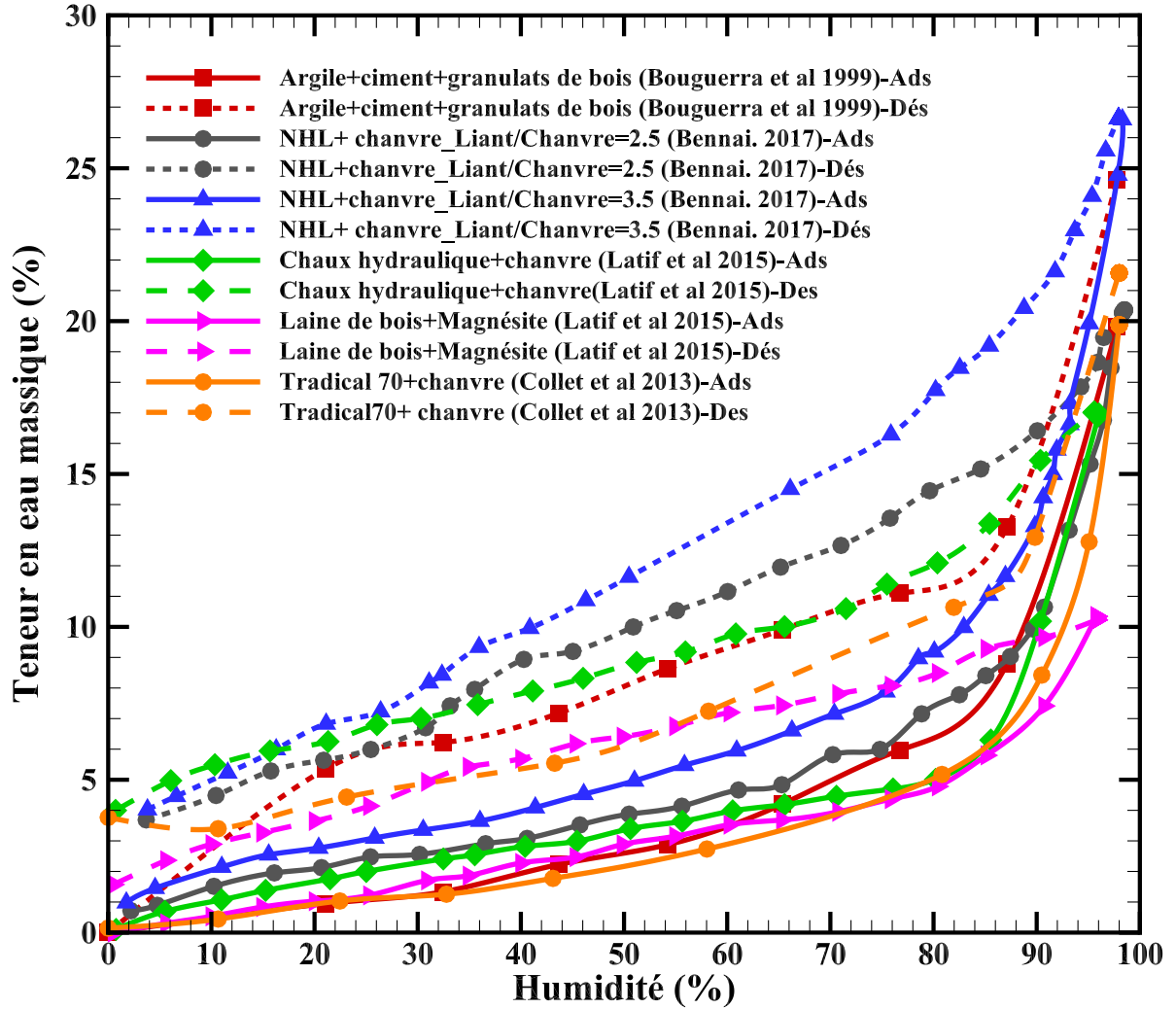


FIGURE 3.4 – Exemples des isothermes de sorption-désorption des bétons végétaux

L'effet du type des constitutions (granulats, matrices) et leurs fractions sur l'isotherme de sorption a également été discuté, Mazhoud 2017 [93] a remarqué que les composites avec une matrice à base de chaux possèdent une teneur en eau plus élevée que les composites avec une matrice à base d'argile. Cependant, Chamoin 2013 [94] a montré que le type de liant impacte légèrement l'isotherme de sorption-désorption. En effet la substitution du liant à base de chaux par un liant à base de sulfate de calcium conduit à des valeurs de teneur en eau similaires à celles du matériau de référence, sauf à des humidités relatives

élevées (supérieure à 80% HR), où se produit la condensation capillaire. Belayachi et al 2015 [95], ont constaté une absence d'influence du type de granulats sur les isothermes de sorption-désorption de béton paille. Les composites à base de paille d'orge possèdent des courbes similaires aux composites à base de paille de blé. Brouard 2018 [96] n'a pas observé une différence notable entre le comportement des formulations à base de colza et celles avec de l'écorce de tournesol. Par ailleurs, d'autres auteurs ont observé qu'une augmentation du rapport granulats/liant conduit à des valeurs de teneur en eau plus importantes, notamment pour les humidités relatives élevées. Cela a été attribué, d'une part, à une adsorption polymoléculaire plus élevée et d'autre part, à la condensation capillaire Bouguerra et al 1999 [97] Collet et al 2013 [98], Mazhoud 2017 [93].

La perméabilité à la vapeur d'eau, quant à elle, représente la capacité d'un matériau à transférer l'humidité. La détermination de ce paramètre est essentielle dans la caractérisation hydrique des matériaux et leur utilisation dans la conception d'une isolation thermique efficace des bâtiments. La méthode la plus utilisée dans la littérature pour mesurer ce coefficient est la méthode de la coupelle, décrite dans la norme EN ISO 12572 [99].

Globalement, en raison de leur porosité ouverte importante, la perméabilité à la vapeur d'eau des matériaux à base de granulats végétaux est élevée. Collet 2004 [9], Evard 2008 [100], Chamoin 2013 [94], Walker et Pavia 2014 [101], Bennai 2017 [89] ont trouvé des valeurs comprises entre $1,6 \cdot 10^{-11}$ et $3 \cdot 10^{-11}$ (kg/m.s.Pa) pour le béton de chanvre selon la différence de la formulation. Rahim et al 2016 [102], Rahim et al 2015 [103], ont obtenu une valeur de $2 \cdot 10^{-11}$ et $4,5 \cdot 10^{-11}$ (kg/m.s.Pa) pour le béton de colza et une valeur de $2,34 \cdot 10^{-11}$ (kg/m.s.Pa) pour le béton de lin. D'autre part, l'humidité relative est un facteur qui influence fortement la perméabilité à la vapeur d'eau. Kumaran et al. 2002 [104], Collet et al 2013 [98] indiquent que la perméabilité évolue selon une loi exponentielle ou puissance avec l'augmentation de l'humidité.

La mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau et la détermination des isothermes de sorption-désorption permettent de déduire la diffusivité hydrique isotherme. Ce coefficient caractérise le taux de changement de la teneur en eau d'un matériau sous les évolutions transitoires de l'humidité. De Vries 1958 [105] a distingué trois zones de variation de la diffusivité hydrique en fonction de la teneur en eau (cf.figure 3.5) :

- Aux faibles teneurs en eau ($u < u_k$), le transfert d'humidité est essentiellement dû au transport de vapeur (diffusion et effusion), la phase condensée existe sous forme de film adsorbé ou dans des îlots capillaires.
- Pour des teneurs en eau plus importantes, les îlots d'eau augmentent en nombre et en

taille, la zone de flux de vapeur diminue et le transfert d'humidité se produit par des mécanismes de condensation et d'évaporation aux interfaces vapeur-liquide, dès que la continuité de la phase liquide est atteinte ($u = u_k$) le transfert de liquide augmente

- Aux fortes teneurs en eau, le transfert liquide devient prépondérant.

En plus de la perméabilité à la vapeur d'eau, Collet et al 2012 [106], Rahim et al 2015 [103] et Rahim et al 2016 [102] ont estimé le coefficient de diffusivité hydrique pour le béton de chanvre, de colza et de lin, ils ont trouvé des valeurs comprises entre 10^{-10} et $10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$.

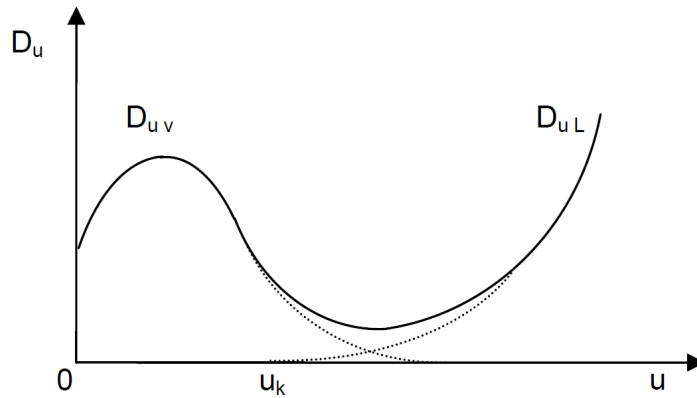


FIGURE 3.5 – Évolution des coefficients de diffusion isotherme (De Vries 1958 [105])

Parmi les paramètres hydriques des matériaux poreux intéressants pour la conception d'un environnement intérieur confortable, la valeur tampon hygrique (Moisture Buffer Value : MBV). Cette propriété indique la capacité du matériau à modérer/réguler les variations d'humidité de l'air avoisinant. La mesure de la MBV s'effectue selon la démarche définie dans le Nordtest Project Rode et al. 2005 [107]. D'après plusieurs travaux de la littérature Collet et al 2012 [106], Dubois et al 2012 [108], Latif et al 2015, Rahim et al 2016 [102], Rahim et al 2015 [103] Latif et al 2015 [109], Piot et al 2017, [110], Haussain et al 2019 [111], Jiang et al 2020 [112], les bétons végétaux ont montré des valeurs de MBV supérieures à $2g/(m^2.\%HR)$, ce qui a permis de les classer dans la catégorie des excellents régulateurs hydriques selon la classification de Rode et al 2005 [107].

3.2 Matériaux et méthodes de caractérisation hydrique :

3.2.1 Matériaux

Comme nous l'avons précisé précédemment, nous nous intéressons dans ce chapitre à étudier le comportement hydrique des trois bicomposites retenus dans le chapitre précédent. Le tableau 3.1 présente un rappel de la désignation et des constituants de chaque composite :

Formulation		Rapport massique (kg/kg)			
Désignation courte	Désignation longue	P/L	H/L	C/L	LG/L
PF5	PF70+5% H+2,5% C_P/L=0,3	0,3	0,05	0,025	-
PF20	PF70+20%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,2
PL10	Plâtre+10%LG_P/L=0,4	0,4	-	-	0,1

P/L : Paille/Liant, E/L : Eau/Liant, H/L : Hémoglobine/Liant, C/L : Caséine/Liant,
LG : Liant de gélatine, L : Liant (chaux ou plâtre)

TABLE 3.1 – Dosage des composites optimaux

3.2.2 Méthodes de caractérisation hydrique

Dans le but d'évaluer le comportement hydrique des composites, trois types d'essais expérimentaux ont été effectués dans le cadre de ce travail de thèse, à savoir, l'essai de sorption-désorption, l'essai de perméabilité à la vapeur d'eau et l'essai de la valeur tampon hydrique :

3.2.2.1 Isothermes de sorption-désorption

Les isothermes de sorption-désorption sont déterminés souvent par mesure gravimétrique, en mettant les échantillons de matériaux dans différentes humidités relatives à température constante. Le suivi de masse permet de déterminer le point d'équilibre et de calculer la teneur en eau pour une humidité donnée. La méthode la plus utilisée est celle des solutions salines permettant d'utiliser neuf paliers d'humidité entre 10% et 98%.

Dans notre travail, les courbes de sorption-désorption des trois composites ont été déterminées à l'aide de l'appareil Vsorp (ProUmid GmbH), modèle Vsorp Basic (figure 3.6). Le dispositif est équipé d'un plateau tournant et d'une balance avec une précision de 100 μ g.

Le plateau contient six coupelles en aluminium, dans lesquelles les échantillons à analyser sont mis. L'ensemble est placé dans une chambre climatique à température et humidité régulées. Le suivi de masse s'effectue automatiquement jusqu'à que tous les échantillons remplissent une condition d'équilibre prédéfinie.

Dans notre cas, des échantillons d'environ $5 \times 5 \times 4 \text{ cm}^3$ ont été préparés pour chaque matériau et placés dans les coupelles. Ils ont été séchés à 60°C pendant 48 h avant l'essai. Afin d'assurer une reproductibilité des résultats, deux échantillons ont été utilisés pour les composites. La pesée des échantillons est programmée chaque 15 min. L'équilibre est supposé atteint lorsque la variation de masse ne dépasse pas 1% pendant 24 h. Enfin, des paliers d'humidité variant de 10% à 90% avec un pas de 10% ont été imposés à une température constante de 25°C .

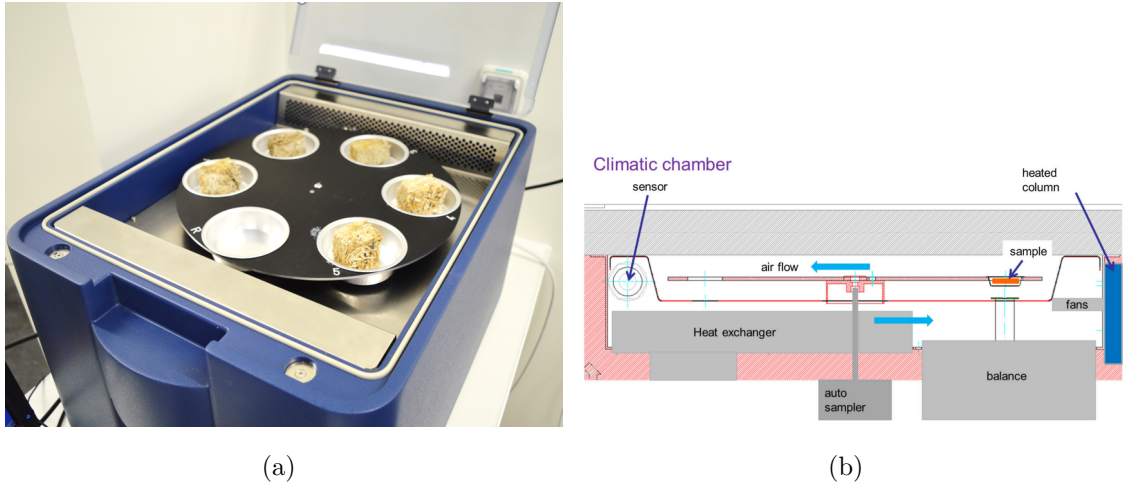


FIGURE 3.6 – Dispositif expérimental pour l'essai de sorption-désorption (Appareil Vsorp)

3.2.2.2 Perméabilité à la vapeur d'eau

L'équipement Vsorp a également été utilisé pour mesurer la perméabilité des trois composites en se basant sur la méthode de la coupelle (EN ISO 12572 [99]). La démarche consiste à appliquer une différence de pression entre l'amont et l'aval de l'éprouvette et de calculer par la suite la quantité de flux de la vapeur d'eau traversant le matériau (Figure 3.7(c)). La densité de flux est donnée par la relation suivante :

$$g = \frac{G}{A} \quad (3.1)$$

Avec :

A : est la surface de l'échantillon

G : représente la vitesse de variation de la masse, calculée à partir de la courbe linéaire de la masse en fonction du temps. Selon la norme, la valeur finale de G est obtenue lorsque chacune des cinq dernières déterminations successives de G_{12} est à $\pm 5\%$ de G (la moyenne de cinq déterminations successives)

Où G_{12} est le taux de variation de masse :

$$G_{12} = \frac{m_{i+1} - m_i}{t_{i+1} - t_i} \quad (3.2)$$

m_i est la masse à l'instant t_i ; m_{i+1} est la masse à l'instant t_{i+1}

La perméabilité à la vapeur d'eau est définie par la loi de diffusion de Fick comme suivant :

$$\delta = g \frac{e}{\Delta p} \quad (3.3)$$

Avec

e : est l'épaisseur d'échantillon en m

δ : perméabilité à la vapeur d'eau en kg/m.s.Pa

Δp : gradient de pression de vapeur d'eau en Pa

D'autres paramètres sont utilisés dans le domaine du bâtiment pour apprécier le comportement hydrique des matériaux. Ces paramètres sont liés à la perméabilité de la vapeur d'eau par les relations suivantes :

- Facteur de résistance à la vapeur d'eau μ [-] :

$$\mu = \frac{\delta_a}{\delta} \quad (3.4)$$

avec δ_a est la perméabilité à la vapeur d'eau de l'air.

-Perméance à la vapeur d'eau W [$kg/m^2.s.Pa$] :

$$W = \frac{\delta}{e} \quad (3.5)$$

-Épaisseur d'air équivalente pour la diffusion de vapeur d'eau Sd [m] :

$$Sd = \frac{\delta}{e} \quad (3.6)$$

Dans notre cas, deux couples d'humidités ont été testés : 3/50% (coupelle sèche) et 93/50% (coupelle humide). Les humidités intérieures de 3% et de 93% ont été assurées respectivement par un minéral à base de silice, commercialisé sous le nom de tamis moléculaire

et une solution saline saturée KNO_3 tandis que l'humidité extérieure de 50 % a été régulée automatiquement dans l'enceinte climatique de Vsorp. Les échantillons circulaires mesurent 8,5 cm de diamètre et environ 1 cm d'épaisseur (figure 3.7). Afin d'éviter les erreurs dues aux fuites, un mélange de 60% de cire d'abeille et 40% de paraffine a été utilisé pour assurer l'étanchéité. Après une période de cure de 28 jours, les éprouvettes ont été conditionnées à une humidité de 50% jusqu'à la stabilisation de leurs masses. La pesée des coupelles est programmée chaque 10 min.

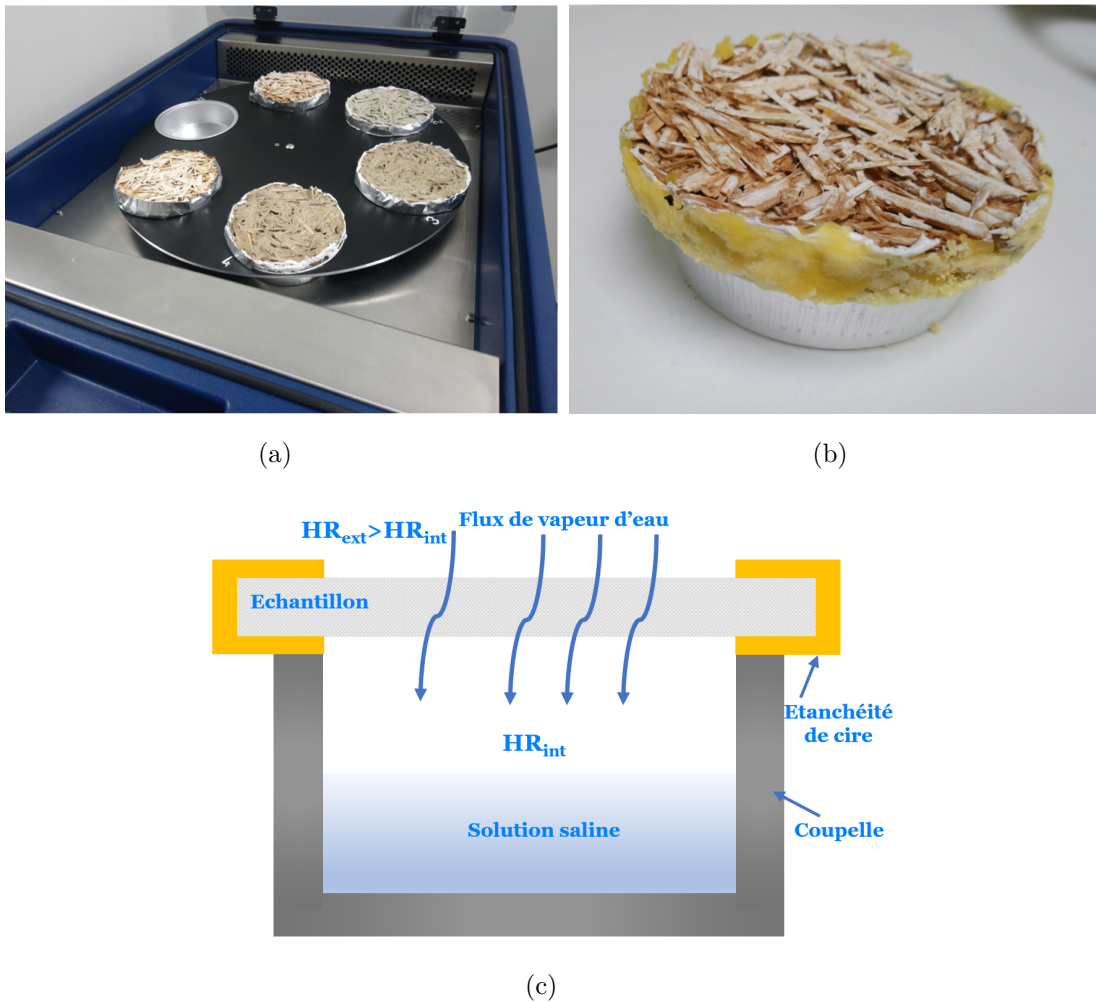


FIGURE 3.7 – Dispositif expérimental de mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau

3.2.2.3 La valeur Tampon hydrique, MBV

La valeur tampon hydrique est mesurée selon le protocole élaboré par Rode et al 2005 [107]. L'essai a été effectué à l'aide d'une enceinte climatique de type Votche. Les échan-

tillons ont été soumis à des cycles de 24 h dans lesquels l'humidité relative est fixée à 75% pendant 8 h puis à 33% pendant 16 h (figure 3.8). Un réglage de la vitesse du ventilateur de l'enceinte était nécessaire afin d'obtenir la valeur recommandée par le protocole ($0,1 \pm 0,05 \text{ m/s}$) au voisinage des échantillons. La pesée des échantillons a été effectuée cinq fois dans la phase d'adsorption et deux fois dans la phase de désorption à l'aide d'une balance de de 0,01 g de précision. L'essai a été arrêté lorsque l'écart entre les variations de masse relevées devient inférieur à 5% sur les trois derniers cycles. La capacité tampon hydrique a été calculée selon l'équation suivante :

$$MBV = \frac{\Delta m}{A.(HR_{Haute} - HR_{Basse})} \quad (3.7)$$

Avec :

MBV : est la valeur tampon hygrique ($\text{g/m}^2.HR(\%)$),

Δm : est la variation de masse durant la phase de sorption ou de désorption (g),

A : est la surface d'échange (m^2),

HR_{Haute}, HR_{Basse} : sont respectivement les humidités relatives haute (75%) et basse (33%) au cours du cycle (%).

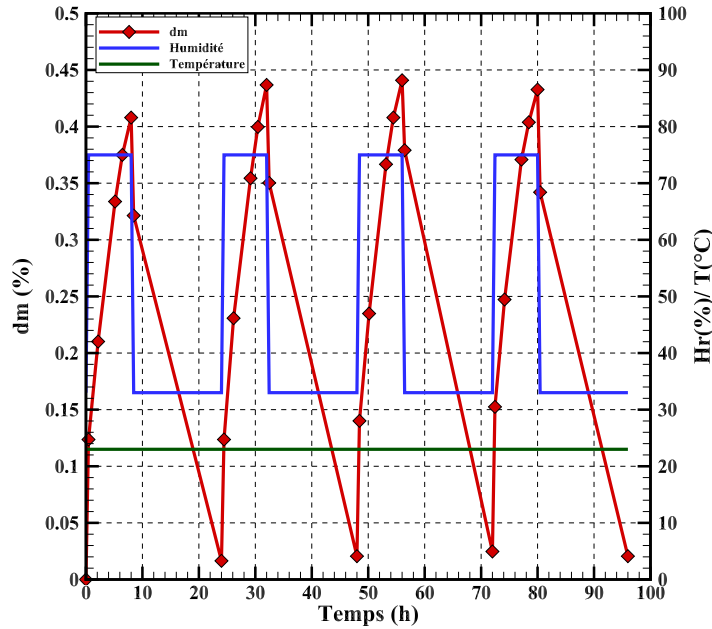


FIGURE 3.8 – Exemple de cinétique de prise/perte de masse d'un échantillon

Contrairement à la surface des échantillons exposée, le protocole Nordtest Rode et al

2005 [107] n'impose aucune valeur sur l'épaisseur des échantillons. Cependant, il recommande une épaisseur équivalente à celle d'utilisation du matériau dans la réalité ou au moins égale la profondeur de pénétration. Arfvidsson 1999 [1] a défini la profondeur de pénétration ($d_{1\%}$) de la vapeur d'eau comme la profondeur à partir de laquelle l'amplitude de la variation de la teneur en eau représente seulement 1% de la variation de la surface du matériau. Pour une variation sinusoïdale de la teneur en humidité sur la surface du matériau, la profondeur de pénétration est donnée par l'équation suivante [107] :

$$d_{p1\%} = 4,61 \sqrt{\frac{D_m t_p}{\pi}} \quad (3.8)$$

Où :

$d_{p1\%}$: est la profondeur de pénétration en m ,

D_m : est la diffusivité hydrique en m^2/s , pour une valeur d'humidité relative de 54% (moyenne entre 33 et 75%). Le calcul de ce paramètre sera détaillé dans la section 3.3.3

t_p : est la période du temps en (s) (24 h dans notre cas).

Le tableau 3.2 indique les valeurs obtenues pour les trois composites étudiés. Ces valeurs restent approximatives et à titre indicatif étant donné que la relation 3.8 est basée sur l'hypothèse que les variations d'humidité sont sinusoïdales alors que ce n'est pas le cas pour le protocole utilisé. Pour cela et afin d'évaluer son influence sur la MBV, quatre épaisseurs ont été étudiées pour chaque matériau : 6 cm, 8 cm, 10 cm et 12 cm. Trois échantillons d'une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ ont été préparés pour chaque composite et chaque épaisseur (Figure 3.9).

Matériau	$Dw(m^2/s)$	$d_{1\%}(cm)$
PF5	$1,78.10^{-9}$	3,24
PF20	$1,69.10^{-9}$	3,15
PL10	$2,38.10^{-9}$	3,74

TABLE 3.2 – Profondeur de pénétration ($d_{1\%}$) des trois composites



FIGURE 3.9 – Dispositif expérimental et mise en place des échantillons

3.3 Résultats et discussion

3.3.1 Isothermes d'adsorption-désorption

La figure 3.10 montre la variation de la masse des trois composites en fonction du temps pour les différents paliers d'humidité imposés. Nous pouvons remarquer que la stabilité de masse pour les paliers des humidités inférieures à 80% s'est atteinte en quelques jours. Cependant pour le palier d'humidité de 90%, la cinétique de prise de masse devient très lente en particulier pour les matériaux à base de chaux. En effet, l'atteinte de l'équilibre a nécessité 2 mois respectivement pour PF20 et PF5 contre 4 jours pour le composite à base de plâtre PL10. Cela montre que la nature du liant influence la cinétique d'adsorption d'humidité des composites. Les courbes montrent également que la cinétique de désorption est très rapide par rapport à celle d'adsorption. Le chemin de désorption a duré 18 jours contre 4 mois pour l'adsorption. Ceci montre le temps très long nécessaire pour la caractérisation hydrique des matériaux poreux et en particulier les matériaux biosourcés. Ces derniers sont utilisés avec une taille centimétrique des échantillons pour

être représentatifs de ces matériaux fortement hétérogènes contrairement aux matériaux homogènes.

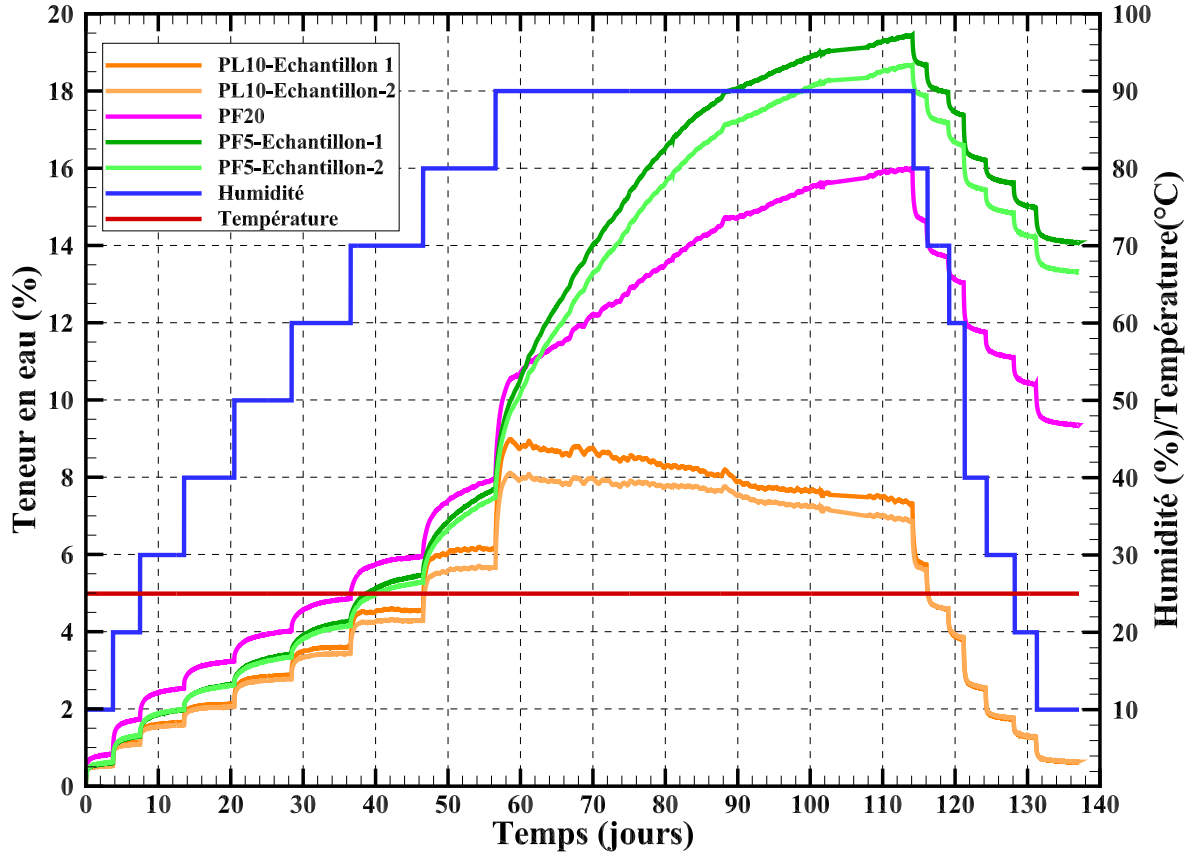


FIGURE 3.10 – Cinétique de prise/perte de masse aux différents paliers d'humidité imposés

La figure 3.11 présente les isothermes de sorption-désorption des trois composites. L'allure des courbes est similaire à celle trouvée dans la littérature pour d'autres bétons végétaux (cf.figure 3.4). Pour les composites à base de chaux PF20 et PF5, la teneur en eau en adsorption augmente progressivement et quasi-linéairement avec l'augmentation de l'humidité jusqu'à un HR=80%. Au-delà de cette dernière valeur, la teneur en eau augmente rapidement pour atteindre une valeur de 20% et 16% respectivement pour PF5 et PF20. Dans le chemin inverse, en désorption, la teneur en eau diminue progressivement et linéairement sur toute la gamme d'humidité jusqu'à atteindre une valeur de 14% et 9,8%. Cela a été traduit par une grande hystérésis qui a été observée sur tous les paliers d'humidité. Cette hystérésis peut être expliquée par l'existence des pores en forme de bouteille d'encre mais aussi par la consommation de H_2O par la réaction de carbonatation. En

effet, comme il a été souligné, les échantillons testés dans cet essai ont subi une durée de cure de 28 j alors que la carbonatation complète de la chaux peut durer plusieurs mois. Pour le composite à base de plâtre PL10, l'augmentation de la teneur en eau était quasi-linéaire sur toute la gamme d'étude, une faible hystérésis a été observée entre HR=40% et HR=70% mais avec une aire négligeable par rapport à celle observée dans le cas des composites à base chaux.

Nous pouvons remarquer que les courbes sont quasi-identiques entre les deux échantillons de PL10 et PF5, cela montre une bonne reproductibilité des résultats.

Ces isothermes de sorption-désorption seront exploités dans la suite de ce chapitre pour calculer la diffusivité hydrique des trois composites.

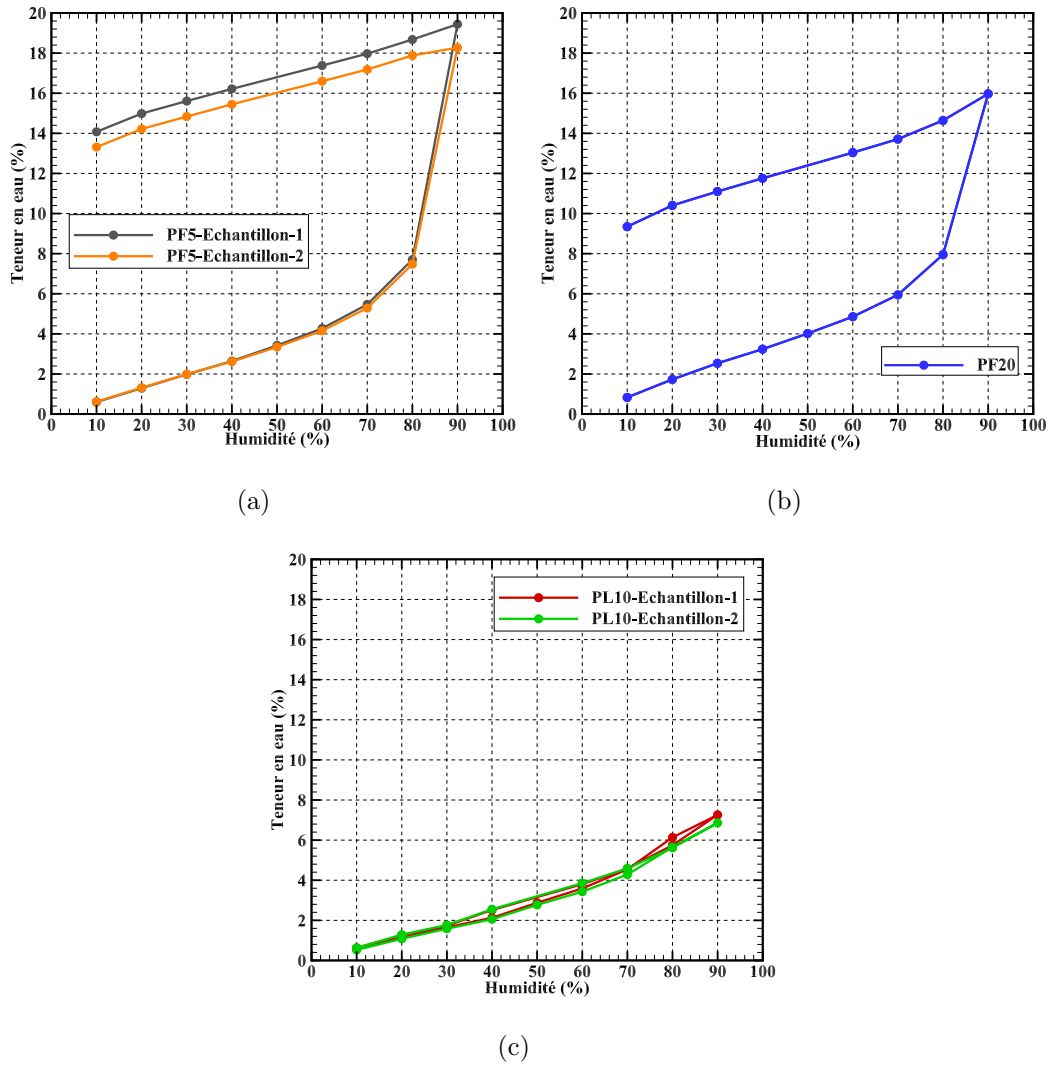


FIGURE 3.11 – Isothermes de sorption-désorption des composites (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

3.3.2 Perméabilité à la vapeur d'eau

La figure 3.12 montre la variation de masse (coupelle+échantillon) en fonction du temps, obtenue pour la coupelle sèche et humide. Nous pouvons constater que la saturation de tamis moléculaire s'est atteinte pendant 24 h, cela est dû à sa capacité d'absorber l'humidité très rapidement.

Ces courbes ont été exploitées pour calculer la densité de flux traversant les échantillons afin de déduire par la suite la perméabilité à la vapeur d'eau et les différents paramètres cités précédemment.

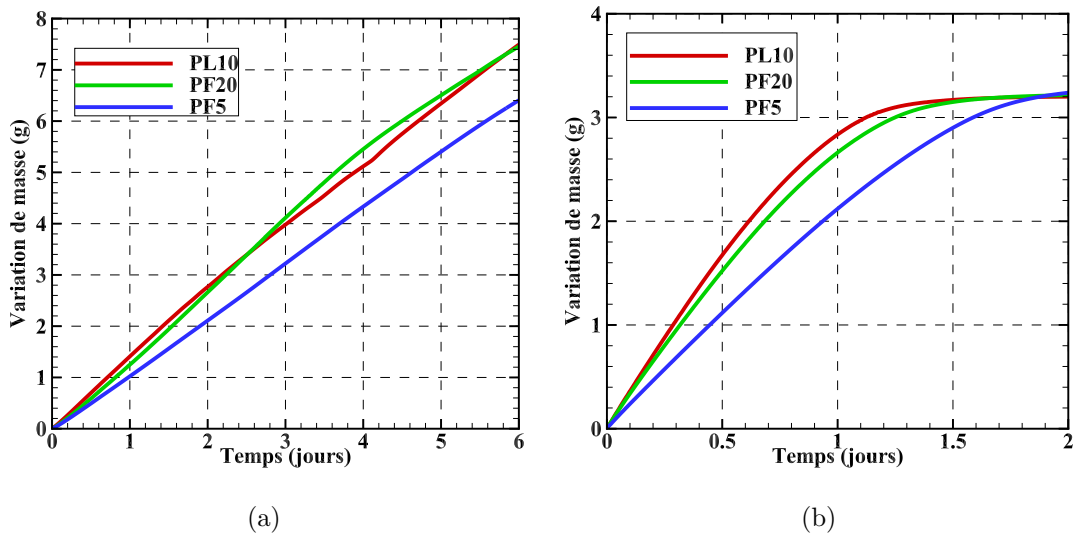


FIGURE 3.12 – Variation de la masse en fonction du temps (a) coupelle humide (50%/93%) (b) coupelle sèche (3%/50%)

Les tableaux 3.3 et 3.4 regroupent les résultats obtenus pour les trois matériaux dans le cas de coupelle sèche et humide. Nous pouvons remarquer que la perméabilité à la vapeur d'eau des trois matériaux est dans le même ordre de grandeur, que ce soit pour le couple d'humidité 3/50% ou celui de 50/93%. Cela peut être justifié par le fait que leurs porosités sont très proches. En effet, la mesure de la porosité à l'eau selon la méthode de pycnomètre [9] a donné des valeurs de 87.14%, 85,37% et 85,49% respectivement pour PL10, PF20 et PF5. Nous notons également que la nature du liant n'a pas d'impact sur ce coefficient de perméabilité à la vapeur d'eau avec des valeurs qui restent quasi-similaires aussi dans le cas de la coupelle humide et sèche. Cela a également été montré par Chamoin 2015 [94]. Il a remarqué que la perméabilité à la vapeur d'eau reste quasi-constante malgré la substitution de Tradical PF70 par le Microcem, quel que soit le taux de remplacement.

Le même résultat a été observé par Evard 2008 [100] qui a trouvé que la perméabilité à la vapeur d'eau de béton de chanvre est d'environ $4,3.10^{-11} kg/m.s.Pa$ et $4,4.10^{-11} kg/m.s.Pa$ respectivement pour un couple d'humidité 3/50% et 50/93%.

Matériau	$\delta [kg/m.s.Pa]$	$\mu [-]$	$Sd [m]$	$W [kg/m^2.s.Pa]$
PL10	$2,43.10^{-11}$	7,98	0,079	$2,11.10^{-9}$
PF20	$2,07.10^{-11}$	9,37	0,093	$1,80.10^{-9}$
PF5	$1,98.10^{-11}$	9,79	0,097	$1,94.10^{-9}$

TABLE 3.3 – Résultats d'essai de perméabilité à la vapeur d'eau pour la coupelle humide (50%/93%)

Matériau	$\delta [kg/m.s.Pa]$	$\mu [-]$	$Sd [m]$	$W [kg/m^2.s.Pa]$
PL10	$2,33.10^{-11}$	8,35	0,083	$2,02.10^{-9}$
PF20	$2,29.10^{-11}$	8,45	0,086	$1,99.10^{-9}$
PF5	$2,04.10^{-11}$	9,47	0,094	$2,00^{-9}$

TABLE 3.4 – Résultats d'essai de perméabilité à la vapeur d'eau pour la coupelle sèche (3%/50%)

Les valeurs trouvées pour les trois composites sont dans le même ordre de grandeur que celles d'autres matériaux à base granulats végétaux de la littérature comme le témoigne le tableau 3.5 qui compare le coefficient de la résistance à la vapeur des matériaux étudiés avec ceux tirés de plusieurs références bibliographiques.

Matériau	$\rho_{app}[kg/m^3]$	$\mu[-]$	Références
PF5	312	8.35	Présente étude
PF20	294	8, 45	Présente étude
PL10	285	9, 47	Présente étude
Chaux+chanvre	405 – 440	10 – 12	Collet 2004 [9]
Chaux+chanvre	400 – 466	5 – 7, 5	Evard 2008 [100]
Chaux+Microcem+chanvre	406 – 475	6, 46	Chamoin 2013 [94]
Chaux+chanvre traité	469	7, 23	Chamoin 2013 [94]
Chaux+colza	469	7, 57	Rahim et al 2016 [102]
Chaux+lin	469	8.29	Rahim et al 2015 [103]
Bétons de granulats courants siliceux	2300 – 2600	130	R-Thermique 2005 [113]
Béton de ponce naturelle	950 – 1150	50	R-Thermique 2005 [113]
Bétons cellulaires traités à l'autoclave	765 – 825	10	R-Thermique 2005 [113]
Bétons de bois	450 – 650	15	R-Thermique 2005 [113]
Terre cuite	2300 – 2400	16	R-Thermique 2005 [113]

TABLE 3.5 – Comparaison de coefficient de la résistance à la diffusion de la vapeur d'eau des composites élaborés dans la présente étude avec ceux trouvés dans la littérature

3.3.3 Diffusivité hydrique isotherme D_w

La combinaison des résultats obtenus pour les isothermes d'adsorption et la perméabilité à la vapeur d'eau permet de calculer la diffusivité hydrique isotherme D_w . En effet, dans des conditions isothermes, la densité de flux de vapeur s'écrit comme suit :

$$g = -D_w \nabla \omega \quad (3.9)$$

Avec

D_w : Diffusivité hydrique en m^2/s

ω : la teneur en eau kg/m^3

p : pression de vapeur en Pa

Pour un transfert monodimensionnel l'équation 3.9 peut s'écrire en fonction de l'humidité relative comme suit :

$$g = -D_w p_{sat} \frac{\partial HR}{\partial x} \quad (3.10)$$

Où :

HR : est l'humidité relative

p_{sat} : est la pression de vapeur saturante en Pa

Enfin, la diffusivité hydrique isotherme peut s'écrire en fonction de la perméabilité à la vapeur d'eau selon l'équation suivante :

$$D_w = \frac{p_{sat} \cdot \delta}{\frac{\partial \omega}{\partial HR}} \quad (3.11)$$

où :

$\frac{\partial \omega}{\partial HR}$ représente la dérivée de l'isotherme d'adsorption qui traduit la capacité de stockage de l'humidité par le matériau.

Afin de calculer $\frac{\partial \omega}{\partial HR}$, une modélisation de l'isotherme d'adsorption est nécessaire. Pour cela, plusieurs modèles ont été utilisés dans la littérature, tel que les modèles de Langmuir 1918 [114], de Brunauer-Emmet-Teller (BET) Brunauer et al 1938 [115], de Guggenheim-Anderson-Boernous (GAB). ou de Generalised-D'Arcy-Watt (GDW). Ces deux derniers sont des dérivées de modèle de Langmuir et ils sont les plus utilisés dans la littérature. Dans cette étude nous avons utilisé le modèle GAB pour lisser la courbe d'adsorption des trois composites. L'expression de ce modèle est donnée par l'équation suivante :

$$\omega = \frac{\omega_m C_2 C_3 HR}{(1 - C_3 HR)(1 - C_3 HR + C_2 C_3 HR)} \quad (3.12)$$

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

Avec :

w : teneur en eau massique du matériau,

w_m : teneur en eau massique du matériau lorsque le recouvrement des parois est total,

E_l : chaleur molaire d'adsorption en J/mol,

E_L : chaleur molaire latente de vaporisation en J/mol,

T : température en K,

R : constante de gaz parfait.

Les constantes ω_m , C_2 et C_3 sont déterminés par le calage de modèle sur les mesures expérimentales en utilisant la méthode des moindres carrées. La figure 3.13 présente le lissage des courbes d'adsorptions des trois composites et le tableau 3.6 regroupe les paramètres estimés du modèle. Il est clair que le modèle GAB reproduit parfaitement les isothermes d'adsorption obtenues expérimentalement pour les trois matériaux.

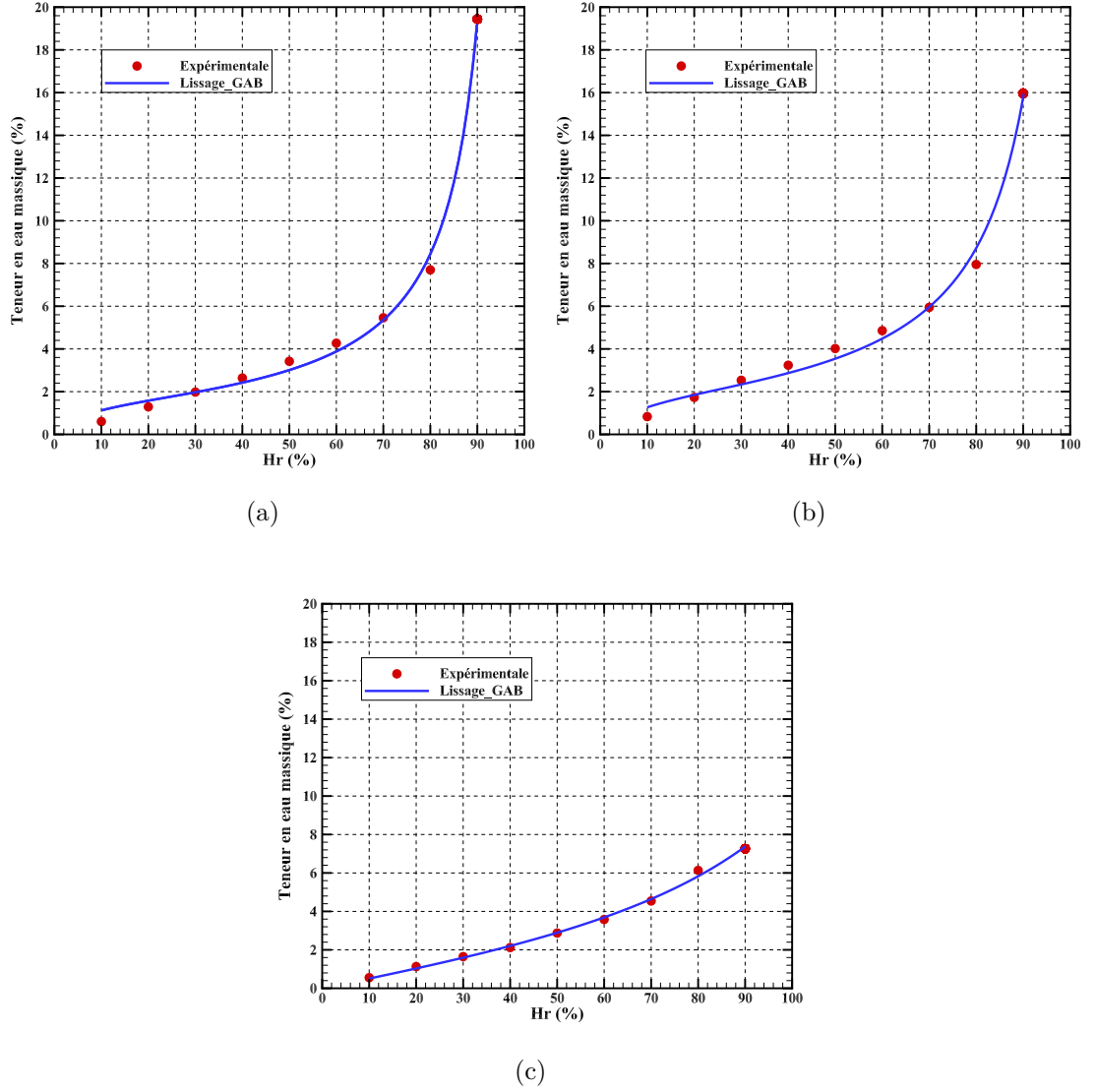


FIGURE 3.13 – Lissage des courbes d'adsorptions par le modèle GAB (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

Matériau	ω_m (%)	C_3	C_4
PF5	1,56	16	1,02
PF20	1,96	12,88	0,97
PL10	3,89	1,91	0,67

TABLE 3.6 – Paramètres de modèle de GAB

L'introduction de la capacité de stockage avec la perméabilité à la vapeur d'eau dans l'équation 3.11 permet de déduire l'évolution de la diffusivité hydrique isotherme en fonc-

tion de la teneur en eau. Les résultats obtenus pour les trois composites sont présentés dans la figure 3.14. Nous pouvons remarquer que l'évolution de la diffusivité hydrique de deux matériaux à base de chaux est similaire. De plus, l'allure des trois courbes aux teneurs en eau faibles et moyennes, coïncide avec celle prévue par De Vries 1958 [105]. Pour le composite à base de plâtre seule la décroissance est observée. Cela peut être expliqué par la différence de la dérivée de la courbe d'isotherme de sorption-désorption calculée à partir du modèle GAB. En revanche, les valeurs maximales de la diffusivité hydrique pour les trois composites sont très proches. Elles sont égales à $3,9 \cdot 10^{-9}$, $3,7 \cdot 10^{-9}$ et $3,6 \cdot 10^{-9}$ respectivement pour le PF5, PF20 et PL10. Ces valeurs ainsi que les évolutions obtenues pour les trois composites sont en accord avec celles trouvées dans la littérature pour d'autres bétons végétaux des travaux de Collet et al 2012 [106], Rahim et al 2015 [103] ou encore Rahim et al 2016 [102].

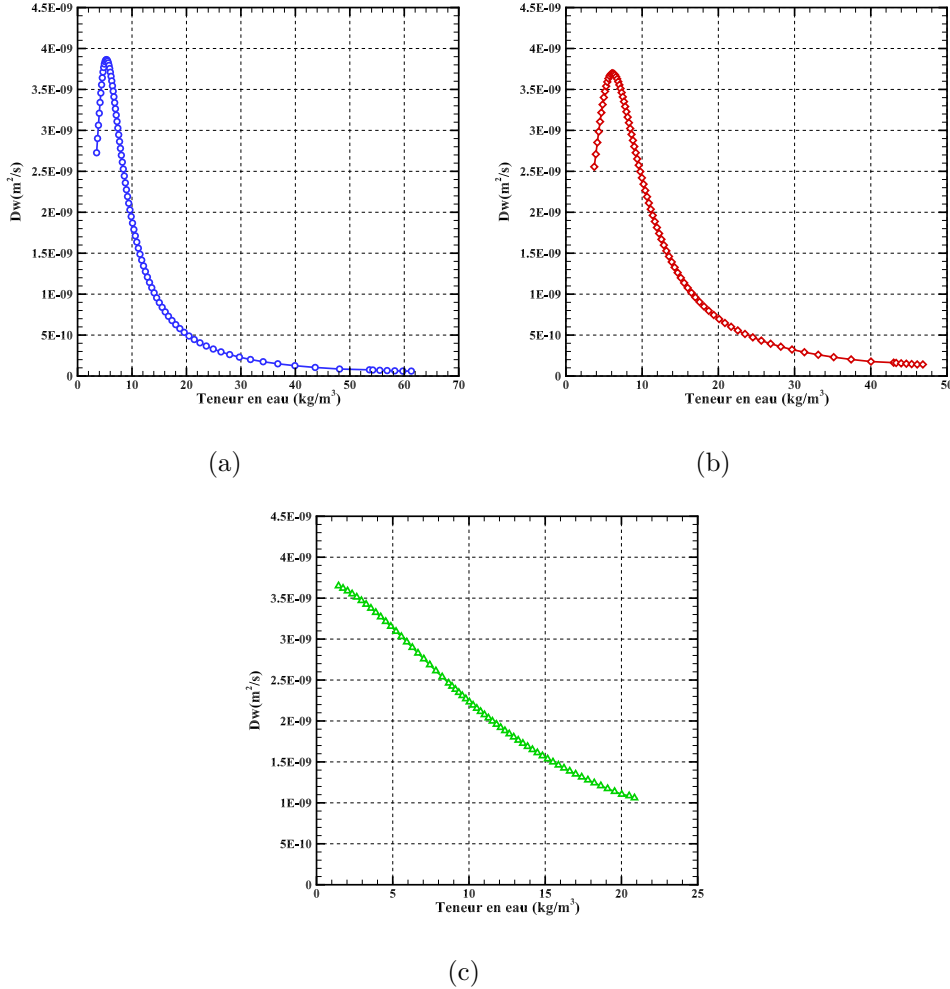


FIGURE 3.14 – Évolution de la diffusivité hydrique isotherme en fonction de la teneur en eau massique (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

3.3.4 La valeur Tampon hydrique, MBV

Les figures 3.15, 3.16 et 3.17 présentent les résultats de la valeur tampon hydrique des trois composites. Les valeurs indiquées représentent la moyenne des trois mesures pour les trois échantillons utilisés. Toutes les valeurs obtenues sont supérieures à $2(g/m^2 HR)$ cela a permis de classer les trois matériaux dans la catégorie des excellents régulateurs hydriques selon la classification de Nordtest project Rode et al 2005 [107]. L'évolution de la MBV en fonction de l'épaisseur des échantillons n'était pas significative et aucune tendance n'est relevée. Les épaisseurs choisies supérieures aux profondeurs de pénétration de la vapeur d'eau, peuvent être à l'origine de ce résultat. En effet, les valeurs calculées à partir de la relation 3.8 (indiquées dans le tableau 3.2) sont inférieures aux épaisseurs étudiées. Cela montre que la relation 3.8 est un moyen efficace qui permet d'estimer l'épaisseur minimale nécessaire pour bénéficier de l'effet tampon d'humidité des matériaux, malgré que les valeurs fournies par cette équation sont considérées approximatives.

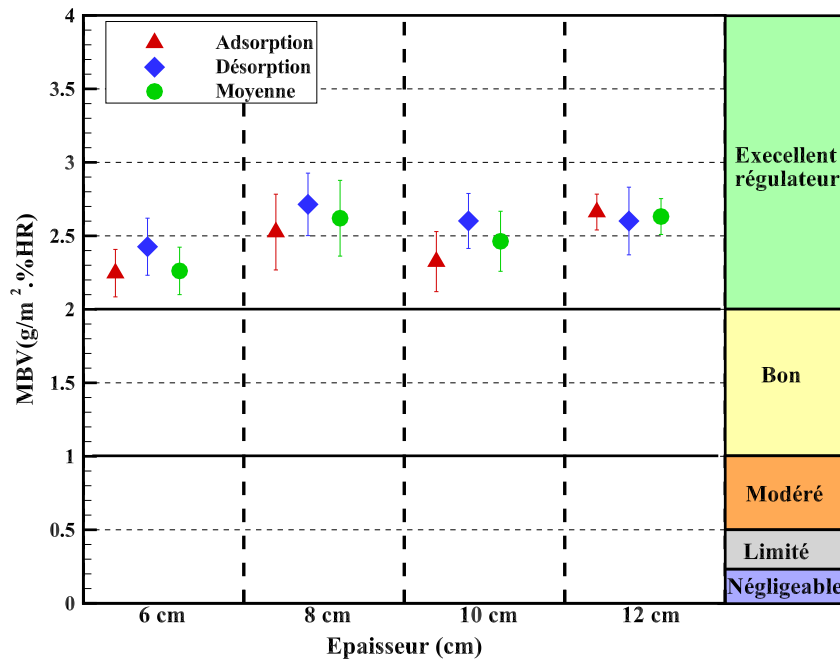


FIGURE 3.15 – Valeur tampon hydrique de composite PF5 en fonction de son épaisseur

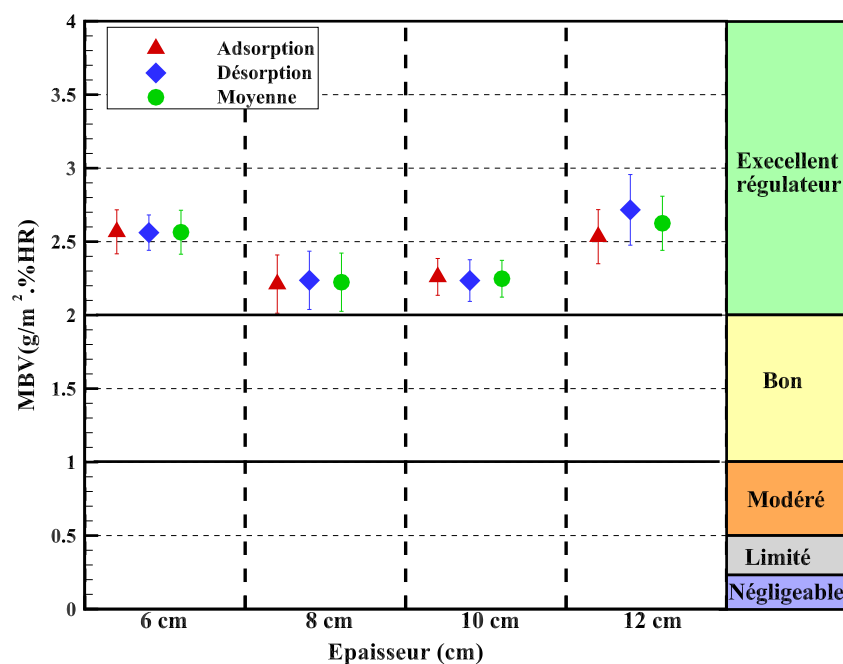


FIGURE 3.16 – Valeur tampon hydrique de composite PF20 en fonction de son épaisseur

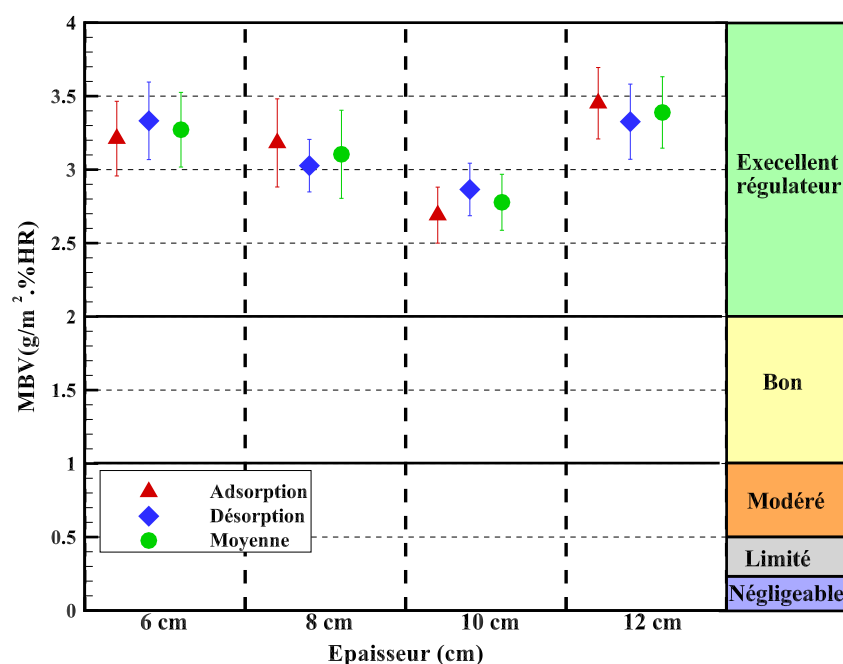


FIGURE 3.17 – Valeur tampon hydrique de composite PL10 en fonction de son épaisseur

Nous comparons dans le tableau 3.7 les valeurs de la MBV correspondantes aux composites de béton paille étudiés pour une épaisseur de 10 cm (épaisseur d'utilisation prévue)

avec celles d'autres composites biossourcés et d'autres matériaux de construction souvent utilisés. Nous pouvons voir que la MBV de béton paille est dans le même ordre de grandeur que celle des bio-composites cités et elle est largement supérieure à celle des matériaux de construction classiques.

Matériau	$\rho_{app}[kg/m^3]$	$MBV[g/m^2.HR(\%)]$	Références
PF5	312	2, 46	Présente étude
PF20	294	2, 24	Présente étude
PL10	285	2, 77	Présente étude
Chaux+chanvre	452 – 542	2, 08 – 2, 22	Collet et al 2012 [106]
Chaux+colza	381	2, 45	Tran le 2016 [116]
Argile+écorce de tournesol	512	2, 86	Brouard 2018 [96]
Ciment+anas de lin	515	2, 48	Al-Mohamadawi 2016 [117]
Argile+poudre de chanvre	1250 – 1500	1-2	Jiang et al 2020 [112]
Amidone/silice + Chanvre	175 – 200	2, 93 – 3, 07	Haussain et al 2019 [111]
Cendres volantes + Liège	200 – 1200	0, 89 – 1, 89	Novais et al 2020 [118]
Ciment+ granulats de bois	–	3	Mnasri et al 2020 [119]
Amidon+Pulpe de bettrave	1222 – 1293	2, 6 – 2, 8	Karaky et al 2019 [120]
Argile+ Typha	304 – 585	3, 23 – 4, 3	Niang et al 2019 [121]
Chaux+colza	469	2, 59	Rahim et al 2016 [102]
Chaux+lin	469	2, 27	Rahim et al [103]
Béton ordinaire	2250	0, 37	Rode 2005 [107]
Plâtre	1000	0, 63	Rode 2005 [107]
Bétons cellulaires	500	1	Rode 2005 [107]
Brick	1600	0, 69	Rode 2005 [107]
Terre cuite	2300 – 2400	16	Rode 2005 [107]

TABLE 3.7 – Comparaison de la MBV des composites étudiés avec celle d'autres matériaux de la littérature

3.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier le comportement hydrique des trois formulations optimales développées dans ce travail. Les courbes de sorption-désorption ont montré une allure similaire à celle d'autres matériaux étudiés dans la littérature comme le béton de chanvre. Une grande hystérésis a été observée dans le cas des composites à base de chaux,

expliquée par l'existence des pores en forme de bouteille d'encre ou la consommation de l'eau absorbée par la réaction d'hydratation. Le composite à base de plâtre a un comportement différent de celui des composites à base de chaux, ce qui a confirmé que le type de liant influence fortement le stockage d'humidité par le matériau composite. Les trois composites ont montré une perméabilité à la vapeur d'eau élevée (une faible résistance à la diffusion de la vapeur d'eau) grâce à leur forte porosité ouverte ce qui permet de les qualifier comme des matériaux fortement hygroscopiques. Autrement dit, ils peuvent contribuer à réguler naturellement l'hygrométrie de l'air intérieur de l'habitat. Le couplage des résultats de sorption-désorption et ceux de la perméabilité à la vapeur d'eau ont permis de déduire la diffusivité hydrique isotherme des matériaux. Enfin, la valeur tampon hydrique de trois composites est mesurée en fonction de l'épaisseur des matériaux. Les valeurs trouvées ont permis de classer les trois composites comme des excellents régulateurs hydriques. Les résultats obtenus ont montré la bonne performance hydrique des matériaux étudiés par rapport aux autres matériaux classiques souvent utilisés dans le domaine de construction.

Chapitre 4

Evaluation de la durabilité des biocomposites à base de paille

Sommaire

4.1	Etat de l’art : étude de durabilité au laboratoire	112
4.1.1	Vieillissement dans des conditions environnementales stables	113
4.1.2	Vieillissement accéléré	114
4.2	Matériaux et méthodes d’investigation de la durabilité	116
4.2.1	Matériaux	116
4.2.2	Méthodes d’investigation de la durabilité	117
4.3	Évolution dans le temps de la résistance mécanique en compression et de conductivité thermique	121
4.3.1	Résistance mécanique en compression	122
4.3.2	Conductivité thermique	124
4.4	Évolution des propriétés du béton paille vis-à-vis des environnements humides	126
4.4.1	Résistance mécanique en compression	126
4.4.2	Conductivité thermique	127
4.5	Impact des cycles d’humidification-séchage sur les propriétés des composites	128
4.5.1	Variation de volume et observation macroscopiques	128
4.5.2	Résistance mécanique en compression	131
4.5.3	Conductivité thermique	132
4.6	Impact des cycles gel-dégel sur les propriétés des composites	132

4.6.1	Variation de la masse volumique et observation macroscopiques	132
4.6.2	Chromatographie ionique de l'eau d'immersion	134
4.6.3	Résistance mécanique en compression	136
4.6.4	Conductivité thermique	137
4.7	Conclusion	138

Ce chapitre a pour objectif d'étudier la durabilité du béton paille. Il s'agit d'évaluer les performances des trois formulations retenues dans le chapitre 1. Il est organisé en quatre parties. Dans la première partie, nous présentons une synthèse bibliographique ciblée des recherches menées sur la durabilité des matériaux biosourcés. Dans la deuxième partie, nous nous intéressons à étudier l'évolution du comportement mécanique et de la conductivité thermique à court et à long terme dans des conditions environnementales statiques. La troisième partie est consacrée à l'évaluation de l'effet d'humidité sur les propriétés fonctionnelles des matériaux, à savoir la résistance mécanique à la compression et la conductivité thermique. La dernière partie consiste à exposer les composites de béton paille à des cycles d'humidifications séchage et de gel-dégel pour évaluer leur durabilité.

4.1 Etat de l'art : étude de durabilité au laboratoire

La durabilité d'un matériau traduit sa capacité à conserver ses propriétés fonctionnelles au cours du temps, sous les différentes sollicitations liées aux conditions d'exploitation. La connaissance de la durabilité des matériaux de construction est cruciale pour garantir la pérennité des ouvrages. La méthode la plus fiable pour évaluer les mécanismes impactant la durabilité d'un matériau est de suivre l'évolution de ses propriétés physiques et mécaniques tout au long de la phase d'usage. Néanmoins, cela reste très coûteux au regard du temps nécessaire à la réalisation de l'étude. Pour cette raison, la plupart des travaux de la littérature, s'intéressant à la durabilité des matériaux de construction traditionnels (béton, béton cellulaire, pierre, mortier...) ont été basés sur des études de vieillissement au laboratoire en utilisant les protocoles décrits dans les normes spécifiques à chaque type du matériau et à chaque sollicitation (gel-dégel, choc thermique, attaque aux sels...). Contrairement aux matériaux de construction classiques, aucune norme n'existe à ce jour, permettant d'évaluer la durabilité des matériaux à base de fibres végétales. Cependant, ces dernières années, des travaux de recherche ont été menés sur l'étude de vieillissement de ce type de matériaux en se basant sur des protocoles expérimentaux dans des conditions environnementales statiques (température et humidité contrôlées) ou dynamiques

(variation de température et/ou d'humidité...). Nous décrivons dans la suite de cette section ces différents travaux :

4.1.1 Vieillessement dans des conditions environnementales stables

Le comportement mécanique des bétons à base de granulats végétaux est étroitement lié à son âge. Le durcissement de ces matériaux est lent par rapport aux bétons ordinaires contenant des granulats minéraux. L'incorporation des particules végétales dans des matrices à base de chaux ou de ciment conduit à des interactions physiques et/ou chimiques qui ralentit la prise du liant. À titre d'exemple Merzoud et al 2008 [122], Sellami et al 2013 [5], ont montré que les fibres végétales présentent des substances (sucres, pectines..) qui ralentissent l'hydratation de ciment.

Outre ce phénomène, dans le cas des matrices à base de chaux aérienne, la prise s'effectue par la carbonatation de la chaux vive CaO avec le CO_2 de l'air en milieu humide, ce mécanisme nécessite un temps très long (plusieurs mois) selon la porosité du matériau [10]. Cérezo 2005 [10] a étudié les propriétés mécaniques de béton de chanvre (chaux+chènevotte) à des échéances allant de 21 jours à 24 mois avec une caractérisation chaque 3 mois. Il a observé que la contrainte maximale σ_{max} évolue significativement au cours du temps. Il a distingué trois phases. Entre 0 et 3 mois, σ_{max} est multipliée par deux pour les différentes formulations. Entre 3 mois et 1 an, la valeur de σ_{max} croît de 10 à 50% selon le dosage en liant de chaque formulation. Et à partir d'une durée de cure d'un an, l'augmentation de σ_{max} devient beaucoup plus lente avec un pourcentage inférieur à 10%. Le même matériau a été étudié par Arnaud et Gourlay 2012 [13] à 28 jours, 4 mois et 14 mois en utilisant trois granulométries de chènevotte (fine, moyenne, grande). Ils ont remarqué que la résistance maximale à 28 jours de composite à base de granulats fins est plus faible que celle des composites à base des granulats de taille moyenne et grande. Cependant, après 4 mois, la résistance de ce composite devient plus grande et atteint une valeur de 0,6 MPa à 14 mois contre 0,46 MPa et 0,4 MPa respectivement pour les composites à base des particules moyennes et grossières. Cela est expliqué par le fait que le composite à base des granulats fins est moins poreux que les autres composites. Par conséquent, le CO_2 se diffuse plus lentement au sein de ce matériau, ce qui ralentit sa cinétique de durcissement et entraîne une augmentation plus lente des propriétés mécaniques. De plus, les particules fines présentent un meilleur enrobage par rapport aux autres tailles de granulats lorsqu'ils sont mélangés avec le liant, ce qui explique également les meilleures propriétés mécaniques à long terme du matériau composite. Chabannes 2015 [19] a suivi les performances mécaniques de béton à base de balles de riz et de béton de chanvre à des échéances de 1 mois,

2 mois, 4 mois et 10 mois. Il a étudié deux conditions de cure : une conservation dans une salle contrôlée à $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $HR=50\%$ et une exposition extérieure. Il a remarqué que la résistance en compression de béton à base de balle de riz augmente entre 1 et 4 mois puis devient quasi-constante entre 4 mois et 10 mois alors qu'elle continue à augmenter de manière assez significative pour le béton de chanvre. La même évolution a été observée dans les deux conditions de cure mais avec des valeurs relativement grandes dans le cas de cure à l'extérieur. Ces résultats ont été justifiés à la fois par les liaisons formées entre la pâte de liant et les granulats et par le durcissement de la matrice lié à la cinétique de carbonatation par diffusion et dissolution du CO_2 .

4.1.2 Vieillissement accéléré

La garantie de stabilité des propriétés des matériaux à base de fibres végétales vis à vis des conditions environnementales extrêmes est parmi les défis majeurs de leur développement et l'augmentation de leur utilisation. La durabilité des composites biosourcés est liée essentiellement à leurs propriétés initiales et à l'évolution de leurs microstructures sous les différentes sollicitations environnementales ou accidentelles durant la phase d'utilisation. Plusieurs travaux récents de la littérature ont proposé des scénarios de vieillissement basés sur la variation de température et/ou d'humidité [123][124][125][126], immersion-séchage [127] [128][129][130][131][132], gel-dégel [15] [51], exposition au sel [15][123] et dégradation biologique[15][123][125] afin de reproduire les conditions de sollicitation variables souvent en lien avec les conditions d'usage et d'environnement des matériaux. L'objectif est d'évaluer l'impact de cet environnement de service sur les propriétés fonctionnelles de ce type de matériaux.

Walker et al 2014 [15] ont étudié l'effet de type de liant sur la durabilité de béton de chanvre en utilisant trois types de vieillissement accéléré, à savoir des cycles de gel-dégel, une exposition au chlorure de sodium (NaCl) et vieillissement biologique. Dans le cas de gel-dégel, les échantillons du matériau ont été soumis à 10 cycles de variations de température entre -15 et $30\text{ }^{\circ}\text{C}$, la durée d'un cycle est fixé à 24 h. L'exposition au NaCl a été effectuée pendant 12 h suivi de 12 h de séchage, le cycle a été répété deux semaines à $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ puis deux autres semaines à $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. En ce qui concerne le vieillissement biologique, les matériaux ont été inoculés par des micro-organismes puis ont été conservés à une température de $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ et une humidité de 80%. Les résultats ont montré que la résistance mécanique des composites a diminué significativement sous l'effet des cycles de gel-dégel, le taux de réduction a varié en fonction du liant utilisé. En revanche, les différents compo-

sites de béton de chanvre ont montré une bonne résistance au sel de chlorure de sodium grâce à la taille importante des pores qui n'a pas favorisé la cristallisation.

D'autre part, malgré les inoculations microbiennes répétées, aucun signe de dégradation biologique n'avait été observé en raison de l'absence d'éléments nutritifs qui favorise la croissance des micro-organismes. D'autres auteurs, ont également étudié la durabilité du béton de chanvre à long-terme, Arizzi et al 2016 [123] ont simulé les conditions environnementales de trois climats où le chanvre est cultivé et utilisé dans la construction : méditerranéen, tropical et semi-aride. En effet, les valeurs moyennes de l'humidité, de température et de précipitations simulées pour chaque climat pendant un mois, sont appliquées pendant un jour au laboratoire. Autrement dit, un an de climat réel correspond à 12 jours de vieillissement accéléré au laboratoire. Une partie des échantillons a été préalablement immergée pendant 90 min dans une solution de NaCl puis séchée pendant 5 h, avant de les exposer à des cycles de vieillissement afin d'évaluer l'effet combiné avec la présence de sel dans la porosité. Les auteurs ont montré que les cycles de vieillissement adoptés n'ont pas impacté la microstructure du matériau de manière significative. La masse, le volume et l'apparence des échantillons reste presque inchangée avec seulement de légères différences perceptibles après de fortes précipitations. La solution NaCl n'avait également aucun effet sur la dégradation du matériau. Cela est dû essentiellement au fait que le NaCl précipite superficiellement et par conséquent s'est éliminé facilement par le lessivage du matériau avec l'eau, en particulier lorsque les précipitations sont fortes et fréquentes.

Marceau et al 2016 [124] ont imposé au béton de chanvre des cycles d'humidification-séchage pendant 75 jours. La durée de chaque cycle est fixée à 8 jours avec une humidité variante entre 40% et 90% puis 98% tandis que la température est maintenue constante à 30 °C afin de favoriser l'apparition des moisissures. L'analyse des performances des matériaux a montré que ce vieillissement a un effet significatif sur la porosité de béton de chanvre et sa densité de squelette. Cependant ces variations microstructurales n'ont pas influencé de manière importante la conductivité thermique et les propriétés acoustiques des composites.

Dans ses travaux de thèse sur la durabilité du béton de chanvre, Delannoy 2018 [125] a utilisé le même protocole mais sur une période de vieillissement de 2 ans. Différentes propriétés ont été déterminées à des échéances régulières sur des éprouvettes séchées à 60 °C pendant 48 h. Les résultats ont montré une augmentation de conductivité thermique des composites en fonction du temps de vieillissement. De même, une augmentation de la capacité de sorption de vapeur d'eau est également observée entre 20% et 60% d'humidité relative. Cependant, aucune variation de résistance mécanique à la compression n'a été

détectée. Ces résultats ont été expliqués par les évolutions chimiques et micro-structurales du liant minéral et des particules végétales. D'une part, l'action d'une hydratation et carbonatation continue des liants au cours du vieillissement qui entraînent une augmentation de la densité des matériaux et par conséquent leur conductivité thermique. D'autre part, la dégradation des parois des particules végétales par des micro-organismes permet d'accéder à une porosité intraparticulaire initialement fermée, ce qui augmente la capacité de sorption de vapeur d'eau du matériau.

Dans le but d'étudier la tenue à l'eau à long terme du béton de chanvre Castel et al. 2016 [131] ont appliqué 13 cycles d'immersion-séchages. Chaque cycle consistait en 48 heures d'immersion totale dans l'eau à 20°C et 48 heures de séchage dans une étuve à 50 °C. Après chaque cycle, le volume et la masse des échantillons ont été mesurés. Il a été observé que la longueur des éprouvettes augmente en fonction des cycles tandis que la masse sèche reste stable. Cela entraîne une diminution de la densité du matériau. Une diminution importante (entre 30 et 50%) de la résistance mécanique a également été observée après ce vieillissement accéléré.

Belayachi et al 2016 [51] ont adopté des cycles d'immersion totale dans l'eau à 20 °C pendant 1h puis un séchage à température ambiante pendant 71 h pour évaluer la durabilité de biocomposites à base de paille et de plâtre. Ils ont montré une augmentation significative de la conductivité thermique et une diminution importante des propriétés mécaniques en fonction des cycles appliqués.

4.2 Matériaux et méthodes d'investigation de la durabilité

4.2.1 Matériaux

Comme il a été souligné dans l'introduction de ce chapitre et de même que le comportement hydrique, l'étude de durabilité concerne les trois composites optimaux, notés respectivement PF5, PF20 et PL10. Des échantillons de $20 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ ont été préparés pour les différents tests de cette partie également.

4.2.2 Méthodes d'investigation de la durabilité

4.2.2.1 Vieillissement dans des conditions environnementales statiques

D'après les travaux de la littérature présentés dans la section précédente, il paraît nécessaire d'étudier le comportement mécanique au cours du temps des composites de béton paille afin d'évaluer la cinétique de leur séchage et de déterminer leurs performances mécaniques dans des conditions d'humidité et de température statiques. De plus, la transformation de $Ca(OH)_2$ en $CaCO_3$ par carbonatation aérienne, peut diminuer la porosité de la matrice à base de chaux [15], qui peut se traduire par une augmentation de la conductivité thermique des biocomposites. Il est également important d'étudier l'évolution de la conductivité thermique en fonction du temps de cure des matériaux.

A cet effet, nous nous intéressons à étudier le comportement mécanique et thermique des matériaux optimaux (PF5, PF20 et PL10) en fonction du temps de cure dans des conditions constantes de température et d'humidité. Les composites à base de chaux ont été stockés directement après leur fabrication dans une salle climatisée à une température de 20 °C et une humidité relative de $50 \pm 5\%$. Quant aux échantillons à base de plâtre, ils ont été séchés dans une étuve à 45 °C jusqu'à stabilisation de leurs masses, et conservés ensuite dans la même salle. Après ces conditions d'exposition, des essais de compression uni-axiale et des mesures de conductivité thermique ont été effectuées sur les trois composites à court terme de cure (7 j, 14 j et 90 j) et à long terme (6 mois, 12 mois et 20 mois). Les essais ont été réalisés selon le protocole décrit dans la section (1.5) du chapitre 1. Un suivi de masse des échantillons a également été réalisé en fonction du temps.

4.2.2.2 Vieillissement dans des conditions environnementales dynamiques

L'étude de durabilité des matériaux à base de granulats végétaux face aux conditions environnementales est une étape indispensable dans leur développement pour garantir la sécurité de construction à long terme et renforcer la confiance des consommateurs et des industriels. Les travaux de la littérature ont montré que l'exposition de ce type de matériaux aux vieillissements accélérés (conditions climatiques sévères) peut conduire à une modification de leurs propriétés microstructurales et donc à une variation de leurs propriétés fonctionnelles (Delannoy 2018 [125]).

Dans ce travail, nous avons choisi deux protocoles de vieillissement accélérés au laboratoire pour évaluer la durabilité des composites de béton paille : cycles d'humidification-séchage et cycles de gel-dégel comme décrit précédemment.

Cycles d'humidification-séchage :

Lors de leur utilisation dans une structure, les matériaux peuvent être soumis à des sollicitations hydriques, thermiques, ou chimiques induites par les conditions climatiques et/ou par les activités des occupants. Pour cela et afin d'évaluer leur durabilité dans des conditions d'usage, nous avons choisi d'appliquer simultanément des cycles de variation d'humidité et de température comme une tentative de reproduire ces variations journalières. Devant l'absence d'un cadre normatif, et le manque d'un consensus pour la caractérisation des matériaux biosourcés et en particulier la durabilité, la durée du cycle, les valeurs d'humidité et de température et le nombre des cycles total, ont été choisis pour reproduire au mieux une telle variation et en se basant également sur les résultats et choix des études de la littérature. Des échantillons ont été fabriqués pour chaque formulation et ont été stockés pendant 28 jours à une humidité de $50 \pm 5\%$ et une température de 20°C . Ensuite, ils ont été séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, puis soumis à des cycles d'humidification-séchage pendant 120 jours dans une enceinte climatique (Figure 4.1).



FIGURE 4.1 – Mise en place des échantillons dans l'enceinte climatique

Un cycle de 48 h, consiste en 24 h d'humidification à $HR=95\%$ et $T = 10^{\circ}\text{C}$ et 24 h de séchage à $HR = 40\%$ et $T = 30^{\circ}\text{C}$ (Figure 4.2). La durée de 24 h a été choisie afin de maximiser le nombre des cycles malgré qu'elle n'est pas suffisante pour atteindre un équilibre hydrique. En effet, il a été observé que la stabilité de masse des éprouvettes pour un palier d'humidité situé entre 40% et 90% nécessite un temps relativement long qui peut atteindre 2 mois.

La figure 4.3 montre la variation de masse pendant les cycles d'humidification-séchage adoptée dans cette étude. L'augmentation de masse pendant 24 h entre une phase de séchage (Séch) et celle d'humidification (Humid) atteint 1,8% pour le composite PF5 et d'environ 2,3% pour les composites PF20 et PL10.

Une caractérisation thermique et mécanique à l'état sec et une mesure de masse et des dimensions des éprouvettes ont été effectuées à 0,15, 30 et 60 cycles d'humidification séchage.

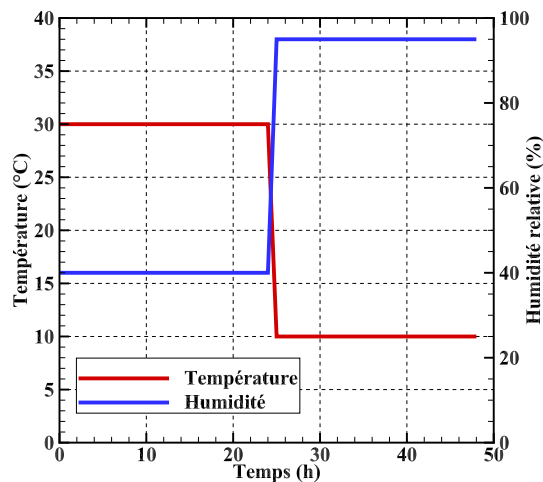


FIGURE 4.2 – Variation de l'humidité relative et de température pour un cycle d'humidification-séchage

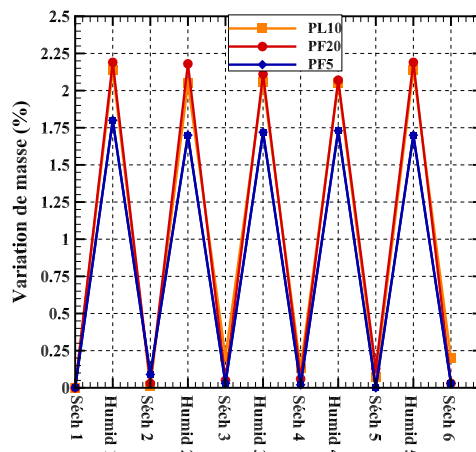


FIGURE 4.3 – Exemple de variation de masse des échantillons en fonction des cycles d'humidification-séchage

-Cycles gel-dégel :

Dans l'absence d'une norme qui détermine la résistance au gel/dégel des bétons à base de granulats végétaux, nous avons utilisé le protocole proposé par la norme EN 15304 :2010 [133] pour le béton cellulaire autoclavé qui est un matériau à très forte porosité. Des éprouvettes ont été préparés pour les trois composites et ont été soumis à 10 cycles de gel-dégel dans une enceinte frigorifique, à circulation d'air forcée de type Votsch. La température est variée entre -15°C et 30°C (figure 4.4). La phase de gel ainsi que de dégel dure 8 h. Des essais préliminaires ont montré que l'immersion des échantillons à base de plâtre dans l'eau pendant 48 h conduit à une perte de masse importante. Pour cela, nous avons effectué une saturation partielle en immergeant les échantillons dans l'eau (figure 4.5) à 20°C pendant 1 h à 0, 4 et 8 cycles. Le degré de saturation est estimé à 26%, 39% et 41% pour PF5, PF20 et PL 10 respectivement. Une mesure de variation de volume, de masse et une caractérisation thermique et mécanique ont été effectuées après 2, 6 et 10 cycles. Les éprouvettes ont été séchées préalablement à 45°C jusqu'à stabilisation de masse avant de mesurer leur conductivité thermique et leur résistance mécanique selon les protocoles décrits précédemment afin d'examiner le seul effet des cycles sans teneur en eau.

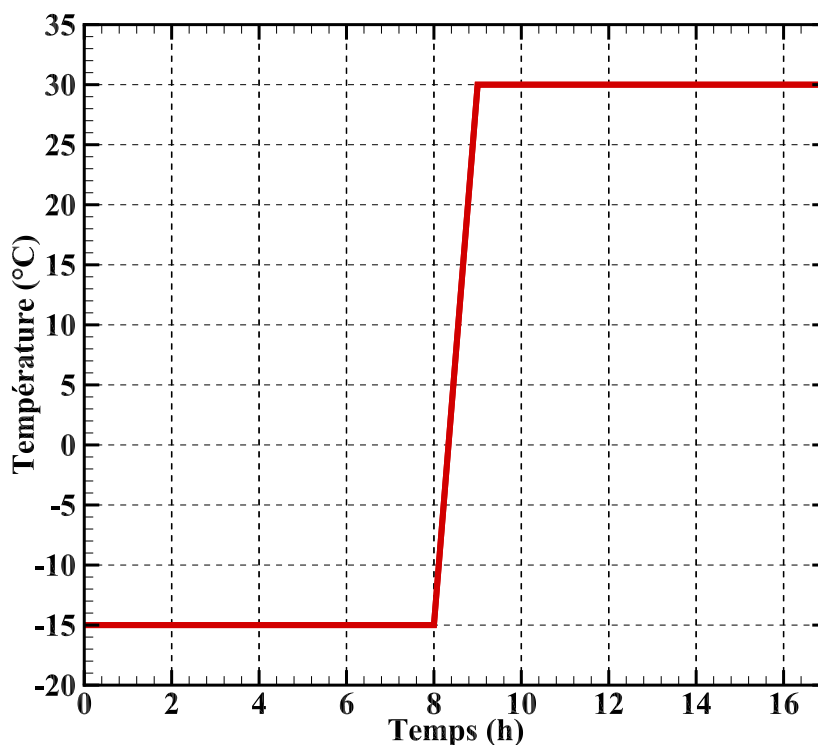


FIGURE 4.4 – Variation de température pour un cycle de gel-dégel

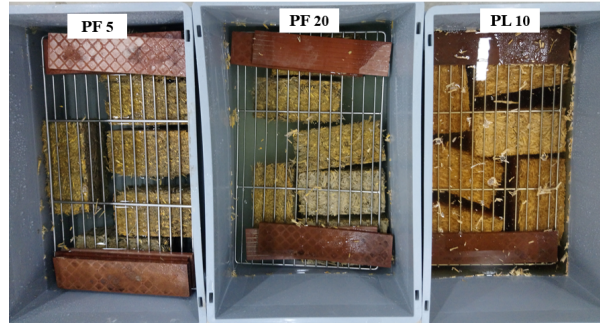


FIGURE 4.5 – Saturation des échantillons dans l'eau

4.3 Évolution dans le temps de la résistance mécanique en compression et de conductivité thermique

La figure 4.6 montre les courbes de perte de masse relative (perte de masse rapportée à la masse initiale de l'échantillon) due à l'évaporation de l'eau au cours de séchage et l'hydratation des liants des trois matériaux. Pour les composites à base de chaux, la cinétique de séchage est similaire entre PF5 et PF20, les masses des échantillons des deux composites se sont stabilisées à partir du 28^{ème} jours. Le séchage de composite à base de plâtre à 45 °C conduit à une stabilisation de masse à partir du 6^{ème} jours.

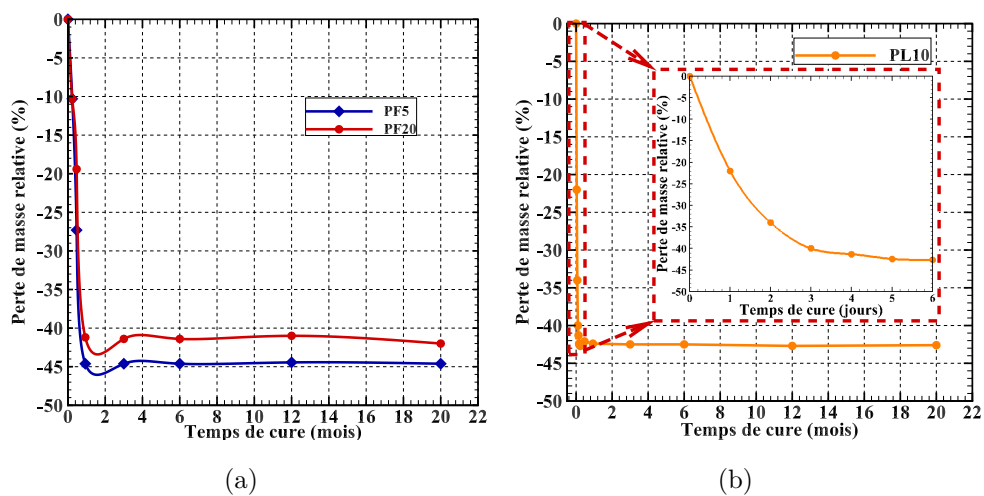


FIGURE 4.6 – Pertes de masse induites par le séchage des composites (a) PF5, PF20 (b) PL10

4.3.1 Résistance mécanique en compression

Afin d'assurer une reproductibilité des résultats, trois essais ont été réalisés pour chaque échéance de prise, la figure 4.7 présente un exemple des courbes contrainte-déformation d'un biocomposite. Nous pouvons constater que les courbes de trois essais sont proches dans la partie linéaire (élastique) de la courbe alors que dans la zone post-pic (après la rupture du liant), les allures des courbes sont similaires mais sont un peu éloignées. Cela est dû essentiellement au réarrangement aléatoire des granulats puisque dans cette zone l'effort appliqué est reporté entièrement par les granulats comme nous l'avons souligné dans le chapitre 1.

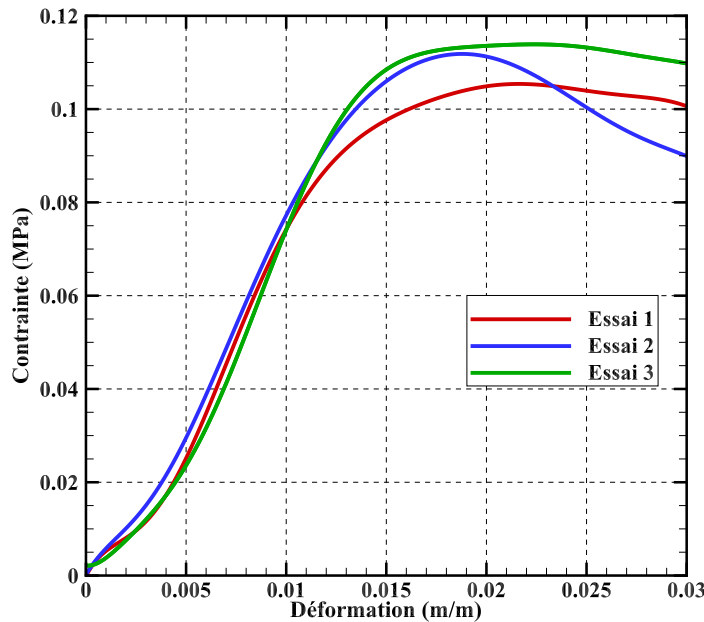


FIGURE 4.7 – Exemple de répétabilité des essais pour un composite

La figure 4.8 montre l'évolution de la résistance mécanique au cours du temps pour les trois composites. Elle a été déterminée à partir des courbes contraintes-déformations obtenues à partir des trois essais réalisés après chaque échéance de temps de cure. Nous pouvons remarquer que pour le composite PF 20, la résistance mécanique augmente de manière considérable entre 7 jours et 28 jours, le rapport entre les valeurs de σ_{max} de ces deux échéances est d'environ 3,5. Puis, elle varie faiblement entre 28 jours et 12 mois jusqu'à qu'elle devienne quasi-constante après une année. Pour le composite PF5, contenant une quantité de liant minéral plus grande que le PF20, l'augmentation de σ_{max} a été significative entre 7 jours et 6 mois, la valeur de σ_{max} est passée de 0.028 MPa à 0.089

MPa. Cette résistance s'est stabilisée entre 6 mois et un an. Ensuite, une augmentation de 20% a été observée de nouveau entre 12 mois et 20 mois. Concernant le composite à base de plâtre, à l'exception d'échéance de 7 jours, la résistance reste stable durant toute la période de cure de 20 mois avec quelques fluctuations mineures pouvant être attribuées à la reproductibilité des échantillons et de l'essai. Cela confirme que le liant (biopolymère-plâtre) n'évolue pas en fonction du temps, et il n'y a pas de phénomènes évolutifs d'hydratation.

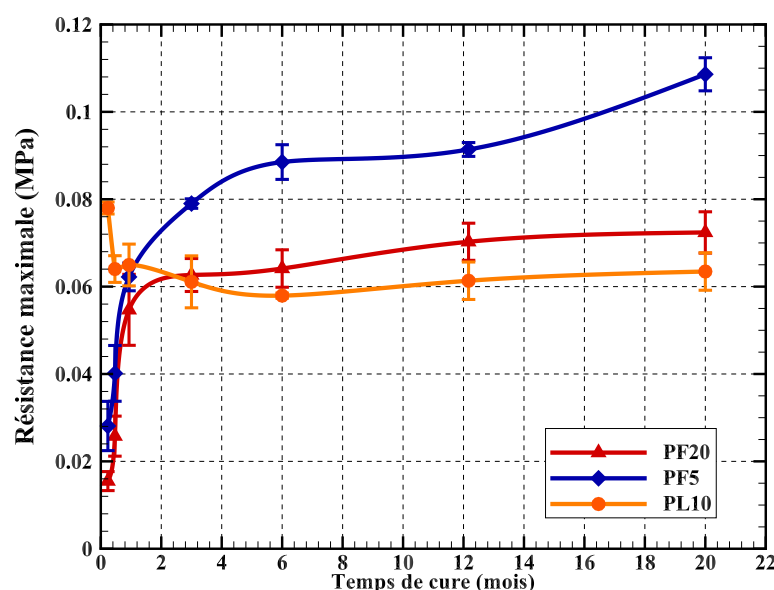


FIGURE 4.8 – Évolution de la résistance mécanique en fonction du temps de cure dans des conditions constantes de température et d'humidité

Comme nous l'avons souligné précédemment, l'évolution de la résistance des composites à base de chaux est associée à la fois à la formation des liaisons entre le liant et la paille et à la carbonatation aérienne de la chaux. Nous présentons dans la figure 4.9 l'évolution de taux de carbonatation de chaque composite en fonction du temps de cure. Il a été déterminé selon la démarche décrite dans le chapitre 1 à partir des analyses thermogravimétriques. En effet, des prélèvements de matrice ont été effectués au cœur des échantillons et ont été analysés à chaque échéance. Nous pouvons remarquer à partir de ces résultats (Figure 4.9) que l'évolution du taux de carbonatation pour les deux composites est quasi-similaire. Une augmentation plus marquée a été constatée entre 7 j et 28 j. Cette évolution s'est ralentie mais se poursuit progressivement sur toute la période de cure jusqu'à atteindre à 20 mois 97% et 95% respectivement pour le composite PF5 et PF20. Ces résultats sont en accord avec ceux de la variation de la résistance mécanique notamment dans le cas du

composite PF5. En effet, étant donné que le composite PF5 contient plus de liant que le composite PF20, l'influence de la carbonatation de la matrice était plus marquante sur la résistance mécanique même à long terme de cure.

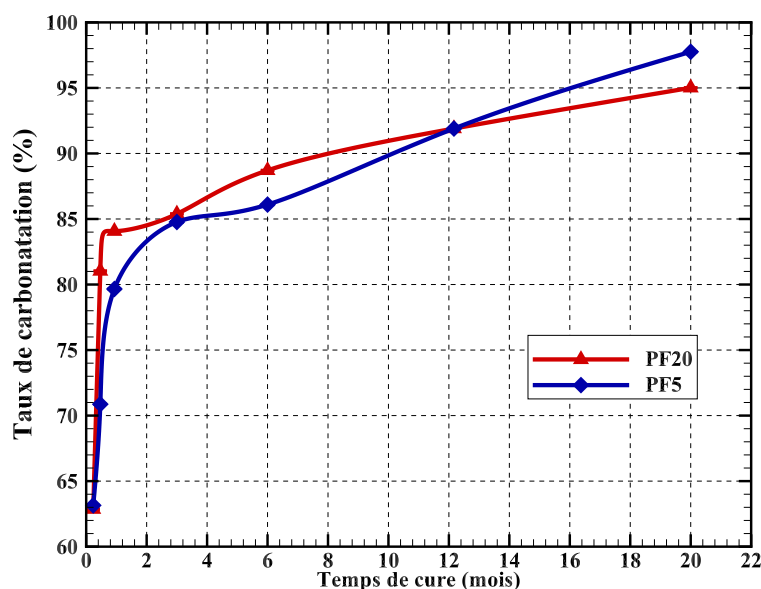


FIGURE 4.9 – Évolution du taux de carbonatation des composites à base de chaux en fonction du temps de cure

4.3.2 Conductivité thermique

La figure 4.10 présente l'évolution de la conductivité thermique en fonction du temps de cure pour les trois composites à l'état sec et à l'état normal. L'état sec correspond aux échantillons après un séchage à l'étuve jusqu'à stabilité de masse après l'échéance de temps juste avant l'essai, alors que l'état normal (humide), c'est l'état des échantillons juste après l'échéance de temps sans aucun traitement particulier. Nous pouvons remarquer qu'à l'état normal, la conductivité thermique des composites à base de chaux est très élevée aux échéances de 7 j et 14 j, elle est d'environ 0.12 et 0.13 W/m.K respectivement pour PF20 et PF5 (Figure 4.10(a) 4.10(b)). Au fur et à mesure du temps, elle diminue progressivement jusqu'à la stabilisation vers 28 jours. Cette évolution est due à l'évaporation de l'eau (qui possède une conductivité thermique importante de 0.6 W/m.K) contenu initialement dans les composites. En effet l'allure des courbes coïncide parfaitement avec celles de perte de masse due au séchage des composites (cf. figure 4.6).

À l'état sec, la conductivité thermique ne varie pas significativement au cours du temps,

4.3. Évolution dans le temps de la résistance mécanique en compression et de conductivité thermique

seulement une légère augmentation (inférieure à 5%) a été observée dans le cas du composite PF5 (Figure 4.10(a)). Cela montre que la conversion de portlandite $Ca(OH)_2$ au calcite $CaCO_3$ par la carbonatation aérienne n'influence pas la conductivité thermique des composites puisque la quantité de la chaux est relativement faible par rapport à celle de la paille. Pour le composite à base de plâtre (Figure 4.10(c)), une évolution similaire de la conductivité thermique a été enregistrée à l'état sec et l'état normal avec des valeurs plus grandes en présence d'eau dans la porosité, absorbée dans les conditions constantes d'humidité.

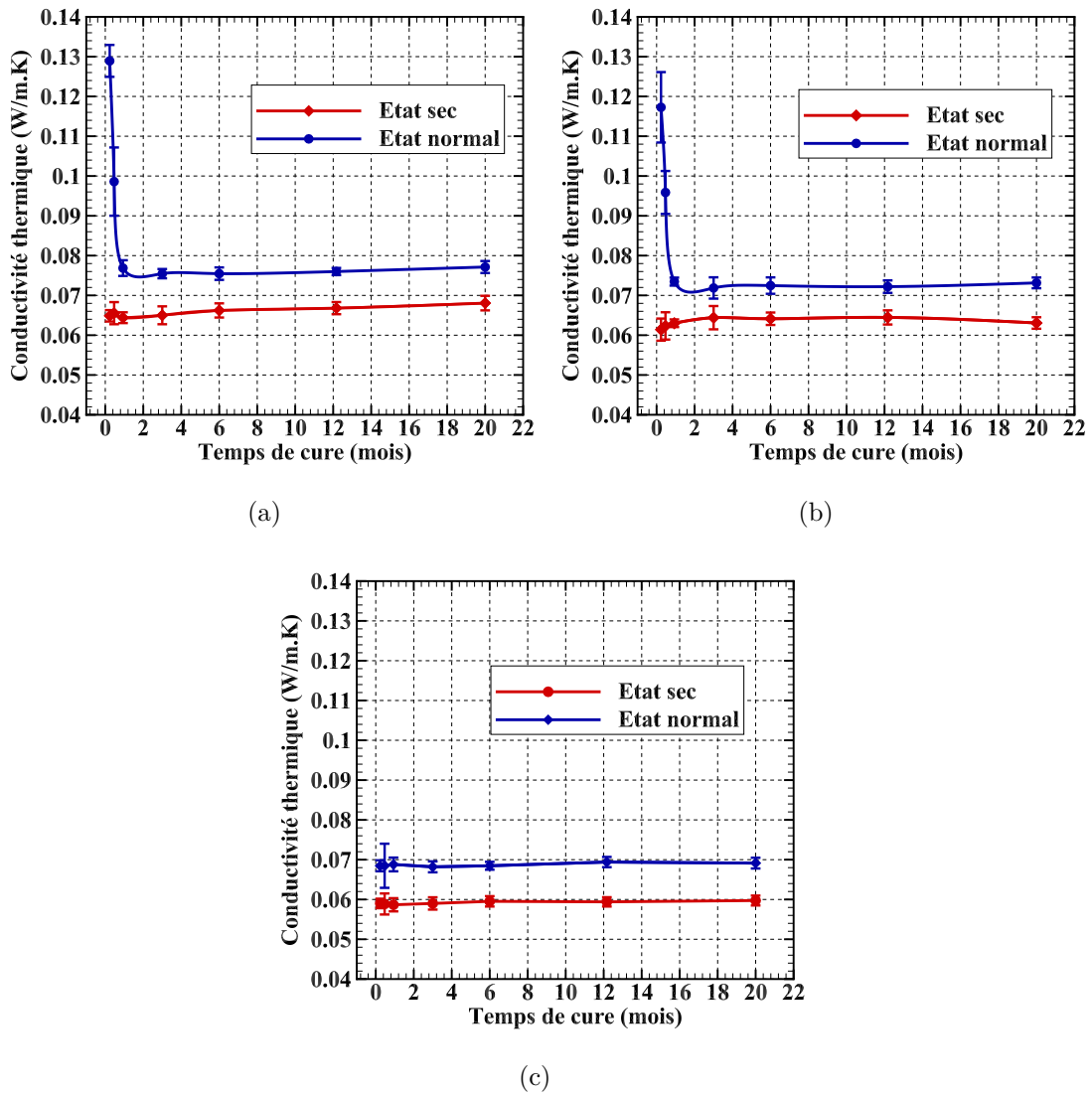


FIGURE 4.10 – Évolution de la conductivité thermique en fonction du temps de cure (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

4.4 Évolution des propriétés du béton paille vis-à-vis des environnements humides

Le comportement fortement hygroscopique des matériaux biosourcés représente à la fois un avantage important dans le confort hygrothermique des bâtiments, et un réel frein pour leur utilisation à long terme. Cette capacité de sorption/désorption de vapeur d'eau en cas d'excès ou de manque d'humidité peut réguler l'ambiance intérieure des bâtiments, mais reste une source d'inquiétude par rapport aux dégradations et changements des propriétés fonctionnelles des matériaux qui peuvent être la conséquence de cette sensibilité des fibres végétales à l'eau/la vapeur d'eau. L'étude des propriétés hydriques dans le chapitre 3 a montré ces capacités et les avantages sur l'air intérieur de ces matériaux. Dans cette partie, l'objectif est d'examiner l'évolution des propriétés mécaniques et thermiques dans des conditions d'humidités favorisant cette capacité d'absorption d'eau. Il est clairement établi dans la littérature que ce comportement hygroscopique des matériaux poreux a une influence sur le comportement mécanique et thermique. Afin d'évaluer l'effet de la teneur en eau sur la résistance mécanique en compression et la conductivité thermique de béton paille, nous avons effectué des essais mécaniques et thermiques sur des échantillons des trois composites stabilisés aux humidités de 0%, 50%, 80% et 98% après une période de cure de 28 j. Les essais ont été effectués directement après la stabilisation des masses des éprouvettes.

4.4.1 Résistance mécanique en compression

Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4.11. Nous pouvons remarquer que la résistance maximale à la compression des composites à base de chaux diminue légèrement et linéairement entre 0% et 80%. Elle passe de 0,058 à 0,044 et de 0,072 à 0,054 MPa respectivement pour le PF20 et le PF5. À une humidité de 98%, la résistance mécanique est réduite énormément, par un pourcentage de 38% pour le PF5 et de 60% pour le PF20. Une diminution considérable de σ_{max} a été observée à partir d'une humidité de 80% pour le biocomposite à base de plâtre PL10. Elle passe de 0,06 MPa pour un HR=50% à 0,025 et 0,013 MPa respectivement pour HR=80% et HR=98%. Cette diminution de la résistance mécanique des composites peut être due à un changement de comportement de la matrice, des granulats végétaux ou de l'interface (une fragilisation ou un ramollissement). Plusieurs travaux de la littérature ont montré que la gélatine est très sensible à la vapeur d'eau Carvalho et al 2004 [134], Gomez et al 2011 [135], Inamura et al 2013 [136], cela

peut affaiblir la résistance de la matrice (liant minéral+gélatine). Des traitements de réticulation ont été proposés afin d'améliorer la résistance de gélatine à l'humidité [134]. En revanche, comme le montre la figure 4.11, la résistance mécanique à HR=98% obtenue pour PF5 est supérieure à la contrainte due au poids propre d'un mur de 3 m $\sigma_{pp(h=3m)}$, ce qui indique sa capacité de continuer à fonctionner dans ces conditions humides contrairement aux composites PF20 et PL10 qui ont une résistance mécanique à 98% très proche de $\sigma_{pp(h=3m)}$.

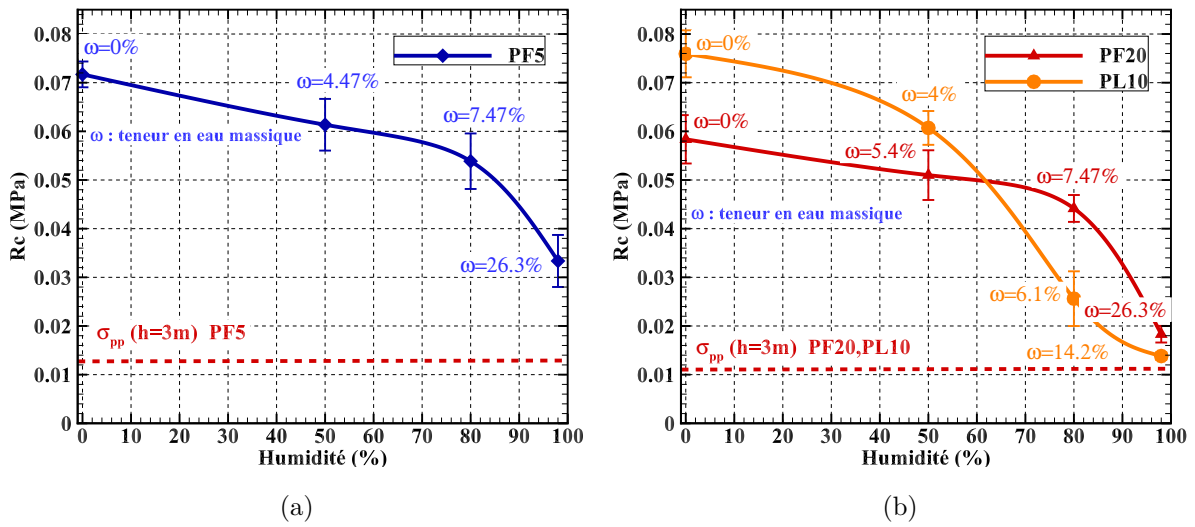


FIGURE 4.11 – Effet de l'humidité relative sur la résistance mécanique (a) PF5 (b) PF20 et PL10

4.4.2 Conductivité thermique

De même que les propriétés mécaniques, la teneur en eau influence fortement la conductivité thermique (λ) des matériaux (figure 4.12). Une évolution exponentielle de λ en fonction de la teneur en eau a été mise en évidence pour les trois composites. Il est clair que la conductivité thermique est plus impactée dans la zone d'humidité élevée (supérieure à 80%). En effet, entre l'état sec et l'état le plus humide (HR=98%), la conductivité thermique est augmentée de 0,064 à 0,118 W/m.K, de 0,063 à 0,101 W/m.K et de 0,059 à 0,091 W/m.K respectivement pour PF5, PF20 et PL10. Cela est due essentiellement à la forte quantité d'eau absorbée à cette humidité. Ces résultats montrent que la prise en compte de cette variation de λ dans la conception de bâtiment est indispensable afin de proposer une solution d'isolation fiable, qui réponde aux exigences réglementaires.

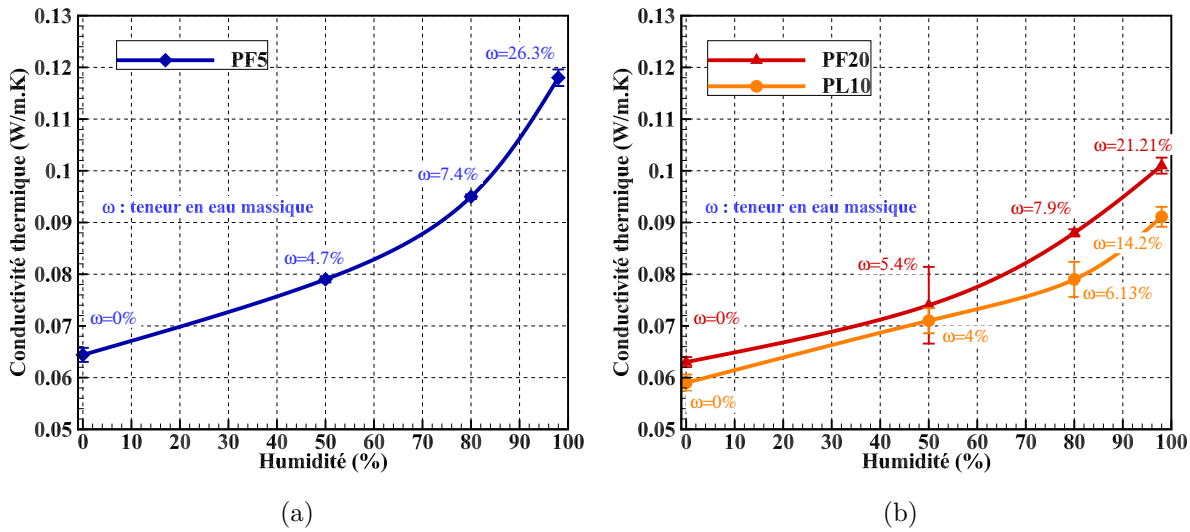


FIGURE 4.12 – Effet de l’humidité relative sur la conductivité thermique (a) PF5 (b) PF20 et PL10

4.5 Impact des cycles d’humidification-séchage sur les propriétés des composites

4.5.1 Variation de volume et observation macroscopiques

La mesure des variations dimensionnelles des composites a été effectuée après 15, 30 et 60 cycles à l’état sec à l’aide d’un pied à coulisse digital. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4.13. On observe que l’augmentation de volume des éprouvettes est très remarquable pour les composites PF20 et PL10, elle atteint environ 6% à 60 cycles d’humidification-séchage. Pour le composite PF5, contenant moins de paille, cette valeur ne dépasse pas 1,8%. Cela indique que la déformation volumique induite, est due majoritairement au gonflement des fibres végétales. Il faut souligner également que la déformation des éprouvettes ne s’est produite que dans la direction perpendiculaire à celle privilégiée par les fibres. Dans les deux autres directions, les dimensions mesurées après 60 cycles à l’état sec ont été quasi-identiques aux valeurs initiales.

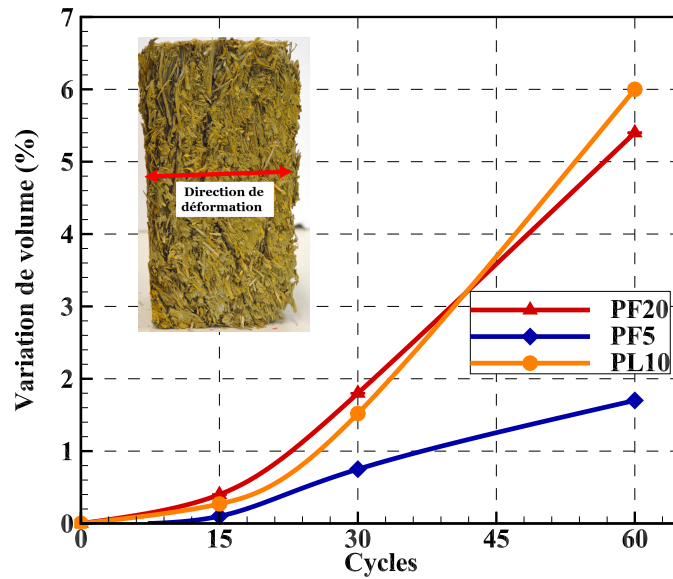


FIGURE 4.13 – Effet des cycles d'humidification-séchage sur la variation des échantillons

Ceci s'explique en plus par l'apparition des macro-fissures qui se développent au fur et à mesure des cycles appliqués. La figure 4.14 présente une comparaison de l'aspect des éprouvettes à l'état initial et à l'état final, après 60 cycles d'humidification-séchage. On peut voir que les fissures sont dirigées dans le sens parallèle à celui privilégié par les fibres au moment de la préparation des blocs. Cette fissuration justifie la déformation importante dans le sens perpendiculaire. Ces fissures conduisent à une porosité supplémentaire dans les composites et ainsi une diminution de leur densité apparente, compte tenu de la masse sèche des éprouvettes qui reste quasi-stable après les cycles. L'apparition de ces fissures peut être attribuée d'une part à la fissuration du liant sous le gradient hydrique et thermique imposé et d'autre part au caractère hydrophile des granulats de paille. En effet, lors du mélange avec le liant et du remplissage des moules, les granulats (fibres) de forme tubulaire (cylindrique) prennent une direction horizontale privilégiée et elles se transforment à une forme aplatie sous l'effet du poids propre de mélange lui-même. L'absorption de l'eau par ces particules pendant la phase d'humidification conduit à leur gonflement qui les amènent à retrouver leur forme cylindrique initiale. Cela induit des ruptures à l'interface fibre-liant qui se développent après en macro-fissures.

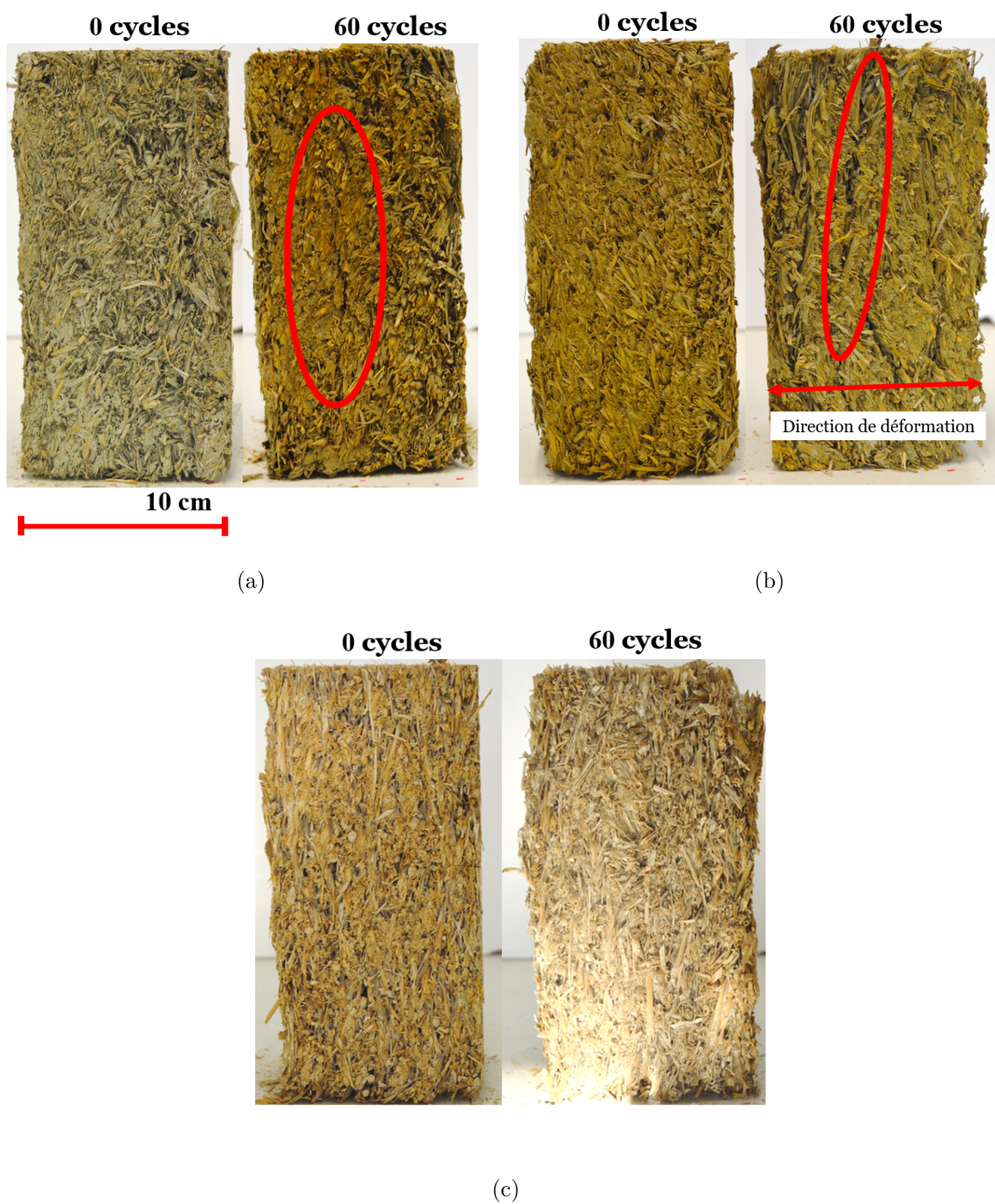


FIGURE 4.14 – États des échantillons des composites avant et après 60 cycles d’humidification-séchage (a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

4.5.2 Résistance mécanique en compression

L'évolution dimensionnelle des matériaux causée par la macrofissuration mise en évidence précédemment a impacté directement les propriétés fonctionnelles des composites. La figure 4.15 montre la résistance maximale à la compression des trois matériaux après les cycles de variation d'humidité et de température. Nous pouvons constater que l'évolution de la résistance mécanique des composites PF20 et PL10 présentent une tendance exponentielle décroissante. En effet, après 60 cycles, σ_{max} diminue de 0,054 MPa à 0,188 MPa et de 0,064 à 0,021 MPa respectivement pour PF20 et PL10. En ce qui concerne le composite PF5, sa résistance reste quasi-constante entre 0 et 15 cycles, puis elle diminue linéairement. Cette diminution est de 22% pour le matériau PF5 contre 67% pour PF20 et PL10. Cela peut être justifié par la combinaison de deux facteurs : le rapport paille/liant plus important des composites PF20 et PL10 et la nature du liant à base de gélatine qui a montré une faible résistance à l'humidité. Par ailleurs, les résistances mécaniques après 60 cycles des trois composites restent supérieures à la contrainte due au poids propre d'un mur de 3 m $\sigma_{pp(h=3m)}$, notamment, le composite PF5 où sa résistance mécanique reste largement au dessus de $\sigma_{pp(h=3m)}$.

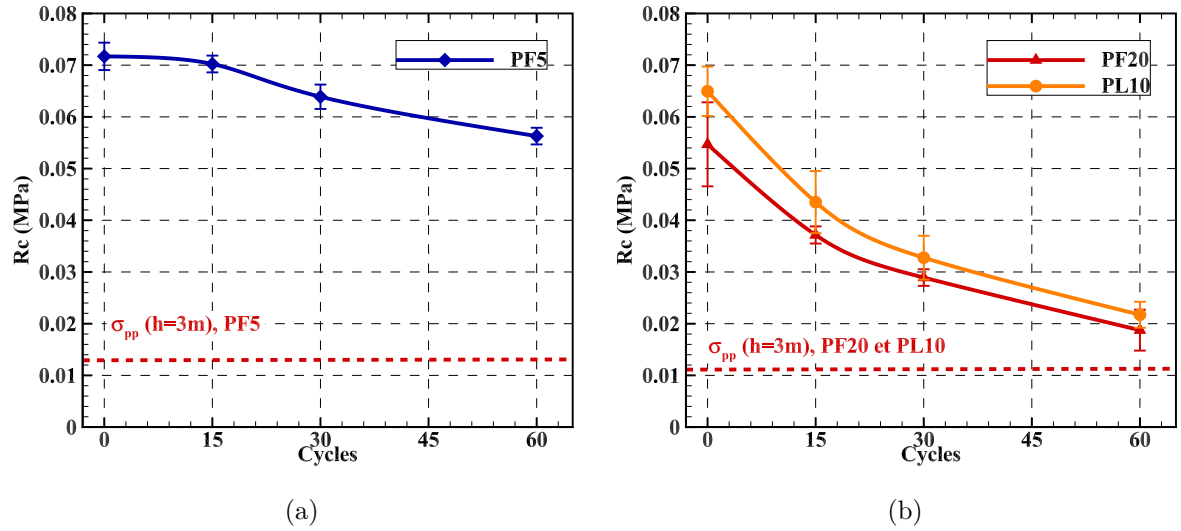


FIGURE 4.15 – Effet des cycles d'humidification-séchage sur la résistance mécanique en compression (a) PF5 (b) PF20 et PL10

4.5.3 Conductivité thermique

L'effet des cycles humidification-séchage sur la conductivité thermique des biocomposites est présenté dans la figure 4.16. On observe que pour les trois composites, la conductivité thermique reste stable entre 0 et 15 cycles avec une légère diminution dans le cas de PF20 et PL10. Ensuite, à partir de 15 cycles, une diminution linéaire a été mise en évidence pour les trois matériaux sur la figure 4.16. Le taux de diminution est d'environ 9%, 5% et 2,5% respectivement pour PL10, PF20 et PF5. Cette diminution est due essentiellement à la nouvelle porosité induite par les macro-fissures observées dans la figure 4.14, et discutées dans la section précédente.

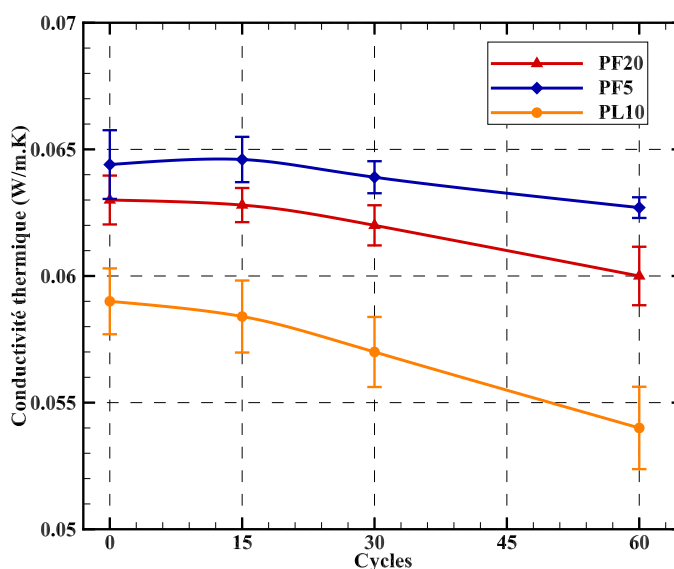


FIGURE 4.16 – Effet des cycles d'humidification-séchage sur la conductivité thermique

4.6 Impact des cycles gel-dégel sur les propriétés des composites

4.6.1 Variation de la masse volumique et observation macroscopiques

La figure 4.17 présente l'évolution de la masse volumique apparente à l'état sec des trois composites en fonction des cycles de gel-dégel. Dès le deuxième cycle, une réduction importante a été observée pour les composites PF20 et PL10 alors que pour le composite

PF5, la variation était relativement faible. La diminution continue pour atteindre au dernier cycle des valeurs de 22%, 17% et 11% respectivement pour PL10, PF20 et PF5. Cette diminution de la masse volumique apparente est due d'une part, à la perte de masse induite par le lessivage du liant et la dégradation des surfaces des éprouvettes, et d'autre part à l'augmentation du volume des échantillons. La figure 4.18 montre une comparaison entre l'aspect des échantillons à l'état sain et à l'état final, après 10 cycles de gel-dégel. Ce lessivage du liant a été observé après l'immersion totale des échantillons dans l'eau au cycle 0, 4 et 8.

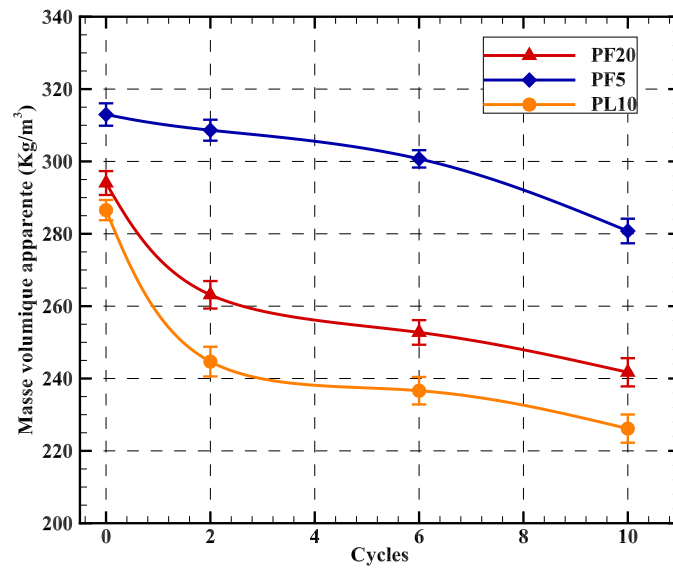


FIGURE 4.17 – Effet des cycles de gel-dégel sur la masse volumique apparente

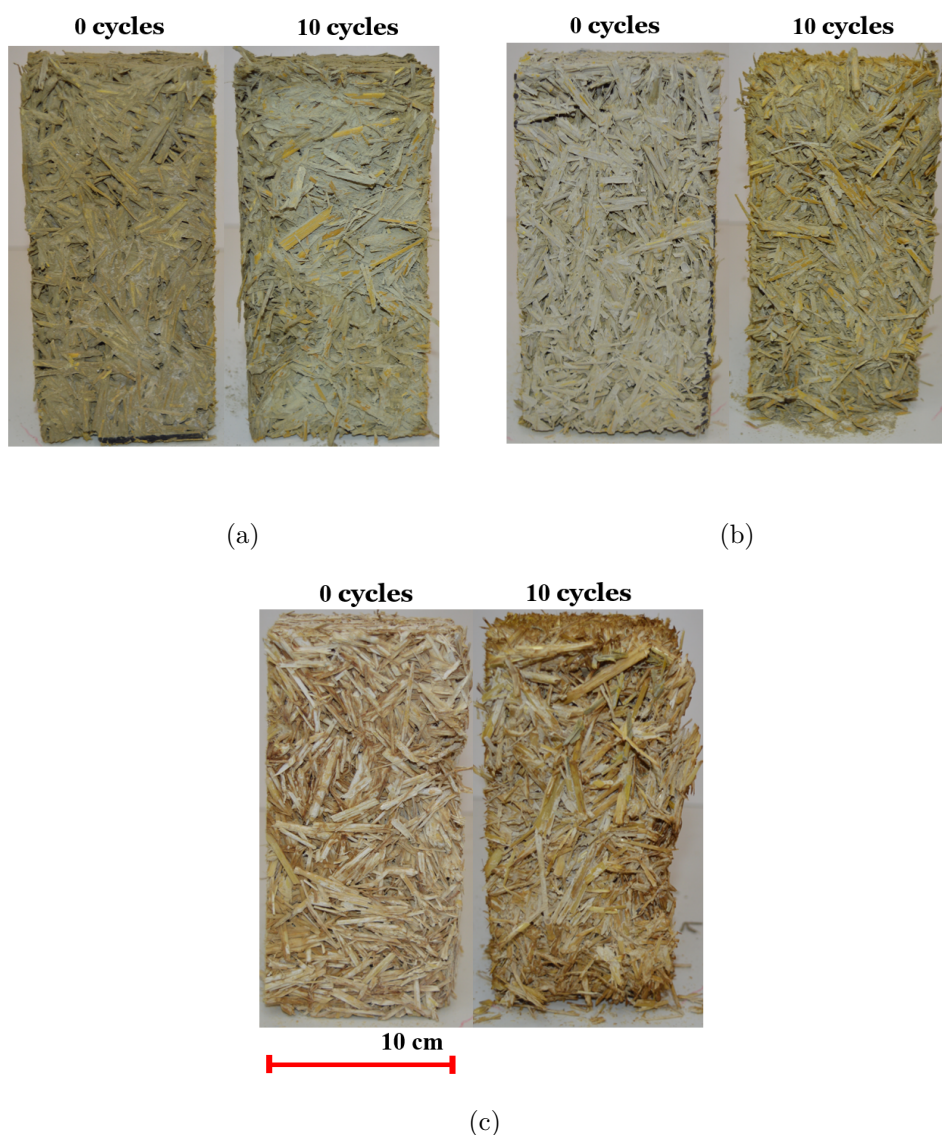


FIGURE 4.18 – États des échantillons des composites avant et après 10 cycles de gel-dégel
(a) PF5 (b) PF20 (c) PL10

4.6.2 Chromatographie ionique de l'eau d'immersion

Comme nous l'avons décrit précédemment, un lessivage du liant a été observé après la saturation des échantillons par immersion totale dans l'eau pendant 1 h. Une coloration de l'eau a également été observée comme le montre la figure 4.19. Cela, peut être liée en partie au lessivage du liant mais aussi à la libération de composés solubles présents dans les granulats végétaux. Pour confirmer ce lessivage du liant, une analyse des éléments anioniques et cationiques, solubles qui se trouvent généralement dans les liants minéraux

utilisés, a été réalisée sur des prélèvement de l'eau de saturation.

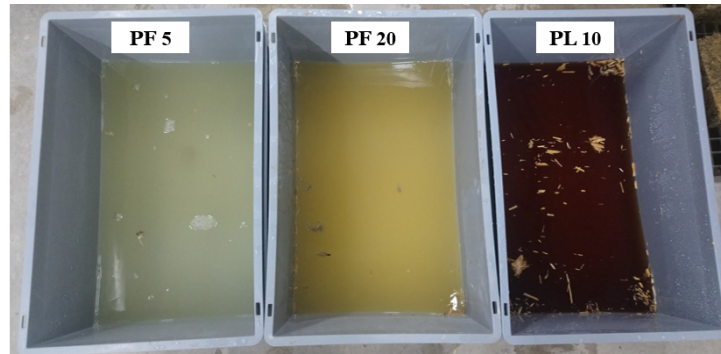


FIGURE 4.19 – Changement de couleur de l'eau d'immersion des échantillons de biocomposites pendant les cycles gel-dégel

On rappelle que la saturation des échantillons a été effectuée à 0, 4 et 8 cycles dans la même eau. Après chaque immersion totale des échantillons de biocomposites, des échantillons d'eau ont été analysées. En général, l'ion de calcium Ca^{2+} est le composant prédominant qui se dissout dans le processus de dégradation des matrices à base de chaux, alors que pour les liants à base de plâtre, l'ion de sulfate SO_4^{2-} et aussi l'ion de calcium Ca^{2+} sont les éléments principaux qui peuvent être relargués. Le suivi des concentrations de ces éléments en fonction des cycles d'immersions effectués est illustré sur la figure 4.20.

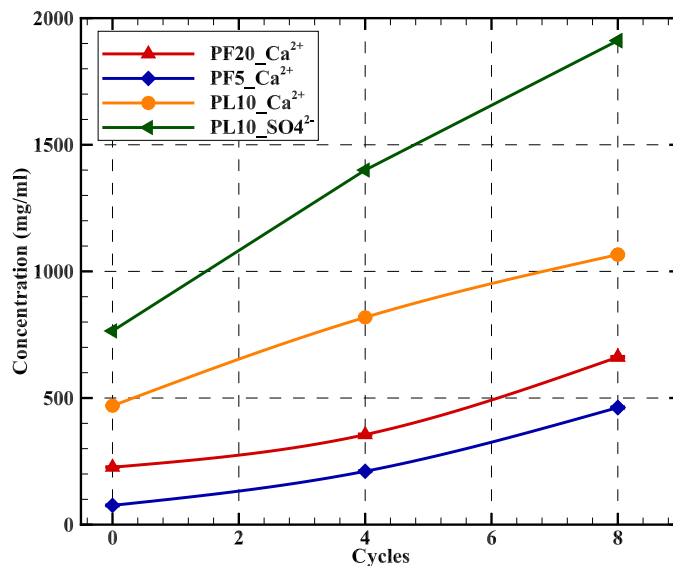


FIGURE 4.20 – Concentration des ions de calcium, de sulfate dans l'eau en fonction des cycles d'immersion.

Il est clair que pour les trois composites, les concentrations des ions augmentent progressivement avec le nombre d'immersion, notamment dans le cas du composite à base de plâtre PL10 où la concentration de SO_4^{2-} passe de 794,82 mg/ml dans la première saturation à 1911,83 mg/ml dans la dernière saturation. Ces résultats confirment que l'immersion des éprouvettes dans l'eau conduit à une dissolution progressive des liants ce qui a induit la diminution de la masse volumique apparente et la dégradation des surfaces. Cette dégradation aura un impact très important sur les propriétés fonctionnelles des matériaux.

4.6.3 Résistance mécanique en compression

La figure 4.21 montre la résistance mécanique des composites après les cycles de gel-dégel. Comme attendu, la résistance des biocomposites diminue, et plus particulièrement de manière brutale pour les formulations PL10 et PF20, contenant la gélatine dès les deux premiers cycles. En effet, σ_{max} passe de 0,064 à 0,018 MPa et de 0,058 à 0,021 MPa respectivement pour PL10 et PF20. La tendance de diminution coïncide parfaitement avec celle de la masse volumique apparente.

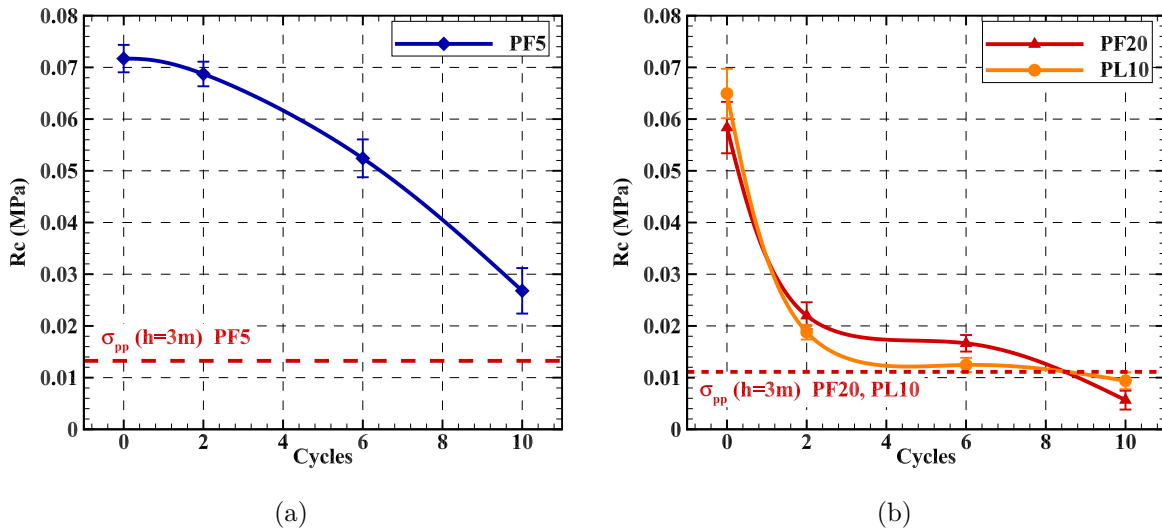


FIGURE 4.21 – Effet des cycles de gel-dégel sur la résistance mécanique (a) PF5 (b) PF20 et PL10

Cette réduction est le résultat du lessivage observé des liants et la grande solubilité de la gélatine dans l'eau comme a été constaté par d'autres auteurs (Gomez et al 2011 [135] Benbettaieb 2015 [137]). Outre ce lessivage des liants, le gonflement des granulats végé-

taux peut aussi provoquer la rupture des liens à l'interface fibre-liant. Pour le composite PF5, sa résistance mécanique diminue progressivement au cours des cycles appliqués pour atteindre 0,026 MPa au dernier cycle contre 0,071 MPa de résistance initiale. Le lessivage des matrices, l'augmentation de volume des échantillons au cours de la phase d'immersion du cycle et les dégradations induites par la congélation-décongélation de l'eau dans la porosité des matériaux ont impacté de manière significative les propriétés mécaniques des biocomposites.

Il est à noter également que la résistance mécanique obtenue après 10 cycles pour le composite PF5 reste supérieure à la contrainte due au poids propre d'un mur de 3 m $\sigma_{pp(h=3m)}$. Cette condition n'a pas été vérifiée pour les composites PF20 et PL10 comme le montre la figure 4.21.

4.6.4 Conductivité thermique

De même que pour la résistance mécanique à la compression, la variation de la micro-structure des composites a impacté également leurs conductivités thermiques à l'état sec. Comme attendu, la conductivité thermique des composites a diminué progressivement en fonction des cycles de sollicitation (cf. Figure 4.22). Le pourcentage de réduction par rapport à l'état sain atteint au dernier cycle 13,9%, 10,05% et 5,8% respectivement pour le composite PL10, PF20 et PF5.

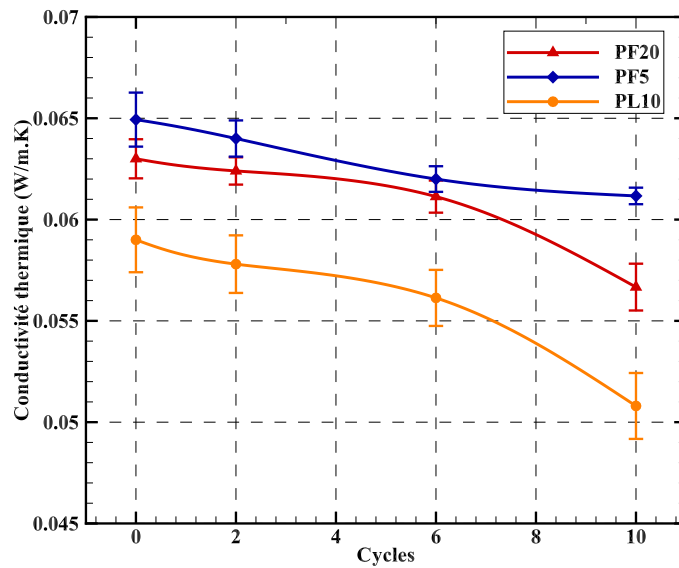


FIGURE 4.22 – Effet des cycles de gel-dégel sur la conductivité thermique

En effet, la dégradation de la matrice, et l'augmentation de volume des échantillons provoquant l'apparition de fissures sont à l'origine de cette diminution. Le lessivage du liant provoque la diminution de la phase matrice qui a une conductivité thermique plus importante que celle de la paille, et par conséquent la diminution de la conductivité du composite. Ce scénario assez sévère a une influence très importante sur le comportement thermique, les biocomposites deviennent plus isolants ce qui peut être intéressant pour le transfert de chaleur, mais avec l'absence de la fissuration importante qui a diminué leur résistance mécanique.

4.7 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre une étude de durabilité des trois biocomposites en se basant sur deux types de vieillissement, à savoir le vieillissement dans des conditions environnementales stables et le vieillissement accéléré avec des conditions dynamiques. Pour le premier type, les échantillons ont été conservés dans des conditions d'humidité et de température constantes puis ont été caractérisés à plusieurs échéances sur une période de cure de 20 mois. Les résultats ont montré une évolution significative de la résistance mécanique au cours du temps de cure, en particulier pour les matériaux à base de chaux. Cela a été expliqué par l'augmentation de taux de carbonatation due à la diffusion de CO_2 au cœur du matériau. En revanche, les cycles d'humidification-séchage et de gel-dégel appliqués ont un impact très significatif sur la microstructure des matériaux et en particulier les deux à base de gélatine. La dégradation du liant, et le gonflement des granulats végétaux ont été à l'origine d'une forte diminution de la masse volumique apparente, de la résistance mécanique et de la conductivité thermique. Bien que les protocoles de vieillissement accéléré utilisés dans cette thèse soient très sévères par rapport aux conditions d'utilisation réelles, les résultats obtenus ont montré une grande sensibilité de ces matériaux à l'eau, à la variation d'humidité et au gel-dégel. Cela laisse ouvert l'utilisation de ces matériaux biosourcés avec un enduit de protection plus performant. Enfin, l'ajout d'un agent de réticulation [134] au liant de gélatine est nécessaire afin d'améliorer sa résistance à l'eau.

Chapitre 5

Enduit de protection des isolants à base de paille

Sommaire

5.1	État de l’art sur les enduits de protection des matériaux biosourcés	141
5.2	Critères règlementaires des enduits de protection	146
5.3	Matériaux utilisés	147
5.3.1	Liants minéraux	148
5.3.2	Agrégats	148
5.3.3	Additifs	148
5.4	Formulation des mortiers	149
5.4.1	Démarche expérimentale	149
5.4.2	Préparation et confection des éprouvettes	152
5.5	Méthodes de caractérisation des mortiers	153
5.5.1	Résistance mécanique à la compression et à la flexion	153
5.5.2	Conductivité thermique	155
5.5.3	Porosité accessible à l’eau	155
5.5.4	Capillarité	156
5.5.5	Perméabilité à la vapeur d’eau et isothermes de sorption-désorption	157
5.5.6	Test d’arrachement	158
5.5.7	Valeur de tampon hydrique (MBV) du système enduit-biocomposite	159
5.5.8	Résistance au gel-dégel	160

5.6	Résultats et discussion	161
5.6.1	Propriétés mécaniques	161
5.6.2	Analyse minéralogique	165
5.6.3	Conductivité thermique	167
5.6.4	Capillarité	169
5.6.5	Synthèse et choix de la formulation optimale	170
5.7	Amélioration des performances des formulations optimales .	171
5.8	Propriétés des formulations optimales	173
5.8.1	Porosité à l'eau et au mercure	174
5.8.2	Isothermes de sorption-désorption	176
5.8.3	Effet de l'enduit sur la MBV des composites	177
5.8.4	Adhérence enduit-biocomposite	177
5.8.5	Résistance aux cycles gel-dégel	179
5.9	Conclusion	181

Ce chapitre est consacré à l'étude d'un enduit de protection des biocomposites étudiés en utilisant trois liants différents. L'objectif est de développer un mortier performant et compatible avec les formulations de béton paille dans le cas d'une isolation par intérieur ou extérieur qui aura à la fois un rôle de protection, de complément d'isolation et d'esthétisme. Après un aperçu de l'état de connaissance existant sur les enduits des matériaux biosourcés et les critères techniques, dans un premier temps, une étude de rhéologie des mortiers à l'état frais a été réalisée pour évaluer l'effet des additifs sur le comportement des mélanges en termes d'écoulement et de masse volumique à l'état frais, afin de comprendre le comportement des enduits à l'état durci. Ensuite, une caractérisation complète des échantillons a été réalisée. Le chapitre donne un état de l'art sur les enduits des matériaux biosourcés, décrit les matériaux et méthodes de caractérisation, et présente une comparaison des résultats. Cette comparaison des résultats à différents pourcentages d'additifs en termes de résistance à la compression et à la flexion, de conductivité thermique, de porosité à l'eau et de coefficient d'absorption d'eau par capillarité a permis de sélectionner les formulations qui répondent aux critères des enduits isolants. Dans la seconde partie, une fraction des granulats végétaux a été ajoutée aux formulations retenues afin d'améliorer leur comportement hygrothermique. L'impact des enduits sélectionnés sur la valeur tampon hydrique des biocomposites a été évaluée selon les objectifs de confort hygrothermique du bâtiment. Un test d'arrachement a été également réalisé pour déterminer la contrainte d'adhérence entre les enduits développés et les biocomposites pour une meilleure application au niveau du procédé réel de mise en œuvre.

5.1 État de l'art sur les enduits de protection des matériaux biosourcés

Le rôle d'un enduit est très important pour l'isolation thermique par extérieur/intérieur. Il a non seulement un rôle esthétique mais aussi de protection contre les conditions environnementales et d'usage. Ces dernières années, face au défi de la réduction des consommations énergétiques, plusieurs travaux de recherche ont porté sur le développement des enduits destinés à améliorer l'isolation thermique de l'enveloppe du bâtiment. Les enduits à base d'aérogel sont parmi les isolants les plus performants qui suscitent l'intérêt des scientifiques et des industriels, grâce à la très faible conductivité thermique de l'aérogel, qui varie entre 0.012 et 0.021 W/m.K [138]. Soares et al 2018 [139] ont proposé d'ajouter les granulats d'aérogel à la formulation d'un mortier à base de ciment afin d'élaborer un enduit isolant qui répond aux exigences réglementaires concernant la performance énergétique des bâtiments. Les auteurs ont adopté une fraction volumique liant/agrégats de 1/4. Le liant est composé de 50% de ciment et 50% de cendres volantes. Les granulats d'aérogel (diamètre inférieur à 0.25 mm) ont été mélangés à sec avec les autres constituants. Afin d'évaluer l'effet des aérogels sur les propriétés du mortier, trois formulations ont été étudiées à savoir : une formulation de référence contenant le sable comme agrégats, et deux autres, dans lesquelles le sable a été substitué complètement par deux types d'aérogels différents.

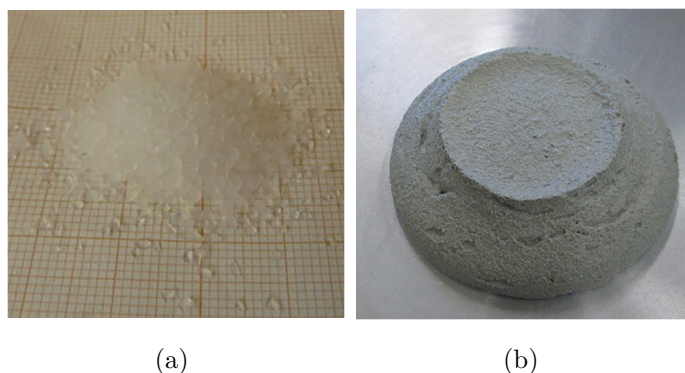


FIGURE 5.1 – (a) Aérogel de silice (b) mortier à base de ciment et d'aérogél Soares et al 2018 [139]

Les résultats ont montré que les enduits à base d'aérogels présentent une conductivité thermique très faible, comprise entre 0.066 et 0.085 W/m.K, contre une valeur de 1.07 W/m.K pour la formulation de référence (sans aérogel). En revanche, une résistance mé-

canique à la compression de 0.48 MPa et de 1.07 MPa a été obtenue pour les mortiers à base d'aérogel. Ces valeurs satisfont les exigences minimales réglementaires [140]. La caractérisation hydrique des matériaux étudiés a également montré que les enduits contenant les granulats d'aérogel possèdent un coefficient de résistance à la diffusion de vapeur d'eau inférieur à celui de la formulation de base.

Westgate et al 2017 [141] ont étudié cinq formulations à base de chaux aérienne et des agrégats contenant des proportions différentes de sable et de granulats d'aérogel. Les auteurs ont ajouté les fibres de polypropylène comme additif secondaire afin d'améliorer les propriétés mécaniques des mortiers et de réduire l'effet de retrait et de fissuration. Pour toutes les formulations étudiées, les pourcentages volumiques de chaux et de fibres de polypropylène ont été fixés respectivement à 50% et à 0.5%. Les auteurs ont mis en évidence le fait que la substitution de sable par les granulats d'aérogel, entraîne une diminution importante de la conductivité thermique et une amélioration considérable de la perméabilité à la vapeur d'eau comme le témoigne la figure 5.2 qui présente l'évolution de la conductivité thermique et de la perméabilité à la vapeur d'eau en fonction du pourcentage d'aérogel.

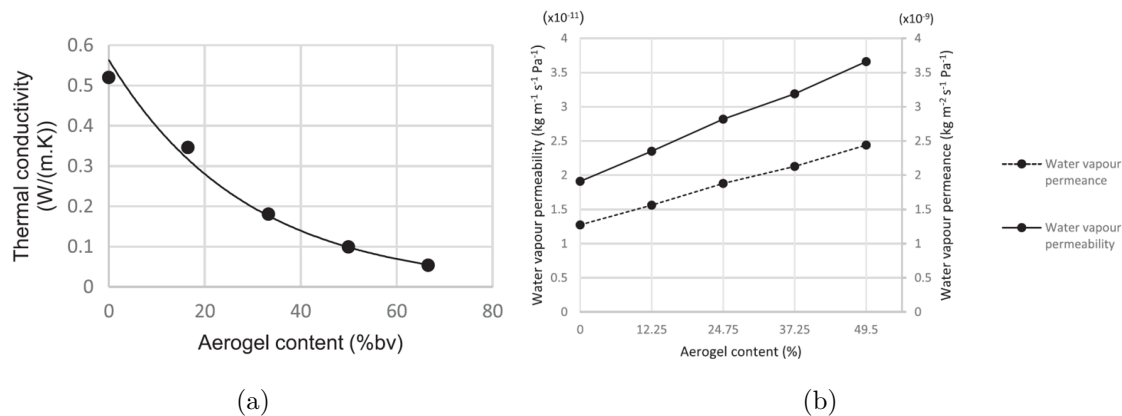


FIGURE 5.2 – Evolution des propriétés de mortier en fonction du pourcentage d'aérogel (a) conductivité thermique et (b) perméabilité à la vapeur d'eau Westgate et al 2017 [141]

De même, Gomes et al 2018 [142] ont étudié l'effet de l'aérogel de silice sur la conductivité thermique d'un mortier commercial à base d'un liant minéral (ciment+chaux) et de granulats de polystyrène expansé. Ils ont montré que l'addition de l'aérogel, en pourcentage massique de 100%, (le rapport de la masse d'aérogel de silice sur la masse totale du mortier industriel) a diminué la conductivité thermique du mortier jusqu'à 55% par rapport au mortier de référence (sans aérogel). Wang et al 2019 [141] ont également adopté l'aérogel de silice comme additif, en remplaçant le sable dans le béton afin d'améliorer les

performances thermiques de ce dernier. Plusieurs pourcentages de substitution de sable ont été testés. Dans le but de disperser uniformément les particules d'aérogel de silice dans le béton et de maintenir de bonnes propriétés mécaniques, les auteurs ont utilisé deux autres additifs, à savoir l'acrylamide et un superplastifiant. Une réduction importante de la conductivité thermique a été observée dans ce travail. En effet, lorsque la substitution de sable par l'aérogel est passée de 0% à 60%, la conductivité à l'état sec est diminuée par un pourcentage de 79.3% grâce à la porosité créée, qui est estimée à 41%. Malgré le potentiel important de l'aérogel à réduire la conductivité thermique des enduits minéraux, ce qui contribue à l'amélioration des performances énergétiques des bâtiments, son coût de production reste très élevé par rapport aux matériaux d'isolation thermique souvent utilisés.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, le rôle d'un enduit est primordial pour protéger les isolants thermiques, notamment lorsqu'il s'agit des matériaux à base de granulats végétaux. Cet enduit peut aussi, potentiellement, contribuer à améliorer les performances thermiques du système d'isolation. Contrairement aux composites biosourcés, peu de travaux de la littérature se sont intéressés au développement des enduits de protection des bétons végétaux. Nous décrivons dans le paragraphe suivant quelques exemples.

Dans ses travaux de thèse, Cérezo 2005 [10] a proposé un enduit à caractère isolant et léger contenant 51% en masse d'un liant à base de tradichanvre. Ce dernier est constitué de 22% de sable, 20% de chaux hydraulique et 58% de chaux aérienne. Ce liant est également mélangé avec 8.3% (en pourcentage massique) de la chènevotte d'une granulométrie variante entre 0.1 et 10 mm. Les résultats obtenus pour ce mortier à l'état durci, ont montré que le module de Young et la contrainte maximale à la compression augmentent progressivement au cours du temps mais restent moins élevés que ceux du béton de chanvre. Une évolution similaire a été enregistrée pour le coefficient de Poisson. L'auteur a affirmé que la formulation d'enduit testée présente une propriété intéressante en termes de protection du béton de chanvre. En effet, la déformation qui correspond à la contrainte maximale de l'enduit est plus élevée que celle du matériau qu'il protège, donc il ne fissurera a priori pas et continuera à jouer son rôle de protection. Pour mieux comprendre ces phénomènes d'échange, Samri 2008 [92] a étudié dans un premier temps, le comportement hygrothermique de deux parois de béton de chanvre (sans enduit), différentes selon le dosage en liant. Ensuite, il a appliqué un enduit intérieur et extérieur sur chacune des faces de ces parois afin d'évaluer son influence sur leurs performances thermiques et hydriques. L'enduit intérieur est un mélange de chaux et chènevotte tandis que

l'enduit extérieur est un mélange de sable et de chaux tradical PF70. L'auteur a rapporté que le béton de chanvre seul se comporte comme un matériau à changement de phase. En effet, le comportement thermique permet de réduire les amplitudes de variations de la température de l'air ambiant, tout en améliorant le confort thermique en diminuant la chaleur de la surface du matériau. De plus, il est capable de réguler l'humidité relative au cœur de l'enveloppe grâce à des échanges permanents de vapeur d'eau entre l'intérieur et l'extérieur. Cependant, l'application des enduits a entraîné une diminution de la valeur du coefficient de perméabilité à la vapeur d'eau, ce qui a été traduit par une migration de vapeur d'eau freinée dans l'isolant, et par conséquent, un transfert par changement de phase dans le composite moins significatif. Collet et al 2013 [143] ont également étudié l'effet d'un enduit à base de chaux sur la capacité de régulation hydrique du béton de chanvre. Deux types d'enduit sont proposés : un enduit fermé à base de sable-chaux et un autre plus poreux de type chanvre-chaux. Les résultats ont montré que l'application d'une couche d'un centimètre d'épaisseur de ces enduits sur le biocomposite, conduit à une réduction significative de la valeur tampon hydrique, notamment dans le cas d'enduit fermé où la MBV est divisée par deux. Ce comportement, influence directement le confort de l'habitat et de l'occupant [143]. De même, Lelièvre et al 2015 [144] ont montré que l'application d'une couche d'enduit à base de chaux sur un composite de béton de chanvre, entraîne une diminution significative de la MBV d'environ 40%. Brouard 2018 [96] a également étudié l'influence d'un enduit de finition, constitué d'argile et de sable, sur la capacité de tampon hydrique des biocomposites terre-végétaux. Il a remarqué que la différence de régulation entre les échantillons avec et sans enduit de finition varie entre 32% et 41%, selon les constituants et la masse volumique des composites étudiés.

Récemment, Jiang et al 2020 [112] ont développé un enduit à base de poudre de chanvre et d'argile, destiné à protéger les composites d'isolations thermiques. La caractérisation hygrothermique de cet enduit, a indiqué une conductivité thermique d'environ 0.51 W/m.K et une bonne capacité de régulation d'humidité avec une valeur de tampon hydrique de $1.5 \text{ g/m}^2.HR(\%)$. Ils ont également étudié le comportement au feu des enduits conformément à la norme EN 1995-1-2 :2022. Pour cela, les enduits d'argile ont été appliqués avec une épaisseur de 10 mm sur un panneau isolant en chanvre. Ils ont observé que la perte de masse des panneaux de chanvre, protégés par la couche d'enduit de 10 mm (courbe grise, orange et bleue sur la figure 5.3) est significativement inférieure à celle des composites de chanvre non protégés (courbe jaune sur la figure 5.3), quelle que soit la composition d'enduit à base d'argile. En conséquence l'enduit étudié offre une bonne protection des matériaux d'isolation biosourcés contre le risque d'incendie.

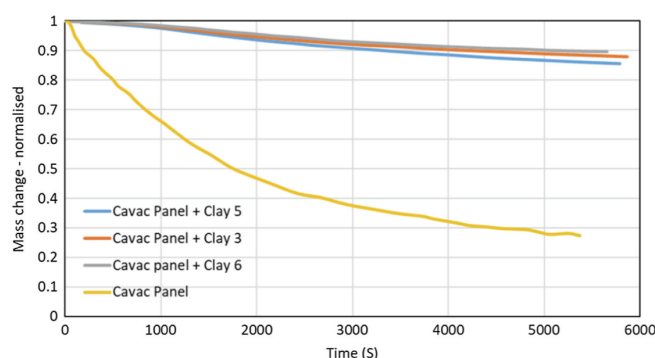


FIGURE 5.3 – Évolution de la perte de masse des matériaux étudiées par Jiang et al 2020 [112] en fonction de temps d'exposition au feu

Liblik et al 2020 [145], ont comparé le comportement au feu des enduits à base d'argile contenant des granulats végétaux (granulométrie inférieure à 4 mm) avec un enduit de chaux et de plâtre. Les enduits ont été appliqués sur un échantillon de bois avec une épaisseur de 20 mm (Figure 5.4 a). Ensuite, ils ont été exposés au feu à l'aide d'un cône calorimètre (Figure 5.4 b).

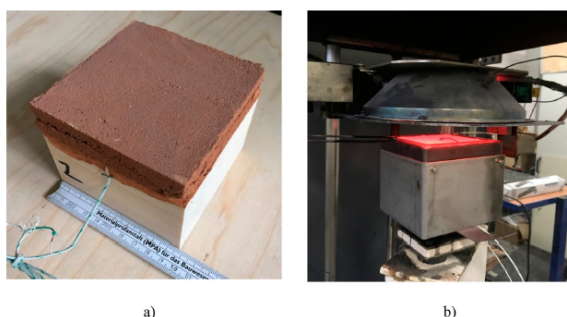


FIGURE 5.4 – Essais au cône calorimètre (a) échantillon de bois+plâtre (b) exposition de l'échantillon au feu Liblik et al 2020 [145]

Les auteurs ont suivi l'évolution de la température à l'interface enduit-bois en fonction du temps d'exposition au feu. Ils ont montré que les enduits de chaux et de plâtre présentent une bonne capacité de protection contre le feu par rapport aux enduits à base d'argile+granulats végétaux. En effet, l'augmentation de la température à l'interface enduit-bois dans le cas des enduits à base d'argile et granulats végétaux est plus significative que dans le cas des enduits de chaux ou de plâtre comme le montre la figure 5.5.

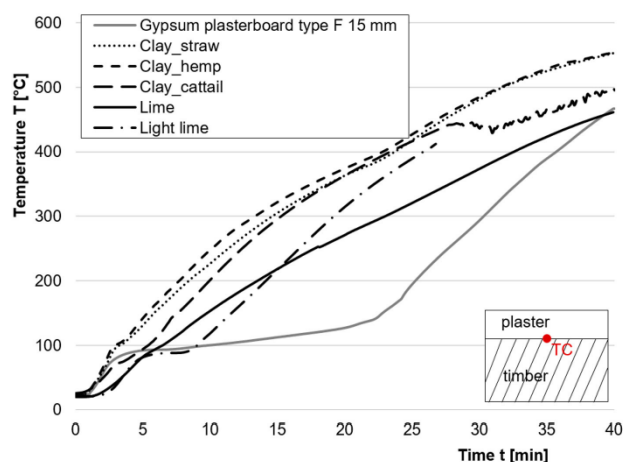


FIGURE 5.5 – Évolution de la température enregistrée à l'interface enduit-bois Liblik et al 2020 [145]

Liuzzi et al 2020 [146] ont étudié un enduit à base d'argile et de fibres d'olives. Ils ont conclu que l'ajout des fibres d'olives à une matrice argileuse, permet d'améliorer ses propriétés thermiques et hydriques, ce qui conduit à l'amélioration du comportement hygrothermique de l'enveloppe du bâtiment lorsque ce mortier est utilisé comme enduit intérieur.

Ces nombreux travaux révèlent que le choix pertinent d'un enduit de protection et de finition est une étape essentielle pour proposer un système d'isolation thermique performant. En effet, l'enduit doit assurer la protection de l'isolant contre les conditions environnementales, sans diminuer ses performances hygrothermiques. Il est nécessaire de produire des enduits avec, des propriétés mécaniques élevées, capables de réduire ou d'éliminer la fissuration, et des performances thermo-hydriques permettant d'assurer le confort du bâtiment en présence d'un isolant végétal, connu comme un excellent régulateur hydrique. C'est pourquoi, dans le cadre de cette thèse, un intérêt particulier est également porté au développement d'un enduit de protection des biocomposites de béton paille en respectant les exigences imposées par la norme EN 998-1 [140] sur les mortiers d'isolation thermique, et répondre à cette question complexe.

5.2 Critères réglementaires des enduits de protection

L'état de l'art et les nombreuses investigations expérimentales sur les enduits ont permis de mettre en évidence quelques caractéristiques particulières des enduits selon la nature

des composants, le rapport massique de chaux ou de liant hydraulique, ou encore l'ajout d'argile pour améliorer certaines propriétés. La diminution des performances de confort hygrothermique est expliquée généralement par la diminution de la porosité des enduits. Certains auteurs proposent donc l'ajout de granulats végétaux pour pallier ce problème pour favoriser l'échange hygrothermique tout en assurant la protection des isolants. Dans, la majorité des travaux, l'élaboration des enduits est basée sur la formulation d'un enduit classique à base de chaux avec une différence de liant ou d'additifs ajoutés sans fixer au préalable une limite. La porosité reste un facteur prépondérant qui gouverne le comportement de transfert des matériaux résultants. Dans cette étude, l'objectif est de proposer un mortier performant pour protéger les bio-composites développés précédemment contre les conditions environnementales tout en assurant un rôle de complément d'isolation. C'est pourquoi, les critères de la norme EN 998-1 ont été respectés. Un enduit est considéré comme isolant si ses propriétés répondent aux exigences définies dans le tableau 5.1.

Caractéristiques	Méthode d'essai	Exigences
Conductivité thermique λ [$W/m.K$]	EN 1745 [147]	$\lambda \leq 0.2$
Résistance à la compression R_C [MPa]	EN 1015-11 [148]	$0.4 \leq R_C$
Absorption par capillarité W [$kg/m^2.min^{-0.5}$]	EN 1015-18 [149]	$W \leq 0.4$
Coefficient de perméabilité à la vapeur d'eau μ [-]	EN 1015-19 [150]	$\mu \leq 15$

TABLE 5.1 – Les exigences imposées par la norme EN 998-1 sur les propriétés d'un enduit d'isolation thermique

Dans la première partie de cette étude, nous étudierons toutes les propriétés citées à l'exception du coefficient de perméabilité à la vapeur d'eau. De plus, nous nous intéresserons à la porosité à l'eau et la résistance à la traction indirecte par flexion des mortiers.

5.3 Matériaux utilisés

A l'instar de l'étude d'optimisation menée pour les biocomposites, et les résultats des propriétés mécaniques, thermiques et hydriques des différents mélanges, l'enduit de protection sera formulé à base des mêmes matériaux composants (la chaux ou le plâtre), et les agrégats végétaux de paille pour les formulations optimales. Le sable calcaire utilisé a été choisi avec l'entreprise "VEGA industrie" partenaire du projet PEPITE vu qu'il est très utilisé pour leur enduits pré-formulés à base de chaux. Pour la chaux, nous avons utilisé le Tradical PF70 et PF80 dans un objectif de comparaison. Le mélange pré-formulé

PF80 est différent de part de sa composition de celui du PF 70 avec un pourcentage plus important en chaux aérienne et des additifs améliorant ses propriétés à l'état durci.

5.3.1 Liants minéraux

- Tradical PF70 : chaux utilisée et définie dans les chapitres précédents (Chapitre 1).
- Tradical PF80 : est un liant préformulé fabriqué conformément aux exigences de la norme NF 459. Il est constitué de la chaux aérienne (85%) et de la chaux hydraulique naturelle (15%). Il est destiné après mélange avec des agrégats et de l'eau à réaliser des mortiers pour enduire et/ou jointoyer.
- Le plâtre commercial multi usage Joker à prise rapide (15 min) a également été utilisé comme liant.

5.3.2 Agrégats

- Paille céréalière : la même paille utilisée précédemment a également été adoptée dans cette étude. Elle a été broyée finement au laboratoire pour obtenir une granulométrie inférieure à 1 cm.
- Sable : le sable utilisé dans cette étude est un sable calcaire de granulométrie 0 mm/0.8 mm. Sa masse volumique apparente est d'environ 1250 kg/m^3 .

5.3.3 Additifs

L'hémoglobine et la caséine définies dans la section 1 du premier chapitre ont également été adoptées pour améliorer les propriétés du mortier. Le but est d'utiliser ces adjuvants encore dans la formulation de l'enduit pour à la fois créer une porosité pour diminuer la conductivité thermique et d'augmenter la résistance mécanique de ce matériau fortement poreux.

5.4 Formulation des mortiers

5.4.1 Démarche expérimentale

La méthode utilisée pour la formulation du mortier est basée sur la méthode classique qui fixe le pourcentage du liant, et du sable et d'en déduire le rapport eau/liant à partir de la consistance ou l'étalement au mini cône. Pour cela, nous avons choisi dans un premier temps une formulation largement utilisée dans la littérature [151] [41][152] qui fixe le rapport de chaux/sable à 1/3. Ce rapport de chaux/sable a été augmenté à 1/1 après le résultat de la conductivité thermique de mortier, qui était de 0.8 W/m.K à 28 jours. Cette valeur est très élevée par rapport à la limite de la norme qui est de 0.2 W/m.K pour un enduit isolant. Rappelons ici que l'objectif est d'élaborer un enduit qui respecte un critère pour diminuer à la fois la conductivité thermique et améliorer la résistance mécanique, nous avons utilisé les deux additifs déjà adoptés pour les biocomposites, l'hémoglobine et la caséine.

Tout d'abord, nous avons déterminé le rapport Eau/Liant pour le mortier de référence (sans additif) en se basant sur la mesure du diamètre d'étalement (Figure 5.6) selon la méthode de consistance au mini-cône définie dans la norme NF EN 459-2 2010 [153]. En effet, pour les chaux utilisées, la norme recommande un diamètre d'étalement de 16.5 ± 1 cm. Ensuite, nous avons fixé le rapport Eau/Liant égale à 0.66 et nous avons déterminé la masse volumique du mortier frais pour chaque additif avec des pourcentages compris entre 0 et 5% et un pas de 0.5%. La figure 5.7 montre l'évolution de la masse volumique apparente à l'état frais d'un mortier à base de PF70 en fonction du pourcentage de chaque additif pour un rapport E/L constant de 0.66. Nous pouvons remarquer que la masse volumique commence à diminuer à partir d'un pourcentage de 1.5% et de 2% respectivement dans le cas de la caséine et de l'hémoglobine. Par conséquent, nous avons sélectionné trois pourcentages pour chaque additif, afin d'étudier leurs effets à l'état durci. Pour l'hémoglobine, les pourcentages 2%, 3.5% et 5% ont été choisis tandis que pour la caséine nous avons opté pour les pourcentages de 1.5%, 2.5% et 5%. Ensuite, nous avons ajusté la quantité d'eau nécessaire pour chaque formulation, afin d'assurer une bonne consistance étant donné que les additifs augmentent la fluidité des mortiers (Figure 5.8). La même démarche a été réalisée sur le liant PF80 et le plâtre. Cependant, pour ce dernier, nous n'avons utilisé que l'hémoglobine comme additif.



FIGURE 5.6 – Détermination de diamètre d'étalement au mini-cône (NF EN 459-2 2010 [153])

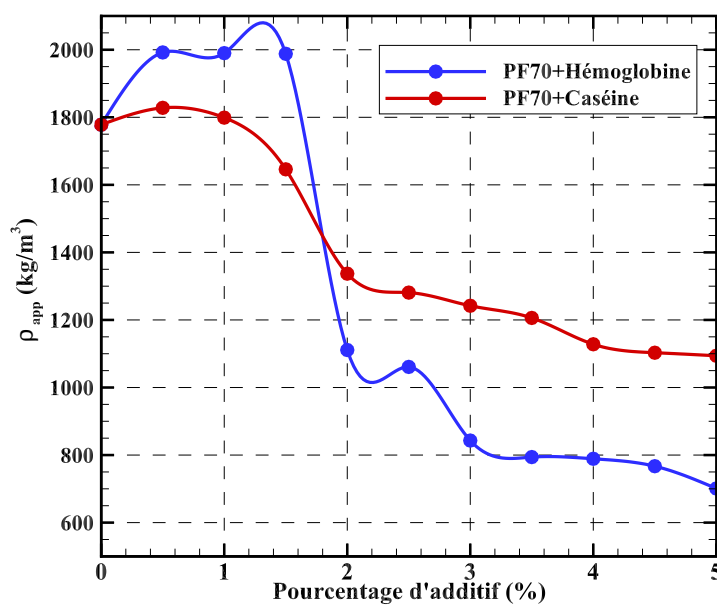
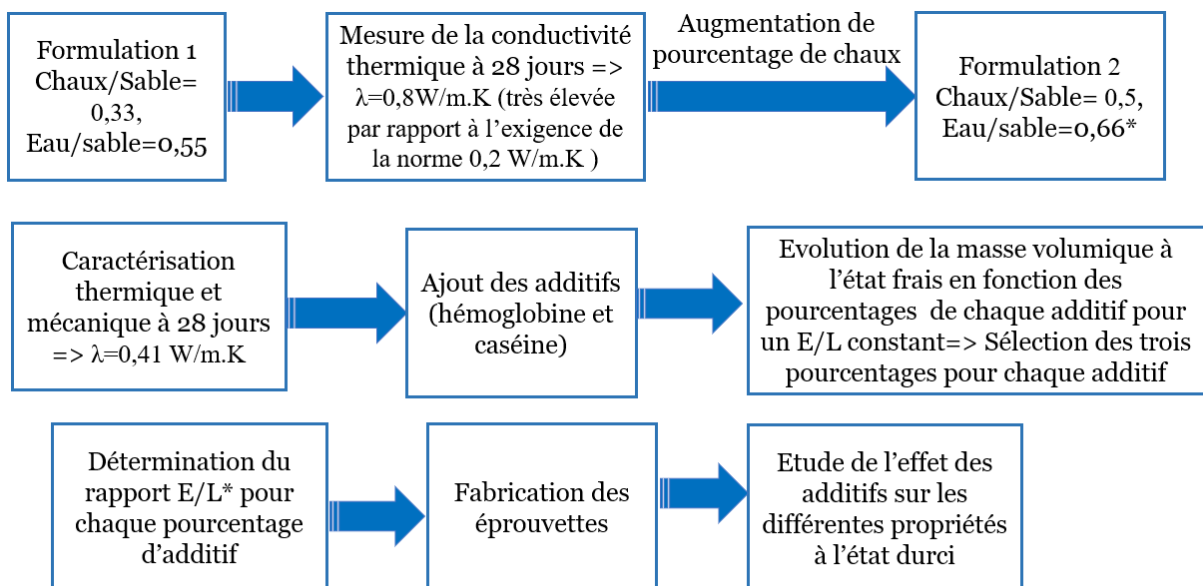


FIGURE 5.7 – Évolution de la masse volumique apparente à l'état frais de mortier à base de PF70 en fonction du pourcentage de caséine et d'hémoglobine



FIGURE 5.8 – Texture des mortiers à la fin du malaxage (a) Référence (sans additif) (b) avec hémoglobine (c) avec caséine

La figure 5.9 présente un récapitulatif des différentes étapes de la démarche expérimentale adoptée pour la formulation des enduits



*Le rapport E/L a été déterminé selon la méthode de consistance au mini-cône définie dans la norme NF EN 459-2 2010

FIGURE 5.9 – Démarche expérimentale utilisée pour la formulation des enduits

5.4.2 Préparation et confection des éprouvettes

Le protocole de malaxage influence significativement les propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci notamment en présence des additifs. Remdania et al [46] ont montré que la durée et la vitesse de malaxage a un impact important sur l'effet de l'hémoglobine. Par conséquent nous avons proposé un protocole adapté aux mortiers étudiés qui suit les étapes du protocole de Lanas et al. 2003 [154] avec des temps et vitesses à partir des essais préliminaires.

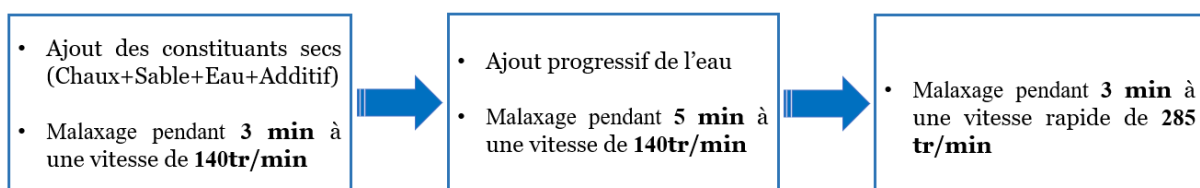


FIGURE 5.10 – Protocole de malaxage des mortiers à base de chaux

Pour les mortiers à base de plâtre, nous avons utilisé le protocole proposé par la norme NF EN 13279-2 [155] et nous l'avons également adapté à partir des essais préliminaires.

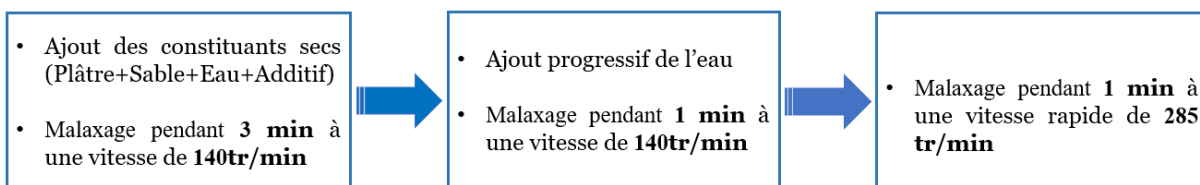


FIGURE 5.11 – Protocole de malaxage des mortiers à base de plâtre

Pour chaque formulation, des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été fabriquées et stockées dans une salle humide à $T=20^\circ\text{C}$ et $H_r=55\%$. Les échantillons ont été nommés selon leurs constituants comme indiqué dans le tableau 5.2. Différentes propriétés ont été déterminées après une cure de 28 et 90 jours : la résistance à la compression et à la flexion, la conductivité thermique, la porosité à l'eau et le coefficient d'absorption d'eau par capillarité.

Formulation		Rapport massique (kg/kg)		
Désignation courte	Désignation longue	E/L	H/L	C/L
PF70-0	PF70_Référence	0.660	-	-
PF70-1.5%C	PF70 +1.5% Caséine	0.610	-	0.015
PF70-2.5%C	PF70+2.5% Caséine	0.505	-	0.025
PF70-5%C	PF70+5% Caséine	0.405	-	0.05
PF70-2%H	PF70+2% Hémoglobine	0.580	0.02	-
PF70-3.5%H	PF70+3.5% Hémoglobine	0.580	0.035	-
PF70-5%H	PF70+5% Hémoglobine	0.580	0.05	-
PF80-0	PF80_Référence	0.660	-	-
PF80-1.5%C	PF80 +1.5% Caséine	0.660	-	0.015
PF80-2.5%C	PF80+2.5% Caséine	0.550	-	0.025
PF80-5%C	PF80+5% Caséine	0.440	-	0.05
PF80-2%H	PF80+2% Hémoglobine	0.650	0.02	-
PF80-3.5%H	PF80+3.5% Hémoglobine	0.630	0.035	-
PF80-5%H	PF80+5% Hémoglobine	0.630	0.05	-
PL-0	Plâtre_Référence	0.660	-	-
PL-2%H	Plâtre+2% Hémoglobine	0.660	0.02	-
PL-3.5%H	Plâtre+3.5% Hémoglobine	0.660	0.035	-
PL-5%H	Plâtre+5% Hémoglobine	0.660	0.05	-

E/L : Eau/Liant, H/L : Hémoglobine/Liant, C/L : Caséine/Liant

TABLE 5.2 – Dosage des mortiers élaborés

5.5 Méthodes de caractérisation des mortiers

5.5.1 Résistance mécanique à la compression et à la flexion

Des tests de compression uni-axiale ont été effectués sur trois échantillons de $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ de chaque formulation (Figure 5.12(a)) en utilisant la presse IGM de capacité maximale de 250 KN avec une vitesse de déplacement de 0.1 mm/min. La résistance à la compression a été calculée selon l'équation 5.1. La résistance à la flexion 3 points (Figure 5.12(a)) a été déterminée selon la formule 5.2 à partir des tests sur des échantillons de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$

en utilisant la même presse et vitesse de déplacement.

$$R_c = \frac{F_{c_{max}}}{a.b} \quad (5.1)$$

avec :

R_c : est la résistance en compression [MPa]

$F_{c_{max}}$: est la force maximale en compression [N]

a et b : sont respectivement la largeur et la longueur de la section [mm]

$$R_f = \frac{1.5F_{f_{max}}.L}{b.h^2} \quad (5.2)$$

avec :

R_f : est la résistance en flexion [MPa]

$F_{f_{max}}$: est la force maximale en flexion [N]

b et h : sont respectivement la largeur et la hauteur de l'éprouvette [mm]

L : est la distance entre les deux appuis ($L = 10\text{ cm}$) [mm]

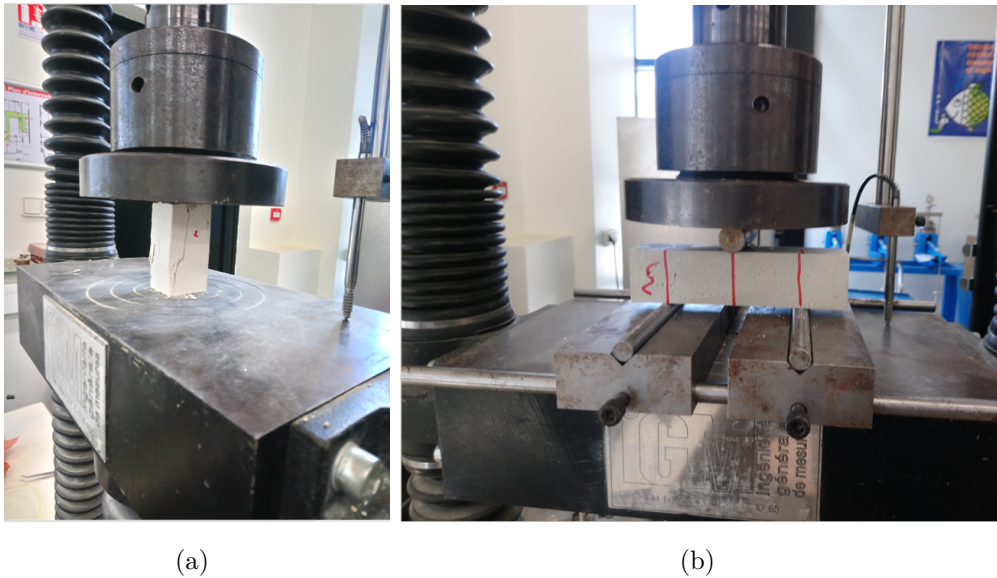


FIGURE 5.12 – Essais mécaniques (a) résistance à la compression (b) résistance à la flexion

5.5.2 Conductivité thermique

La conductivité thermique des mortiers a été déterminée à l'état sec en utilisant la méthode de fil chaud (décrite dans le chapitre 1). Après la période de cure, les échantillons de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été séchés à 70°C à l'étuve jusqu'à stabilité de masse, puis refroidis avant la mesure pendant deux heures dans un dessiccateur contenant du gel de silice pour éviter une absorption d'humidité avant le test thermique (Figure 5.13).

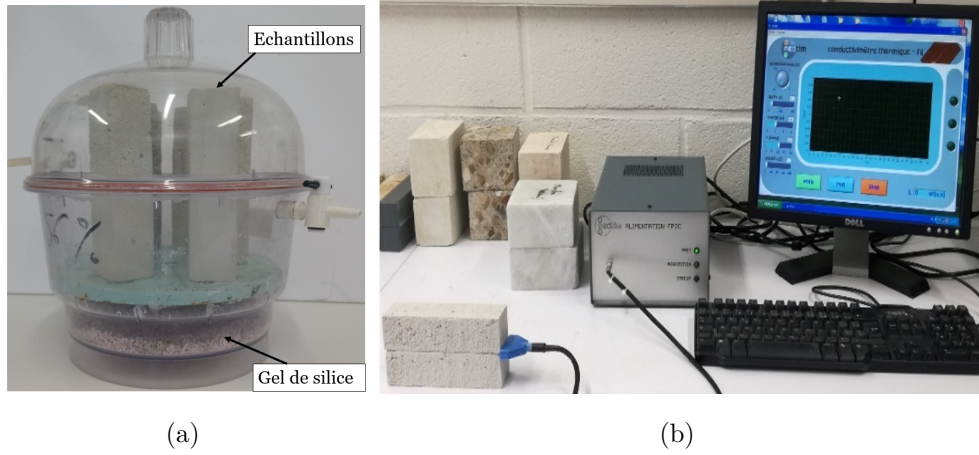


FIGURE 5.13 – Mesure de la conductivité thermique (a) refroidissement des échantillons (b) dispositif de mesure

5.5.3 Porosité accessible à l'eau

La porosité accessible à l'eau a été déterminée par pesée hydrostatique conformément à la norme NF P18-459 [90]. Trois échantillons de $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ de chaque formulation ont été séchés à 70°C à l'étuve jusqu'à masse constante (M_{sec}), puis refroidis pendant deux heures dans un dessiccateur contenant du gel de silice. Ils sont ensuite placés sous vide au moyen d'une pompe à vide pendant 24 h pour éliminer l'air contenu dans les pores. Finalement, après leur saturation dans l'eau pendant 48 h, les échantillons ont été pesés une première fois dans l'eau pour obtenir la masse notée M_{eau} puis dans l'air pour obtenir la masse de l'échantillon saturé notée M_{air} . La porosité totale a été calculée grâce à la formule suivante :

$$\epsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \cdot 100\% \quad (5.3)$$

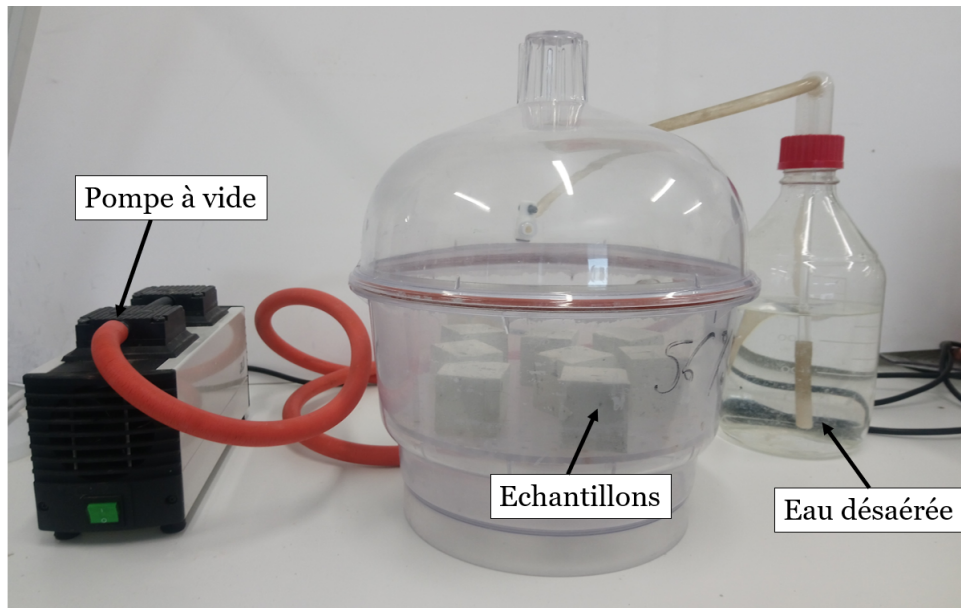


FIGURE 5.14 – Dispositif de mesure de la porosité à l'eau

5.5.4 Capillarité

Le test de capillarité a été effectué sur des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ selon la norme NF EN 1015-18 [149]. Après séchage à 70°C et refroidissement, les échantillons ont été placés au contact d'une nappe d'eau libre de 3 mm de hauteur maintenue à niveau constant dans une salle à atmosphère contrôlée ($H_r = 55\%$ et $T = 20^\circ\text{C}$). Ensuite, des mesures de masse en fonction du temps ont été effectuées. Le coefficient d'absorption d'eau a été calculé dans la partie linéaire de la courbe de l'évolution de masse en fonction de la racine carrée du temps selon l'équation suivante :

$$C = \frac{\Delta m}{\Delta \sqrt{t} \cdot A} \quad (5.4)$$

Avec :

C : coefficient d'absorption d'eau par capillarité [$\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{min}^{0.5}$]

Δm : masse d'eau absorbée [kg]

A : surface de contact entre l'eau et l'éprouvette [m^2]

t : durée d'absorption [min]

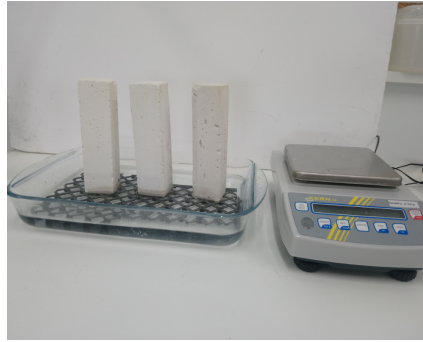


FIGURE 5.15 – Test de capillarité

5.5.5 Perméabilité à la vapeur d'eau et isothermes de sorption-désorption

Comme pour les biocomposites, la même méthode de caractérisation des courbes de sorption-désorption et de la perméabilité à la vapeur d'eau a été utilisée pour les formulations optimales de l'enduit, comme le montre la figure 5.16 du dispositif Vsorp avec les échantillons préparés pour les mesures :

-Pour la perméabilité à la vapeur d'eau, des échantillons circulaires, mesurant 8 cm de diamètre et environ 1 cm d'épaisseur, ont été fabriqués et caractérisés (Figure 5.16(a)) selon la norme EN 12572 :2001 [99] décrite dans la section 3.2.2 du chapitre 3.

-En ce qui concerne les isothermes de sorption-désorption, des échantillons de $4 \times 4 \times 1 \text{ cm}^3$ (Figure 5.16(b)) ont été préparés en découpant des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ fabriquées selon le protocole décrit précédemment. Des paliers d'humidités relatives allant de 10% à 90% avec un pas de 10% ont été imposés à température constante de 20 °C dans l'enceinte climatique de l'appareil Vsorp.



FIGURE 5.16 – Dispositif Vsorp pour la caractérisation hydrique (a) perméabilité à la vapeur d'eau (b) isothermes d'adsorption-désorption

5.5.6 Test d'arrachement

Dans le but de mesurer la résistance d'adhérence entre les enduits et les composites développés, des tests d'arrachement ont été menés conformément à la norme EN 1015-12 [156] afin d'évaluer la mise en œuvre d'enduit-béton paille. Tout d'abord, trois blocs de composites (PF5, PF20 et PL10) de $30 \times 30 \times 10 \text{ cm}^3$ (Figure 5.17(a)) ont été préparés et conservés dans une salle à atmosphère contrôlée ($T = 20^\circ \text{C}$ et $HR = 55 \pm 5$). Après 28 jours de cure, les surfaces des supports ont été nettoyées à l'aide d'une soufflette d'air comprimé et humidifiées pour éviter le décollement d'enduit. Les mortiers d'enduits ont ensuite été appliqués, en position horizontale, sur la surface supérieure du support avec une épaisseur de 1 cm (Figure 5.17(b)).

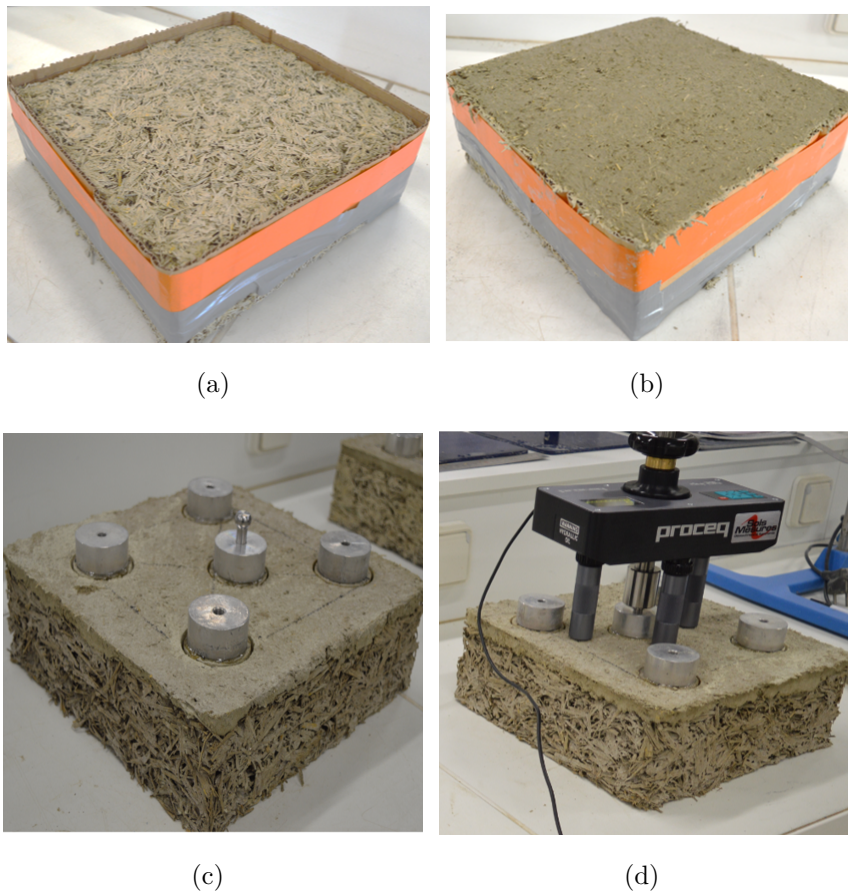


FIGURE 5.17 – Test d'arrachement (a) support biocomposite (b) application d'enduit (c) application des pastilles (d) instrument Proceq DY-216

L'enduit à base de chaux a été appliqué sur les composites à base de chaux PF5 et PF20. Quant aux enduits à base de plâtre, ils ont été appliqués sur le composite PL10 destiné

pour une isolation par intérieur. Ces systèmes préparés (enduit+support biocomposite) ont été stockés dans les mêmes conditions de cure pendant 28 jours. Après cette période de cure, cinq découpes circulaires de 50 mm de diamètre et 1 cm de profondeur, espacées de 5 cm, ont été réalisées à l'aide d'une carotteuse avec une cloche diamantée (Figure 5.17(c)). Selon le protocole décrit dans la norme, des pastilles circulaires en acier inoxydable, ont été collées sur chaque découpe en utilisant une résine epoxy. L'arrachement a été réalisé grâce à un instrument de mesure d'adhérence automatisé de type Proceq DY-216 (Figure 5.17(d)), ayant une force de traction maximale de 16 kN. La vitesse de déplacement, utilisée est de 10 N/s.

5.5.7 Valeur de tampon hydrique (MBV) du système enduit-biocomposite

Des échantillons de $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ de chaque biocomposite ont été préparés et conservés 28 jours dans une salle à atmosphère contrôlée ($T = 20^\circ \text{ C}$ et $Hr = 55 \pm 5$). Les mortiers d'enduit ont été appliqués sur la surface de chaque échantillon. Comme pendant le test d'arrachement, l'enduit à base de chaux et de plâtre a été appliqué sur les composites à base de chaux PF5 et PF20 et de plâtre respectivement. La Valeur tampon hydrique du système enduit-biocomposite a ensuite été déterminée selon le même protocole décrit précédemment dans le chapitre 3 sur les biocomposites. L'effet de l'enduit sur la valeur tampon hydrique sera examinée en comparant les résultats du système avec ceux des biocomposites seuls.



FIGURE 5.18 – Exemple d'échantillon enduit-biocomposite

5.5.8 Résistance au gel-dégel

Comme nous l'avons précisé précédemment, l'enduit à base de chaux sera destiné à protéger les biocomposites contre les conditions environnementales externes dans le cas d'une isolation par l'extérieur. Nous avons donc jugé important d'évaluer la résistance au gel-dégel de l'enduit seul et le système biocomposite-enduit afin de valider le procédé de mise en œuvre. Pour cela, nous avons utilisé le protocole de la norme EN 15304 :2010 [133] qui a été adopté et décrit pour les matériaux composites dans le chapitre 4. Deux types d'échantillons ont été utilisés, à savoir des échantillons de mortiers seuls et des échantillons de composites + enduits :

- Dans le premier cas, des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ de mortier ont été fabriquées (figure 5.19) puis ont été conservées dans une salle de cure pendant 28 j à $T = 20^\circ \text{C}$ et $Hr = 55 \pm 5$. Ensuite, elles ont été séchées à 70°C à l'étuve jusqu'à stabilité de masse. Après refroidissement dans un dessiccateur contenant du gel de silice, les échantillons ont été saturés dans l'eau pendant 24 h puis ont été soumis à des cycles de gel-dégel. La température a été variée entre -15 et 30°C . Des tests de compression uni-axiale et des mesures de perte de masse ont été effectués après 5, 15, 25 et 35 cycles.



FIGURE 5.19 – Mise en place des échantillons dans l'enceinte climatique

- Dans le deuxième cas, le mortier d'enduit a été appliqué sur la surface des échantillons des composites à base de chaux PF20 et PF5. Trois échantillons de $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ ont été préparés pour chaque composite. L'enduit a été appliqué sur la face supérieure de l'échan-

tillon avec une épaisseur de 1 cm. Après 28 jours de cure à $T = 20^{\circ}C$ et $HR = 55 \pm 5$, les autres faces des échantillons, ont été recouvertes d'un film en papier aluminium adhésif imperméable à l'eau pour protéger les faces sans enduit (figure 5.19). Les échantillons ont ensuite été soumis aux cycles de gel-dégel après une immersion dans l'eau de la couche d'enduit pendant 24h. Un suivi de l'état macroscopique des échantillons a été effectué après 5, 15, 25 et 35 cycles pour détecter un éventuel décollement de la couche d'enduit de son support de biocomposite.

5.6 Résultats et discussion

5.6.1 Propriétés mécaniques

La figure 5.20 montre la résistance mécanique en compression des différents enduits en fonction du pourcentage de caséine et d'hémoglobine. La comparaison de ces résultats permet de constater que la résistance des mortiers à base de PF70 est très proche de celle de la chaux PF80 quel que soit l'additif et son pourcentage. Pour les deux types de chaux, la résistance augmente progressivement en fonction du pourcentage de caséine pour atteindre une valeur de 20 MPa pour le PF70 et 18 MPa pour le PF80 à 5% d'ajout. Cette amélioration peut s'expliquer par l'effet de la caséine sur la forme des cristaux de calcite formés après la carbonatation aérienne, comme il a été montré dans la section 1.8 du chapitre 1. Après une période de cure de 3 mois, la même tendance a été observée avec une augmentation de R_c par rapport à 28 jours. D'autre part, il apparaît clairement que les valeurs de résistance mécanique obtenues pour les différents mortiers avec les différents pourcentages de caséine sont largement supérieures à la valeur minimale de 0.4 MPa (ligne rouge sur la figure 5.20) imposée par la norme EN 998-1 des enduits d'isolation thermique. L'évolution de la résistance mécanique à la compression en fonction du pourcentage de l'hémoglobine est illustrée sur la figure 5.20,c,d et e. Contrairement à l'effet de la caséine et comme attendu, la résistance à la compression diminue drastiquement quand le pourcentage de l'hémoglobine augmente pour tous les mortiers à base de chaux et de plâtre. Le pourcentage de diminution atteint 86%, 73% 70% respectivement pour les mortiers à base de PF70, PF80 et Plâtre pour 5% d'hémoglobine. Cela est dû essentiellement à la structure cellulaire créée (Figure 5.21) . Une légère augmentation de R_c a été observée également à 3 mois pour les mortiers à base de chaux grâce à une meilleure carbonatation de la chaux aérienne.

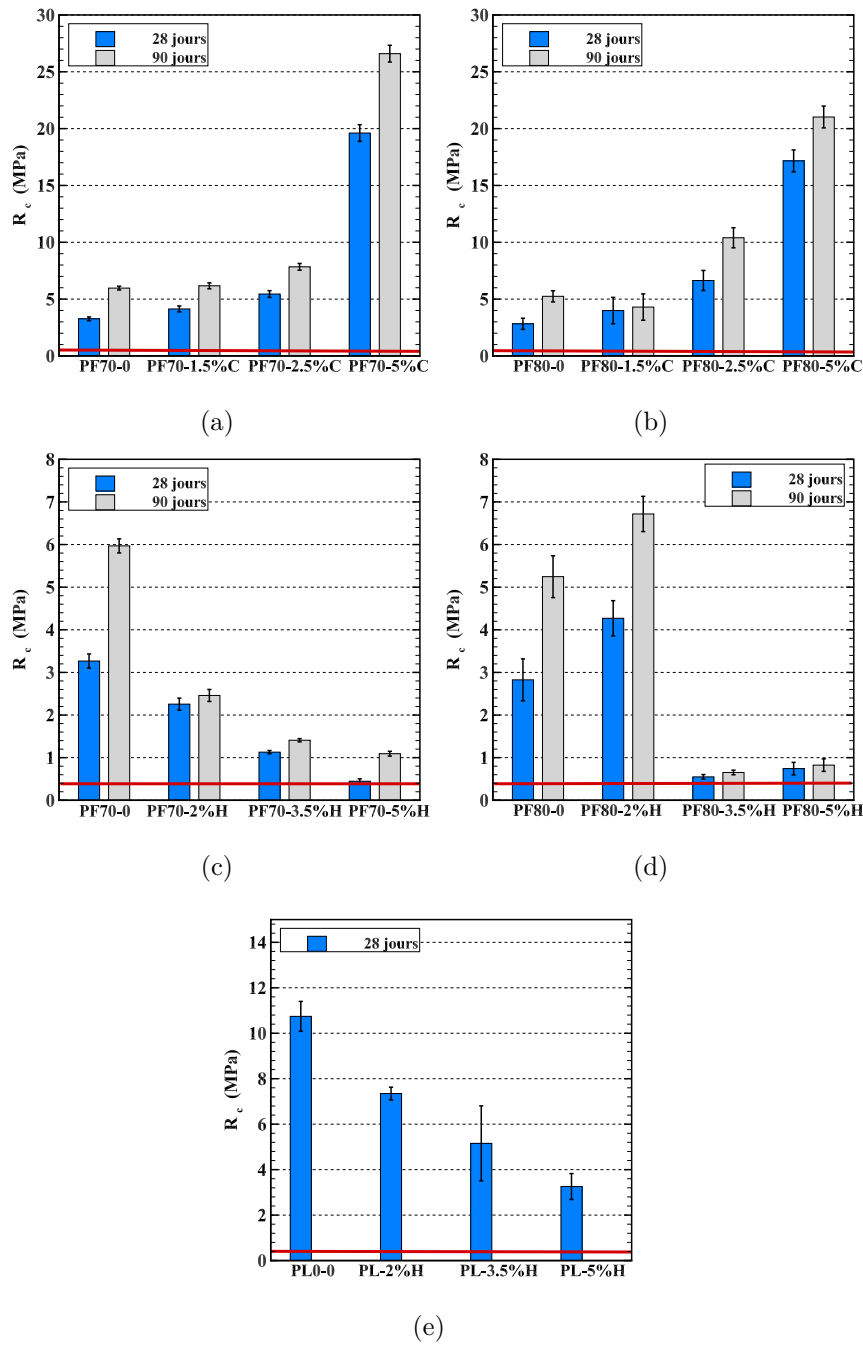


FIGURE 5.20 – Résistance mécanique en compression (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (e) Plâtre+Hémoglobine

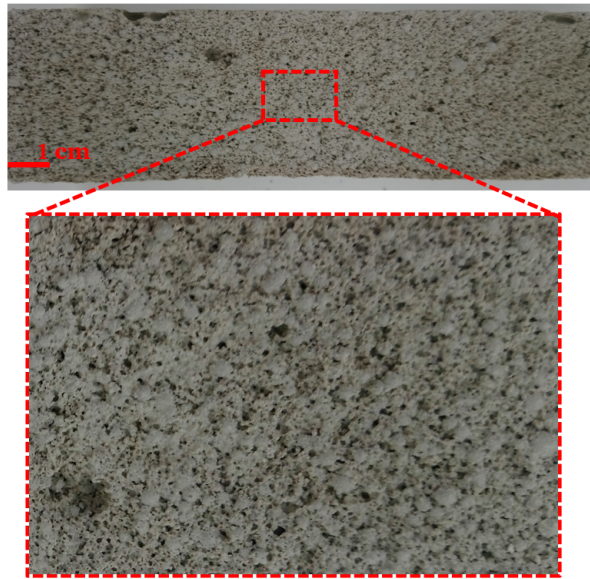


FIGURE 5.21 – Structure cellulaire créée après l'ajout d'hémoglobine

Les résistances à la flexion sont présentées dans la figure 5.22. Une évolution similaire à celle de la résistance à la compression a été observée pour les trois liants. Les deux types de chaux possèdent des résistances à la flexion très proches. Dans le cas de PF70, la résistance à la flexion augmente de 1.7 MPa pour le mortier témoin à 3.9 MPa pour un mortier contenant 5% de caséine. De même, la résistance à la flexion des mortiers à base de PF80 augmente de 1.8 MPa à 5.9 MPa. Inversement dans le cas de l'hémoglobine, la résistance à la flexion diminue de manière importante avec l'augmentation du pourcentage d'additif. Les valeurs enregistrées pour les mortiers à base de chaux sont comprises entre 0.5 MPa et 2.5 MPa. Des valeurs plus élevées ont été enregistrées pour le mortier à base de plâtre. En revanche, nous soulignons que la norme EN 998-1 n'impose aucune contrainte sur la valeur minimale de la résistance à la flexion des mortiers. Toutefois, nous avons choisi d'étudier le mortier vis-à-vis des sollicitations représentatives des conditions réelles d'usage en traction et compression.

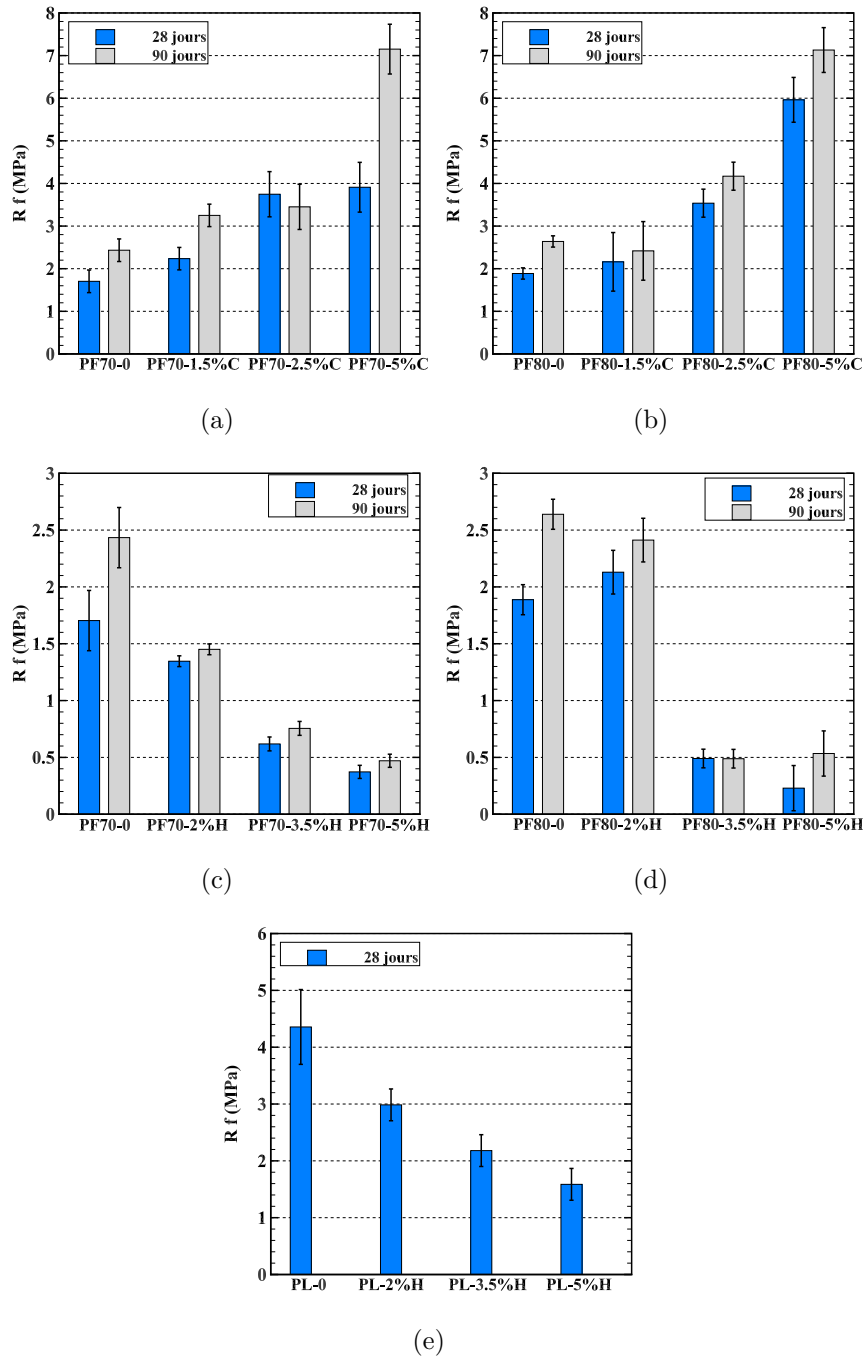


FIGURE 5.22 – Résistance mécanique en flexion (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (d) Plâtre+Hémoglobine

5.6.2 Analyse minéralogique

5.6.2.1 Taux de carbonatation des mortiers à base de chaux

La figure 5.23 présente le taux de carbonatation obtenu pour les différents mortiers étudiés. Il est calculé à partir des analyses thermogravimétriques en suivant les étapes décrites dans le chapitre 1. Nous rappelons que les analyses TG ont été effectuées sur des échantillons en poudre prélevés de chaque mortier et broyés puis tamisés finement ($80\ \mu\text{m}$).

Comme attendu, nous pouvons constater que le taux de carbonatation à 3 mois est supérieur à celui à 28 jours que ce soit pour les mortiers à base de PF70 ou à base de PF80. La différence est comprise entre 5 et 20%. Cette évolution du taux de carbonatation explique l'augmentation de la résistance mécanique mise en évidence dans la section précédente. Nous pouvons également remarquer que le taux de carbonatation des différents mortiers est dans le même ordre de grandeur et ne révèle aucune tendance en fonction des pourcentages d'additifs.

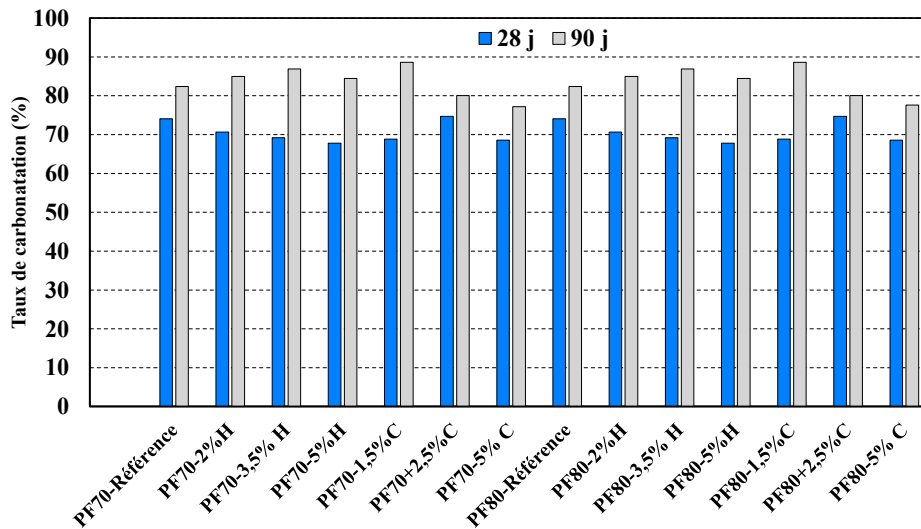


FIGURE 5.23 – Taux de carbonatation des différents mortiers base de chaux

5.6.2.2 Diffraction des rayons X

La figure 5.24 présente les résultats de diffraction des rayons X obtenus pour le mortier témoin de chaque liant et le mortier contenant un pourcentage minimal et maximal de chaque additif. Nous notons que les analyses ont été réalisées sur des prélèvements en poudre après un passage dans un tamis de $80\ \mu\text{m}$. Les échantillons préparés correspondent

aux mortiers à 3 mois de cure. Il est clair dans la figure 5.24 que les additifs utilisés n'ont pas d'impact sur la composition minéralogique des trois liants. Les mêmes phases ont été observées dans les liants quel que soit le pourcentage ou le type d'additif. Pour les mortiers à base de chaux, la portlandite $Ca(OH)_2$ et la calcite $CaCO_3$ sont les principaux minéraux détectés. Quant aux mortiers à base de plâtre, le dihydrate $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ et l'hémihydrate $CaSO_4 \cdot 0.5H_2O$ sont les phases minérales trouvées.

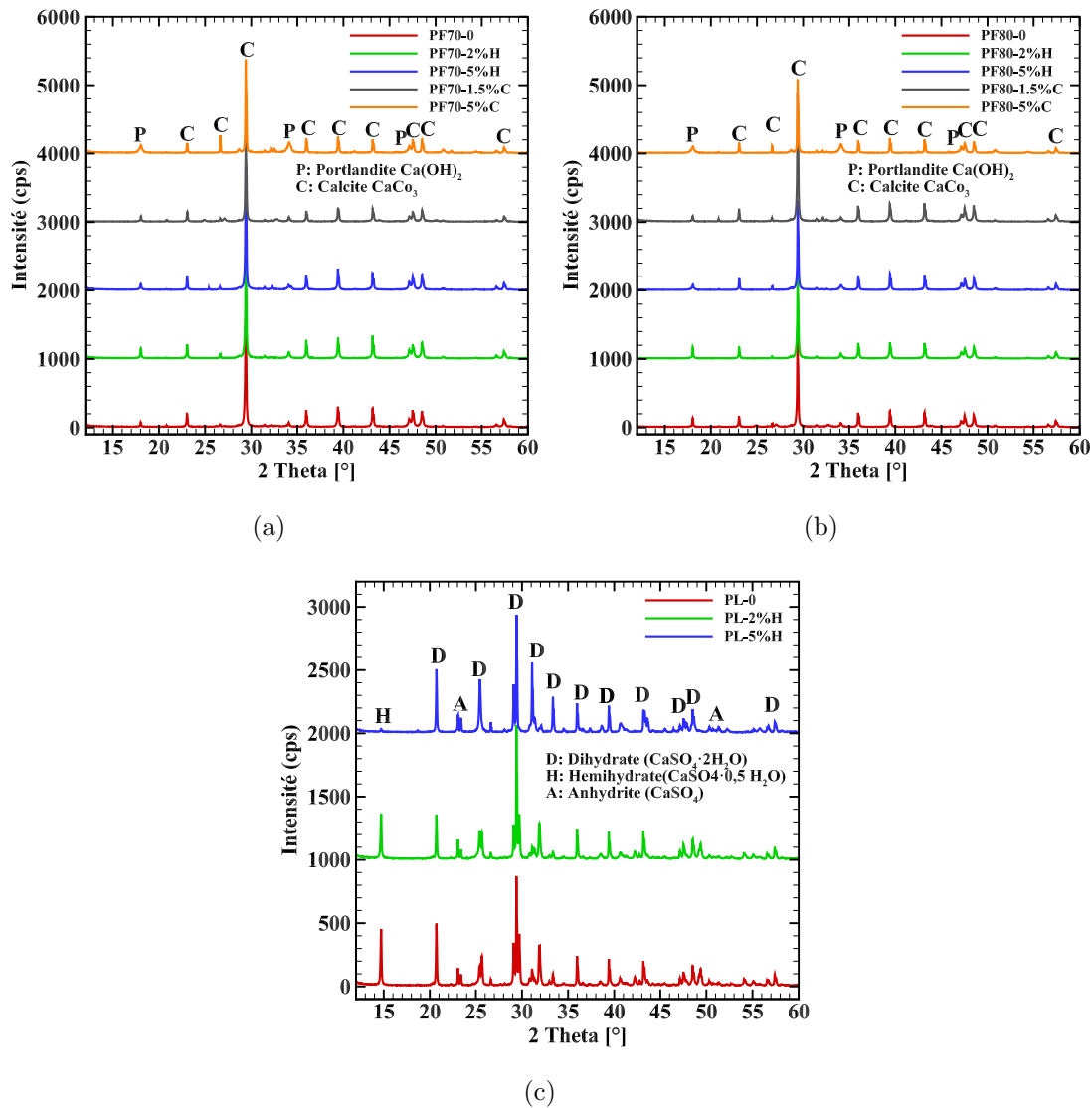


FIGURE 5.24 – Diffraction des rayons X des liants à base de (a) chaux PF70 (b) chaux PF80 (c) plâtre

5.6.3 Conductivité thermique

La figure 5.25 regroupe les résultats de la conductivité thermique des différents mortiers en fonction de l'ajout des additifs. On remarque également que la conductivité thermique augmente progressivement en fonction du pourcentage de caséine pour les deux types de chaux. À titre d'exemple entre un mortier de référence et un mortier contenant 5% de caséine, λ passe de 0.41 à 0.64 W/m.K et de 0.39 à 0.56 W/m.K respectivement pour PF70 et PF80 après une période de cure de 28 jours. Par ailleurs et comme attendu, l'ajout de l'hémoglobine a entraîné une diminution considérable de la conductivité thermique des mortiers pour les trois liants. En effet, le pourcentage de réduction atteint 63%, 56% et 61% respectivement pour PF70, PF80 et le plâtre. D'autre part, pour les liants à base de chaux, les valeurs de λ à 28 jours sont très proches de celles mesurées après 3 mois de cure avec une légère augmentation à 90 jours pour quelques pourcentages d'additifs seulement. Il est probable que c'est un effet de la transformation de portlandite au calcite.

D'un point de vue réglementaire, l'ensemble des valeurs obtenues dans le cas des mortiers contenant la caséine sont largement supérieures à 0.2 W/m.K (ligne rouge sur la figure 5.25) qui est la valeur imposée par la norme EN 998-1 pour un enduit d'isolation thermique. Dans le cas de PF70 et PF80 mélangé avec l'hémoglobine, les formulations contenant 3.5% et 5% de l'additif ont vérifié le critère de la norme. Néanmoins, dans le cas de plâtre, la conductivité thermique reste légèrement supérieure à la valeur limite de la norme même avec un pourcentage de 5%. Ces résultats obtenus pour la conductivité thermique sont liés à l'évolution de la porosité accessible à l'eau des mortiers, présentée dans la figure 5.26. La porosité diminue progressivement en fonction du pourcentage de caséine pour la chaux PF70 et PF80. Ceci est traduit par une augmentation de la conductivité thermique. Inversement, pour les trois liants, nous constatons une augmentation remarquable de la porosité en fonction du pourcentage d'hémoglobine grâce à la micro-structure créée, ce qui a été traduit par la diminution de la conductivité thermique. Cet effet reste par contre bénéfique pour seulement les pourcentages de 3.5 et 5% pour remplir le critère d'un enduit isolant.

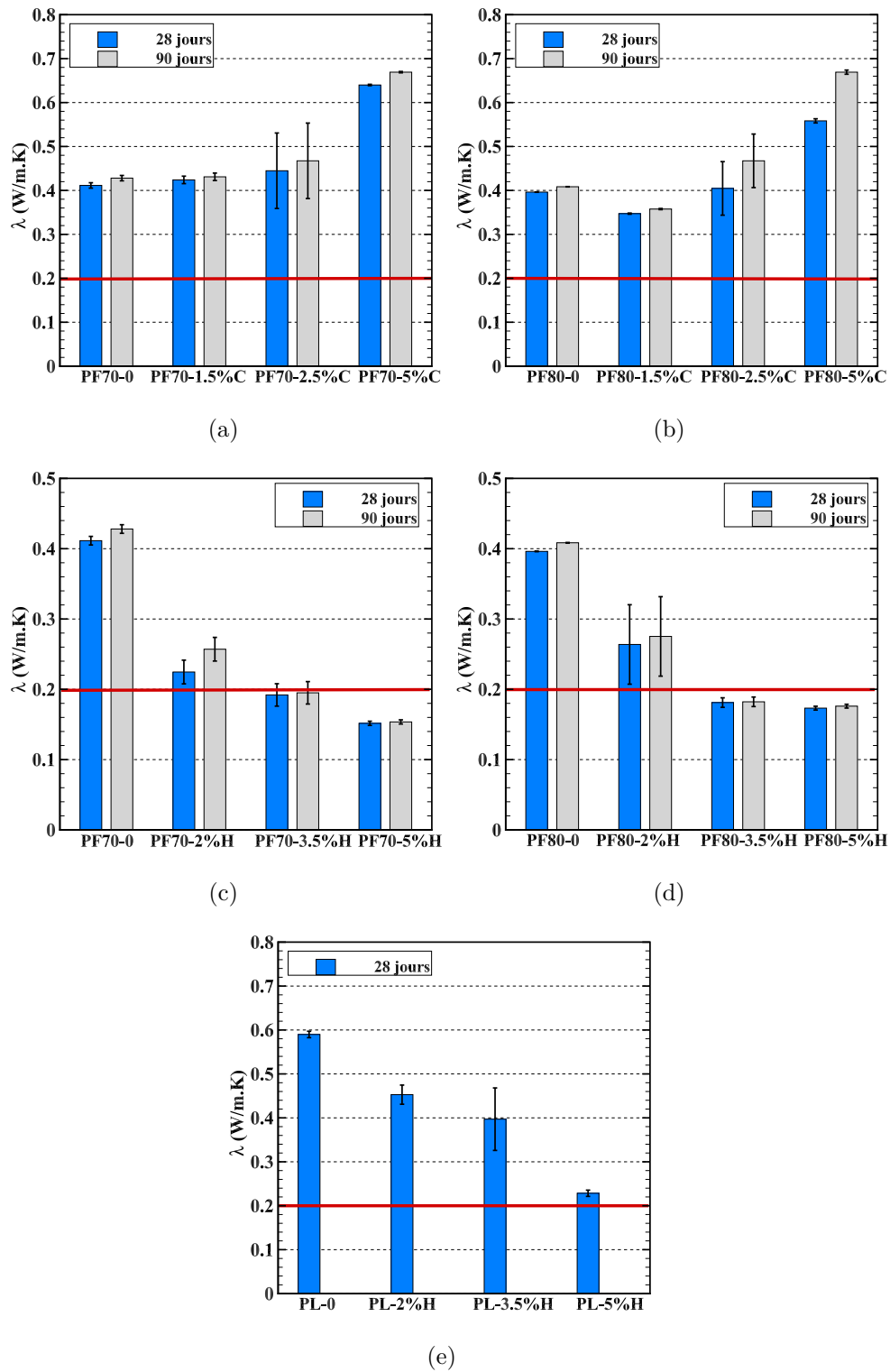


FIGURE 5.25 – Conductivité thermique (a) PF70+Caséine (b) PF80+Caséine (c) PF70+Hémoglobine (d) PF80+Hémoglobine (d) Plâtre+Hémoglobine

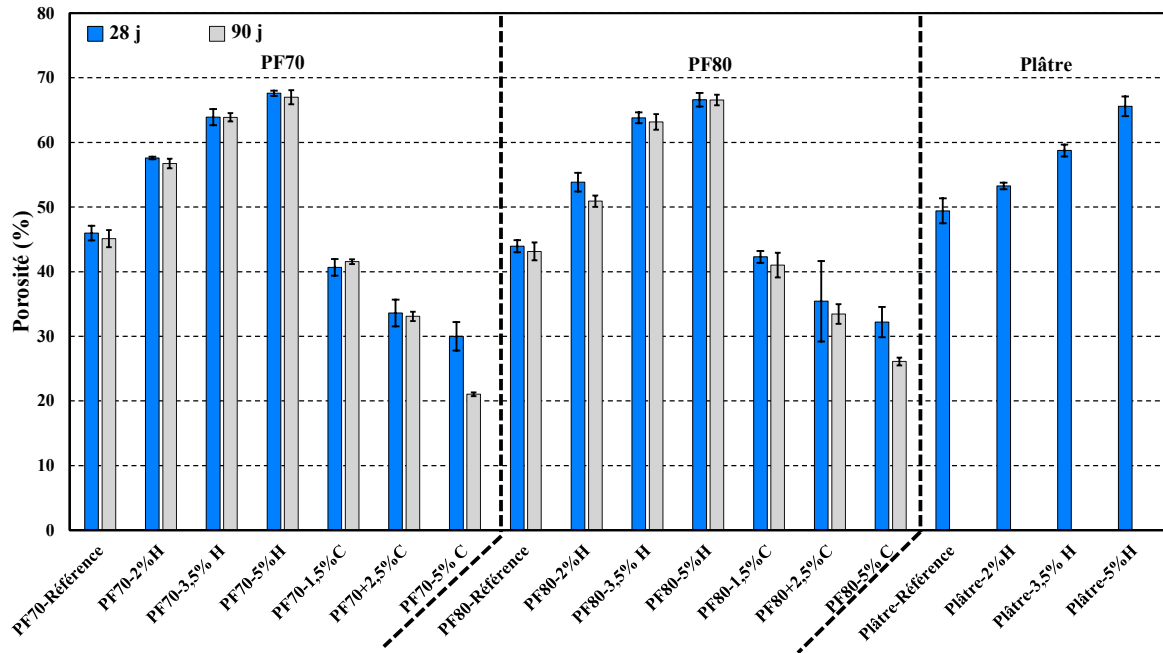


FIGURE 5.26 – Porosité des différents liants en fonction du pourcentage des additifs

5.6.4 Capillarité

La figure 5.27 présente les résultats de test de capillarité après 28 et 90 jours de cure pour les différents mortiers. On remarque que les valeurs du coefficient d'absorption aux deux échéances de cure sont très proches sans aucun effet notable. D'autre part, ce coefficient d'absorption d'eau diminue avec l'augmentation du pourcentage des deux additifs caséine et hémoglobine pour les deux types de chaux. En effet, pour les trois types de liant, nous constatons que plus le pourcentage d'hémoglobine est grand plus le coefficient d'absorption est petit. Ceci peut s'expliquer par la création d'un pourcentage important d'une porosité non connectée. Toutefois, l'ensemble des valeurs obtenues pour les différentes formulations sont largement inférieures à la valeur ($0.4 [kg/m^2.min^{0.5}]$) exigée par la norme EN 998-1 sur les enduits d'isolation thermique comme on peut le voir sur la figure 5.27.

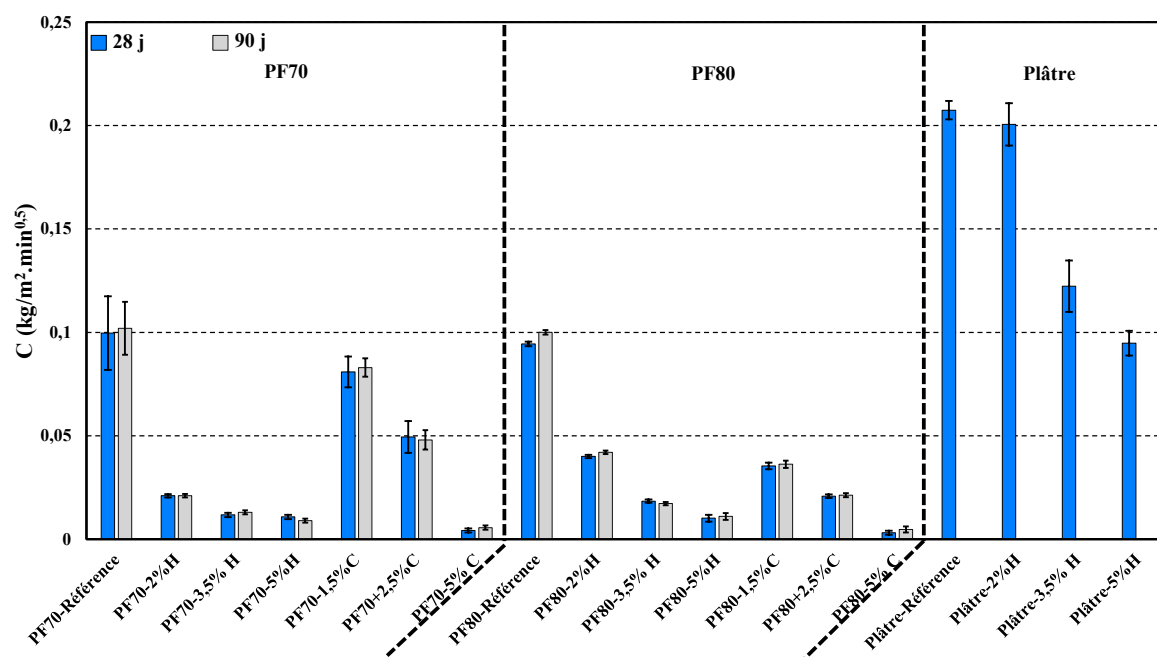


FIGURE 5.27 – Coefficient d’absorption d’eau par capillarité des trois liants en fonction du pourcentage des additifs

5.6.5 Synthèse et choix de la formulation optimale

Les résultats de caractérisation ont montré que :

- La caséine améliore la résistance mécanique en compression et en flexion et diminue la capacité d’absorption d’eau par capillarité des mortiers à base de PF70 et de PF80. Cependant, elle réduit également la porosité et par conséquent elle augmente la conductivité thermique.
- L’hémoglobine a augmenté la porosité des différentes formulations, à base de PF70, PF80 et de plâtre, ce qui se traduit par une diminution de la conductivité thermique. Cela était également accompagné par une diminution de la résistance mécanique en flexion et en compression.
- Les chaux PF80 et PF70 ont presque les mêmes propriétés. En conséquence, nous avons décidé de continuer le travail avec la chaux PF70 (adoptée dans les formulations des composites).
- Pour le PF70, le critère imposé par la norme sur la conductivité thermique ($<0,2$) est vérifié par une seule formulation avec un ajout de 5% d’hémoglobine. Cependant sa résis-

tance mécanique est légèrement supérieure à 0,4 MPa (la limite proposée dans la norme). En conséquence, une amélioration de ses propriétés mécaniques est recommandée dans la suite de ce travail.

- Pour le liant de plâtre, la formulation plâtre+5% hémoglobine a été retenue comme formulation optimale. De plus une fraction des granulats végétaux sera ajoutée à la formulation afin de diminuer sa conductivité thermique au-dessous de 0.2 W/m.K.

5.7 Amélioration des performances des formulations optimales

Comme nous l'avons mentionné précédemment, l'ajout de la caséine a un effet inverse à l'ajout de l'hémoglobine. La résistance mécanique des mortiers à base de PF70 augmente de manière significative en fonction du dosage de cet additif. Cette conclusion nous a mené à ajouter 2.5% de caséine à la formulation de PF70-5% d'hémoglobine pour à la fois garder sa performance thermique et hydrique et augmenter sa performance mécanique. La caractérisation de cette formulation (PF70+5% hémoglobine+2,5% caséine) à l'état durci a montré une amélioration de la résistance mécanique à la compression avec une valeur qui passe de 0.44 à 3.46 MPa. Cependant, la conductivité thermique obtenue (0.37 W/m.K) était plus élevée que celle imposée par la norme (0.2 W/m.K). Par conséquent, nous avons décidé d'ajouter des agrégats fins de paille pour apporter une porosité supplémentaire. Afin de choisir le pourcentage optimal, nous avons réalisé une prédiction numérique de la conductivité thermique en utilisant la méthode d'homogénéisation décrite dans le chapitre 2. Plusieurs pourcentages ont été étudiés, comme le montre la figure 5.28(b). La conductivité thermique diminue en fonction du pourcentage de paille ajoutée. En conséquence, la fraction massique de 7.5 a été retenue pour élaborer la formulation optimale à base de chaux qui prendra en compte les trois additifs, la caséine, l'hémoglobine et la paille. Dans le cas de plâtre, le pourcentage de 1.5% a été adopté vu que sa conductivité thermique (0.22 W/m.K) était très proche de la valeur imposée par la norme (0.2 W/m.K).

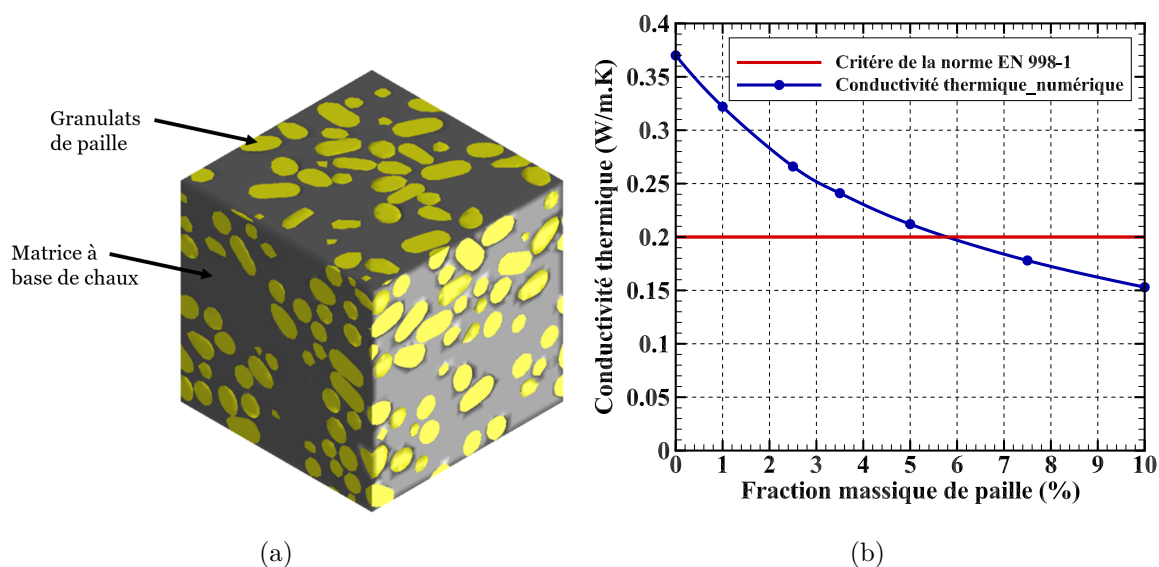


FIGURE 5.28 – Prédiction de la conductivité thermique (a) VER utilisé (b) évolution de la conductivité thermique de mortier de chaux en fonction de la fraction massique de la paille

Enfin, trois formulations optimales ont été retenues pour une caractérisation thermique, mécanique et hydrique dans la suite de ce chapitre . Elles seront nommées selon la désignation indiquée dans le tableau 5.3.

Formulations	Désignation	E/L	H/L	C/L	P/L
PF70+5%hémoglobine+2.5%caséine+7.5%paille	OPC-P	0.825	0.05	0.025	0.075
Plâtre+5%hémoglobine+1.5%paille	OPP-P	0.815	0.05	-	0.015
Plâtre+5% hémoglobine	OPP	0.660	0.05	-	-

E/L : Eau/Liant(kg/kg), H/L : Hémoglobine/Liant, C/L : Caséine/Liant,
P/L :Paille/Liant (kg/kg)

TABLE 5.3 – Dosage des formulations optimales

Les rapports Eau/Liant des formulations optimales contenant les granulats végétaux, ont été étudiés ici pour prendre en compte l'absorption des fibres et permettre une mise en place facile et sans risque de ségrégation des échantillons. Des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été fabriquées dans des moules en acier pour chaque formulation selon le protocole décrit dans les figures 5.29 et 5.30. La mise en place du mortier dans les moules a été

réalisée avec une table à chocs, chaque couche subissant 10 chocs normalisés. Ensuite, ils ont été conservés dans une salle à atmosphère contrôlée $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $Hr = 55 \pm 5$ pendant 28 jours.

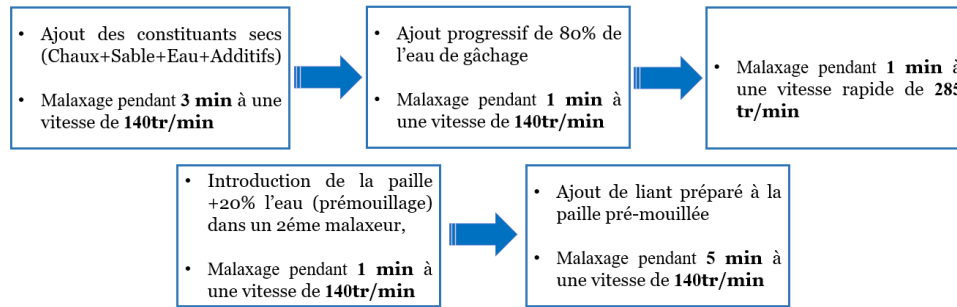


FIGURE 5.29 – Protocole de malaxage des formulations optimales contenant des granulats végétaux

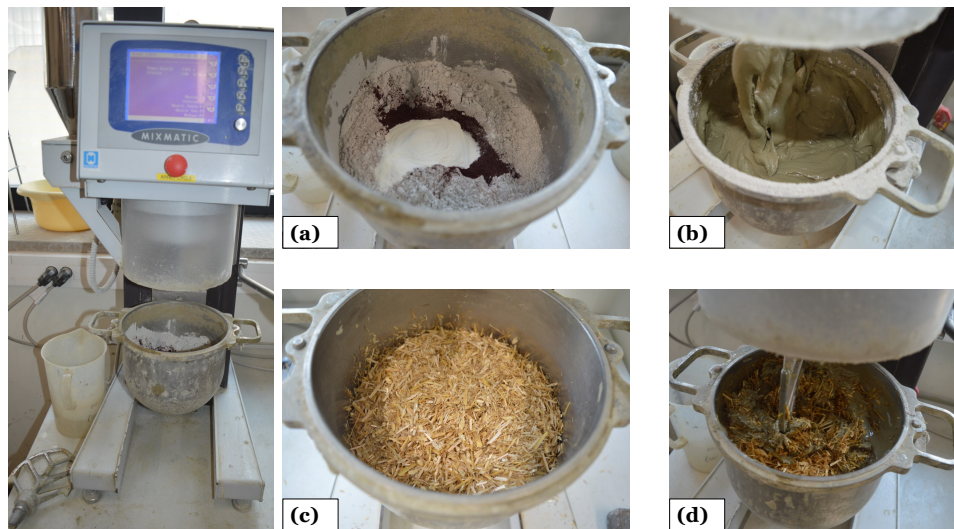


FIGURE 5.30 – Étapes d'élaboration des mortiers contenant les granulats végétaux

5.8 Propriétés des formulations optimales

Le tableau 5.4 résume les différentes propriétés des mortiers optimaux. Il apparaît clairement que l'ensemble des exigences imposées par la norme EN 998-1 sont remplis par les trois enduits développés à l'exception de la conductivité thermique de OPP ($0.22 \pm 0.007\text{ W/m.K}$) qui est légèrement supérieure au critère de la norme (0.2 W/m.K).

Par ailleurs, les coefficients de perméabilité à la vapeur d'eau obtenus pour les enduits optimaux sont dans le même ordre de grandeur que ceux trouvés pour les matériaux bio-composites (présentés dans le chapitre 3). C'est un avantage majeur pour éviter les problèmes de condensation dans l'isolant liés au transfert de vapeur d'eau important.

Caractéristiques	Exigences	OPC-P	OPP	OPP-P
Conductivité thermique λ [W/m.K]	$\lambda \leq 0.2$	0.16 $\pm$ 0.01	0.22 $\pm$ 0.007	0.185 $\pm$ 0.003
Résistance à la compression R_C [MPa]	0.4 $\leq$ R_C	0.76 $\pm$ 0.1	3.25 $\pm$ 0.27	0.88 $\pm$ 0.1
Résistance à la flexion R_f [MPa]	—	1.49 $\pm$ 0.05	1.58 $\pm$ 0.24	0.73 $\pm$ 0.19
Absorption par capillarité W [kg/m ² .min ^{-0.5}]	$W \leq 0.4$	0.015 $\pm$ 0.003	0.094 $\pm$ 0.005	0.12 $\pm$ 0.009
Coefficient de perméabilité à la vapeur (0/50%) μ [-]	$\mu \leq 15$	8.35	6.72	6.47
Coefficient de perméabilité à la vapeur (50/93%) μ [-]	$\mu \leq 15$	8.24	5.40	5.87

TABLE 5.4 – Comparaisons entre les propriétés des formulation optimales et les exigences imposées par la norme EN 998-1

5.8.1 Porosité à l'eau et au mercure

Les résultats de la porosité accessible à l'eau et la porosité au mercure des formulations optimales présentés dans le tableau montre que les trois formulations possèdent une porosité élevée, supérieure à 60%. Cependant, les valeurs obtenues dans le cas de porosimétrie à l'eau sont supérieures à celles trouvées par porosimétrie au mercure. La différence est d'environ 6%. Cette différence pourrait être en lien avec la méthode de pesée hydrostatique qui permet de détecter une gamme plus large de pores que la porosimétrie au mercure. Cette dernière ne permet pas d'accéder aux pores les plus fins (<3 nm), ni aux plus gros pores (>360 μm) selon la littérature [157], [92]. La distribution de la taille des pores pour les trois formulations est illustrée dans la figure 5.31. Nous pouvons remarquer que les trois mortiers possèdent un spectre de porosité quasi-similaire, deux familles principales de pores ont été mises en évidence. La première contient des pores de diamètre entre 10 et 100 μm et la seconde, contient des pores de diamètre compris entre 0.1 et 1 μm pour seulement les deux formulations OPP-P et OPC-P. Les courbes d'extrusion (■) des

trois matériaux montrent qu'un pourcentage important de mercure injecté (87%, 75% et 85% respectivement pour OPC-P OPP-P et OPP) reste piégé, ce qui peut indiquer une présence de pores en forme de bouteille d'encre.

Formulations	Porosité à l'eau (%)	Porosité au mercure(%)
OPC-P	68	62
OPP-P	67	60
OPP	66	60

TABLE 5.5 – Comparaison entre la porosité accessible à l'eau et au mercure des formulations optimales

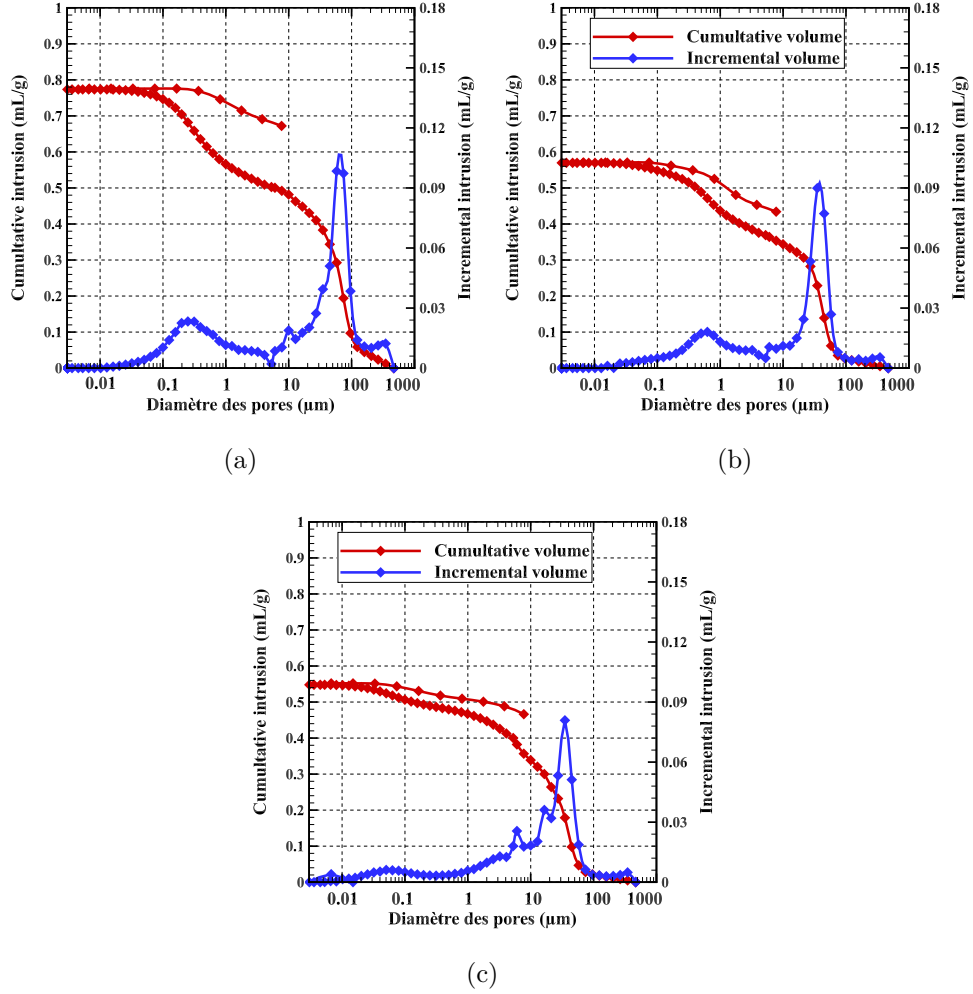


FIGURE 5.31 – Distributions de la taille des pores obtenues par intrusion au mercure (a) OPC-P (b) OPP-P (c) OPP

5.8.2 Isothermes de sorption-désorption

La figure 5.32 présente les isothermes de sorption-désorption des trois enduits proposés. Les courbes obtenues ont une allure similaire à celle des bio-composites (présentées dans le chapitre 3) avec des teneurs en eau massiques moins importantes. Une augmentation quasi-linéaire de la teneur en eau a été observée entre un palier d'humidité de 10% et 80% suivie d'une augmentation rapide entre 80% et 90%. Dans le cas de la désorption, la diminution de la teneur en eau entre 90% et 10% reste linéaire mais plus faible. De plus, comme pour les composites, une grande hystérésis a été remarquée entre la branche d'adsorption et celle de désorption notamment pour l'enduit à base de chaux. Cette hystérésis peut s'expliquer par l'existence de pores en forme de bouteille d'encre ou la consommation d'eau par la réaction de carbonatation étant donné que les essais ont été effectués après 28 jours de cure et la carbonatation complète de la chaux pourra durer des mois.

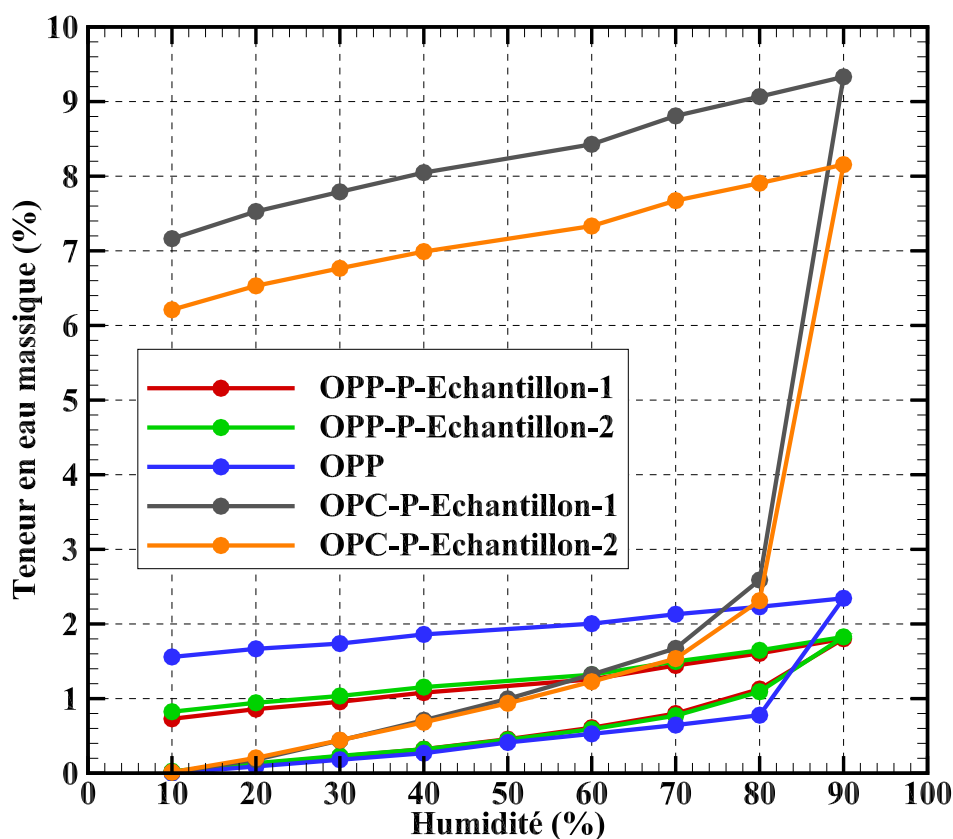


FIGURE 5.32 – Isothermes d'adsorption-désorption

5.8.3 Effet de l'enduit sur la MBV des composites

La figure 5.33 présente la comparaison de la valeur tampon hydrique entre le biocomposite seul et le système biocomposite-enduit. L'effet des enduits développés est clairement montré par une réduction de la MBV des biocomposites qui atteint une valeur de 28% pour le biocomposite PF20 à base de chaux. Cependant, malgré cette réduction, le composite à base de plâtre (PL10), avec enduit, reste toujours dans la catégorie des excellents régulateurs hydriques selon le classement de NordTest project. Pour les deux autres composites à base de chaux, les valeurs obtenues après application de l'enduit permettent de les classer dans la catégorie des bons régulateurs hydriques. L'effet de l'enduit sur le confort hydrique n'est pas négatif, et reste un bon résultat qui valide le système biocomposite-enduit.

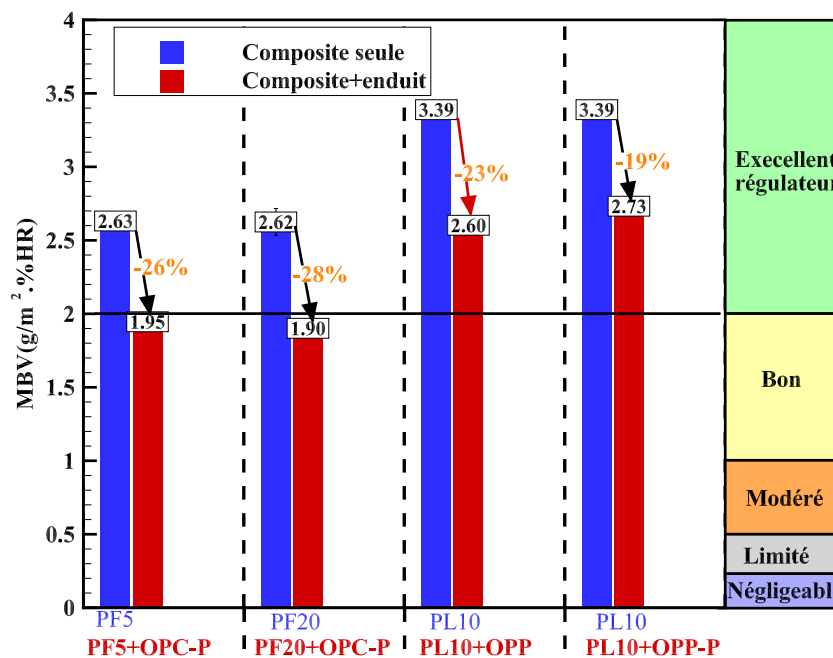


FIGURE 5.33 – Effets des trois enduits optimaux sur la MBV des composites

5.8.4 Adhérence enduit-biocomposite

Le tableau 5.6 regroupe les résultats de la résistance à la traction obtenus par le test d'arrachement sur le système Enduit/support ainsi que le mode de rupture trouvé dans chaque cas. A l'exception du système OPC-P/PF5 (Figure 5.34 a), l'ensemble des ruptures obtenues pour les différents systèmes sont des ruptures cohésives, avec une rupture au niveau du composite dans le cas de OPC-P/PF20 et OPP-P/PL10 (Figure 5.34,b et d) et

une rupture au niveau de l'enduit dans le cas de OPP/PL10 (Figure 5.34c). Il est toutefois important de noter que les valeurs de résistance obtenues dans ces cas ne peuvent pas être considérées comme des résistances d'adhérence mais des propriétés intrinsèques de chaque matériau. Étant donné que l'arrachement des enduits OPC-P et OPP-P conduit à l'arrachement des composites PF20 et PL10, nous pouvons affirmer que ces enduits sont incompatibles pour être appliqué sur les deux composites cités. Notre objectif étant de valider la mise en œuvre (biocomposite-enduit), nous avons donc un seul résultat intéressant pour le système PF5/OPC-P.

Enduit/Support	$Rt[MPa]$	Mode de rupture
OPC-P/PF5	0.100	Interface
OPC-P/PF20	0.08	Composite
OPP-P/PL10	0.06	Enduit
OPP/PL10	0.07	Composite

TABLE 5.6 – Résultats d'essai d'adhérence entre les enduits et les composites de béton paille optimaux

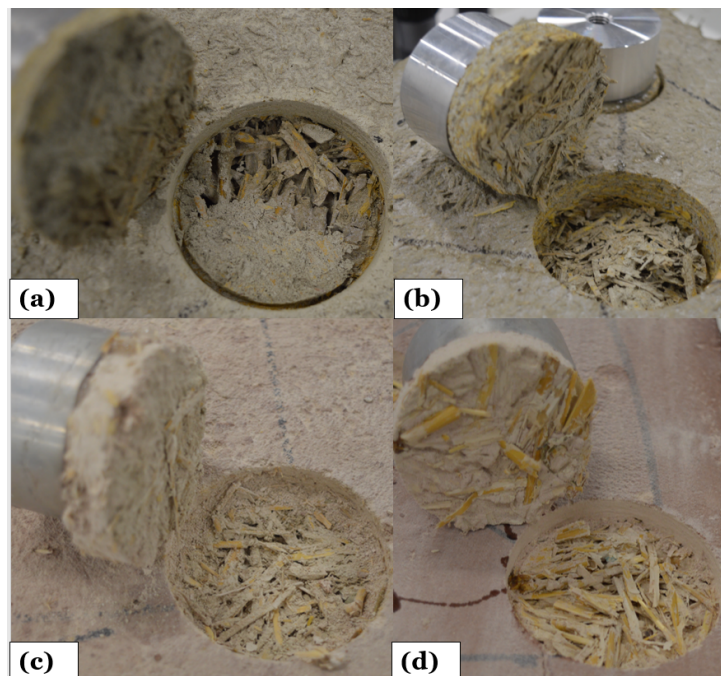


FIGURE 5.34 – Modes de rupture après les tests d'arrachement (a) PF5/OPC-P (b) PF20/OPC-P (c) PL10/OPP-P (d) PL10/OPP

5.8.5 Résistance aux cycles gel-dégel

Les résultats en termes de résistance mécanique et de perte de masse des échantillons du mortier seul sont présentés dans la figure 5.35 en fonction des cycles de gel-dégel appliqués conformément à la norme EN 15304 :2010 [99]. Nous remarquons que la résistance mécanique diminue légèrement après 5 cycles puis reste quasi-constante jusqu'à 25 cycles pour une réduction atteignant 43% à la fin des cycles. Cela s'explique par l'apparition d'une macrofissure sur les échantillons, comme le montre la figure 5.36. Ces fissures peuvent être la conséquence de l'augmentation de volume, de l'ordre de 9%, accompagnant la transformation de l'eau en glace [158]. L'évolution de la masse en fonction des cycles a montré que la perte reste quasi-stable et ne dépasse pas 1.5%. D'autre part, en ce qui concerne les échantillons de composite + enduit, dans le cas du matériau support PF20, un décollement de la couche d'enduit s'est produit après seulement 15 cycles (Figure 5.37 b). Contrairement à ce comportement, l'échantillon avec le matériau support PF5 a montré une bonne adhésion entre la couche d'enduit et le composite même après 35 cycles de sollicitation (Figure 5.38 b). Il est à noter que la couche d'enduit n'a montré aucune dégradation ou fissuration macroscopique pour les deux matériaux PF20-enduit et PF5-enduit malgré les fissures observées pour les enduits seuls

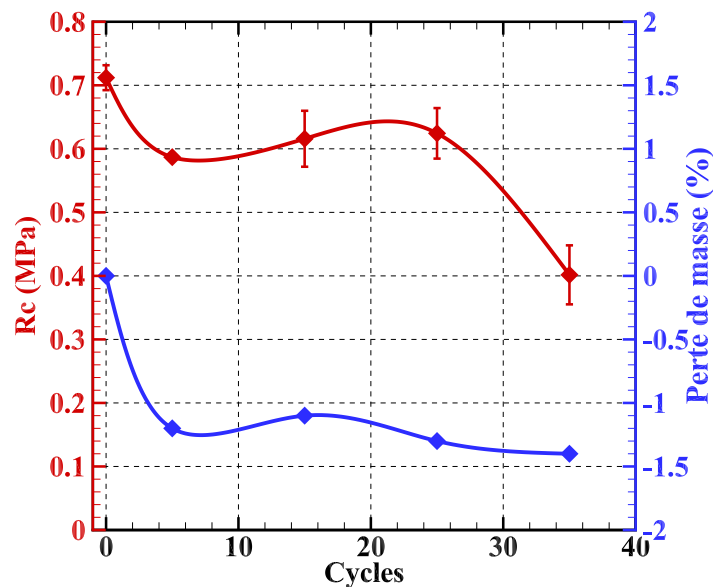


FIGURE 5.35 – Évolution de la résistance mécanique et de la perte de masse des échantillons d'enduit de chaux (OPC-P) en fonction des cycles de gel-dégel

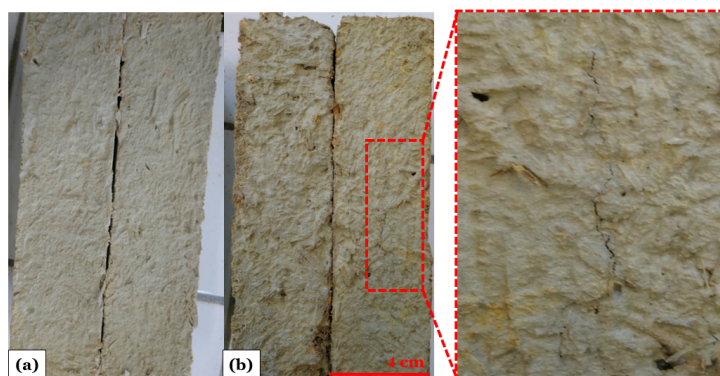


FIGURE 5.36 – État des échantillons de mortier seul (a) à 0 cycle (b) après 35 cycles de gel-dégel

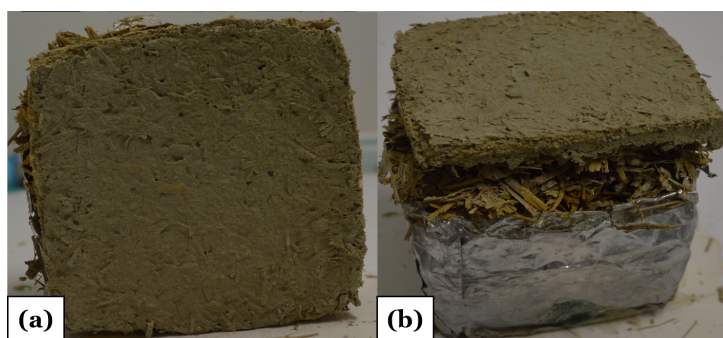


FIGURE 5.37 – Echantillons de PF20+enduit (a) état de la couche d'enduit après 15 cycles (b) état de l'interface enduit/composite après 15 cycles

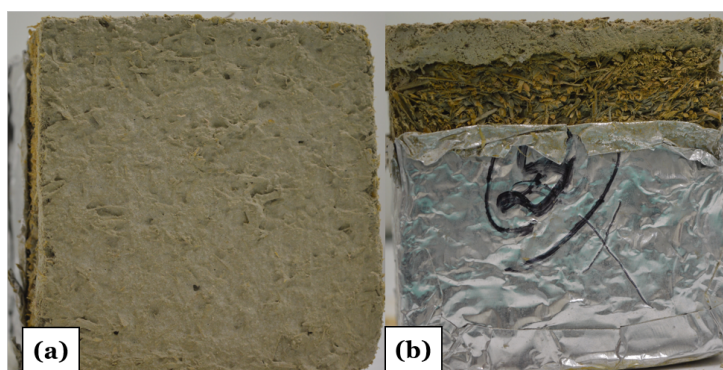


FIGURE 5.38 – Echantillons de PF5+enduit (a) état de la couche d'enduit après 35 cycles (b) état de l'interface enduit/composite après 35 cycles

5.9 Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif de développer un enduit performant pour protéger les isolants thermiques à base de paille céréalière contre les conditions environnementales tout en assurant les propriétés d'un complément d'isolation.

Trois liants ont été utilisés, à savoir deux types de chaux et un liant à base de plâtre. Dans le but d'améliorer les performances de ces liants, deux additifs ont été adoptés : la caséine et l'hémoglobine. Pour chaque additif, trois pourcentages ont été testés. Une caractérisation physique et mécanique a été réalisée pour les matériaux durcis. Les résultats obtenus ont montré que la caséine augmente de manière significative la résistance à la compression et à la flexion des mortiers à base de chaux en fonction de l'augmentation du dosage. Cette augmentation a été accompagnée d'une réduction de la porosité accessible à l'eau et par conséquent, d'une augmentation de la conductivité thermique à l'état sec. Une diminution du coefficient d'absorption d'eau par capillarité a également été observée. Inversement, et comme attendu, l'hémoglobine a permis de créer une microstructure très poreuse ce qui a été démontré par l'augmentation de la porosité des différents mortiers en fonction du pourcentage d'additif. Cela a permis de diminuer la conductivité thermique mais également la résistance mécanique à la compression et à la flexion. Le coefficient d'absorption d'eau par capillarité a aussi subi une diminution en fonction du pourcentage d'additif. En se basant sur ces résultats, des formulations ont été retenues pour optimiser leurs propriétés hygrothermiques en substituant la matrice (sable + liant) par une fraction de la paille finement broyée. Une prédiction numérique a été effectuée afin de sélectionner le pourcentage des fibres optimales, en se basant sur l'homogénéisation numérique. Ensuite des échantillons ont été fabriqués pour chaque formulation et ont été caractérisés. Les résultats trouvés ont montré que l'ensemble des propriétés (thermiques, mécaniques et hydriques) ont satisfait les critères réglementaires imposés pour les enduits d'isolation thermique. En revanche, l'application d'une couche d'enduit d'un centimètre sur les biocomposites de béton paille a entraîné une diminution de leur valeur tampon hydrique. Toutefois, les isolants de béton paille restent toujours dans la catégorie des excellents/bons régulateurs hydriques selon le classement de NordTestproject. Des tests d'arrachement ont été effectués afin de déterminer la résistance à l'adhérence entre les mortiers d'enduit optimaux et les composites de béton paille. Les résultats trouvés ont montré que l'ensemble des ruptures obtenues pour les différents systèmes sont des ruptures cohésives (à l'exception d'un seul cas), ce qui n'a pas permis de déterminer la valeur de la contrainte d'adhérence.

Conclusion et perspectives

L'utilisation des matériaux à base de granulats végétaux dans la construction des bâtiments neufs ou la réhabilitation des ouvrages anciens offre aux concepteurs de nombreux avantages (fixation de gaz carbonique, abondance locale, renouvelable, biodégradable, isolation thermique, renfort mécanique...) qui contribuent significativement à l'amélioration de l'efficacité énergétique du bâtiment et le respect des exigences environnementales. Cependant, l'insuffisance de connaissances scientifiques sur certaines propriétés, et le manque de réglementations spécifiques pour cette nouvelle génération de matériaux limite leur utilisation par rapport aux matériaux traditionnels.

Le travail de recherche rapporté dans ce mémoire avait pour ambition de proposer une solution technique complète pour la rénovation thermique des bâtiments via, d'une part l'optimisation d'un matériau composite à base de paille céréalière et d'autre part la formulation d'un enduit de protection du biocomposite. Pour répondre aux objectifs de la compréhension du comportement du biocomposite et de son interaction avec l'enduit de protection, une stratégie d'optimisation de leurs propriétés a été mise en place, constituée d'un vaste programme expérimental de caractérisation de ces matériaux sous différentes sollicitations thermiques hydriques et mécaniques, et d'une approche de modélisation numérique prenant en compte la microstructure et le comportement des constituants.

Tout d'abord, trois procédures d'optimisation de la formulation des biocomposites développés dans le cadre des travaux précédents, ont été mises en place, en intégrant des additifs, issus d'une source renouvelable et biodégradable. L'objectif de ces procédures était de diminuer la conductivité thermique des biocomposites tout en gardant une résistance mécanique acceptable pour supporter le poids propre conformément aux exigences normatives. En effet, les additifs utilisés ont montré un impact significatif sur les propriétés microstructurales des liants minéraux à savoir la création de la porosité, le changement

du taux de carbonatation ou encore l'adhérence liant-granulat. Ces changements ont été à l'origine de l'amélioration des propriétés macroscopiques thermiques et mécaniques des biocomposites. L'ajout des additifs a permis également de diminuer la fraction de liant minéral et d'augmenter celle de la paille dans la formulation du matériau composite. En se basant sur une évaluation de la conductivité thermique et de la résistance mécanique, trois formulations optimales avec des constituants différents, ont été retenues, à savoir une formulation à base de chaux, de caséine et d'hémoglobine, et deux autres utilisant un bio-liant de gélatine et respectivement de plâtre ou de la chaux.

Parmi les questions posées dans ce travail, et qui font actuellement l'objet d'un débat intéressant, c'est la modélisation du comportement de ce type de matériaux en termes de modèles phénoménologiques macroscopiques, de mécanismes de déformation ou encore d'approche de modélisation. Pour répondre à une partie de ces questions, la méthode d'homogénéisation numérique permettant une meilleure description de la microstructure a été utilisée. La prédiction de la conductivité thermique effective et le comportement macroscopique non linéaire a été réalisé en utilisant un VER et des propriétés des constituants déterminées expérimentalement. Dans un premier temps, l'effort était consacré à la détermination de la taille du volume élémentaire représentatif en utilisant une approche statistique. Comme attendu, les résultats ont montré que la taille du VER dépend de la fraction volumique des hétérogénéités que ce soit en élasticité linéaire ou en conduction de chaleur. Ensuite une description de la microstructure (taille et orientation des inclusions, fractions volumiques des constituants, distribution différente dans le plan) a été réalisée en se basant sur des observations macroscopiques, des tests expérimentaux et des observations en microtomographie à rayon X permettant de déterminer la porosité de la matrice. Ces informations ont été exploitées par la suite pour déterminer la conductivité thermique effective et reproduire le comportement mécanique en compression de deux composites, un à fort dosage en liant et l'autre à faible dosage. Pour la conductivité thermique, plusieurs configurations de la micro-structure ont été considérés. Les résultats obtenus ont montré que la représentation classique des matériaux par des hétérogénéités noyées dans une matrice est inappropriée pour ce type de matériaux. Cependant la prise en compte de la résistance thermique d'une troisième phase entre les fibres et la matrice a permis d'obtenir des valeurs proches de celles obtenues expérimentalement. Une analyse inverse était nécessaire pour accéder aux propriétés de la matrice afin de modéliser le comportement mécanique non-linéaire des deux composites.

Ensuite, les trois formulations retenues ont fait l'objet d'une caractérisation hydrique en s'appuyant sur la détermination expérimentale des isothermes de sorption-désorption, de la perméabilité à la vapeur d'eau et de la valeur tampon hydrique (MBV). Les résultats ont montré que les deux matériaux à base de chaux ont un comportement fortement hygroscopique avec des courbes de sorption-désorption similaires, présentant une grande hystérésis qui s'est expliqué par l'existence des pores en forme de bouteille d'encre ou la consommation d'eau par la réaction de carbonatation. Quant au composite à base de plâtre, il a un comportement différent avec des valeurs de teneur en eau faibles et une hystérésis négligeable par rapport aux deux autres matériaux. La méthode de la coupelle a montré une faible résistance à la diffusion de la vapeur d'eau des trois matériaux grâce à leur forte porosité ouverte ce qui leur confèrent une capacité de régulation naturelle de l'hygrométrie de l'air intérieur de l'habitat. Cela a été confirmé par la mesure de la valeur tampon hydrique (MBV). En effet, les trois matériaux ont été classés dans la catégorie des excellents régulateurs hydrique selon le classement de protocole NordTest.

La durabilité de ces matériaux est un point qui n'a pas encore de consensus, pour les normes à utiliser, les tests de vieillissement accéléré à réaliser, ou encore les critères d'utilisation à adopter. Ce point fait objet également de plusieurs études avec des hypothèses et conditions différentes qui ne permettent pas d'arriver à des comparaisons et des conclusions pertinentes. L'étude de durabilité des trois composites a été effectuée dans ce travail en utilisant deux types de vieillissement, à savoir un vieillissement dans des conditions environnementales stables et un autre vieillissement accéléré basé sur des cycles de gel-dégel et des cycles d'humidification-séchage. Dans le premier cas de vieillissement (conditions de température et d'humidité constantes), une évolution progressive de la résistance mécanique en compression a été observée sur une période de 20 mois pour les composites à base de chaux. Cela a été expliqué par l'augmentation du taux de carbonatation de la chaux. En revanche, leur conductivité thermique est resté quasi-stable après une période de séchage d'environ 30 jours. Quant au composite à base de plâtre, sa résistance mécanique ainsi que sa conductivité thermique restent stables au cours de toute la période de vieillissement. L'exposition des bio-composites à des cycles d'humidification-séchage a conduit à l'apparition d'une fissuration dans les échantillons ce qui a impacté fortement leur conductivité thermique et leur résistance mécanique. De même, les cycles de gel-dégel/immersion dans l'eau ont induit un lessivage important du liant et une augmentation de volume des échantillons. Ces changements ont été traduits par une réduction drastique de la résistance mécanique en compression accompagnée par une diminution de la conductivité thermique qui est le résultat d'une augmentation de la porosité liée à une

possible microfissuration.

Dans le but de protéger les biocomposites développés face aux conditions environnementales accidentelles et proposer une solution de réhabilitation, la dernière partie de travail a fait l'objet de la formulation et la caractérisation d'un enduit de protection. L'objectif est de développer un mortier performant et compatible avec l'isolant de béton paille. Dans un premier temps, une étude de l'effet de deux additifs utilisés (caséine et hémoglobine) sur les différentes propriétés des liants adoptés a été menée. Pour chaque additif, trois pourcentages ont été testés. Ensuite, en se basant sur les résultats obtenus, des formulations ont été retenues puis ont été optimisés dans un deuxième temps, en y ajoutant une fraction de paille céréalière broyée finement. La caractérisation de ces formulations optimales a montré que les caractéristiques, thermiques, mécaniques et hydriques respectent les exigences réglementaires relatives aux enduits d'isolation thermique.

Ce travail de recherches ouvre un certain nombre de perspectives et de continuité sur de nombreuses questions. Quelques idées, en forme de perspectives immédiates ou à court et long terme sont développées ci-dessous :

-Une continuité logique de ces travaux serait l'utilisation d'un liant 100% végétal, comme une solution attractive pour substituer complètement les liants minéraux. L'idée a été explorée à la marge des travaux de cette thèse sous la forme d'une étude portée sur l'extraction des polysaccharides à partir des résidus agricoles tels que les menus de paille, la moelle de tournesol et la poudre de chènevotte. Les résultats obtenus sont très encourageants et ouvrent une voie prometteuse. En effet, la conductivité thermique des biocomposites élaborées est de l'ordre de 0.053 W/m.K. Cette piste est très intéressante, mais plusieurs points restent à éclaircir comme la disponibilité des matières premières en quantité industrielle et l'énergie utilisée dans la phase transformation-extraction qui pourrait compromettre l'empreinte écologique du produit final.

-Les premiers retours d'expérience d'utilisation des différentes solutions techniques en matériaux biosourcés soulèvent la question de la transposition des résultats et des procédés du laboratoire aux résultats et procédés industriels. En fait, dans une expérience in situ, des blocs des trois biocomposites à base de paille ont été manufacturés en adaptant une chaîne conçue initialement pour la production des blocs de chanvre de l'entreprise CONSTRUIR'ECO. Les résultats de caractérisation de ces blocs ont montré une fragi-

lisation et une décohésion des fibres et donc une résistance mécanique inférieure à celle obtenue au laboratoire, notamment pour les composites à base du liant minéral mélangé avec la gélatine. Ce résultat semble être la combinaison de plusieurs facteurs liés aux protocoles de mélange, aux conditions de cure, de température et de ventilation. L'amélioration de ce processus de fabrication et des conditions de cure adaptés à un environnement industriel est une piste importante de développement qui sera nécessaire pour une production massive des matériaux développés.

- Un autre point qui demande une investigation expérimentale pour comprendre le comportement hydrique de ces matériaux et l'effet de carbonatation sur l'hystérésis, est la détermination des isothermes d'adsorption-désorption à différentes échéances de cure plus importantes que 28 jours. En effet, cette question a été mise en évidence pour les matériaux à base de chaux caractérisés ici après 28 jours dans des conditions normales. Cette relation sera à affiner pour comprendre le comportement hydrique et fixer le temps d'une meilleure utilisation de ces matériaux au niveau des bâtiments.

-Le vieillissement accéléré dans le travail présenté a été appliqué sur les composites seuls. Cependant, dans la réalité et comme nous avons souligné, les matériaux seront couverts par des enduits de protection. En conséquence, il serait intéressant d'appliquer les protocoles utilisés, sur des échantillons enrobés par les enduits développés afin d'évaluer la performance de ces derniers et surtout les éventuelles interactions entre l'enduit et l'isolant. Une étude microstructurale approfondie est nécessaire également pour comprendre les différents mécanismes à l'origine des changements des propriétés macroscopiques. D'autre part, il a été remarqué que la conservation des biocomposites dans certaines conditions d'humidité et de température conduit à la prolifération des moisissures. A cet effet, une étude de durabilité des matériaux vis-à-vis de l'apparition des micro-organismes serait nécessaire. L'effet des conditions environnementales (humidité et température) était significatif sur le comportement des matériaux à cause d'un lessivage des liants utilisés, il sera important de mener une réflexion d'amélioration de leur résistance à l'eau en utilisant des additifs sans mettre en cause leur performances d'isolation.

- De point de vue numérique, la microstructure utilisée dans les simulations numériques menées dans cette thèse est générée automatiquement dans un logiciel, comme précisé précédemment. Il pourrait être intéressant à l'avenir d'exploiter dans le calcul, la microstructure réelle du matériau, obtenue par microtomographie à rayon X afin de prendre en considération la forme, la taille, et l'orientation réelle des granulats végétaux dans le volume élémentaire représentatif.

Enfin, comme plusieurs travaux de la littérature, il est important de noter que l'utilisation massive de ces composites reste liée à la certification complète des matériaux qui répond aux exigences sanitaires et environnementales, et aussi aux normes spécifiques.

Bibliographie

- [1] J. Arfvidsson. A new algorithm to calculate the isothermal moisture penetration for periodically varying relative humidity at the boundary. *Nordic Journal of Building Physics*, 2, 1999.
- [2] P. Coatanlem, R. Jaubertie, and F. Rendell. Lightweight wood chipping concrete durability. *Construction and building Materials*, 20(9) :776–781, 2006.
- [3] M. Khazma, N. El Hajj, A. Goullieux, RM. Dheilly, and M. Queneudec. Influence of sucrose addition on the performance of a lignocellulosic composite with a cementitious matrix. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(12) :1901–1908, 2008.
- [4] M. Khazma, A. Goullieux, RM. Dheilly, A. Rougier, and M. Quéneudec. Optimization of flax shive-cementitious composites : Impact of different aggregate treatments using linseed oil. *Industrial Crops and Products*, 61 :442–452, 2014.
- [5] A. Sellami, M. Merzoud, and S. Amziane. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetal fibers. *Construction and Building Materials*, 47 :1117–1124, 2013.
- [6] Abdessamad Akkaoui. *Bétons de granulats de bois : Étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-hydro-mécaniques par des approches multi-échelles*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2014.
- [7] J. Sheridan, M. Sonebi, S. Taylor, and S. Amziane. The effect of a polyacrylic acid viscosity modifying agent on the mechanical, thermal and transport properties of hemp and rapeseed straw concrete. *Construction and Building Materials*, 235 :117536, 2020.
- [8] G. Delannoy, S. Marceau, P. Gle, E. Gourlay, M. Guéguen-Minerbe, D. Diafi, S. Amziane, and F. Farcas. Impact of hemp shiv extractives on hydration of portland cement. *Construction and Building Materials*, 244 :118300, 2020.

- [9] F. Collet-Foucault. *Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, 2004.
- [10] V. Cérézo. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [11] S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancrét, Y. Scudeller, and L. Goudet. Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hemcrete”) manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials*, 22(10) :2116–2123, 2008.
- [12] TT. Nguyen, V. Picandet, S. Amziane, and C. Baley. Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 13(9) :1039–1050, 2009.
- [13] L. Arnaud and E. Gourlay. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and building materials*, 28(1) :50–56, 2012.
- [14] V. Nozahic and S. Amziane. Influence of sunflower aggregates surface treatments on physical properties and adhesion with a mineral binder. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(11) :1837–1849, 2012.
- [15] R. Walker, S. Pavia, and R. Mitchell. Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes. *Construction and Building Materials*, 61 :340–348, 2014.
- [16] E. Benhelal, G. Zahedi, E. Shamsaei, and A. Bahadori. Global strategies and potentials to curb co2 emissions in cement industry. *Journal of cleaner production*, 51 :142–161, 2013.
- [17] N. Mahasanen, S. Smith, and K. Humphreys. The cement industry and global climate change : current and potential future cement industry co2 emissions. In *Greenhouse Gas Control Technologies-6th International Conference*, pages 995–1000. Elsevier, 2003.
- [18] Integrated Pollution Prevention. Control (ippc) reference document on best available techniques for the textiles industry. *European Commission*, 2003.
- [19] M. Chabannes. *Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction*. PhD thesis, Université Montpellier, 2015.
- [20] AS. Gutiérrez, J. Van Caneghem, JBC. Martínez, and C. Vandecasteele. Evaluation of the environmental performance of lime production in cuba. *Journal of Cleaner Production*, 31 :126–136, 2012.

-
- [21] Y. Shan, Z. Liu, and D. Guan. Co2 emissions from china's lime industry. *Applied energy*, 166 :245–252, 2016.
 - [22] BS. Umurigirwa. *Élaboration et caractérisation d'un agromatériau chanvre-amidon pour le Bâtiment*. PhD thesis, Université de Reims, 2014.
 - [23] N. Mati-Baouche, H. De Baynast, A. Lebert, S. Sun, C.J.S Lopez-Mingo, P. Leclaire, and P. Michaud. Mechanical, thermal and acoustical characterizations of an insulating bio-based composite made from sunflower stalks particles and chitosan. *Industrial Crops and Products*, 58 :244–250, 2014.
 - [24] N. Mati-Baouche, H. De Baynast, S. Sun, A. Lebert, E. Petit, and P. Michaud. Polysaccharidic binders for the conception of an insulating agro-composite. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 78 :152–159, 2015.
 - [25] N. El Hajj, RM. Dheilly, A. Goullieux, Z. Aboura, ML. Benzeggagh, and M. Quéneudec. Innovant agromaterials formulated with flax shaves and proteinic binder : Process and characterization. *Composites Part B : Engineering*, 43(2) :381–390, 2012.
 - [26] *Recommandation de la RILEM ; LC2. Classification fonctionnelle des bétons légers. 1978 ; 64(11) : 61–288.*
 - [27] N. El Hajj, B. Mboumba-Mamboundou, RM. Dheilly, Z. Aboura, M. Benzeggagh, and M. Queneudec. Development of thermal insulating and sound absorbing agro-sourced materials from auto linked flax-tows. *Industrial Crops and Products*, 34(1) :921–928, 2011.
 - [28] F. Collet, S. Pretot, B. Mazhoud, L. Bessette, and C. Lanos. Comparing hemp composites made with mineral or organic binder on thermal, hygric and mechanical point of view. *Academic Journal of Civil Engineering*, 33(2) :228–234, 2015.
 - [29] F. Collet, S. Prétot, and C. Lanos. Hemp-straw composites : thermal and hygric performances. *Energy Procedia*, 139 :294–300, 2017.
 - [30] ILT. Ngassam, S. Marceau, and T. Chaussadent. Durabilité des réparations des ouvrages en béton armé avec des mortiers modifiés par des polymères. In *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, number 2/3, page 13. Editions ESKA, 2013.
 - [31] J. Do and Y. Soh. Performance of polymer-modified self-leveling mortars with high polymer–cement ratio for floor finishing. *Cement and Concrete Research*, 33(10) :1497–1505, 2003.
 - [32] CA. Anagnostopoulos. Cement–clay grouts modified with acrylic resin or methyl methacrylate ester : Physical and mechanical properties. *Construction and Building Materials*, 21(2) :252–257, 2007.

- [33] MHF. Medeiros, P. Helene, and S. Selmo. Influence of eva and acrylate polymers on some mechanical properties of cementitious repair mortars. *Construction and building materials*, 23(7) :2527–2533, 2009.
- [34] ML. Allan. Rheology of latex-modified grouts. *Cement and Concrete Research*, 27(12) :1875–1884, 1997.
- [35] JJ. Assaad and CA. Issa. Mixture optimisation of polymer-modified lightweight scc. *Magazine of Concrete Research*, 69(14) :745–756, 2017.
- [36] L. Li, R. Wang, and Q. Lu. Influence of polymer latex on the setting time, mechanical properties and durability of calcium sulfoaluminate cement mortar. *Construction and Building Materials*, 169 :911–922, 2018.
- [37] T. Goto. *Influence des paramètres moléculaires du latex sur l'hydratation, la rhéologie et les propriétés mécaniques des composites ciment/latex*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2006.
- [38] S. Pascal, A. Alliche, and P. Pilvin. Mechanical behaviour of polymer modified mortars. *Materials Science and Engineering : A*, 380(1-2) :1–8, 2004.
- [39] F. Eren, E. Gödek, M. Keskinates, K. Tosun-Felekoğlu, and B. Felekoğlu. Effects of latex modification on fresh state consistency, short term strength and long term transport properties of cement mortars. *Construction and Building Materials*, 133 :226–233, 2017.
- [40] MSS. Ribeiro, AF. Gonçalves, and FAB. Branco. Styrene-butadiene polymer action on compressive and tensile strengths of cement mortars. *Materials and Structures*, 41(7) :1263–1273, 2008.
- [41] L. Ventolà, M. Vendrell, P. Giraldez, and L. Merino. Traditional organic additives improve lime mortars : New old materials for restoration and building natural stone fabrics. *Construction and Building Materials*, 25(8) :3313–3318, 2011.
- [42] LL. Smith. Waterproof quick-setting adhesive portland cement and process of making same, January 16 1940. US Patent 2,187,668.
- [43] G. Germann, K. Germann, and A. Germann. Easy-to-use lime mortar compositions with humidity regulating, health promoting, air conditioning and alkaline disinfecting properties, January 16 1940. US Patent 2,187,668.
- [44] A. De Gasparo, M. Herwegh, R. Zurbruggen, and K. Scrivener. Quantitative distribution patterns of additives in self-leveling flooring compounds (underlayments) as function of application, formulation and climatic conditions. *Cement and concrete research*, 39(4) :313–323, 2009.

-
- [45] N. Madjoudj. *Valorisation de fines argileuses d'exploitation par moussage protéiques : évaluation et optimisation des performances du matériaux élaboré*. PhD thesis, Université de Picardie Jules Verne, 2004.
 - [46] A. Remadnia, RM. Dheilily, B. Laidoudi, and M. Quéneudec. Use of animal proteins as foaming agent in cementitious concrete composites manufactured with recycled pet aggregates. *Construction and Building Materials*, 23(10) :3118–3123, 2009.
 - [47] O. Yazoghli-marzouk, RM. dheilly, and M. Queneudec. Valorisation des déchets d'emballages plastiques dans les matériaux de construction. *Récents Progrès en Génie des Procédés*, (92), 2005.
 - [48] N. Belayachi, M. Bouasker, D. Hoxha, and M. Al-Mukhtar. Béton à base de paille pour l'isolation thermique : Etude expérimentale des propriétés mécaniques et thermiques. In *deuxième conférence scientifique internationale creation des grandes socio-ecocomplexes en ukraine en cadre de la conception de developpement durable*, volume 390, pages 542–546, 2013.
 - [49] N. Belayachi, M. Bouasker, D. Hoxha, and M. Al-Mukhtar. Thermo-mechanical behaviour of an innovant straw lime composite for thermal insulation applications. In *Applied Mechanics and Materials*, volume 390, pages 542–546, 2013.
 - [50] M. Bouasker, N. Belayachi, D. Hoxha, and M. Al-Mukhtar. Physical characterization of natural straw fibers as aggregates for construction materials applications. *Materials*, 7(4) :3034–3048, 2014.
 - [51] N. Belayachi, D. Hoxha, and M. Slaimia. Impact of accelerated climatic aging on the behavior of gypsum plaster-straw material for building thermal insulation. *Construction and Building Materials*, 125 :912–918, 2016.
 - [52] V. Nozahic. *Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal : application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux*. PhD thesis, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2012.
 - [53] L. Patural, A. Govin, B. Ruot, O. Deves, and P. Grosseau. Influence of cellulose ether particle size on water retention of freshly-mixed mortars. In *International Conference on Superplasticizers and other Chemical Admixtures in Concrete*, 2009.
 - [54] S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, and M. Sonebi. Recommendation of the rilem tc 236-bbm : characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. *Materials and Structures*, 50(3) :167, 2017.

- [55] J. Jasiczak and K. Zielinski. Effect of protein additive on properties of mortar. *Cement and Concrete Composites*, 28(5) :451–457, 2006.
- [56] F. Collet and S. Pretot. Thermal conductivity of hemp concretes : Variation with formulation, density and water content. *Construction and building materials*, 65 :612–619, 2014.
- [57] E. Gourlay, P. Glé, S. Marceau, C. Foy, and S. Moscardelli. Effect of water content on the acoustical and thermal properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials*, 139 :513–523, 2017.
- [58] D. Taoukil, F. Sick, A. Mimet, H. Ezbakhe, and T. Ajzoul. Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite. *Construction and Building Materials*, 48 :104–115, 2013.
- [59] C. Magniont. *Contribution à la formulation et à la caractérisation d’un écomatériau de construction à base d’agroressources*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2010.
- [60] M.R Ahmad, B. Chen, SY. Oderji, and M. Mohsan. Development of a new biocomposite for building insulation and structural purpose using corn stalk and magnesium phosphate cement. *Energy and Buildings*, 173 :719–733, 2018.
- [61] M. Bederina, B. Belhadj, MS. Ammari, A. Gouilleux, Z. Makhloufi, N. Montrelay, and M. Quéneudéc. Improvement of the properties of a sand concrete containing barley straws–treatment of the barley straws. *Construction and Building Materials*, 115 :464–477, 2016.
- [62] S. Amziane and L. Arnaud. *Les bétons de granulats d’origine végétale : Application au béton de chanvre*. Lavoisier, 2013.
- [63] Association Construire en Chanvre. *Règles professionnelles d’exécution d’ouvrages en béton de chanvre*. SEBTP, 2007.
- [64] D. Zhang, J. Zhao, D. Wang, C. Xu, M. Zhai, and X. Ma. Comparative study on the properties of three hydraulic lime mortar systems : Natural hydraulic lime mortar, cement-aerial lime-based mortar and slag-aerial lime-based mortar. *Construction and Building Materials*, 186 :42–52, 2018.
- [65] L. Tourneret, F. Berger, C. Mavon, and A. Chambaudet. Calcium sulphate formation during the heat-up period : some essential parameters. *Applied clay science*, 14(5-6) :299–317, 1999.
- [66] KG. Wakili and E. Hugi. Four types of gypsum plaster boards and their thermophysical properties under fire condition. *Journal of Fire Sciences*, 27(1) :27–43, 2009.

-
- [67] Q. Wu, Z. Zhu, S. Li, S. Wang, and B. Chen. Effect of polyacrylic ester emulsion on mechanical properties of macro-defect free desulphurization gypsum plaster. *Construction and Building Materials*, 153 :656–662, 2017.
- [68] Y. Liu, Y. Cui, H. Mao, and R. Guo. Calcium carbonate crystallization in the presence of casein. *Crystal Growth & Design*, 12(10) :4720–4726, 2012.
- [69] M. Bederina, L. Marmoret, K. Mezreb, MM. Khenfer, A. Bali, and M. Quéneudec. Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes : experimental study and modelling. *Construction and Building Materials*, 21(3) :662–668, 2007.
- [70] NE. Hajj. *Contribution à la conception et à l’élaboration d’une âme multicouche multifonctionnelle agrosourcée pour panneau sandwich : étude expérimentale et modélisation*. PhD thesis, Université de Picardie Jules Verne, 2010.
- [71] ST. Nguyen, AD. Tran-Le, MN. Vu, QD. To, O. Douzane, and T. Langlet. Modeling thermal conductivity of hemp insulation material : A multi-scale homogenization approach. *Building and Environment*, 107 :127–134, 2016.
- [72] TH Pham. *Modélisation multi-échelles des propriétés thermiques et élastiques de composites chaux-chanvre*. PhD thesis, Université de Bretagne-Sud, 2014.
- [73] N. Benmansour. *Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l’isolation thermique dans l’habitat*. PhD thesis, Université hadj lakhdar Batna, 2015.
- [74] S. Mom, S Dartois, A. Ben Hamida, H. Dumontet, and H. Boussa. Modélisation itérative multi-échelles du béton de chanvre. In *Congrès français de mécanique*, 2011.
- [75] A. Benhamida, I. Djeran-Maigre, H. Dumontet, and S. Smaoui. Clay compaction modelling by homogenization theory. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 42(7-8) :996–1005, 2005.
- [76] R. Zouari, A. Benhamida, and H. Dumontet. A micromechanical iterative approach for the behavior of polydispersed composites. *International Journal of Solids and Structures*, 45(11-12) :3139–3152, 2008.
- [77] TT Nguyen. *Contribution à l’étude de la formulation et du procédé de fabrication d’éléments de construction en béton de chanvre*. PhD thesis, Université de Bretagne Sud, 2010.
- [78] A. Couture, V. François, JC. Cuillière, and P. Pilvin. Modélisation de la micro-structure de composites particuliers : Application à l’homogénéisation en conduc-

- tion thermique. In *13e colloque national en calcul des structures, Université Paris-Saclay*, 2017.
- [79] AD. Tran-Le, ST. Nguyen, and T. Langlet. A novel anisotropic analytical model for effective thermal conductivity tensor of dry lime-hemp concrete with preferred spatial distributions. *Energy and Buildings*, 182 :75–87, 2019.
 - [80] J. Williams, M. Lawrence, and P. Walker. A method for the assessment of the internal structure of bio-aggregate concretes. *Construction and Building Materials*, 116 :45–51, 2016.
 - [81] J. Williams, M. Lawrence, and P. Walker. The influence of the casting process on the internal structure and physical properties of hemp-lime. *Materials and Structures*, 50(2) :108, 2017.
 - [82] R. Hill. Elastic properties of reinforced solids : some theoretical principles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(5) :357–372, 1963.
 - [83] Z. Hashin. Analysis of composite materials—a survey. *Journal of applied mechanics*, 50(3) :481–505, 1983.
 - [84] WJ. Drugan and JR. Willis. A micromechanics-based nonlocal constitutive equation and estimates of representative volume element size for elastic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(4) :497–524, 1996.
 - [85] T. Kanit, S. Forest, Ia Galliet, Va Mounoury, and D. Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of solids and structures*, 40(13-14) :3647–3679, 2003.
 - [86] IM. Gitman, H. Askes, and LJ. Sluys. Representative volume : existence and size determination. *Engineering fracture mechanics*, 74(16) :2518–2534, 2007.
 - [87] C. Péliou, J. Baccou, Y. Monerie, and F. Perales. Determination of the size of the representative volume element for random quasi-brittle composites. *International Journal of Solids and Structures*, 46(14-15) :2842–2855, 2009.
 - [88] SG. Advani and CL Tucker. The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites. *Journal of rheology*, 31(8) :751–784, 1987.
 - [89] Fares Bennai. *Étude des mécanismes de transferts couplés de chaleur et d’humidité dans les matériaux poreux de construction en régime insaturé*. PhD thesis, Université de La Rochelle, 2017.
 - [90] NF P18-459 (2010). Béton - essai pour béton durci - essai de porosité et de masse volumique.

-
- [91] KSW. Sing. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (recommendations 1984). *Pure and applied chemistry*, 57(4) :603–619, 1985.
 - [92] D. Samri. Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique. 2008.
 - [93] B. Mazhoud. *Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés*. PhD thesis, INSA de Rennes, 2017.
 - [94] J. Chamoin. *Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation*. PhD thesis, INSA de Rennes, 2013.
 - [95] N. Belayachi, D. Hoxha, and I. Redikutseva. Etude comparative du comportement hygrothermique des matériaux à base de fibres végétales. In *Rencontres Universitaires de Génie Civil*, 2015.
 - [96] Y. Brouard. *caractérisation et optimisation d’un composite biosourcé pour l’habitat*. PhD thesis, université de Tours, 2018.
 - [97] A. Bouguerra, H. Sallée, F. De Barquin, RM. Dheilly, and M. Quéneudec. Isothermal moisture properties of wood-cementitious composites. *Cement and concrete research*, 29(3) :339–347, 1999.
 - [98] F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot, and C. Lanos. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy and Buildings*, 62 :294–303, 2013.
 - [99] NF EN ISO 12572 (2016). Hygrothermal performance of building materials and products-determination of water vapour transmission properties—cup method.
 - [100] A. Evrard. Transient hygrothermal behaviour of lime-hemp materials. 2008.
 - [101] R. Walker and S. Pavia. Impact of hydration on the properties of hemp lime concrete. *Civil engineering research in Ireland CERAI, Belfast*, 2014.
 - [102] M. Rahim, O. Douzane, ADT. Le, G. Promis, and T. Langlet. Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete. *Construction and Building Materials*, 102 :679–687, 2016.
 - [103] M. Rahim, O. Douzane, ADT. Le, G. Promis, B. Laidoudi, A. Crigny, B. Dupre, and T. Langlet. Characterization of flax lime and hemp lime concretes : Hygric properties and moisture buffer capacity. *Energy and Buildings*, 88 :91–99, 2015.
 - [104] Lackey J. Normandin N. van Reenen D. Tariku F Kumaran, K. Summary report from task 3 of mews project at the institute for research in construction—. In *Hygrothermal Properties of Several Building Materials, IRC-RR-110*, 2002.

- [105] DA. De Vries. Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media. *Eos, Transactions American Geophysical Union*, 39(5) :909–916, 1958.
- [106] F. Collet and S. Pretot. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Construction and Building Materials*, 36 :58–65, 2012.
- [107] Rode C. Moisture buffering of building materials. In *Report BYG DTU R-126 ; 2005. ISSN 1601–2917, ISBN 87-7877-195.*, 2005.
- [108] Dubois S., A. Evrard, and F. Lebeau. Hygrothermal modelling of lime-hemp concrete used as building material and indoor climate buffering characterization. 2012.
- [109] E. Latif, M. Lawrence, A. Shea, and P. Walker. Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime. *Building and Environment*, 93 :199–209, 2015.
- [110] A. Piot, T. Béjat, A. Jay, L. Bessette, E. Wurtz, and L. Barnes-Davin. Study of a hempcrete wall exposed to outdoor climate : Effects of the coating. *Construction and Building Materials*, 139 :540–550, 2017.
- [111] A. Hussain, Juliana Calabria-Holley, Mike L., MP. Ansell, Y. Jiang, D. Schorr, and P. Blanchet. Development of novel building composites based on hemp and multi-functional silica matrix. *Composites Part B : Engineering*, 156 :266–273, 2019.
- [112] Y. Jiang, A. Phelipot-Mardele, F. Collet, C. Lanos, M. Lemke, M. Ansell, A. Hussain, and M. Lawrence. Moisture buffer, fire resistance and insulation potential of novel bio-clay plaster. *Construction and Building Materials*, 244 :118353, 2020.
- [113] Réglementation thermique. In : *Règles Th-U—Fascicule 2 (2005). ISSN 1601–2917, ISBN 87-7877-195.*, 2005.
- [114] I. Langmuir. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *Journal of the American Chemical society*, 40(9) :1361–1403, 1918.
- [115] S. Brunauer, PH. Emmett, and E. Teller. Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society*, 60(2) :309–319, 1938.
- [116] ADT. Le. *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment*. PhD thesis, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2010.
- [117] AAH. Al-Mohamadawi. *Contribution à l’étude de l’impact de l’environnement vis-à-vis d’éco-matériaux lignocellulosiques*. PhD thesis, Université de Picardie Jules Verne, 2016.

-
- [118] RM. Novais, J. Carvalheiras, L. Senff, AM. Lacasta, IR. Cantalapiedra, J. Giro-Paloma, MP. Seabra, and JA. Labrincha. Multifunctional cork–alkali-activated fly ash composites : A sustainable material to enhance buildings’ energy and acoustic performance. *Energy and Buildings*, 210 :109739, 2020.
- [119] F. Mnasri, S. Bahria, MA. Slimani, O. Lahoucine, and M. El Ganaoui. Building incorporated bio-based materials : Experimental and numerical study. *Journal of Building Engineering*, 28 :101088, 2020.
- [120] H. Karaky, C. Maalouf, C. Bliard, A. Gacoin, M. Lachi, N. El Wakil, and G. Polidori. Characterization of beet-pulp fiber reinforced potato starch biopolymer composites for building applications. *Construction and Building Materials*, 203 :711–721, 2019.
- [121] I. Niang, C. Maalouf, T. Moussa, E. Samin, TH. Mai, and S. Gaye. Hygric behaviour of a clay-typha bio-based material for building. In *E3S Web of Conferences*, volume 85, page 08004. EDP Sciences, 2019.
- [122] M. Merzoud and MF. Habita. Elaboration de composite cimentaire à base de diss «ampelodesma mauritanica». *Afrique Science : Revue Internationale Des Sciences Et Technologie*, 4(2), 2008.
- [123] A. Arizzi, H. Viles, I. Martín-Sanchez, and G. Cultrone. Predicting the long-term durability of hemp–lime renders in inland and coastal areas using mediterranean, tropical and semi-arid climatic simulations. *Science of the Total Environment*, 542 :757–770, 2016.
- [124] S. Marceau, P. Glé, M. Guéguen-Minerbe, E. Gourlay, S. Moscardelli, I. Nour, and S. Amziane. Influence of accelerated aging on the properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials*, 139 :524–530, 2017.
- [125] G. Delannoy. *Durabilité d’isolants à base de granulats végétaux*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2018.
- [126] P. Hellebois, S. Marceau, M. Gueguen, and S. Amziane. Influence of wetting-drying cycles on the mechanical, physico-chemical, and microstructural properties of hemp concretes. In *7th International RILEM symposium on Self-Compacting Concrete*, 2013.
- [127] BJ. Mohr, H. Nanko, and KE. Kurtis. Durability of kraft pulp fiber–cement composites to wet/dry cycling. *Cement and Concrete Composites*, 27(4) :435–448, 2005.
- [128] HC. Lima, FL. Willrich, NP. Barbosa, MA. Rosa, and BS. Cunha. Durability analysis of bamboo as concrete reinforcement. *Materials and Structures*, 41(5) :981–989, 2008.

- [129] FD. Toledo, F. De Andrade Silva, EMR. Fairbairn, and J. De Almeida Melo Filho. Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. *Construction and building materials*, 23(6) :2409–2420, 2009.
- [130] M. Sonebi, S. Wana, S. Amziane, and J. Khatib. Investigation of the mechanical performance and weathering of hemp concrete. In *First International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France*, 2015.
- [131] Y. Castel, S. Amziane, and M. Sonebi. Durabilité du béton de chanvre : résistance aux cycles d’immersion hydrique et séchage. In *1ère Conférence EuroMaghrébine des BioComposites*, 2016.
- [132] M. Viel. Développement de composites bio-sourcés destinés à l’isolation des bâtiments. 2018.
- [133] EN ISO. 15304 :2010. *Détermination de la résistance au gel/dégel du béton cellulaire autoclavé(ISO 15304 :2010)*, 2010.
- [134] RA. De Carvalho and CRF. Grosso. Characterization of gelatin based films modified with transglutaminase, glyoxal and formaldehyde. *Food hydrocolloids*, 18(5) :717–726, 2004.
- [135] MC. Gómez-Guillén, B. Giménez, ME. al López-Caballero, and MP. Montero. Functional and bioactive properties of collagen and gelatin from alternative sources : A review. *Food hydrocolloids*, 25(8) :1813–1827, 2011.
- [136] PY. Inamura, FH. Kraide, WS. Drumond, NB. De Lima, EAB. Moura, and NL. Del Mastro. Ionizing radiation influence on the morphological and thermal characteristics of a biocomposite prepared with gelatin and brazil nut wastes as fiber source. *Radiation Physics and Chemistry*, 84 :66–69, 2013.
- [137] Nasreddine Benbettaieb. *Influence de traitements de réticulation sans solvant sur les propriétés de films à base de gélatine et chitosan encapsulant ou non des anti-oxydants naturels : caractérisations physico-chimiques et application*. PhD thesis, Université de Bourgogne, 2015.
- [138] HP. Ebert. Thermal properties of aerogels. In *Aerogels handbook*, pages 537–564. Springer, 2011.
- [139] A. Soares, M. de Fátima Júlio, I. Flores-Colen, LM. Ilharco, and J. de Brito. En 998-1 performance requirements for thermal aerogel-based renders. *Construction and Building Materials*, 179 :453–460, 2018.
- [140] NF EN 998-1 (2016). Définitions et spécifications des mortiers pour maçonnerie - partie 1 : mortiers d’enduits minéraux extérieurs et intérieurs.

-
- [141] Y. Wang, J. Huang, D. Wang, Y. Liu, Z. Zhao, and J. Liu. Experimental investigation on thermal conductivity of aerogel-incorporated concrete under various hygrothermal environment. *Energy*, 188 :115999, 2019.
- [142] MG. Gomes, I. Flores-Colen, F. da Silva, and M. Pedroso. Thermal conductivity measurement of thermal insulating mortars with eps and silica aerogel by steady-state and transient methods. *Construction and Building Materials*, 172 :696–705, 2018.
- [143] F. Collet, S. Pretot, and C. Lanos. Performance hydrique de bétons de chanvre : effet de l’enduit sur leur capacité de régulateurs hydriques. *31ème Rencontres AUGC ENS Cachan 2013*, pages 1–10, 2013.
- [144] D. Lelièvre, T. Colinart, and P. Glouannec. Modeling the moisture buffering behavior of a coated biobased building material by including hysteresis. *Energy Procedia*, 78 :255–260, 2015.
- [145] J. Liblik, J. Küppers, B. Maaten, and A. Just. Fire protection provided by clay and lime plasters. *Wood Material Science & Engineering*, pages 1–9, 2020.
- [146] S. Liuzzi, C. Rubino, P. Stefanizzi, A. Petrella, A. Boghetich, C. Casavola, and G. Pappaletta. Hygrothermal properties of clayey plasters with olive fibers. *Construction and Building Materials*, 158 :24–32, 2018.
- [147] NF EN 1745 (2012). Maçonnerie et éléments de maçonnerie - méthodes pour la détermination des propriétés thermiques.
- [148] NF EN 1015-11 (2019). Méthodes d’essai des mortiers pour maçonnerie - partie 11 : détermination de la résistance en flexion et en compression du mortier durci.
- [149] NF EN 1015-18 (2003). Méthodes d’essai des mortiers pour maçonnerie - partie 18 : détermination du coefficient d’absorption d’eau par capillarité du mortier durci.
- [150] NF EN 1015-19 (2005). Méthodes d’essai des mortiers pour maçonnerie - partie 19 : détermination de la perméabilité à la vapeur d’eau des mortiers d’enduits durcis.
- [151] E. Vejmelková, M. Keppert, P. Rovnaníková, Z. Keršner, and R. Černý. Application of burnt clay shale as pozzolan addition to lime mortar. *Cement and Concrete Composites*, 34(4) :486–492, 2012.
- [152] M. Theodoridou, E. Charalambous, P. Maravelaki-Kalaitzaki, and I. Ioannou. Amelioration of crushed brick-lime composites using nano-additives. *Cement and Concrete Composites*, 68 :77–87, 2016.
- [153] NF EN 459-2 (2012). Chaux de construction - partie 2 : méthodes d’essai.

- [154] J. Lanas and JI. Alvarez-Galindo. Masonry repair lime-based mortars : factors affecting the mechanical behavior. *Cement and concrete research*, 33(11) :1867–1876, 2003.
- [155] NF EN 13279-2 (2014). Liants-plâtres et enduits à base de plâtre pour le bâtiment - partie 2 : méthodes d’essai.
- [156] NF EN 1015-12 (2016). Méthodes d’essai des mortiers pour maçonnerie - partie 12 : détermination de l’adhérence des mortiers d’enduit durcis appliqués sur supports.
- [157] N. Issaadi. *Effets de la variabilité des propriétés de matériaux cimentaires sur les transferts hygrothermiques : développement d’une approche probabiliste*. PhD thesis, Université de La Rochelle ; École Royale Militaire (Bruxelles), 2015.
- [158] S. Bouteille. *Outils de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2013.

Brahim ISMAIL

Contribution au développement et optimisation d'un système composite biosourcé-enduit de protection pour l'isolation thermique de bâtiment

Les travaux de recherche présentés dans cette thèse portent sur la formulation, caractérisation et modélisation des propriétés physiques et mécaniques des matériaux biosourcés à base de granulats végétaux (paille céréalière) destinés à l'isolation thermique et la réhabilitation énergétique des bâtiments. Les objectifs des travaux de cette thèse, inscrite dans le cadre du projet PEPITE, sont l'optimisation des performances thermiques, mécaniques et hydriques des matériaux biosourcés développés dans le cadre des travaux antérieurs et le développement d'un enduit de protection pour une solution technique de réhabilitation thermique. L'optimisation de la formulation est obtenue en utilisant des adjuvants et d'autres déchets naturels biodégradables et renouvelables, afin de créer une porosité plus importante et de diminuer d'avantage la conductivité thermique des matériaux. En se basant sur les résultats de caractérisation expérimentale, trois formulations ont été retenues. Ces matériaux sont des milieux fortement hétérogènes avec un comportement assez complexe et pour lequel sa compréhension et sa prédiction font appel dans le cadre de ce travail aux méthodes d'homogénéisation numérique. L'effet de la microstructure réelle (morphologie, orientation des hétérogénéités) sur les propriétés effectives thermiques et le comportement mécanique non linéaire de ces matériaux a été mis en évidence également dans cette étude. La comparaison des résultats numériques et expérimentaux a confirmé la capacité prédictive et le potentiel de l'approche utilisée pour orienter la formulation des matériaux à partir de critères de performances thermiques. Une caractérisation fine des propriétés hydriques des formulations optimales (perméabilité à la vapeur d'eau, courbes de sorption-désorption, MBV) a été réalisée afin de comprendre la relation entre les propriétés de ces matériaux et la notion du confort hygro-thermique du bâtiment. Des excellentes propriétés hydriques ont été obtenus pour les trois bio-composites étudiés. Pour évaluer leurs performances à long terme, les matériaux ont été exposés à un vieillissement accéléré au laboratoire via des tests d'humidification-séchage et gel-dégel. Cette évaluation environnementale a mis en évidence une réduction significative des propriétés mécaniques après les cycles considérés. Enfin, un enduit de protection des matériaux biosourcés a été développé dans cette étude dans le but de proposer une solution complète de rénovation thermique. L'enduit au comportement optimisé proposé ici en combinant une approche expérimentale et numérique a fait l'objet d'une caractérisation physique et mécanique afin de mesurer son impact sur les performances des biocomposites. Les caractéristiques obtenues pour les formulations optimales proposées, répondent parfaitement aux exigences réglementaires relatives aux enduits d'isolation thermique.

Mots clés : biosourcés, durabilité, microstructure, éléments finis, homogénéisation numérique, isolation thermique, chaux, plâtre, Paille céréalière, hémoglobine, caséine, conductivité thermique, résistance mécanique, perméabilité à la vapeur d'eau, valeur tampon hydrique, humidification-séchage, gel-dégel, enduit de protection.

Contribution to the development and optimization of a bio-based composite-protective coating system for thermal insulation of buildings

The research work presented in this thesis focuses on the formulation, characterization and modeling of the physical and mechanical properties of bio-composite materials based on plant aggregates (cereal straw) for thermal insulation and energy rehabilitation of buildings. The objectives of this thesis, part of the PEPITE project, are the optimization of the thermal, mechanical and hydric performances of the bio-based materials developed within the framework of previous work and the development of a protective coating for a technical solution of thermal rehabilitation. The optimization of the formulation is obtained by using additives and other biodegradable and renewable natural waste, in order to create a higher porosity and to further decrease the thermal conductivity of the materials. Based on the results of experimental characterization, three formulations were selected. These materials are highly heterogeneous media with a rather complex behaviour and for which its understanding and prediction call for numerical homogenization methods in the framework of this work. The effect of the real microstructure (morphology, orientation of heterogeneities) on the effective thermal properties and the non-linear mechanical behavior of these materials was also highlighted in this study. The comparison of numerical and experimental results confirmed the predictive capacity and the potential of the approach used to guide the formulation of materials based on thermal performance criteria. A detailed characterization of the hydric properties of the optimal formulations (water vapor permeability, sorption-desorption curves, MBV) was carried out in order to understand the relationship between the properties of these materials and the notion of hygro-thermal comfort of the building. Excellent hydric properties were obtained for the three bio-composites studied. In order to evaluate their long-term performance, the materials were exposed to accelerated ageing in the laboratory through humidification-drying and freeze-thaw tests. This environmental assessment revealed a significant reduction in mechanical properties after the cycles considered. Finally, a protective coating for bio-based materials was developed in this study with the aim of proposing a complete thermal renovation solution. The coating with optimised behaviour proposed here by combining an experimental and numerical approach was the subject of a physical and mechanical characterization in order to measure its impact on the performance of biocomposites. The characteristics obtained for the optimal formulations proposed meet perfectly the regulatory requirements relating for thermal insulation coatings.

Keywords : bio-based, durability, microstructure, finite elements, numerical homogenization, thermal insulation, lime, plaster, Cereal straw, hemoglobin, casein, thermal conductivity, mechanical resistance, water vapor permeability, moisture buffer value, humidification-drying, freeze-thaw, protective coating.



Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé
Site Vinci, 8 Rue Léonard de Vinci, 45072 Orléans