



Université de REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE

U.F.R Sciences Exactes et Naturelles

Ecole Doctorale Sciences Technologie Santé E.D. 547

THÈSE

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Reims Champagne-Ardenne

Discipline : Génie civil

par :

Benitha Sandrine UMURIGIRWA-VASSEUR

Le 9 décembre 2014

Elaboration et caractérisation d'un agromatériau chanvre-amidon pour le Bâtiment

Jury :

M. Patrice DOLE	HDR, Directeur CTPA Bourg-en-Bresse	Rapporteur
M. Patrick SALAGNAC	Professeur, Université de la Rochelle	Rapporteur
M. Patrick GLOUANNEC	Professeur, Université de Bretagne Sud	Président du jury
M. Ton Hoang MAI	Professeur, Université de Reims	Directeur de thèse
M. Alex LI	Professeur, Université de Reims	Co-directeur de thèse
M. Chadi MAALOUF	MCF, Université de Reims	Co-encadrant
Mme. Michèle T'KINT	Professeur, Université d'Amiens	Invitée
Mme. Isabelle VROMAN	Professeur, Université de Reims	Invitée

N° attribué par la bibliothèque

||R|E|I|_|_|_|_|_|

©

'A winner is a dreamer who never gives up' Nelson Mandela

Remerciements

Cette thèse a été financée par la Région Champagne-Ardenne et réalisée au laboratoire GRESPI/Thermomécanique de l'Université de Reims Champagne-Ardenne.

Je souhaite exprimer mes remerciements à Patrice DOLE et Patrick SALAGNAC d'avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse. Je remercie également Patrick GLOUANNEC qui a accepté de présider mon jury de thèse ainsi que Michèle T'KINT et Isabelle VROMAN qui ont accepté de participer à ma soutenance.

Je voudrais exprimer ma gratitude à mes directeurs de thèse Ton Hoang MAI et Alex LI pour leurs conseils avisés tout au long de ma thèse ainsi que pour la liberté et l'autonomie qu'ils m'ont accordés dans la gestion de mes travaux de recherche.

J'exprime mes sincères remerciements à Chadi MAALOUF de m'avoir encadré du début à la fin, pour sa disponibilité et surtout d'avoir répondu à mes mails même à 4 h du matin. Un grand merci à Isabelle VROMAN pour ses précieuses remarques concernant la caractérisation de surface.

Je n'oublie pas bien évidemment Arnaud HAUDRECHY pour son soutien inconditionnel et surtout d'avoir lu et relu mon manuscrit. Un grand merci également à Sophie RISSE la perfectionniste pour la relecture de chaque chapitre et pour ses conseils et pour rédiger un manuscrit propre.

Je ne pourrais pas faire de bons remerciements si je ne remerciais pas ma famille qui a toujours été là pour moi malgré la distance, à mon papa qui m'a permis d'intégrer les meilleures écoles, à ma maman qui m'encourage toujours et qui me remonte le moral quand ça ne va pas, à ma sœur et mes frères qui me soutiennent. Je remercie également mes amies Clem, Grace, Edmonde et Sandrine pour leurs encouragements.

Enfin je remercie mon mari Laurent qui m'a permis d'aller au bout de cette aventure et qui me prépare de bon petit plats le soir pour me remonter le moral et regonfler les batteries. Merci pour ton soutien dans les moments difficiles, ton écoute et tes conseils.

RESUME

Afin de diminuer les consommations énergétiques, plusieurs pays Européens, y compris la France, ont mis au point de nouvelles normes permettant d'optimiser les performances énergétiques de l'enveloppe du bâtiment. Ceci peut entraîner l'augmentation de l'humidité relative, ce qui peut nuire à la santé des occupants et dégrader la structure du bâtiment. Utiliser des éco-matériaux tel que le béton de chanvre est une solution prometteuse permettant d'assurer le confort à l'intérieur du bâtiment, en régulant l'humidité relative.

L'objectif principal de cette thèse est d'élaborer, optimiser et caractériser un agromatériau à base de la chènevotte défibrée avec un liant d'amidon de blé.

La formulation du chanvre-amidon est étudiée en variant le rapport massique amidon/chanvre et son impact sur les propriétés mécaniques. Le coefficient d'absorption acoustique est mesuré pour la composition optimale. Pour améliorer les propriétés d'adhésion à l'interface chanvre/amidon, un traitement de surface à base d'hydroxyde de sodium NaOH suivi par un agent de couplage (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane ont été effectués. L'influence du traitement de surface sur les fibres de chanvre a été analysée au microscope électronique à balayage (MEB), par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), l'analyse thermographique (ATG) et par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Les propriétés hygrothermiques du matériau chanvre-amidon avec et sans traitement de fibres sont également étudiées. Ces propriétés comprennent la courbe d'isotherme de sorption, la perméabilité à la vapeur d'eau, la conductivité thermique et la capacité tampon hydrique du matériau.

Mots clés : chanvre, amidon, traitement de surface, caractérisation de surface, propriétés mécaniques, acoustiques, hygrothermiques et la capacité tampon hydrique.

ABSTRACT

In order to control energy consumption, several European countries including France, adopted regulations to optimize the energy performance of the building envelope. This fact could increase the level of indoor relative humidity which can affect the health of the occupants and causes material damage. Using eco-friendly materials such as hemp concrete which can buffer indoor moisture levels might contribute to maintain high indoor comfort.

The main purpose of this thesis is to optimise and characterize a construction material made of hemp hurds and wheat starch binder.

The formulation of the hemp-starch is studied by varying starch/hemp ratio and its impact on mechanical properties. Sound absorption coefficient is measured for optimal composition. To improve the adhesion between hemp fibers and starch matrix, alkali treatment with sodium hydroxide was performed to solubilize hemicelluloses and lignin seal surrounding the cellulose bundle in the first step and then a silane coupling agent (3-glycidyloxypropyl) trimethoxysilane was used to provide a stable bond between hemp fibres and starch matrix. The influence of the treatments were investigated by scanning electron microscopy (SEM), differential thermal analysis (DTA), thermogravimetric analysis (TGA) and attenuated total reflectance spectroscopy (ATR). After the treatments, mechanical properties of hemp-starch material were studied.

Hygrothermal properties of hemp-starch material with and without fibre treatment were also measured. These properties include sorption isotherm curve, water vapour permeability, thermal conductivity and moisture buffering value.

Key words: hemp, starch, surface treatment, surface characterization, mechanical, acoustical, hygrothermal and moisture buffering value.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	page 3
RESUME	page 4
ABSTRACT	page 5
INTRODUCTION GENERALE	page 11
CHAPITRE I	
I.1 Introduction.....	page 13
I.2 Contexte et enjeux.....	page 14
I.3 Les matériaux de construction biosourcés	page 17
I.4 Les polymères biodégradables.....	page 19
I.4.1 Généralités	page 19
I.4.2 Les agro-polymères : Cas de l'amidon	page 20
I.4.2.1 Composition chimique de l'amidon	page 20
I.4.2.1.1 L'amylose.....	page 21
I.4.2.1.2 L'amylopectine	page 21
I.4.2.2 Cuisson de l'amidon	page 22
I.5 Les fibres de chanvre	page 23
I.5.1 La plante chanvre.....	page 23
I.5.2 Morphologie de la tige du chanvre	page 24
I.5.3 La chènevotte.....	page 25
I.5.3.1 Composition chimique	page 27
I.5.3.1.1 La cellulose	page 27
I.5.3.1.2 L'hémicellulose	page 28
I.5.3.1.3 La pectine	page 29
I.5.3.1.4 La lignine	page 30

I.6	Le traitement de surface et matériaux composites	page 30
I.6.1	Le traitement de surface	page 30
I.6.2	Les matériaux composites à base de fibres naturelles et polymères	page 32
I.7	Comportement du béton de chanvre.....	page 34
I.7.1	Généralités	page 34
I.7.2	Caractéristiques physiques.....	page 35
I.7.2.1	La masse volumique.....	page 35
I.7.2.2	Porosité et sensibilité à l'eau.....	page 36
I.7.3	Caractéristiques mécaniques	page 38
I.7.4	Caractéristiques hygrothermiques et phénomènes de transfert	page 39
I.7.4.1	Conductivité thermique.....	page 40
I.7.4.2	Les isothermes de sorption.....	page 41
I.7.4.3	La perméabilité à la vapeur d'eau	page 44
I.7.5	Propriétés acoustiques	page 45
I.7.6	Réaction au feu.....	page 47
I.8	Conclusion	page 49
I.9	Références bibliographiques	page 51

CHAPITRE II

II.1.	Introduction.....	page 56
II.2.	Matériaux	page 56
II.2.1.	La chènevotte.....	page 56
II.2.2.	L'amidon	page 56
II.3.	Formulation de l'agromatériau chanvre-amidon.....	page 57
II.3.1.	Préparation du liant.....	page 57
II.3.2.	Fabrication des éprouvettes.....	page 58

II.4.	Propriétés mécaniques.....	page 59
II.4.1.	Masse volumique apparente	page 59
II.4.2.	Essais de compression.....	page 60
II.4.3.	Essais de flexion	page 63
II.5.	Propriétés acoustiques.....	page 65
II.6.	Conclusion	page 70
II.7.	Références bibliographiques	page 71

CHAPITRE III

III.1.	Introduction.....	page 74
III.2.	Méthodes.....	page 74
III.2.1.	Traitement à l'hydroxyde de sodium.....	page 75
III.2.2.	Traitement silane	page 76
III.3.	Caractérisation physico-chimique.....	page 79
III.3.1.	Aspect visuel	page 79
III.3.2.	Analyse microscopique.....	page 80
III.3.2.1.	Influence de l'hydroxyde de sodium	page 80
III.3.2.2.	Influence de l'agent de couplage silane	page 82
III.3.3.	Calorimétrie différentielle à balayage	page 83
III.3.4.	Analyses thermogravimétriques	page 85
III.3.4.1.	Influence de la soude.....	page 86
III.3.4.2.	Influence de l'agent de couplage silane	page 88
III.3.4.3.	Influence du traitement sur l'agrocomposite.....	page 89
III.3.5.	Analyses en spectroscopie infrarouge	page 90
III.3.6.	Propriétés mécaniques du chanvre-amidon traité	page 92
III.4.	Conclusion	page 94

III.5. Références bibliographiques	page 95
--	---------

CHAPITRE IV

IV.1. Introduction.....	page 98
IV.2. Méthodes expérimentales.....	page 98
IV.2.1. Utilisation du chanvre-amidon dans le bâtiment	page 98
IV.2.2. Caractéristiques des échantillons	page 99
IV.2.3. La perméabilité à la vapeur d'eau	page 99
IV.2.4. Isothermes de sorption	page 101
IV.2.5. La capacité tampon hydrique.....	page 102
IV.2.6. La conductivité thermique.....	page 103
IV.3. Résultats et Analyses.....	page 104
IV.3.1. La perméabilité à la vapeur d'eau	page 104
IV.3.1.1. Méthode de la coupelle sèche	page 106
IV.3.1.2. Méthode de la coupelle humide	page 107
IV.3.1.3. Le facteur de résistance à la vapeur d'eau.....	page 108
IV.3.2. Isothermes de sorption	page 109
IV.3.2.1. Les modes de fixation d'humidité dans le matériau poreux	page 109
IV.3.2.2. La courbe de sorption	page 110
IV.3.3. Effusivité et diffusivité hydrique	page 113
IV.3.4. La capacité tampon hydrique.....	page 116
IV.3.5. Conductivité thermique	page 120
IV.4. Conclusion	page 122
IV.5. Références bibliographiques	page 123
Conclusion générale et perspectives	page 129
Essai d'allumabilité à la petite flamme	page 133

INTRODUCTION GENERALE

A l'issue du Grenelle de l'environnement, atteindre 10 % de matériaux biosourcés dans le secteur du bâtiment hors bois d'œuvre, fait partie des objectifs fixés d'ici 2020. Les matières premières végétales offrent de nouvelles stratégies pour répondre aux problématiques énergétiques et environnementales actuelles. Orienter le secteur du bâtiment vers l'utilisation de ces ressources constitue un enjeu majeur dans la perspective globale du développement durable. Parmi ces matériaux bio-ressourcés, les bétons de chanvre occupent une place importante pour leurs propriétés intéressantes tels que la régulation de l'humidité, l'isolation thermique et acoustique etc... Cependant, dans la formulation des bétons de chanvre classiques, on utilise des liants d'origine minérale telle que la chaux. Elaborer un béton de chanvre avec un liant d'origine végétale est l'enjeu de ce travail de recherche.

Dans ce cadre, l'objectif principal de cette thèse est de contribuer à l'élaboration et la caractérisation d'un matériau chanvre-amidon pour le bâtiment. Elle s'inscrit dans le cadre du projet CPER-EDEVBAT 2011-2014 financé par la région Champagne-Ardenne. Pour ce faire, ce travail est construit autour de 4 chapitres qui ont pour but de répondre aux problématiques de l'élaboration et l'optimisation du matériau en vue d'évaluer son comportement hygrothermique.

Le premier chapitre met l'accent sur le contexte environnemental et scientifique dans lequel s'inscrit ce projet de thèse. Une synthèse bibliographique des derniers travaux effectués sur le béton de chanvre justifie la démarche et la méthodologie retenues.

Dans le deuxième chapitre, on étudie la formulation du chanvre-amidon en commençant par le liant à base d'amidon puis l'étude des propriétés mécaniques en fonction du rapport massique chanvre/amidon. Le coefficient d'absorption acoustique du matériau en fonction de la fréquence est également évalué pour la composition optimale. Cependant, les problèmes de compatibilité entre les fibres lignocellulosique et la matrice thermoplastique limitent le phénomène de transfert des charges et ainsi les propriétés mécaniques du composite chanvre-amidon. Pour résoudre cette problématique, on est amené au chapitre 3.

Le chapitre 3 aborde l'influence du traitement de surface des fibres à l'interface fibre et matrice liant. L'effet du traitement des fibres à l'hydroxyde de sodium NaOH ou encore l'application de l'agent de couplage silane ont été constatés par des analyses au microscope électronique à balayage, calorimétrie différentielle, analyse thermographique et par la spectroscopie infrarouge. La rigidité du matériau et sa résistance à la traction par flexion sont évalués après traitement.

Le quatrième chapitre s'intéresse aux propriétés hygrothermiques du chanvre-amidon et son inertie hydrique. Des mesures expérimentales sont effectuées afin de déterminer la perméabilité à la vapeur d'eau (méthode de la coupelle sèche et humide), l'isotherme de sorption, la conductivité thermique ainsi que la capacité tampon hydrique du matériau (méthode Nordtest).

CHAPITRE 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 INTRODUCTION

Les normes et réglementations actuelles incitent le secteur du bâtiment à opter pour des constructions durables et très respectueuses de l'environnement. Améliorer les performances énergétiques tout en diminuant les rejets de gaz à effet de serre issus de ce secteur font partie des objectifs à atteindre. Or, l'utilisation des matériaux biosourcés dans le bâtiment fait partie des solutions envisageables actuellement et dans l'avenir pour diminuer l'impact écologique.

En France, le béton de chanvre appartient aux matériaux de construction biosourcés qui présentent des potentiels économiques et écologiques considérables grâce à des propriétés intéressantes et le respect des labellisations de type haute qualité environnementale (HQUE). Les recherches effectuées jusqu'ici sur le béton de chanvre à base de liants minéraux (chaux, ciment, pouzzolanes) (CEREZO, 2005), (LI, et al., 2006), (ELFORDY, et al., 2008), (SEDAN, 2007), (MAGNIONT, 2010) ont permis de déterminer les propriétés physiques du matériau. La grande quantité d'air emprisonnée entre les particules confère au béton de chanvre les propriétés d'isolant thermique et acoustique. Grâce à sa capacité de stocker et déstocker la vapeur d'eau, le béton de chanvre présente des performances hygrothermiques intéressantes dans le sens où l'utilisation d'un isolant étanche peut provoquer l'apparition d'humidité dans l'enveloppe des bâtiments due aux phénomènes de diffusion et de condensation de l'air. Autrement dit, les performances hygrothermiques du béton de chanvre contribuent au confort intérieur au sein d'un local et améliorent ainsi ses performances énergétiques. Certes, le béton de chanvre classique a des propriétés intéressantes mais l'utilisation d'un liant minéral dans sa composition (chaux ou ciment) nous expose à des problèmes environnementaux tels que l'épuisement des ressources naturelles (extraction du calcaire par exemple), rejet de CO_2 dans l'air (calcination du CaCO_3) d'où l'idée de formuler et caractériser un béton de chanvre 100 % végétal.

Dans ce projet de thèse, un liant d'origine végétale à base d'amidon de blé va remplacer des liants minéraux habituels afin de formuler un béton de chanvre 100 % végétal. L'utilisation de l'amidon en tant que liant est une technique ancestrale. En 2010, des chercheurs chinois ont découvert la présence de riz gluant dans les mortiers ayant servi à construire la

muraille de Chine. L'introduction de riz semble améliorer les performances mécaniques grâce à l'amidon que contient celui-ci. Dans ce travail, nous allons élaborer et caractériser un béton de chanvre-amidon tout en effectuant une étude comparative avec d'autres matériaux de construction afin de déterminer les avantages et les inconvénients de celui-ci.

Une synthèse bibliographique d'études effectuées sur le béton de chanvre nous permet de justifier la démarche et la méthodologie retenues. Les enjeux économiques et environnementaux auxquels le secteur du bâtiment est confronté vont être évoqués dans un premier temps. Ensuite, un état de l'art sur l'amidon en tant que biopolymère et liant, puis sur les fibres de chanvre renforts de l'agromatériau, sera abordé. Pour terminer, le traitement de surface des fibres ainsi que les propriétés du béton de chanvre vont être discutés. Parmi les propriétés du béton de chanvre, nous mettrons l'accent sur les propriétés mécaniques, hygrothermiques, acoustiques et la résistance au feu.

I.2 CONTEXTE ET ENJEUX

En France, le secteur du bâtiment est le plus gros consommateur d'énergie parmi les secteurs économiques avec plus de 42,5 % de l'énergie finale totale et génère 23 % des émissions de CO₂ à l'échelle nationale. Ces émissions ont augmenté de plus de 15 % depuis 1990 (ORTEGA & PELLETIER, 2011). Par conséquent, le secteur du bâtiment joue un impact majeur sur les consommations énergétiques et les émissions de gaz à effet de serre. Pour pallier ce problème, le gouvernement a mis en place des objectifs à atteindre.

La directive 2002/91/CE sur la performance énergétique des bâtiments (DPEB) de 2002 engage les états membres de l'Union Européenne à répondre aux engagements de l'Union selon le cadre du protocole de Kyoto qui vise à réduire les émissions de gaz à effet de serre d'ici 2050. Elle implique pour les États membres d'adopter de nouvelles règles en matière d'isolation thermique et de ventilation.

Etabli en France, le Plan Climat 2004-2012 s'inscrit dans cette directive DPEB dans laquelle la France porte un engagement écologique de facteur 4 qui vise à réduire par 4 les émissions de gaz à effet de serre sur 40 ans d'ici 2050 (PLA2004, s.d.). Dans son plan d'action sur le secteur du bâtiment et écohabitat, ce plan vise à :

- Améliorer les performances énergétiques des bâtiments (mobiliser différents outils tels que le diagnostic de performances énergétiques obligatoire à l'achat ou à la location pour inciter à la rénovation et la réhabilitation des bâtiments existants, renforcer la réglementation thermique tous les cinq ans pour les constructions neuves, l'étiquette énergie obligatoire lors des diagnostics, etc...),
- Agir sur nos comportements au quotidien (mieux gérer le chauffage, limiter les consommations électriques et limiter le plus possible le recours à la climatisation en optant pour le rafraîchissement et le confort d'été),
- Mettre en place un outil statique et de suivi.

Le Grenelle de l'environnement a été mis en place en 2007 pour essayer de trouver les voies d'un consensus sur les mesures à mettre en place dans la perspective du développement durable. Les conclusions ont permis de renforcer le Plan Climat avec comme priorité la réduction importante de la consommation d'énergie dans tous les domaines, notamment les transports et le bâtiment. Le plan bâtiment du Grenelle de l'environnement a été mis en œuvre depuis 2009. Il préconise l'utilisation de matériaux à base végétale, hors bois d'œuvre, à hauteur de 10 % d'ici 2020. La Figure 1 montre la répartition des consommations en 2009 par secteur d'activité en France tandis que la Figure 2 montre le plan bâtiment du Grenelle de l'environnement concernant les consommations énergétiques et les diminutions de gaz à effet de serre. Cependant, il est possible de diminuer les impacts du changement climatique et cela demande des actions immédiates et à long terme dans le secteur du bâtiment que ce soit au niveau bâti existant (rénovation du patrimoine) ou constructions neuves tout en respectant la réglementation thermique RT 2012 et contribuant au développement durable.

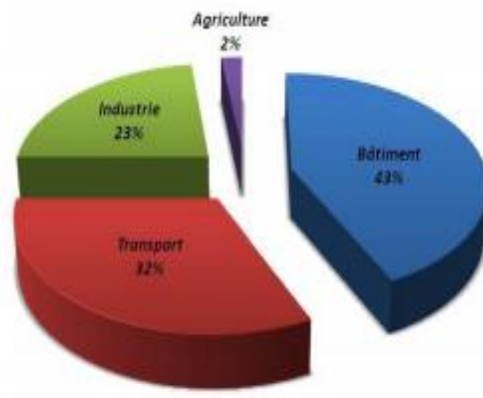
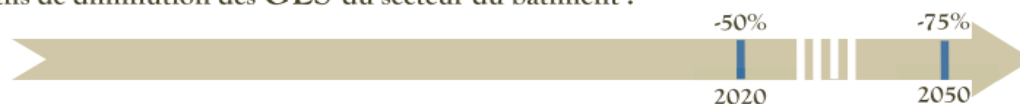


Figure 1 : Répartition des consommations en France par secteur d'activité en 2009 (TRAN LE, 2010).

Objectifs de diminution des GES du secteur du bâtiment :



Objectifs de diminution et réglementation de la CONSOMMATION ENERGETIQUE

BATI EXISTANT :

-38%
(Energie totale)

CONSTRUCTIONS NEUVES :

Non résidentiel

RT 2005*

RT 2012***

Bâtiments à
énergie
positive

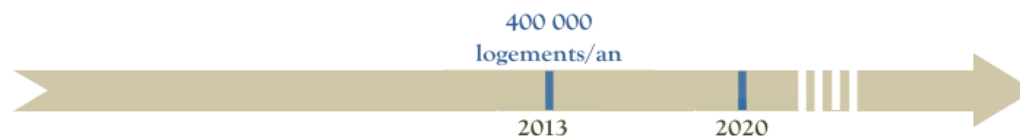
Logements
privés

RT 2005

THPE** RT 2012



Objectifs de RENOVATION du parc immobilier :



*RT2005 : Dépend de la zone de construction et du type d'énergie

**THPE : RT2005 - 20%

***RT2012 : Bâtiments basse consommation <50kWh/m²/an (Energie totale)

Figure 2 : Plan bâtiment du Grenelle de l'environnement concernant les consommations énergétiques et les diminutions d'émissions de gaz à effet de serre (NOZAHIC, 2012).

La réglementation thermique 2012 (RT, 2012) en vigueur s'applique aux bâtiments neufs dans le secteur résidentiel et tertiaire et repose sur trois exigences majeures : la limitation

de la consommation énergétique maximale à 50 kWh/m².an en moyenne (coefficient Cepmax), le besoin climatique maximal de 60 points en moyenne (coefficient Bbiomax) et une température intérieure de référence (coefficient Ticref) permettant d'assurer le confort d'été. Le coefficient Cepmax est modulable selon le type de bâtiment, sa localisation géographique, la surface du logement et les émissions de gaz à effet de serre des énergies utilisées. Le coefficient Bbiomax reflète l'impact de la conception du bâtiment indépendamment des systèmes énergétiques mis en œuvre tandis que le coefficient Ticref est calculé en fonction des données climatiques et l'exposition des infrastructures aux bruits des transports. Des exigences complémentaires sont également à prendre en compte tel que le traitement global des ponts thermiques, la perméabilité à l'air limitée à 0,6 m³/m².h en maison individuelle et 1 m³/m².h en logement collectif.

Les matériaux de construction à faible impact environnemental qui répondent aux critères de qualité environnementale, sanitaire, confort de l'habitat tout en remplissant certains critères techniques tels que les performances mécaniques, la durabilité, la qualité architecturale et la réaction au feu présentent une perspective d'avenir pour le secteur du bâtiment.

Ce travail s'inscrit dans une démarche de développement durable et consiste à valoriser les agro-ressources spécialement produites dans notre région Champagne-Ardenne, à savoir le chanvre et le blé. Un agro-béton à base de la chènevotte dans un liant végétal d'amidon de blé est élaboré à l'issue de notre étude.

I.3 LES MATERIAUX DE CONSTRUCTION BIOSOURCES

Un matériau de construction est dit biosourcé lorsqu'il intègre dans sa composition une part de biomasse. La biomasse est toute matière d'origine biologique à l'exception des matières de formation géologique ou fossile (C&B, 2012).

Les matériaux de construction biosourcés bénéficient d'atouts environnementaux déterminants tels que le stockage de carbone, matières premières renouvelables, faible énergie grise, etc. En France, on dispose de matériaux de construction biosourcés tels que le béton de chanvre, les bois d'œuvre, les panneaux de bois, des isolants rigides et semi-rigides à base de fibres d'origine végétale, les bottes de paille, etc. Ils présentent des

avantages environnementaux non négligeables et contribuent au contexte de développement durable qui s'inscrit dans le Grenelle de l'environnement.

En 2012, l'instauration du label "bâtiment biosourcé" nécessitant un taux minimal de matériaux biosourcés dans la conception des bâtiments neufs, permet de valoriser la démarche d'intégration des biomatériaux dans les constructions neuves. Ce label propose trois niveaux d'intégration et chaque niveau requiert un taux minimal d'incorporation de matière première selon le type d'usage du bâtiment. Les objectifs imposés par ce label ont pour but de stimuler la recherche et le développement de solutions efficaces à l'empreinte environnementale réduite. Le taux minimal d'incorporation de matière première est donné dans le Tableau 1.

Type d'usage principal	Taux d'incorporation de matière biosourcée du label «bâtiment biosourcé» (kg/m ² surface plancher)		
	1 ^{er} niveau 2013	2 ^{ème} niveau 2013	3 ^{ème} niveau 2013
Maison individuelle	42	63	84
Industrie, stockage, service de transport	9	12	18
Autres usages (bâtiment collectif d'habitation, hébergement hôtelier, bureaux, commerce, enseignement, bâtiment agricole, etc...)	18	24	36

Tableau 1 : Taux d'incorporation de matière biosourcée du label «bâtiment biosourcé» en kg/m² de surface de plancher (LEGIFRANCE, 2012).

Les matériaux d'origine végétale comme le chanvre, le miscanthus, la paille ou le lin représentent une alternative intéressante aux matériaux classiques. Leurs propriétés structurelles et physiques permettent de satisfaire à la fois les exigences sanitaires et des besoins de confort.

Le béton de chanvre classique fait partie des matériaux de construction biosourcés qui fait l'objet de différentes études scientifiques visant à déterminer ses propriétés intrinsèques et très intéressantes du point de vue thermique, hydrique, mécanique et acoustique. Cependant, l'utilisation d'un liant minéral tel que la chaux n'est pas avantageuse du point de vue environnemental.

I.4 LES POLYMERES BIODEGRADABLES

I.4.1 GENERALITES

La contribution au développement durable et les nouvelles réglementations concernant le recyclage des déchets nous incitent à développer des matériaux innovants issus de ressources renouvelables. Ainsi, les polymères pétrochimiques sont remplacés par des polymères biodégradables. La norme européenne EN 13432:2000 et la norme américaine ASTM D-5488-94d permettent de définir et estimer la biodégradabilité et la compostabilité (STANOJLOVIC, 2006).

Les polymères biodégradables se regroupent en deux grandes familles : les polyesters biodégradables et les agropolymères. Les agropolymères sont directement issus de la biomasse tandis que les polyesters sont issus de monomères bio-dérivés ou de la pétrochimie. Les agropolymères sont des polysaccharides tels que l'amidon, la cellulose ou des protéines comprenant le gluten, la caséine, etc. La Figure 3 montre la classification des polymères biodégradables (AVEROUS, 2004).

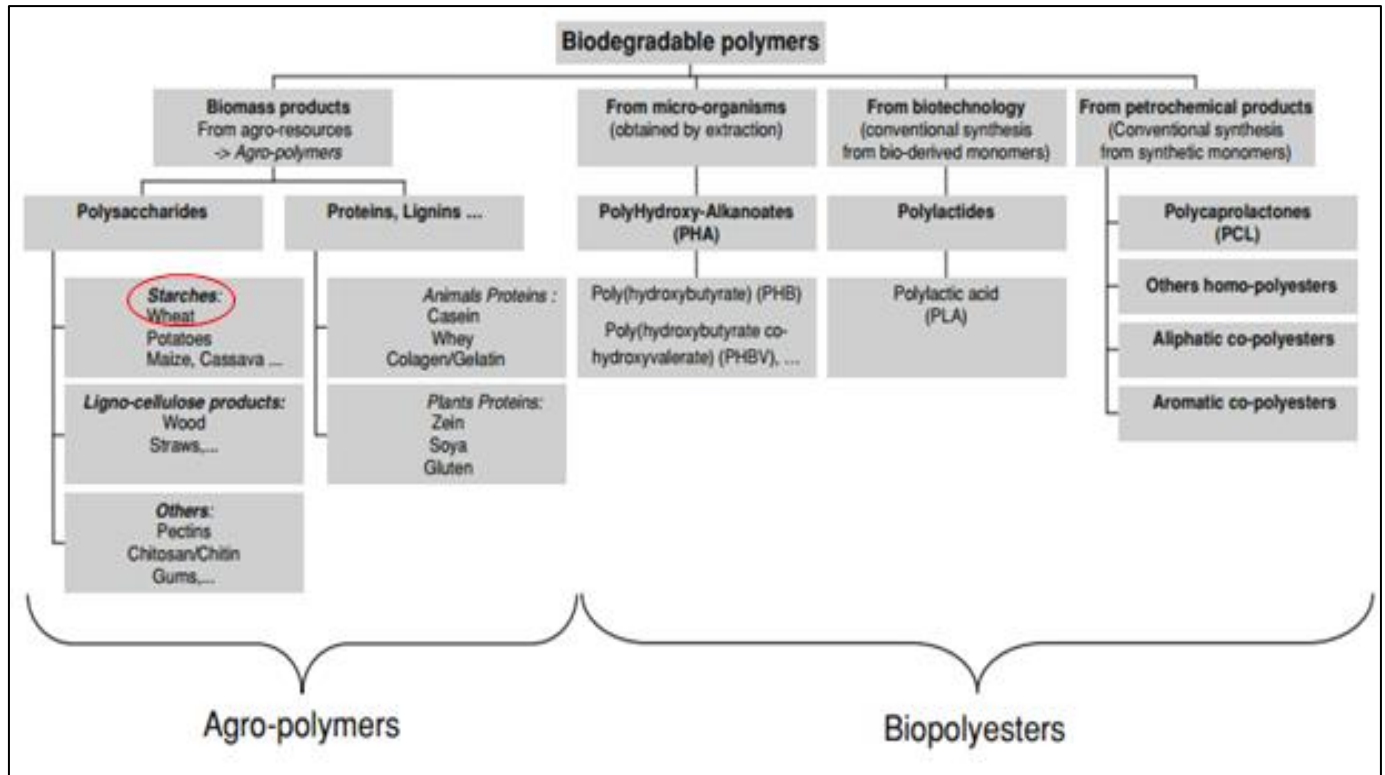


Figure 3 : Classification des polymères biodégradables (AVEROUS, 2004).

I.4.2 LES AGRO-POLYMERES : CAS DE L'AMIDON

Dans le monde végétal, l'amidon est synonyme de réserve énergétique. En général, on trouve l'amidon en grande quantité dans les céréales comme le blé, le maïs, le riz ou encore l'orge. La Figure 4 montre une micrographie de grains d'amidon (AVEROUS, 2004).

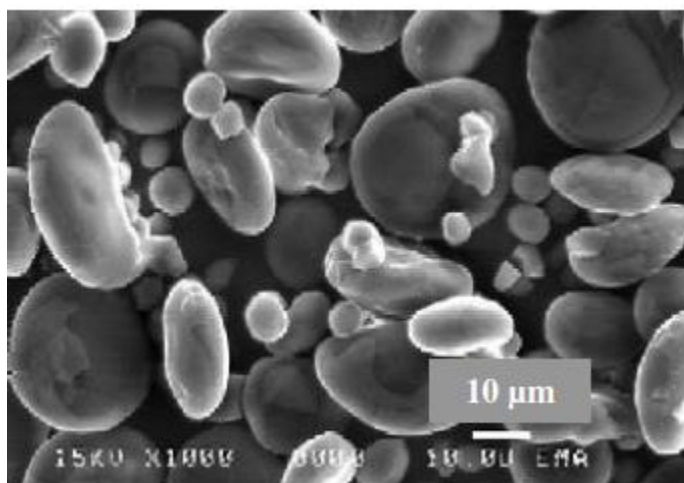


Figure 4 : Micrographie de grains d'amidon de blé.

Il s'agit principalement d'un mélange de deux familles d'homopolymères: l'amylose (thermodynamiquement la plus stable) et l'amylopectine liés soit par des liaisons $\alpha(1-4)$ soit par des liaisons $\alpha(1-6)$. Elles ne diffèrent que par le nombre de branchements $\alpha(1-6)$ présents et par leur structure primaire (MONNET, 2008). On observe également dans la structure de l'amidon d'autres composés très minoritaires tels que les lipides ou les protéines.

I.4.2.1 COMPOSITION CHIMIQUE DE L'AMIDON

Le rapport amylose/amylopectine ainsi que la quantité d'eau contenue varient avec l'origine de l'amidon. Les propriétés de l'amidon varient également selon l'origine. Le Tableau 2 montre la composition chimique de différents types d'amidon (STANOJLOVIC, 2006).

Source d'amidon	Amylose (%)	Amylopectine (%)	Lipides (%)	Protéines (%)	Taux d'humidité (%)
Maïs	26-28	72-74	0,63	0,3	12-13
Maïs cireux	1	99	0,23	0,1	-
Blé	26-27	73-74	0,63	0,3	13
Pomme de terre	20-25	75-80	0,03	0,05	18-19

Tableau 2 : Composition chimique de différents types d'amidon.

I.4.2.1.1 L'AMYLOSE

Etant le constituant le moins abondant, l'amylose est un polyholoside dont les monomères sont reliés entre eux par des liaisons O-osides, essentiellement linéaire par des liaisons $\alpha(1-4)$ avec moins de 1 % de branchement $\alpha(1-6)$. Le degré de polymérisation varie en fonction de l'espèce végétale, et il est en moyenne de 500. L'amylose a la capacité de complexer de nombreuses molécules hydrophobes en créant une petite cavité capable d'héberger ces petites molécules. La Figure 5 décrit une chaîne d'amylose (MONNET, 2008)

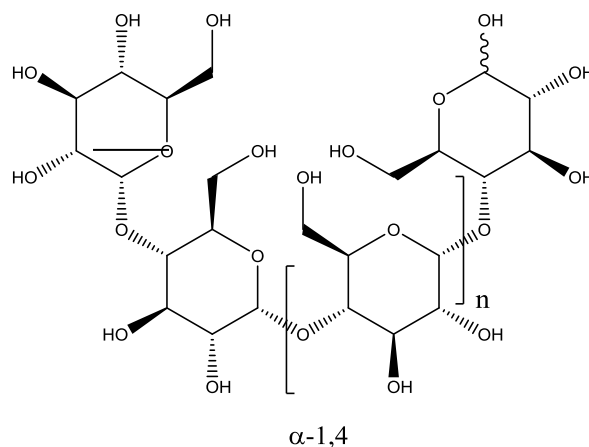


Figure 5 : Structure chimique de l'amylose.

I.4.2.1.2 L'AMYLOPECTINE

C'est le composant majoritaire de l'amidon, il représente 70 à 80 % de l'amidon sec. Ses monomères sont également liés par des liaisons $\alpha(1-4)$ avec 5 à 6 % de liaisons $\alpha(1-6)$, ce qui donne une structure ramifiée avec une masse molaire moyenne beaucoup plus grande que celle de l'amylose. La Figure 6 décrit une chaîne d'amylopectine (MONNET, 2008).

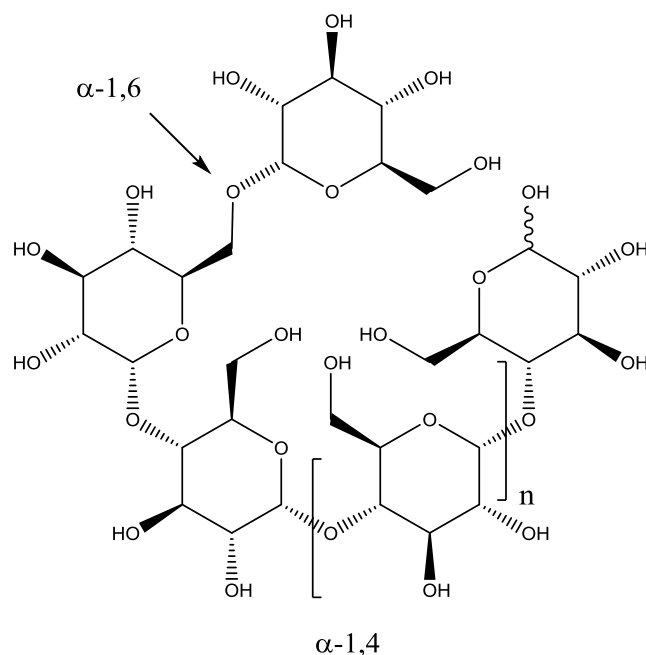


Figure 6 : Structure chimique de l'amylopectine.

1.4.2.2 CUISSON DE L'AMIDON

Dans le domaine des biopolymères, l'amidon est souvent utilisé comme un polymère thermoplastique. Toutefois, l'amidon n'est pas un matériau thermoplastique naturel et doit être plastifié. Le processus de transformation de l'amidon thermoplastique consiste en la destruction des liaisons hydrogène des granules d'amidon semi-cristallines en matériaux homogènes sous l'effet du cisaillement. De nouvelles liaisons hydrogène entre l'amidon et le plastifiant sont formées et l'amidon est ainsi plastifié (DO THI, 2011).

À température ambiante et mis en suspension dans l'eau, l'amidon natif est insoluble et peut fixer 40 % de son poids en eau. Si on augmente la température de l'eau entre 55 à 65°C, les liaisons hydrogène commencent à se rompre, les granules d'amidon gonflent et se déstructurent en formant un empois d'amidon (STANOJLOVIC, 2006).

La Figure 7 montre l'interaction entre l'amidon et l'eau.

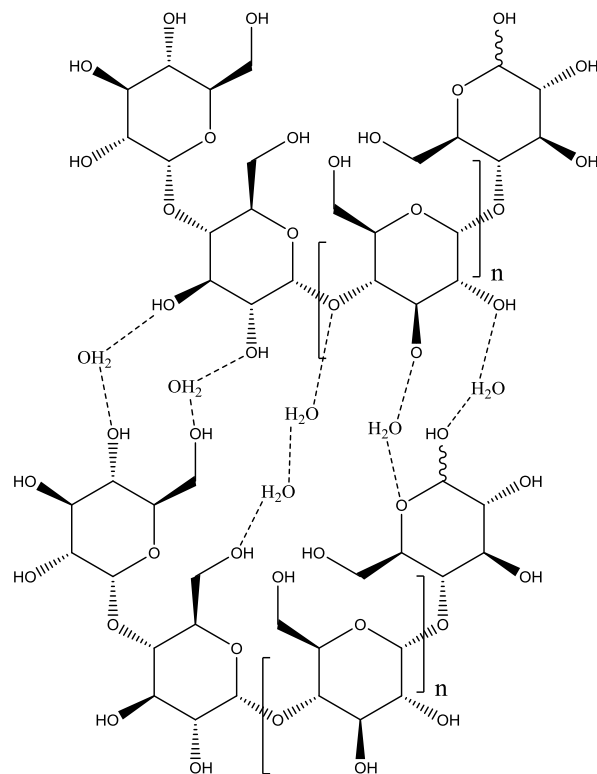


Figure 7 : Interactions entre l'amidon et l'eau (ROSA, et al., 2008).

I.5 LES FIBRES DE CHANVRE

I.5.1 LA PLANTE CHANVRE

Le chanvre (*Cannabis Sativa*) est une plante annuelle de hauteur variant entre 1 et 3 m. Il est cultivé dans les zones à climat tempéré (par exemple la France, l'Italie, ou certains pays d'Europe de l'Est). C'est une plante respectueuse de l'environnement qui participe à l'amélioration de la qualité des sols grâce à son réseau racinaire important qui favorise la mise en jachère. Il résiste bien aux maladies et aux parasites et ne nécessite aucun traitement phytosanitaire (désherbant, fongicide, insecticide...).

La France est aujourd'hui le leader européen de cette culture avec environ 9000 hectares, ce qui représente plus de la moitié des surfaces cultivées en Europe. Les régions productrices de chanvre se situent principalement dans l'Est de la France (Champagne-Ardenne, Lorraine et Franche Comté) mais la culture se développe également dans le Sud-Ouest, près de Toulouse, et en Normandie (MAGNIONT, 2010).

Depuis les années 2000, le chanvre connaît un regain d'intérêt en France du fait, notamment, du développement des agro-matériaux. Le chanvre produit les graines appelées « chènevis », les fibres de chanvre provenant de la partie cortex et la chènevotte provenant de la partie bois. Le chènevis offre de nombreuses perspectives dans l'industrie agroalimentaire et cosmétique tandis que les fibres de chanvre sont utilisées dans la confection de matières textiles, cordages, pâte à papier, laine d'isolation pour le bâtiment, etc. La chènevotte est utilisée pour les litières animales, dans les agro-matériaux, etc.

I.5.2 MORPHOLOGIE DE LA TIGE DU CHANVRE

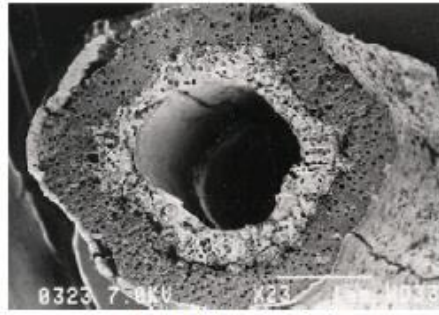
L'observation au microscope électronique d'une coupe transversale révèle différentes couches des tissus végétaux. De l'extérieur vers l'intérieur, on distingue :

- L'**épiderme**, constitué d'une couche de cellules à paroi cellulosique ainsi que d'une couche de nature lipidique à la périphérie qui forme la cuticule. Cette cuticule est imperméable et s'interrompt par endroits en laissant apparaître des ouvertures appelées stomates.
- Le **cortex** est riche en fibres corticales regroupées en amas, et celles-ci sont englobées à leur tour au sein de divers tissus.
- Le **bois ou xylème** assure la conduction de la sève brute des racines vers les organes aériens. Il est constitué de cellules de parenchyme, de fibres ligneuses et de vaisseaux conducteurs (SEDAN, 2007).
- La **moëlle** constituée de parenchyme médullaire est un espace creux au cœur de la tige pouvant occuper plus de la moitié du diamètre chez les plantes âgées.

La Figure 8 montre l'aspect de la plante, une coupe transversale d'une tige à droite et une micrographie par microscope optique d'une tige de chanvre en bas. La partie rose est plus riche en cellulose tandis que la partie en vert est beaucoup plus lignifiée (VIGNON, et al., 1995).



Plante de chanvre
(*Cannabis Sativa*)



Coupe d'une tige de chanvre

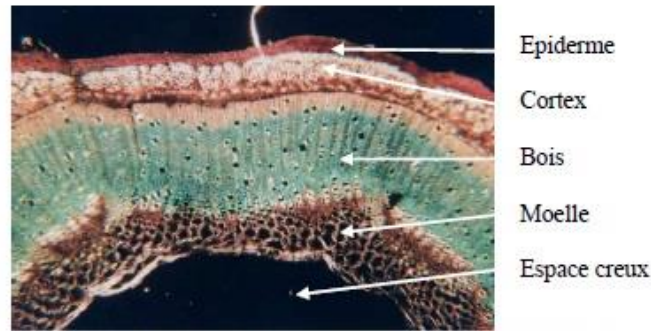


Figure 8 : Micrographie d'une coupe transversale de tige de chanvre.

I.5.3 LA CHENEVOTTE

La transformation du chanvre peut se faire sans défibrage pour donner la chènevotte fibrée (Figure 9b) ou par le processus de défibrage mécanique qui permet d'obtenir la chènevotte et la fibre de chanvre séparées (Figure 9a). A l'issue de cette étape, les particules de chènevottes sont dépoussiérées, calibrées et ensuite valorisées dans la formulation des bétons ou autres domaines.

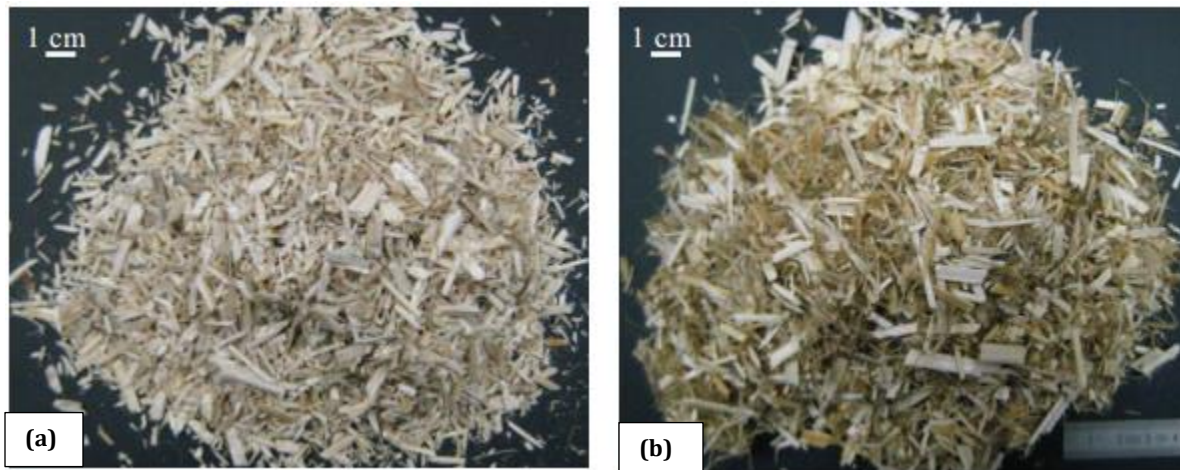


Figure 9 : Comparaison entre les fibres de chanvre: (a) défibrées et (b) fibrées (CHAMOIN, 2013).

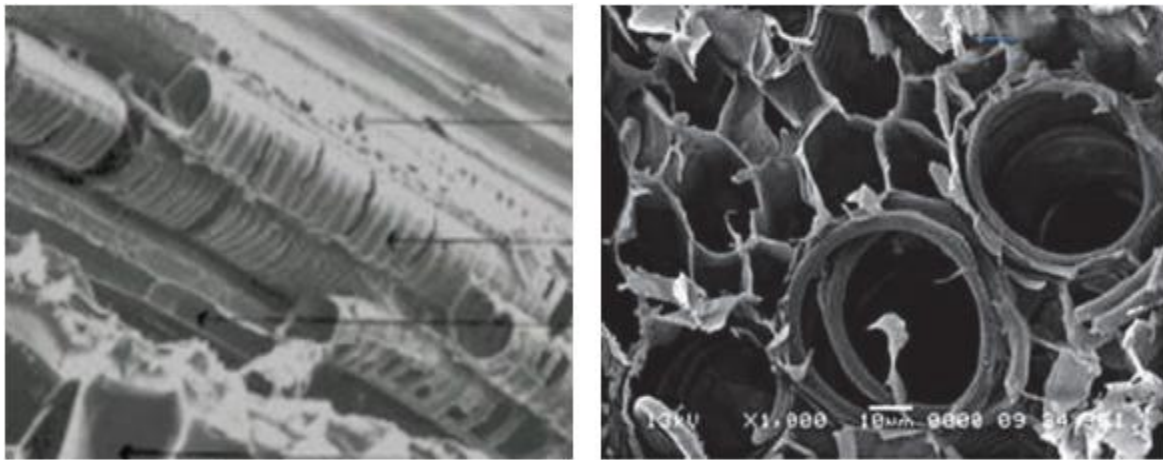


Figure 10 : Coupe longitudinale et transversale d'une chènevotte au microscope électronique à balayage (CHAMOIN, 2013).

La chènevotte présente une structure poreuse tubulaire avec un diamètre variant de 10 à 15 μm . Elle est constituée de vaisseaux parallèles, comme le montre la Figure 10, dans lesquels circule la sève de la plante. À la maturité de la plante, la sève se retire des vaisseaux et laisse place à l'air (CHAMOIN, 2013).

L'architecture de la chènevotte à l'échelle microscopique est très complexe. Les parois de canaux se décomposent en paroi primaire et paroi secondaire :

- Un réseau extensible de microfibrilles de cellulose est englobé dans une matrice amorphe fortement hydratée de pectines et d'hémicelluloses pour former une paroi primaire. Celle-ci est élastique pour assurer l'étirement des cellules.

- Une paroi secondaire est composée de trois couches successives constituées de celluloses et lignines. Cette paroi présente une structure inextensible et légèrement hydrophobe conférant une grande résistance à la paroi (BOUTIN, et al., 2006).

I.5.3.1 COMPOSITION CHIMIQUE

Quatre composants chimiques sont majoritaires au sein de la fibre, à savoir la cellulose, l'hémicellulose, la pectine et la lignine (BOUTIN, et al., 2006), (RAGHOUBI, 2010).

I.5.3.1.1 LA CELLULOSE

Étant le composant principal de la masse végétale, la cellulose forme de longues chaînes liées par des liaisons hydrogène dont le motif principal est le D-glucose. Le nombre de motifs de répétition ou degré de polymérisation définit l'origine de la cellulose, et pour le chanvre, on est autour de 9000 monomères.

Les chaînes cellulosiques sont réunies en microfibrilles qui s'agglomèrent pour former des fibrilles sur plusieurs couches. L'angle qui existe entre ces éléments très structurés et l'axe de la fibre conditionne la rigidité de la fibre. Les liaisons hydrogène qui s'établissent le long et entre les chaînes macromoléculaires sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques.

Malgré la présence de plusieurs groupements hydroxyle, la cellulose réagit difficilement. Les interactions intermoléculaires sont fortes et assurent la cohésion tout en empêchant la pénétration de réactifs pouvant conduire à la rupture de cette cohésion. La cellulose n'est pas hydrosoluble, par contre elle est hydrophile et peut contenir plus de 70 % d'eau liée. La Figure 11 montre la structure chimique de la cellulose (DO THI, 2011).

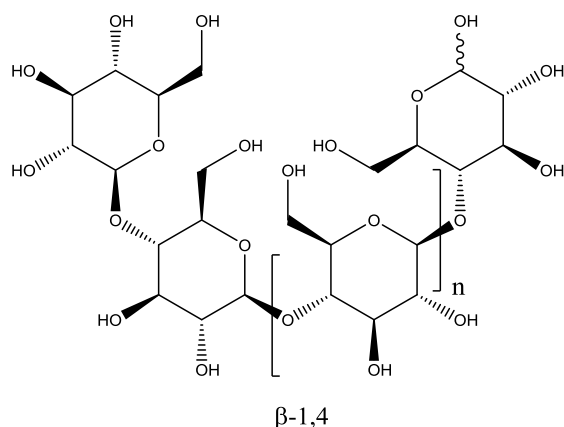


Figure 11 : Structure de la cellulose.

1.5.3.1.2 L'HEMICELLULOSE

L'hémicellulose est un polysaccharide ramifié dont les unités sont parfois de structures moléculaires diverses. Elle est liée à la cellulose à l'état natif et présente une structure chimique différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou encore l'âge des tissus. L'hémicellulose présente une structure amorphe, soluble dans l'eau et composée de sucres neutres : D-glucose, L-arabinose, D-xylose, D-galactose, D-mannose, acide mannuronique et galacturonique. Le degré de polymérisation varie de 50 à 300 selon l'espèce végétale et ceci constitue une classe de polymères très variée et par conséquent une structure mal définie. La Figure 12 montre la structure chimique d'un type d'hémicellulose, le xyloglucane, qui est la classe la mieux étudiée (SEDAN, 2007), (DO THI, 2011).

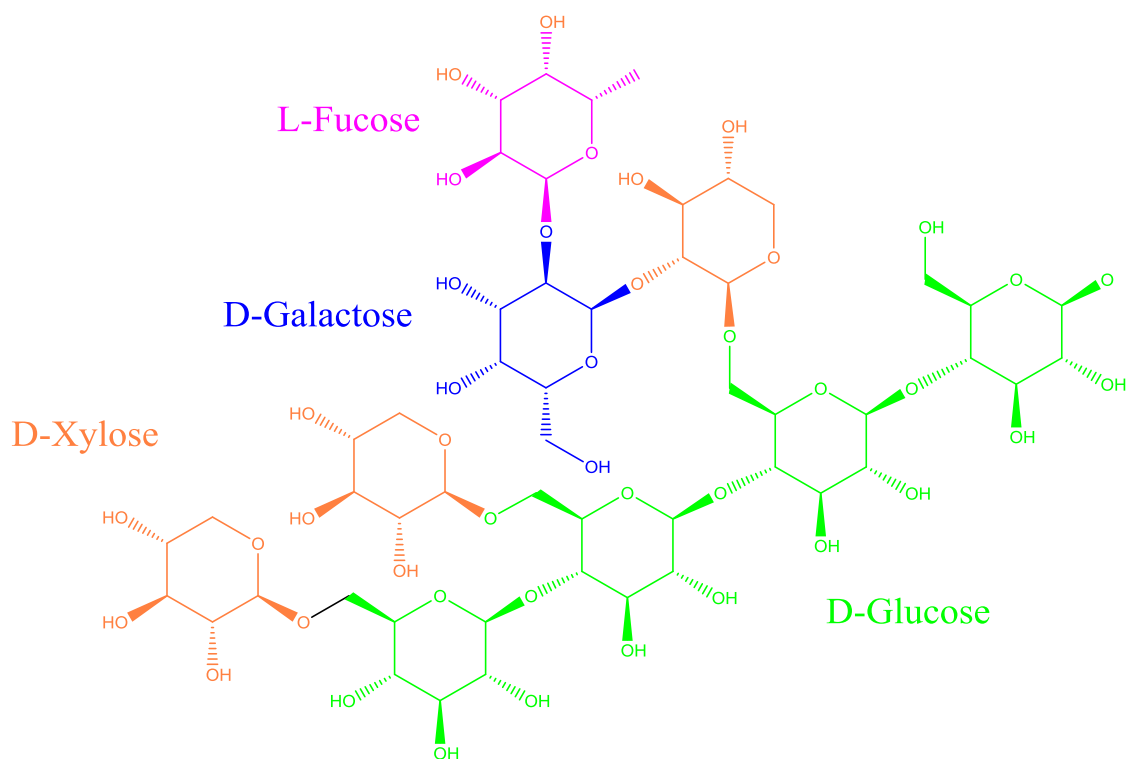


Figure 12 : Structure d'une hémicellulose de type xyloglucane.

I.5.3.1.3 LA PECTINE

La pectine est un polysaccharide dont le motif principal est l'acide D-galacturonique. Il possède des groupements carboxyliques qui lui confèrent la capacité d'échanger des ions. Ce sont surtout les ions calcium qui forment des ponts calciques entre deux groupements carboxyliques. La Figure 13 montre la structure chimique de la pectine (SEDAN, 2007), (DO THI, 2011).

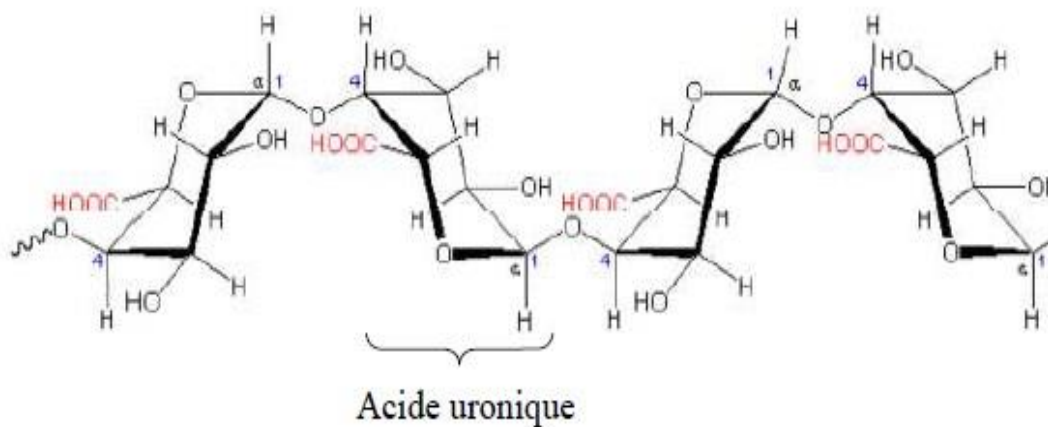


Figure 13 : Structure chimique de la pectine de type D-galacturonique.

I.5.3.1.4 LA LIGNINE

Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools dont la structure dépend de l'espèce végétale et de la localisation au sein de la paroi végétale. Ceci veut dire que la nature de la lignine dans différentes parties d'une même plante peut varier. La lignine contribue à la résistance mécanique de la paroi ainsi qu'à la résistance aux agents pathogènes (SEDAN, 2007).

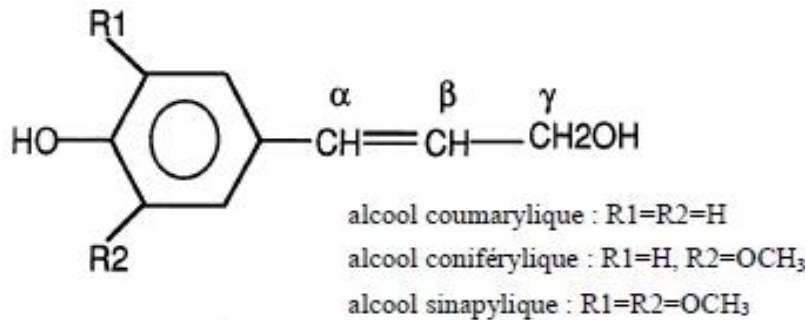


Figure 14 : Structure chimique des fragments fondamentaux de la lignine.

I.6 LE TRAITEMENT DE SURFACE ET MATERIAUX COMPOSITES

I.6.1. LE TRAITEMENT DE SURFACE

La qualité de l'interface fibre/matrice est importante pour utiliser les fibres naturelles en tant que renforts. Cependant, certaines matrices polymères sont hydrophobes tandis que les fibres sont hydrophiles. Dans le but d'améliorer les propriétés du composite, l'importance des interactions à l'interface entre la matrice polymère et les fibres naturelles a été largement reconnue. Pour pallier ce problème et rendre la matrice et les fibres renforts compatibles, on modifie la surface de la fibre en lui ajoutant des groupements fonctionnels pour créer l'affinité avec la matrice.

Dans les travaux de (RAGHOUBI, 2010) et (DO THI, 2011), différents traitements ont été évoqués pour améliorer les propriétés d'adhésion matrice/fibres naturelles par les méthodes chimiques et/ou physiques. L'utilisation de produits chimiques pour le traitement des fibres naturelles et/ou de la matrice permet d'optimiser les propriétés d'interface fibre/matrice.

Les méthodes chimiques peuvent être des réactions d'oxydation, de couplage, de copolymérisation (greffage de chaînes de polymères linaires ou molécules organiques simples) ou bien une combinaison de réactions.

Le traitement à l'hydroxyde de sodium appelé aussi la mercerisation est souvent le plus utilisé pour les fibres naturelles. L'influence des traitements chimiques sur les propriétés mécaniques d'un agro composite à base de fibres de sisal dans une matrice d'amidon a été étudiée. Entre les composites à base de fibres lavées, traitées au NaOH ou encore les fibres qui ont subi l'acétylation, les résultats montrent que le comportement mécanique est une propriété intrinsèque des fibres. Ainsi, les traitements chimiques influent sur la structure physique (diamètre, longueur) et chimique des fibres, qui influent sur les propriétés mécaniques. Le traitement alcalin (NaOH) augmente le module élastique mais diminue la déformation à la rupture. En revanche, l'acétylation diminue le module élastique et la déformation à la rupture et augmente la limite d'élasticité (VALLO, et al., 2004).

Les agents de couplage assurent la formation de ponts chimiques entre les fibres et la matrice polymère thermoplastique. Il est possible également de fonctionnaliser directement le polymère au lieu de traiter la surface de la fibre, par exemple le polypropylène est modifié par de l'anhydride maléique pour former le MAPP qui réagit avec la cellulose (VALLO, et al., 2004), (BALEY, 2013).

Les fibres de renfort peuvent être également modifiées par les méthodes physiques telles que l'étirage, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les rayons UV, le traitement plasma, etc. Ces méthodes modifient les propriétés structurelles et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec la matrice. Les méthodes physiques telles que l'étirement et le traitement thermique induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. Les agents dispersifs et d'autres additifs sont largement utilisés dans les composites à base de bois parce qu'ils agissent sur les propriétés de la surface des composants en déterminant la modification de la tension à l'interface. Les traitements par décharges électriques, très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines, ont été essayés avec succès pour la modification des fibres cellulosiques dans les composites polymère-bois, mais ils représentent une solution coûteuse (RAGHOUBI, 2010).

Des traitements de surface de fibres peuvent contribuer à améliorer la tenue au feu du matériau et/ou son hydrophobisation. (GRAM, 1988) a travaillé sur les méthodes d'imprégnation par des agents hydrophobes comme des résines époxy et polyester, des produits bitumineux, de l'huile de lin ou de noix de cajou, ou encore des stéarates de calcium ou de l'acide stéarique. Ces méthodes d'imprégnation permettent, dans certains cas, de ralentir ou de retarder la fragilisation des fibres mais jamais de l'inhiber totalement. En revanche, la méthode d'imprégnation de substances supposées réagir avec les fibres pour former des composés insensibles à l'attaque alcaline (silicates de sodium, sulfites de sodium et sulfates de magnésium notamment) n'a pas connu de succès. Cependant, il souligne que ces méthodes d'imprégnation ont tendance à réduire la liaison fibre/matrice et donc à diminuer les performances à court terme.

Juarez et al. (JUAREZ, et al., 2005) ont utilisé des substances organiques hydrophobes sans danger pour le composite et non toxique pour diminuer la sensibilité des fibres d'agave dans un environnement alcalin : l'huile de lin, la paraffine, un mélange huile de lin/colophane et un mélange paraffine/colophane. Ses résultats montrent que la paraffine se révèle la plus efficace pour diminuer l'absorption d'eau des fibres jusqu'à moins de 37 % et une perte de résistance moins élevée par rapport aux autres traitements (maintien de 53 % de la résistance initiale contre environ 31 % pour les autres traitements).

I.6.2. LES MATERIAUX COMPOSITES A BASE DE FIBRES NATURELLES ET POLYMERES

Les composites renforcés par les fibres naturelles ont attiré une attention particulière ces derniers décennies en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité, leur facilité de mise en œuvre, leur capacité à être recyclée, un impact environnemental réduit, etc. Les fibres sont noyées dans une matrice liant pour former un matériau hétérogène ayant des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas. La matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres tandis que les fibres renforcent le matériau composite.

Les matrices polymères sont divisées en trois catégories principales : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères. Parmi les matrices thermoplastiques, il y a le polyéthylène, le propylène, le polystyrène, l'amidon de blé qui est utilisé dans cette étude, etc. Pour les matrices thermodurcissables, on utilise souvent le polyester et l'époxy alors que le caoutchouc est employé pour les élastomères. Dans le cas de cette thèse, la matrice liant est d'origine polymère thermoplastique et notre recherche bibliographique sera orientée dans cette optique.

Des composites à base de fibres naturelles dans une matrice thermoplastique biodégradable ont attiré l'attention dans l'industrie automobile, l'aéronautique ou encore le packaging. Pour la mise au point des pièces soumises à la traction, les fibres longues ont été privilégiées par rapport aux fibres courtes. De l'autre côté, des composites à matrice thermoplastique renforcés par les fibres courtes présentent une microstructure complexe due à l'orientation de fibres qui offre une grande rigidité et un comportement ductile. Le mode de rupture d'un composite à base de fibres courtes de sisal dans une matrice d'amidon a été évalué en fonction de la teneur en fibres variant de 5 à 20 % (ALVAREZ, et al., 2005) et il s'est avéré que la présence de fibres permet de dissiper la propagation de la fissure et d'augmenter la résistance à la rupture.

Mishra et Naik (MISHRA & NAIK, 1999) ont utilisé les fibres de chanvre, de banane et d'agave brutes traitées par de l'anhydride maléique dans une matrice polyéthylène de haute densité (HDPE) afin d'évaluer l'absorption de l'eau et la vapeur d'eau dans le matériau composite. Les résultats montrent que les fibres de chanvre sont plus hydrophiles par rapport aux autres et que l'anhydride maléique permet de réduire de moitié la quantité d'eau absorbée.

Le composite propylène/chanvre présente des propriétés mécaniques et une température maximale d'utilisation plus intéressantes que le composite polyéthylène/chanvre. Mutjé et al. (MUTJE, et al., s.d.) ont étudié les propriétés mécaniques du composite propylène/chanvre sous l'effet de l'ajout de l'agent couplant. Le copolymère d'anhydride maléique greffé sur le propylène (MAPP) permet d'obtenir une adhésion renforcée en créant des liaisons covalentes et par conséquent des propriétés mécaniques intéressantes.

I.7 COMPORTEMENT DU BETON DE CHANVRE

I.7.1 GENERALITES

Le béton de chanvre classique est obtenu par mélange de la chènevotte, du liant minéral et de l'eau. Le liant minéral peut être du ciment, de la chaux aérienne ou tout simplement une combinaison de chaux aérienne avec des composés hydrauliques (chaux hydraulique, ciments), composés pouzzolaniques (pouzzolanes, métakaolins). Le liant TRADICAL PF 70 par exemple est formulé à partir de 75 % de chaux aérienne, 15 % de liants hydrauliques et 10 % de liants pouzzolaniques. Les liants minéraux formulés pour les bétons végétaux permettent d'améliorer les propriétés mécaniques à court terme (COLLET, 2004) (CEREZO, 2005), (ČERNÝ, et al., 2006), (MAGNIONT, 2010) et d'autres propriétés spécifiques nécessaires au développement telles que la compatibilité de la pâte liante et des particules végétales, la stabilité à l'eau et le maintien des performances thermiques (ČERNÝ, et al., 2006).

La chaux aérienne est obtenue par la cuisson puis l'extinction d'un calcaire pur de plus de 95 % tandis que la chaux hydraulique est obtenue à la cuisson d'un calcaire contenant de l'argile ou des marnes (4 à 16 % d' Al_2O_3 , 1 % à 8 % de Fe_2O_3), riche en fer, aluminium et silice. Les pouzzolanes naturelles sont issues de la roche volcanique et contiennent les silicates et les aluminates tandis que le métakaolin est issu de pouzzolanes naturelles calcinées suite à la cuisson du kaolin broyé.

Les travaux de recherche effectués sur le béton de chanvre (COLLET, 2004), (CEREZO, 2005), (EVRARD, 2008), (SAMRI, 2008), (MAGNIONT, 2010), (TRAN LE, 2010), (OUMEZIANE, 2013), etc. ont permis de mettre en évidence ses propriétés mécaniques, thermiques, hydriques, acoustiques ainsi que ses propriétés hygrothermiques. La formulation du béton, l'âge du béton ainsi que la mise en œuvre (coffrage, projection ou blocs préfabriqués) influent sur les propriétés du béton de chanvre.

Le béton de chanvre peut être utilisé pour réaliser différents parois d'une construction que ce soit pour une application de type mur, toiture, dallage, sol ou enduit. Néanmoins le béton de chanvre ne peut pas être utilisé comme élément porteur de la structure, il convient d'associer le béton de chanvre avec une structure capable de supporter le transfert vertical

des charges et le contreventement de l'ouvrage. A ce sujet, le choix d'une structure bois est le plus fréquent.

La mise en œuvre du béton de chanvre peut se faire manuellement ou d'une façon mécanisée sur un chantier ou encore en atelier par la préfabrication des éléments de mur ou blocs. La réalisation des parois peut se faire à l'aide des panneaux de coffrage ou par projection sur une face banchée. Pour les dallages et sols, le matériau est déversé, égalisé, tassé et taloché à la fin pour assurer une surface plane. Pour les toitures, un fond de coffrage est placé sous les éléments de la charpente et le coulage peut se faire par déversement ou par projection.

I.7.2 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

I.7.2.1. LA MASSE VOLUMIQUE

Les dosages en liant jouent un rôle important pour l'application du béton de chanvre. Un dosage faible en liant est attribué à la formulation type toiture tandis qu'un dosage élevé est utilisé pour les enduits. Pour chaque type d'application, des critères à remplir ont été retenus (Construire&Chanvre, 2011):

- Le béton de chanvre utilisé pour l'isolation des toitures a un dosage en liant faible avec une masse volumique apparente de l'ordre de 200 à 250 kg/m³ et une conductivité thermique de 0,06 W/(m.K).
- Pour les applications de type murs, la masse volumique apparente est de l'ordre de 400 kg/m³ avec une conductivité thermique de l'ordre de 0,1 W/(m.K) à 0 % HR. Pour les murs réalisés avec du coffrage perdu, on peut se permettre d'utiliser un béton moins dense de type toiture pour le remplissage des murs.
- Le béton de chanvre utilisé pour réaliser les dallages ou sols présente une masse volumique de l'ordre de 500 kg/m³ avec une conductivité thermique de 0,12 W/(m.K).

I.7.2.2. POROSITE ET SENSIBILITE A L'EAU

Le béton de chanvre présente une forte porosité essentiellement « ouverte » (supérieure à 70 % en volume) due à la structure tubulaire de la chènevotte ainsi qu'à l'arrangement des

particules dans la matrice liant. On distingue plusieurs tailles caractéristiques des pores (COLLET, et al., 2008):

- Des macropores (diamètres supérieurs à 1 mm) dus à l'arrangement imparfait des particules dans le mélange,
- Des mésopores (0,1 à 1 mm de diamètre) au sein des particules et du liant,
- Des micropores (inférieurs à 0,1 mm) dans la matrice liant.

L'addition de ciment à des mortiers de chaux aérienne conduit à une diminution progressive de la porosité et à la diminution des pores. Ceci a pour conséquence de diminuer les propriétés de perméabilité à la vapeur d'eau du matériau (ČERNÝ, et al., 2006) d'une part et d'augmenter la masse volumique du matériau d'autre part. La Figure 15 montre l'évolution de la porosité en fonction du dosage du liant pour différentes formulations.

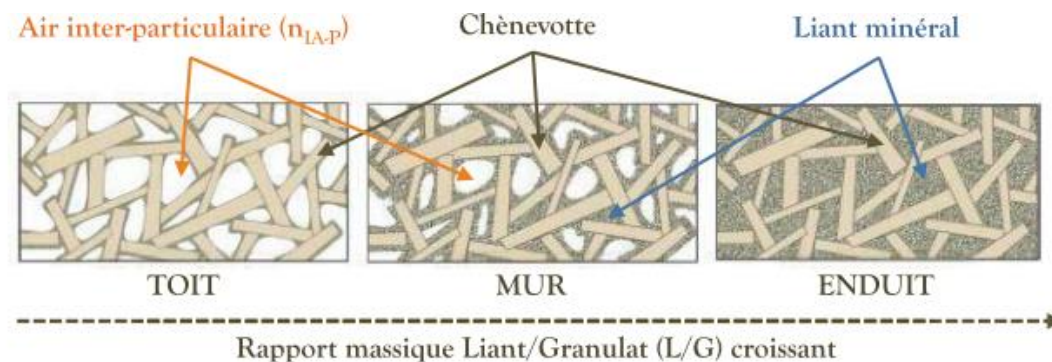


Figure 15 : Microstructure du béton de chanvre sec en fonction du dosage (EVRARD, 2005).

La porosité élevée du béton de chanvre influe sur sa sensibilité à l'eau. La chènevotte, dont 60 % de volume est occupé par l'air, présente un coefficient d'absorption d'eau élevé qui implique un temps de séchage long et une grande perte de masse. Pour évaluer le pouvoir absorbant de la chènevotte, (ARNAUD & GOURLAY, 2011) ont mesuré la sensibilité à l'eau ainsi que le degré de saturation. Les résultats prouvent que la chènevotte absorbe beaucoup d'eau en peu de temps, jusqu'à 2 à 3 fois son poids à l'état sec. Son degré de saturation est environ 95 % après 10 minutes d'immersion dans l'eau. En effet, la grande sensibilité de la chènevotte à l'eau aura tendance à perturber la formation des hydrates en présence des

liants minéraux ainsi que le durcissement du béton en créant une certaine compétition d'eau entre le chanvre et le liant si celui-ci est liant minéral.

La sensibilité à l'eau des particules de chènevotte influe sur le temps de séchage également. Différentes stratégies de séchage ont été adoptées : (CEREZO, 2005) a séché ses échantillons à 60°C dans une étuve ventilée et (MAGNIONT, 2010) à 103°C dans une étuve ventilée également. (COLLET, 2004) a opté pour un séchage au gel de silice avant de les introduire dans une étuve ventilée à 70°C. Ces différents procédés de séchage conduisent à des résultats variés et difficiles à comparer car les matériaux étudiés n'étaient pas identiques. Les travaux de (COLINART, et al., 2012) s'intéressent à l'influence des conditions de séchage sur une même formulation de béton chanvre-chaux par rapport à la teneur en eau et les propriétés thermiques à l'état sec. Les résultats montrent une teneur en eau élevée et une masse sèche plus faible pour les échantillons séchés à plus haute température. Le fait de sécher à haute température serait néfaste pour le matériau et pourrait engendrer un endommagement irréversible.

1.7.3 CARACTERISTIQUES MECANIQUES

Les caractéristiques mécaniques sont sensiblement liées à la formulation (dosage et type de liant, dosage en eau, interaction liant/fibre, granulométrie des fibres), l'âge du béton, le mode de mise en œuvre et les conditions de conservation.

Le comportement du béton de chanvre est élastoplastique et fortement ductile. Les déformations en compression excèdent 10 %, une plasticité élevée et pas de rupture fragile en général. En outre, (ARNAUD, 2000) et (CEREZO, 2005) ont souligné que les propriétés mécaniques atteignent rapidement un niveau initial, puis évoluent lentement pendant deux ans au moins, ce qui est typique de la cinétique de prise de la chaux. La courbe contrainte-déformation définit trois zones distinctes : une zone quasi-élastique initiale permettant de calculer le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν , ensuite un comportement élastoplastique avec des déformations permanentes plus marquées et un comportement ductile post pic (quand il existe).

La distribution granulométrique des fibres influe également sur le comportement mécanique. (ARNAUD & GOURLAY, 2011) ont étudié trois granulométries de fibres : la

granulométrie 1 est plus grossière que la granulométrie 2 et la granulométrie 3 est plus fine que les 2 premières. A 28 jours, les trois compositions présentent un comportement très ductile et des performances mécaniques élevées pour la granulométrie 1 et la granulométrie 2. Aux âges de 4 mois et 14 mois, c'est la granulométrie fine 3 qui présente une résistance à la compression élevée. En effet, la composition à granulométrie fine 3 présente une cinétique de prise lente au début avec de meilleures propriétés à long terme. La Figure 16 montre la courbe contrainte-déformation des trois granulométries.

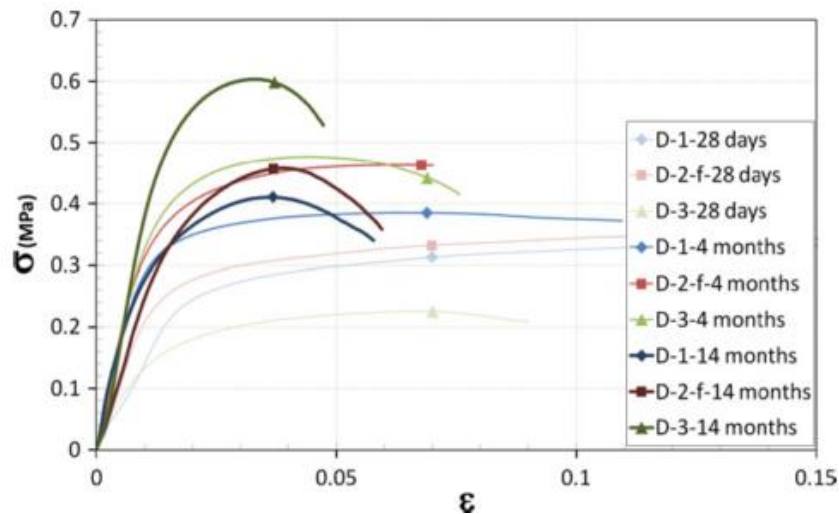


Figure 16 : Courbes de contrainte-déformation des bétons de chanvre en fonction de l'âge et la taille des fibres 1, 2 et 3 (ARNAUD & GOURLAY, 2011).

Plus le dosage en liant est important, plus les propriétés mécaniques seront proches de celles du liant. Pour les formulations avec un dosage en fibres élevé tel que « la formulation toit », on observe un palier de déformabilité ductile très étendu (CEREZO, 2005). D'autres paramètres tels que l'interaction entre particules et liant ou encore les conditions de cure (température et humidité) jouent également sur les propriétés mécaniques. Il faut toutefois éviter la compétition d'eau entre le liant et les fibres. Néanmoins, le comportement mécanique à la fois en compression et en traction est jugé trop faible, car il dépend du comportement mécanique du liant. Par conséquent, le béton de chanvre ne peut pas être utilisé comme élément porteur de la structure mais seulement à combler ou couvrir une structure avec une capacité de charge suffisante (NGUYEN, et al., 2009).

I.7.4 CARACTERISTIQUES HYGROTHERMIQUES ET PHENOMENES DE TRANSFERT

Des travaux importants sur les propriétés hygrothermiques du béton de chanvre-chaux ont été effectués et trois échelles ont été prises en compte : l'échelle du matériau, celle de la paroi et celle du bâtiment. Ces études ont permis de mettre en évidence les performances hygrothermiques du béton de chanvre qui contribuent au confort intérieur et des inconvénients tels que les problèmes de surchauffe en été. La complexité des transferts de vapeur d'eau et d'eau liquide au sein d'un matériau est également signalée. Toutefois, il convient de bien caractériser le comportement d'un matériau par rapport à ces phénomènes afin d'optimiser son utilisation (C&B, 2012). Parmi toutes les caractéristiques hygrothermiques, nous mettrons l'accent sur la conductivité thermique, les isothermes de sorption et la perméabilité à l'air.

I.7.4.1. CONDUCTIVITE THERMIQUE

Pour formuler un problème de transfert de chaleur, un bilan d'énergie est nécessaire pour évaluer le flux de chaleur entrant, le flux stocké, le flux généré et le flux sortant. Le transfert de chaleur dans un milieu poreux humide peut se faire par :

- Conduction,
- Convection,
- Rayonnement,
- Changement de phase (évaporation ou condensation de la vapeur d'eau),
- Diffusion de vapeur d'eau liée à un gradient de température et de teneur en eau

La transmission de la chaleur d'un matériau par conduction nous permet de définir sa conductivité thermique. Plusieurs travaux s'accordent sur le fait que la conductivité thermique du béton de chanvre peut varier du simple au double en fonction de sa masse volumique et l'humidité relative de l'ambiance (CEREZO, 2005), (MAGNIONT, 2010), (GLOUANNEC, et al., 2011), etc.

Dans les conditions ambiantes de 23°C et 50 % HR, (COLLET, 2004) trouve une conductivité thermique λ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) du béton de chanvre chaux variant entre 0,07 et 0,2 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour des formulations d'une masse volumique variant de 300 à 600 kg.m^{-3} tandis que (PRETOT, et al., 2009) trouvent des conductivités thermiques comprises entre 0,10 et 0,14 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour des formulations de type murs (masse volumique comprise entre 390 et 480 kg/m^3),

0,09 W.m⁻¹.K⁻¹ pour une formulation « toit ». En effet, plus on augmente le dosage en liant, plus la conductivité thermique et la résistance mécanique augmentent également. Cela s'explique par le fait que plus les fibres vont être noyées dans une quantité importante de liant, plus leurs capacités d'isolation thermique seront réduites (TRAN LE, 2010).

(CEREZO, 2005) trouve une conductivité thermique variant entre 0,09 et 0,16 W.m⁻¹.K⁻¹ pour des masses volumiques apparentes sèches variant entre 400 et 700 kg.m⁻³, (EVRARD, 2008) obtient des conductivités thermiques variant entre 0,11 et 0,12 W.m⁻¹.K⁻¹ pour des masses volumiques apparentes sèches également variant entre 460 et 500 kg.m⁻³.

D'autres grandeurs physiques telles que la capacité thermique massique ou chaleur spécifique, l'effusivité thermique et la diffusivité thermique sont reliées au transfert de chaleur. La capacité thermique C_T (J.K⁻¹Kg⁻¹) caractérise l'aptitude d'un matériau à stocker et restituer de l'énergie sous forme de chaleur par l'équation [E 1.1]. Il augmente avec l'humidité car elle dépend de λ . La diffusivité thermique a_T (m².s⁻¹) et l'effusivité thermique e_T (J.kg⁻¹. m⁻²s^{1/2}) sont directement liées à la conductivité thermique et la capacité thermique. Elles expriment respectivement la capacité à transmettre une variation de température et à échanger l'énergie thermique avec son environnement par les équations [E 1.2] et [E1.3]

$$c_T = \frac{\lambda_T}{\rho_A \cdot a_T} \quad [\text{E1.1}]$$

$$a_T = \frac{\lambda_T}{\rho_A \cdot c_T} \quad [\text{E 1.2}]$$

$$e_T = \sqrt{\lambda_T \rho_A c_T} \quad [\text{E 1.3}]$$

I.7.4.2. LES ISOTHERMES DE SORPTION

Les matériaux présentant une porosité dite « ouverte » tel que le béton de chanvre, ont la capacité d'échanger de l'humidité avec l'air ambiant. Lorsque l'humidité relative de l'air augmente à la surface du matériau, cela implique une augmentation de la masse apparente. Cette prise de masse appelée adsorption est un phénomène physique qui permet de fixer les molécules d'eau à la surface des pores d'une façon réversible. De même, une diminution d'humidité de l'air environnant entraîne une perte de masse apparente, c'est le phénomène de désorption. L'adsorption se décompose en trois phases permettant de décrire le comportement du matériau à l'échelle microscopique d'après la Figure 17 :

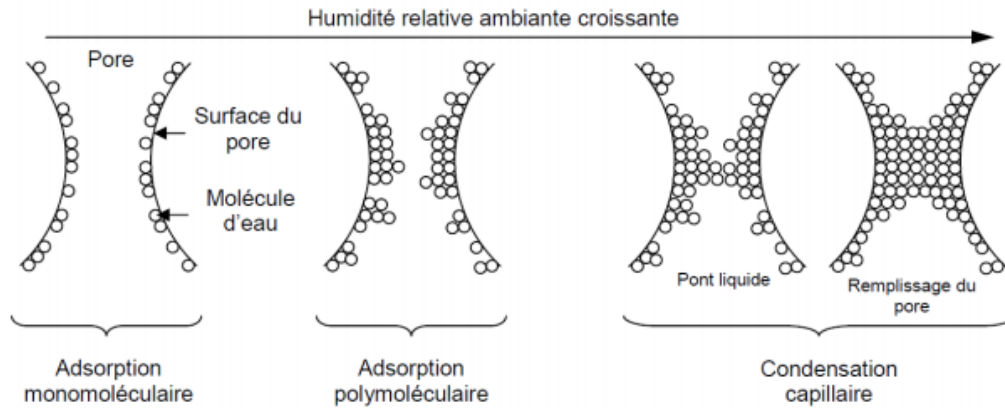


Figure 17: Mécanismes de fixation d'humidité.

L'isotherme d'adsorption est donnée par une humidité relative croissante à la surface d'un solide qui va de l'adsorption à la condensation capillaire. (SING, et al., 1985) ont suggéré un classement des isothermes en fonction de leur allure. Ce classement est donné sur la Figure 18 :

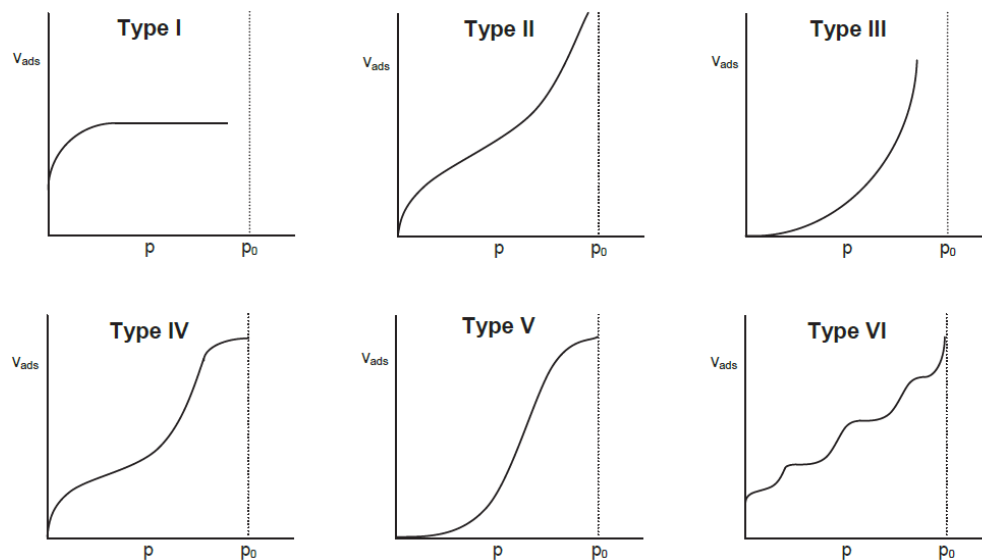


Figure 18 : Les différentes classes d'isothermes (SING, et al., 1985).

La teneur en eau mesurée en désorption peut être supérieure à la teneur en eau observée en adsorption. Ce phénomène est lié à l'effet de la « bouteille d'encre » (DAIAN, 1986), se produisant dans les pores ainsi qu'à la différence de mouillabilité des pores en adsorption et désorption évoquée par (LEON Y LEON, 1998). La classification des hystérésis a été réalisée sous forme de 4 types corrélés à différentes formes de pores (cf. Figure 19). Dans le type H1, les branches d'adsorption et de désorption sont quasiment parallèles tandis que le

type H2 peut être dû à des pores en forme de bouteille d'encre et/ou des pores interconnectés. Le type H3 ne présente pas de palier à la fin de l'adsorption avec une porosité rigide. Le type H4 ne présente pas de palier également avec une coexistence de forte microporosité et une faible microporosité.

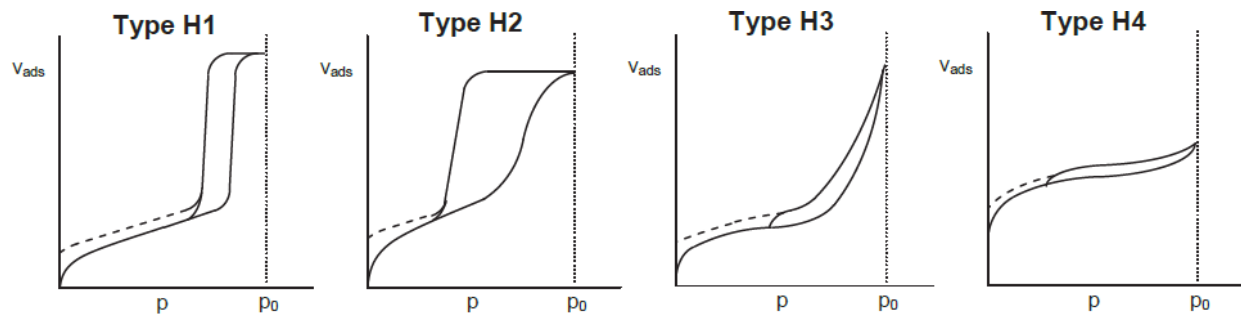


Figure 19 : Classification des hystérésis d'adsorption/désorption **(SING, et al., 1985)**.

La composition du béton de chanvre, la mise en œuvre et les conditions de cure vont influencer la courbe de sorption et son hystérésis. Les travaux de (PEUKURI, et al., 2005) ont montré que les isothermes de sorption des matériaux celluloseux ne sont pas influencées par le temps d'équilibre hydrique ou le nombre de point de mesure, mais surtout par la température de séchage dans le cas d'un séchage en étuve ventilée. Les travaux de (COLINART, et al., 2012) et (NOZAHIC, 2012) ont permis de mettre en évidence l'effet des conditions de séchage sur la teneur en eau du matériau et en particulier le béton de chanvre qui est fortement hygroscopique comparé aux enduits chaux/chanvre et chaux/sable.

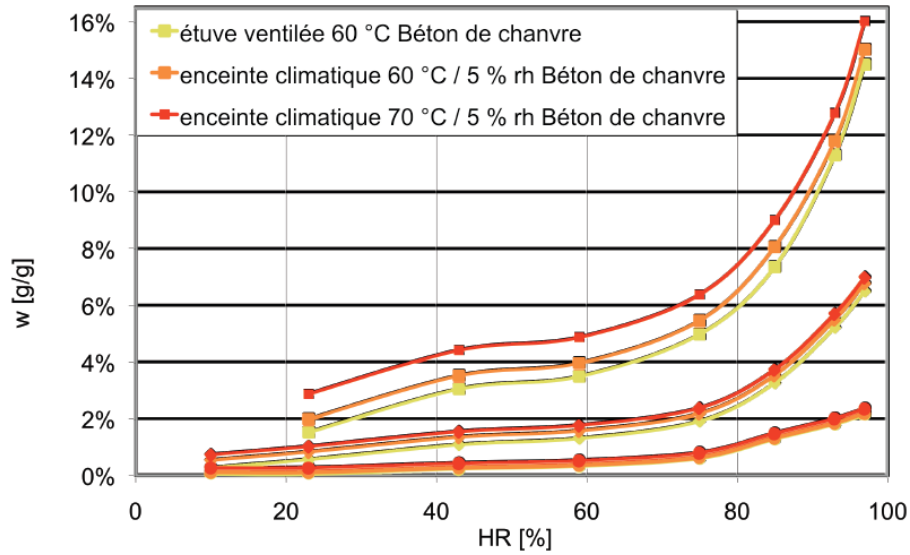


Figure 20 : Courbe de sorption du béton de chanvre et des enduits chaux/chanvre et chaux/sable en fonction des conditions de séchage (COLINART, et al., 2012).

I.7.4.3. LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU

La perméabilité d'un matériau définit sa capacité à se laisser traverser par un fluide sous l'action d'une pression entre ses deux faces opposées. Elle désigne le rapport de la quantité de vapeur d'eau traversant un matériau par unité d'épaisseur, de temps et par unité de différence de pression de vapeur régnant de part et d'autre du matériau. Pour caractériser ce paramètre, une méthode normalisée dite « méthode de la coupelle » est présentée sous la norme NF EN ISO standard 12571 (AFNOR, 2000). Elle consiste à imposer un gradient de pression de vapeur constant et unidimensionnelle en condition isotherme à un échantillon d'épaisseur d .

$$\delta = Wd = \frac{G d}{A \nabla p_v} = \frac{g d}{\nabla p_v} \quad [E1.4]$$

$$\mu = \frac{\delta_a}{\delta} \quad [E1.5]$$

Où δ est la perméabilité à la vapeur en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$, W est la perméance à la vapeur d'eau en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$, d est l'épaisseur de l'éprouvette, G est le flux de vapeur d'eau à travers l'éprouvette en $\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$, g est la densité du flux en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$, A est l'aire de l'éprouvette en m^2 , ∇p_v est la différence de pression partielle de part et d'autre en Pa.

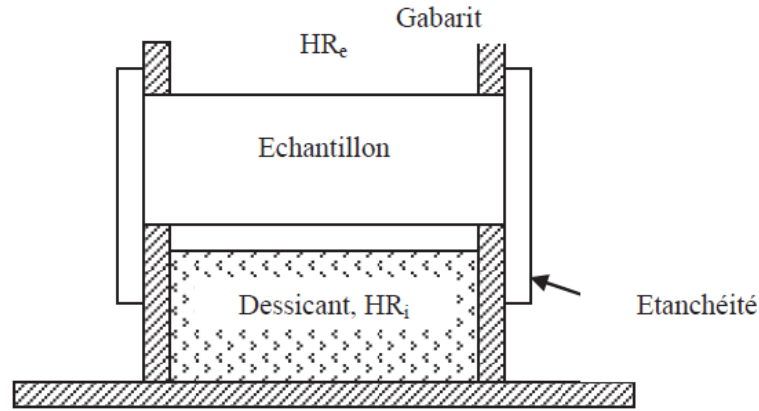


Figure 21 : Principe de la mesure de la perméabilité par la méthode de la coupelle.

La perméabilité mesurée dépend de l'état de saturation du matériau. Dans les matériaux secs, le transfert est rapide tandis que dans les matériaux saturés, le transfert est lent. Pour la phase intermédiaire, il y aura des chemins préférentiels et plus de difficultés pour les pores remplis d'eau. Il dépend également de la température et de l'humidité relative du matériau. Les formulations de béton de chanvre-chaux étudiées par (COLLET, et al., 2013) présentent une perméabilité à la vapeur d'eau δ de $3,2E-11 \text{ kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ et $2,5E-11 \text{ kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ respectivement pour une humidité relative faible de 0/50 et moyenne de 0/85.

Le couplage de la perméabilité et de l'isotherme de sorption va nous permettre de calculer la diffusivité hydrique qui s'exprime sous la formule [E1.6] :

$$D_u = \frac{\delta P_{vs}}{\rho_0} \frac{1}{\frac{\partial w}{\partial \phi}} \quad [\text{E1.6}]$$

Où D_u est le coefficient de diffusion hydrique dans le milieu poreux en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$, P_{vs} est la pression de la vapeur saturante en Pa, ρ_0 est la masse volumique apparente sèche du matériau en kg/m^3 et $\frac{\partial w}{\partial \phi}$ est la dérivée de l'isotherme de sorption.

I.7.5 PROPRIETES ACOUSTIQUES

L'acoustique est une étude du son. Le son est une vibration (onde) mécanique qui va créer une différence de pression appelée pression acoustique au niveau du tympan pour créer une sensation sonore. Etudier l'acoustique d'un local nous permet de contribuer au confort

de l'être humain soit en disposant des protections telles que les matériaux isolants au sein du local soit en effectuant des corrections pour améliorer la qualité de l'écoute.

Les performances acoustiques du béton de chanvre sont fortement liées à sa porosité qui varie entre 65 et 80 % avec un coefficient d'absorption qui dépasse 0,5 pour une large gamme de fréquence. Ces propriétés peuvent varier en fonction des caractéristiques du béton telles que la granulométrie de la chènevotte, le type de liant, le ratio chanvre/liant et la quantité d'eau.

Les travaux de (GLE, et al., 2012) ont permis de mettre en évidence que plus les particules de chènevotte sont fines, plus le coefficient d'absorption et l'indice d'affaiblissement sont élevés. De même, l'augmentation de la densité de la chènevotte implique un meilleur arrangement granulaire qui induit une meilleure absorption acoustique aux basses fréquences et améliore l'indice d'affaiblissement.

Les travaux de (ASDRUBALI, 2006) montrent que les matériaux issus de fibres végétales ont des propriétés acoustiques similaires à celles des matériaux synthétiques traditionnellement utilisés (Figure 22). Le coefficient d'absorption acoustique des fibres de cellulose est plus prometteur comparé à la laine minérale ou le polystyrène. Pour effectuer une correction acoustique d'un local, les fibres de celluloses mouillées sont directement pulvérisées sur les murs ou le plafond. Ces fibres proviennent de journaux recyclés principalement auxquels on ajoute des produits retardateurs de flamme et biocides.

Le béton de chanvre présente des bonnes performances en absorption acoustique avec un coefficient d'absorption compris entre 0,5 et 0,9 (SAMRI, 2008), (ARNAUD & GOURLAY, 2011). Ces performances sont difficiles à modéliser à cause d'une porosité multi échelles du matériau (CEREZO, 2005).

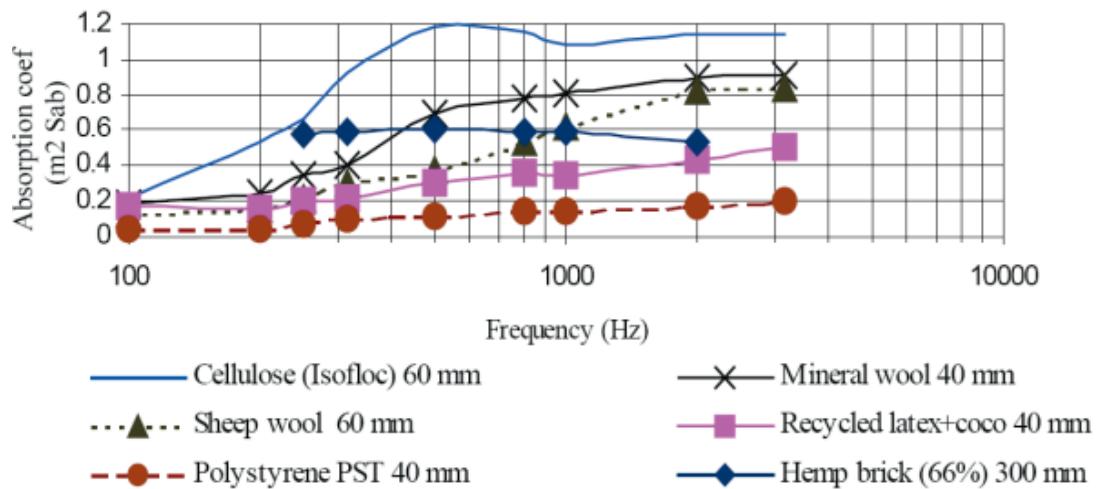


Figure 22 : Coefficient d'absorption acoustique des matériaux issus de fibres végétales (ASDRUBALI, 2006).

1.7.6 REACTION AU FEU

La réaction au feu d'un matériau exprime son aptitude à s'enflammer, à contribuer au démarrage et à la propagation d'un incendie. On détermine la réaction au feu des matériaux de construction par des essais qui consistent à soumettre les produits à des sollicitations thermiques. On évalue ainsi leur comportement au feu par rapport à des critères de performance qui portent sur leur inflammabilité.

Pour qu'une combustion se produise, il faut trois éléments principaux : le combustible, le carburant et l'énergie. Ces trois éléments forment ce qu'on appelle le triangle de feu qui apparaît sur la Figure 23 (SAINRAT & CHESNE, 2005) :

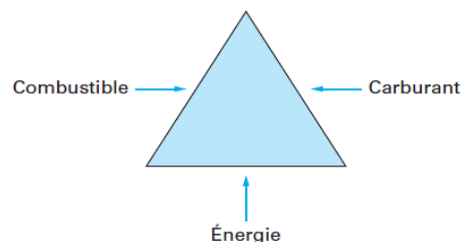


Figure 23 : Triangle de feu.

Le processus de combustion se résume principalement en quatre étapes importantes : dans un premier temps, il y a un échauffement de la surface (ou augmentation de la température) dû à une source de chaleur telle qu'un rayonnement ou une flamme. L'évolution de la

température est fonction de l'intensité de la source de chaleur et des propriétés du matériau (conductivité thermique, chaleur latente de fusion et d'évaporation, etc.). Après l'échauffement, il y a la dégradation, l'inflammation et enfin la propagation. La Figure 25 donne en résumé un classement des essais de comportement au feu.

Les essais de comportement au feu s'effectuent de deux manières : il existe des essais fondamentaux mesurant les grandeurs physiques qui vont ensuite nous permettre de modéliser le comportement au feu et également des essais à l'échelle. Les mesures de débit calorique au laboratoire permettent de créer un lien technique et scientifique entre les essais fondamentaux et les essais à l'échelle. Les essais de réaction au feu au laboratoire permettent d'avoir des informations sur un matériau telles que:

- L'allumabilité,
- La fusibilité,
- Le débit calorique,
- L'opacité des fumées,
- La propagation de la flamme,
- L'analyse des gaz dégagés ou encore
- La corrosivité des fumées

Les résultats des essais de comportement au feu permettent de faire un classement du matériau et d'indiquer ainsi ses performances. Une correspondance entre Euroclasses et les niveaux d'exigences M utilisés auparavant a été établie (Figure 25). Peu de résultats sur le comportement au feu du béton chanvre ont été publiés jusqu'à maintenant : dans le rapport AGROBAT, le béton de chanvre pourrait bénéficier de la classe B, voire plus.

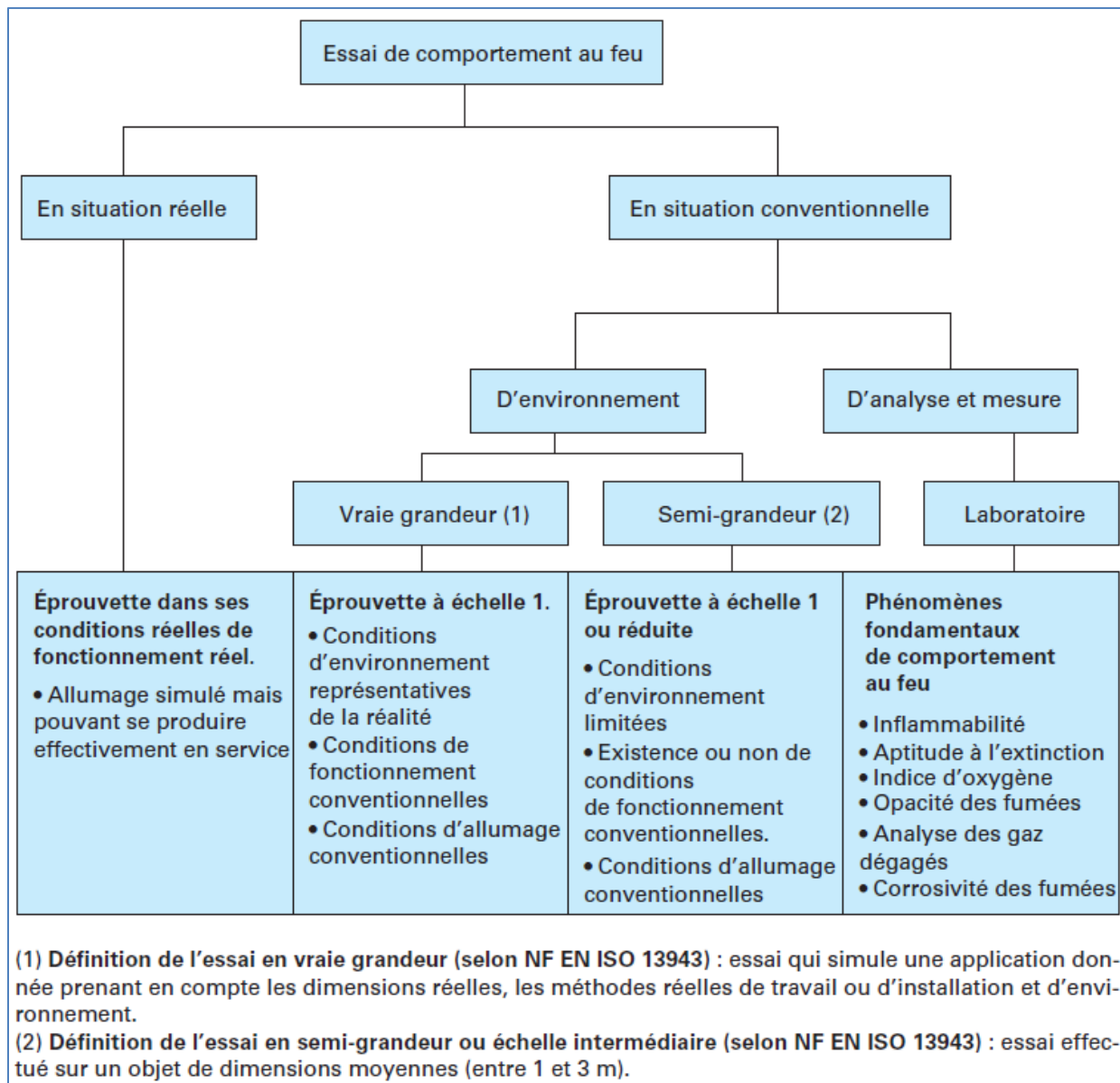


Figure 24 : Classement des essais de comportement au feu (SAINRAT & CHESNE, 2005).

Euroclasses selon NF EN 13 501-1			Exigences
A1			Incombustible
A2	s1	d0	M0
A2	s1	d1 (1)	M1
A2	s2 s3	d0 d1 (1)	M2
B	s1 s2 s3	d0 d1 (1)	
C (3)	s1 (2) (3) s2 (3) s3 (3)	d0 d1 (1)	
D	s1 (2) s2 s3	d0 d1 (1)	M3
			M4 (non gouttant)
E sauf E-d2			M4
F			–
(1) Le niveau de performance d1 est accepté uniquement pour les produits qui ne sont pas thermofusibles dans les conditions de l'essai. (2) Le niveau de performance s1 dispense de fournir les informations prévues par l'arrêté du 4 novembre 1975 modifié portant réglementation de l'utilisation de certains matériaux et produits dans les établissements recevant du public et l'instruction du 1er décembre 1976 s'y rapportant. (3) Admissible pour M1 si non substantiel au sens de la définition de l'annexe 1.			

Figure 25 : Correspondance entre Euroclasses et niveau d'exigence M pour les produits de construction autres que le sol.

I.8 CONCLUSION

La plupart des travaux effectués sur le comportement du béton de chanvre en général ne concerne que les bétons de chanvre à matrice minérale. Les liants utilisés sont caractérisés par des évolutions de performances mécaniques dans le temps et influencés par les proportions d'eau mise en œuvre dans les mélanges. L'objet de cette étude est de remplacer la matrice minérale par une matrice agropolymère à base d'amidon de blé afin de formuler un béton de chanvre 100 % végétal. Néanmoins, peu d'études ont été effectuées sur le béton

de chanvre à liant d'origine végétale tel que l'amidon. Dans la suite de cette étude, il sera nécessaire de formuler le matériau chanvre-amidon dans un premier temps et d'étudier ses propriétés mécaniques sous l'influence de différents paramètres afin d'optimiser son comportement.

I.9 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AFNOR, 2000. NF EN ISO 12571: 2000 : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment. Détermination des propriétés de sorption hygroscopique, AFNOR.
- AFNOR, 2001. NF EN ISO 12572: 2001 : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment. Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau, AFNOR.
- ALVAREZ, V., VAZQUEZ, A. & BERNAL, C., 2005. Fracture behaviour of sisal fibre –reinforced starch based composite. *Polymer composite*, 26(3), pp. 316-323.
- Anon., 1988. Durability of natural fibres in concrete technology and design, *Natural fibre reinforced cement and concrete*, s.l.: s.n.
- ARNAUD, L., 2000. Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools : experimental and theoretical approaches, *Wolfsburg : Bioresource hemp 2000 & other fibre crops*.
- ARNAUD, L. & GOURLAY, E., 2011. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and building materials*, 28(1), p. 50–56.
- ASDRUBALI, F., 2006. Survey on the acoustical properties of new sustainable materials for noise control, *Tampere, Finland.: Euronoise* .
- AVEROUS, L., 2004. Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch. *Journal of macromolecular science*, 44(3), pp. 231-274.
- BALEY, C., 2013. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'ingénieur.*,
- BOUTIN, M. P., FLAMIN, C., QUINTON, S. & GOSSE, G., 2006. Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par l'analyse de son cycle de vie, s.l.: Ministère de l'agriculture et de la pêche.
- C&B, 2012. Etat des lieux des connaissances actuelles sur le fonctionnement hygrothermique des matériaux biosourcés, s.l.: Document technique Construire et Bioressources .
- CEREZO, V., 2005. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique, *Thèse de l'INSA de Lyon*.
- ČERNÝ, R. et al., 2006. Effect of pozzolanic admixture on mechanical, thermal and hygric properties of lime plasters. *Construction and Building Material*, 20(10), pp. 849-857.
- CHAMOIN, 2013. Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de béton de chanvre par maîtrise de la formulation, *Thèse de doctorat de l' INSA de Rennes*.
- COLINART, T., PIERRE, T. & GLOUANNEC, P., 2012. Vers une définition de l'état sec d'agro-matériaux à base de chanvre, *Savoie: XXXe Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry*.

- COLLET, F., 2004. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux, Thèse de doctorat de l'INSA de Rennes.
- COLLET, F., BART, M., SERRES, R. & MIRIEL, J., 2008. Porous structure and water vapour sorption of hemp based materials. *Construction and Building Materials*, 22(6), pp. 1271-1280.
- COLLET, F., CHAMOIN, J., PRETOT, S. & al., a., 2013. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy and Buildings*, Volume 62, pp. 294-303..
- Construire&Chanvre, 2011. Règles professionnelles d'exécution d'ouvrage en bétons de chanvre, s.l.: Association Construire en Chanvre, révision 2011.
- DAIAN, J. F., 1986. Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau méso et macroporeux. Etude expérimentale du mortier de ciment, s.l.: Thèse de doctorat de l'Université de Grenoble : USTMG/INPG.
- DO THI, V. V., 2011. Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, s.l.: Thèse de l'université de Grenoble et de l'université des sciences de Hochiminh ville.
- ELFORDY, S. et al., 2008. Mechanical and thermal properties of lime hemp concrete ("hempcrete") manufactured by projection. *Construction and Building Materials*, pp. 22(10) 2116-2123.
- EVARD, A., 2008. Transient hygrothermal behaviour of lime hemp materials, s.l.: Thèse de l'université catholique de Louvain.
- EVARD, A., 2005. Bétons de chaux et de chanvre : Phénomènes de transferts de chaleur et de masse & comportements sous des sollicitations dynamiques, s.l.: Rapport de DEA, Université catholique de Louvain.
- GLE, P., GOURDON, E. & ARNAUD, L., 2012. De la mesure des propriétés acoustiques des bétons de chanvre à la caractérisation des matières premières, s.l.: Actes des congrès Ecobat sciences et techniques.
- GLOUANNEC, P. et al., 2011. Propriétés physiques de bétons de chanvre, s.l.: Matériaux & techniques 99, EDP Sciences.
- GRAM, H. E., 1988. Durability of natural fibres in concrete. *Natural fibre reinforced cement and concrete* éd. UK: Blackie and Son Ltd.
- JUAREZ, C., DURAN, A., VALDEZ, P. & FAJARDO, G., 2005. Performance of "Agave Lecheguilla" natural fibre in Portland cement composites exposed to severe environment conditions. *Building and Environment*, 42(3), p. 1151-1157.
- L, A., 2000. Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools : experimental and theoretical approaches.

- LEGIFRANCE, 2012. Arrêté du 19 décembre 2012 relatif au contenu et aux conditions d'attribution du label « bâtiment biosourcé » : Article 4. [En ligne]
Available at:
<http://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000026810976&dateTexte=&categorieLien=id>.
[Accès le 2014].
- LEON Y LEON, C. A., 1998. New perspectives in mercury porosimetry. *Advances in Colloid and Interface science*, Volume 76-77, pp. 341-342.
- LI, Z., WANG, X. & WANG, L., 2006. Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. *Composites part A : applied science and manufacturing* , pp. vol. 37, no. 3, pp. 497-505.
- MAGNIONT, C., 2010. Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un éco-matériau de construction à base d'agro-ressources, Toulouse.
- MISHRA, S. & NAIK, J. B., 1999. Studies on swelling behaviour of wood-polymer composites based on agro-waste and HDPE in steam water at ambient temperature. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 38(5), pp. 1051-1058.
- MONNET, D., 2008. Etude de l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux amyliés par sélection et /ou modifications structurales dirigées, Thèse de l'Université de Reims Champagne-Ardenne.
- MUTJE, P. et al., s.d. Effect of maleate polypropylene as coupling agent for polypropylene composites reinforced with hemp strands. *J. Appl. Polym. Sci*, 102(1), pp. 833-840.
- NGUYEN, T., PICANDET, V., AMZIANE, S. & BALEY, C., 2009. Influence of compactness and hemp hurds characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. *European journal environment civil engineering* , 13(9), pp. 1039-1050.
- NOZAHIC, V., 2012. Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal. Thèse de l'université Blaise Pascal-Clermont II, p. .
- ORTEGA, O. & PELLETIER, L., 2011. Rapport sur les contrats de performance énergétique. [En ligne]
Available at: http://www.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/Rapport_definitif_contrats_performance_energetique-2.pdf
- OUMEZIANE, A. Y., 2013. Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre, s.l.: Thèse de l'INSA de Rennes.
- PEUKURI, R., RODE, C. & HANSEN, K. K., 2005. Effect of method, step size and drying temperature on sorption isotherms, Reykjavík, 7th Nordic Symposium on Building Physics in the Nordic Countries.
- PLA2004, s.d. Plan Climat 2004. Face au changement climatique agissons ensemble, s.l.: s.n.

- PRETOT, S., COLLET, F., GLOUANNEC, P. & LANG, V., 2009. Variation des propriétés thermiques de bétons de chanvre en fonction de la formulation, Vannes : Editions Société Française de Thermique, ISBN : 2.
- RAGHOUBI, M., 2010. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, s.l.: Thèse de l'université Henri Poincaré Nancy 1.
- ROSA, D. S. et al., 2008. Evaluation of enzymatic degradation based on the quantification of glucose in the thermoplastic starch and its characterization by mechanical and morphological properties and NMR measurements. *Polymer Testing*, 27(7), pp. 827-834.
- RT, 2012. Ministère de l'Ecologie, du Développement durable, et de l'Energie- Exigences réglementaires pour la construction des bâtiments neufs. La Réglementation thermique 2012. [En ligne]
Available at: <http://www.developpement-durable.gouv.fr/Chapitre-I-La-reglementation.html>.
- SAINRAT, A. & CHESNE, L., 2005. Essais normalisés de réaction au feu. *Techniques de l'ingénieur*.
- SAMRI, 2008. Analyse Physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique , Thèse de doctorat de l'INSA de Lyon.
- SEDAN, D., 2007. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat de l'université de Limoges.
- SING, K. S. W. et al., 1985. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry*, 57(4), pp. 603-619.
- STANOJLOVIC, D. A., 2006. Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles-application à l'emballage alimentaire, Thèse de l'Université du Sud Toulon-Var.
- TRAN LE, A. D., 2010. Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application dans le bâtiment, Thèse de l'université de Reims Champagne-Ardenne.
- VALLO, C., KENNY, J. M. V. A. & CYRAS, V. P., 2004. Effect of chemical properties of starch-based blends reinforced with sisal fiber. *Journal of composite materials*, 38(16), pp. 1387-1399.
- VIGNON, M., GRARCIA-JALDON, C. & DUPEYRE, D., 1995. Steam explosion of woody hemp "chènevotte". *international journal of biology macromolecular*, Volume 17, pp. 395-404.

CHAPITRE 2

FORMULATION ET CARACTERISATION DE L'AGROMATERIAU CHANVRE-AMIDON BRUT

II.1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous étudions la formulation de l'agromatériau chanvre-amidon brut et sa caractérisation mécanique et acoustique. La formulation optimale du liant sera abordée ainsi que l'influence de la teneur en liant dans le matériau.

Le liant est préparé à part puis mélangé avec la chènevotte pour former l'agromatériau chanvre-amidon. La résistance à la compression, le module de Young ainsi que la résistance à la traction par flexion ont été évalués en fonction du rapport massique Amidon/Chanvre (A/C) variant de 0,14 à 0,38. Les propriétés mécaniques étudiées évoluent en fonction du rapport A/C.

A l'issue de ce chapitre, nous allons déterminer le rapport Amidon/Chanvre optimal qui sera pris en compte dans les chapitres suivants.

II.2. MATERIAUX

Les matériaux utilisés au cours de cette étude ont été fournis par les partenaires industriels. L'amidon de blé a été fourni par l'entreprise « Chamtor » basée à Bazancourt tandis que les fibres de chènevottes ont été fournies par l'entreprise «Le bâtiment associé» basée à Muizon.

II.2.1. LA CHENEVOTTE

Les fibres de chènevottes KANABAT sont utilisées en tant que granulats végétaux. Elles sont cultivées par la coopérative « la chanvrière de l'Aube » en Champagne-Ardenne (LCDA). La longueur des particules est environ 20 mm avec une largeur maximale de 4 mm et une épaisseur maximale de 1,3 mm. La masse volumique est de 110 kg.m^{-3} . Les fibres sont conservées dans une chambre climatisée à 23°C et 50 % d'humidité relative.

II.2.2. L'AMIDON

L'amidon NATILOR utilisé présente une masse volumique de 565 kg.m^{-3} . En présence de l'eau chauffée à partir de 60°C , les grains d'amidon gonflent sous un processus de

gélatinisation irréversible. L'amidon dissous dans l'eau sert de liant et permet de rapprocher les fibres entre elles. Il stabilise ainsi la structure composite formée afin d'assurer la transmission des forces de cisaillement entre les fibres.

II.3. FORMULATION DE L'AGROMATERIAU CHANVRE-AMIDON

II.3.1. PREPARATION DU LIANT

Pour éviter la compétition d'eau entre l'amidon et la chènevotte, la quantité de liant nécessaire est préparée à part. Le liant doit contenir autant d'amidon que possible et une teneur en eau adéquate pour éviter un mélange de chènevotte humide et de poudre d'amidon sèche. Pour avoir les proportions optimales d'eau et d'amidon dans le liant, les valeurs de la viscosité cinématique et la tension superficielle du liant doivent être maximales, réciproquement pour que la teneur en amidon soit adéquate (pouvoir d'adhésion du liant) et pour que le liant ait le pouvoir de s'étaler facilement sur les fibres. La Figure 1a montre l'amidon de blé en poudre tandis que la Figure 1b montre le liant préparé à base d'amidon.

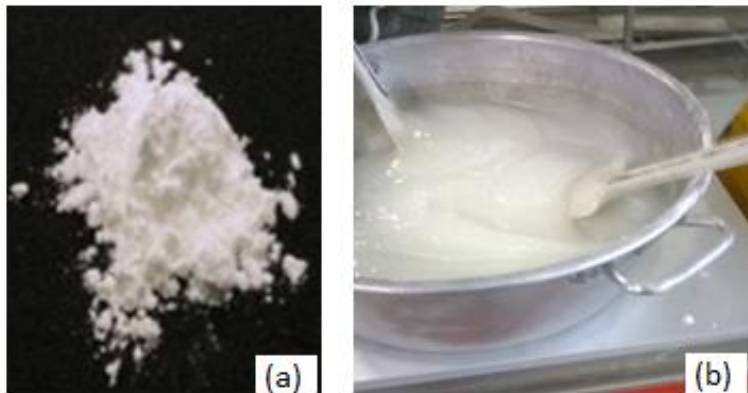


Figure 1 : L'amidon de blé : (a) en poudre (b) sous forme de liant.

Dans le but d'optimiser la formulation du liant, plusieurs mélanges sont réalisés et étudiés en fonction du rapport massique Amidon/Eau variant de 0 à 0,2. Les résultats de (LE, et al. 2014) montrent que les compositions ayant une tension superficielle supérieure à 47.10^{-3} N.m⁻¹ et une viscosité cinématique supérieure à $2,4.10^{-3}$ Pa.s ont le pouvoir de s'étaler plus facilement sur les fibres et de générer un pouvoir collant suffisant pour permettre l'adhésion.

Le rapport Amidon/Eau égal à 0,2 a été retenu et sera maintenu constant dans la partie suivante de cette étude. En revanche, le rapport massique Amidon/Chanvre (A/C) sera variable afin de déterminer l'influence du taux de la chènevotte sur les caractéristiques mécaniques de l'agrocomposite.

II.3.2. FABRICATION DES EPROUVETTES

Pour préparer l'agromatériau chanvre-amidon, la quantité nécessaire de chènevotte est introduite dans le malaxeur. Le rapport massique Amidon/Chanvre a été varié de 0,14 à 0,38 pour optimiser les propriétés mécaniques. Le rapport massique A/E a été maintenu à 0,2 pour toutes les compositions.

La préparation des mélanges s'effectue en imprégnant les fibres du liant préparé à part. Le temps de malaxage est de 10 minutes au total. La séquence de malaxage adoptée est la suivante :

- Introduire la chènevotte dans le malaxeur,
- Ajout du liant préparé,
- Malaxage pendant 5 minutes,
- Arrêt pendant 1 minute pour homogénéiser le mélange avec les fibres non imprégnées se trouvant sur le contour du malaxeur,
- Malaxage pendant 5 minutes.

Le mélange chanvre-amidon obtenu est ensuite compacté sous une pression de 0,25MPa dans les moules de 100*100*100 mm³ pour les essais de compression et 100*100*400 mm³ pour les essais de flexion. Après le compactage, les moules remplis sont placés dans une salle à 23°C et 50 % d'humidité relative, puis démoulés après 48 heures. Les échantillons obtenus sont séchés dans la même salle pour perdre l'excès d'eau jusqu'à la stabilisation de leur masse entre 40 et 50 jours. Le Tableau 1 montre les rapports massiques Amidon/Chanvre étudiés.

A/C	0,14	0,16	0,19	0,21	0,24	0,27	0,31	0,38
-----	------	------	------	------	------	------	------	------

Tableau 1 : Les rapports massiques A/C étudiés

La Figure 2a montre une vue macroscopique d'un échantillon séché pour le rapport massique A/C = 0,31 tandis que la Figure 2b montre le recouvrement de deux chènevottes par le liant à base d'amidon de blé.



Figure 2 : (a) Image macroscopique d'un échantillon chanvre-amidon, (b) Gross. x 200 chènevottes liées entre elles par le liant d'amidon de blé.

II.4. PROPRIETES MECANIQUES

Pour caractériser la rigidité du matériau, le comportement mécanique a été évalué par des essais de compression et de flexion quatre points précédés par la mesure de la masse volumique apparente.

II.4.1. MASSE VOLUMIQUE APPARENTE

La masse volumique apparente a été déterminée après le séchage des échantillons à l'aide d'une balance de précision 0,001g pour effectuer les pesées ainsi qu'un pied à coulisse de précision 0,01mm pour mesurer la taille des échantillons. Pour chaque composition, 5 échantillons ont été utilisés.

La Figure 3 montre la variation de la masse volumique en fonction du rapport massique Amidon/Chanvre. L'augmentation de la teneur en liant dans la formulation du chanvre-amidon implique visiblement l'augmentation de la masse volumique apparente, variant de 160 à 177 kg.m⁻³, avec un optimum pour la composition A/C = 0,31. En revanche, pour le rapport massique A/C = 0,38, on observe une masse volumique inférieure à celle de la composition ayant le rapport massique A/C = 0,31. Ceci est dû au fait que la composition

ayant le rapport massique $A/C = 0,38$ présente un surplus de liant qui s'échappe pendant le compactage, puis un grand retrait après le séchage.

Ces résultats montrent qu'il existe une quantité de liant optimale pour que toutes les fibres soient complètement enrobées par celui-ci. On constate également une dispersion dans les résultats avec un écart considérable pour les rapports massiques A/C faibles. Notons que la masse volumique de la composition optimale retenue de 177 kg/m^3 reste inférieure à celle du béton de chanvre-chaux (200 à 500 kg/m^3).

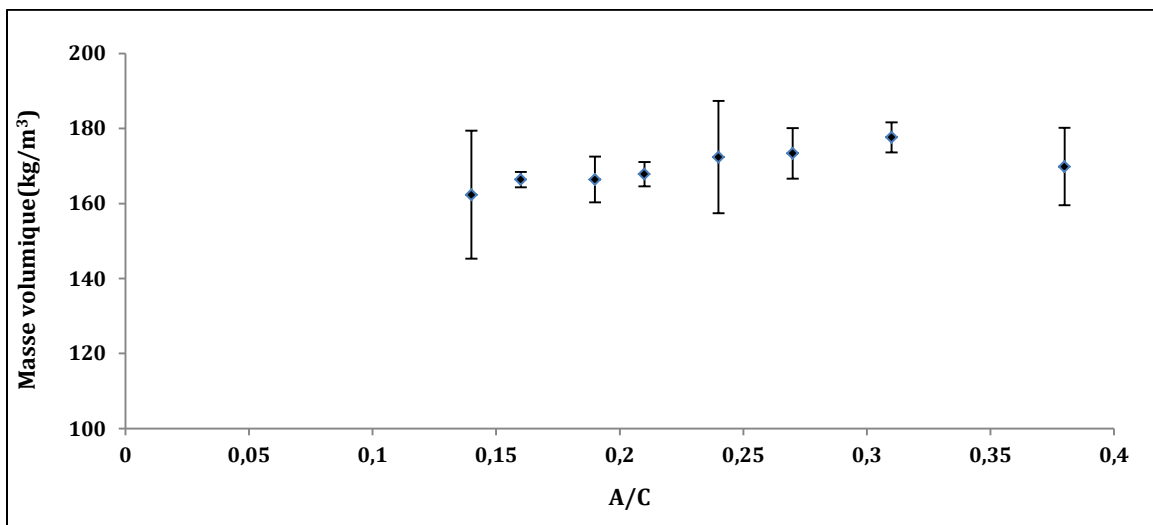


Figure 3 : Masses volumiques en fonction du rapport massique A/C .

II.4.2. ESSAIS DE COMPRESSION

Des essais de compression sont réalisés sur des échantillons secs à une vitesse constante de chargement de $0,1 \text{ mm.s}^{-1}$ avec un appareil Instron 8801 (Grove City, Etats-Unis). Ils sont effectués perpendiculairement à l'orientation privilégiée par les chènevottes pendant le compactage et permettent de déterminer pour toutes les compositions : la courbe contrainte-déformation (Figure 5) et le module de Young (Figure 6). Pour chaque composition, 5 échantillons ont été utilisés.

La contrainte correspond au rapport de l'effort appliqué à la surface de contact. La déformation est estimée en rapportant la variation de hauteur de l'éprouvette à la hauteur initiale. La résistance à la compression est alors prise égale à la valeur correspondant à la limite du comportement élastique, en accord avec les travaux de (ELFORDY, et al. 2008) et

(MOUNANGA, et al. 2009). On constate que la résistance à la compression augmente avec le taux de liant, avec un maximum de 0,41 MPa pour la composition dont le rapport massique est $A/C = 0,31$.

En raison du processus de fabrication, les fibres de chènevotte ont tendance à s'orienter dans des plans parallèles par rapport au plan de compactage. Tout comme la valeur de la masse volumique, la résistance à la compression et le module de Young augmentent avec la diminution de la teneur en fibres. Il est intéressant de noter que l'effet de la compression sur l'agrocomposite chanvre-amidon engendre une augmentation continue de la contrainte jusqu'à l'obtention d'une grande déformation supérieure à 25% tout en évitant une rupture brutale du matériau (Figure 4c). Ce phénomène est similaire à celui observé dans certains matériaux très poreux soumis à une compression ou contrainte d'indentation (BRIGITTE DE BRUIJN, et al. 2009), (TRAN LE 2011) . Il ne nous est donc pas possible d'enregistrer une rupture par compression.

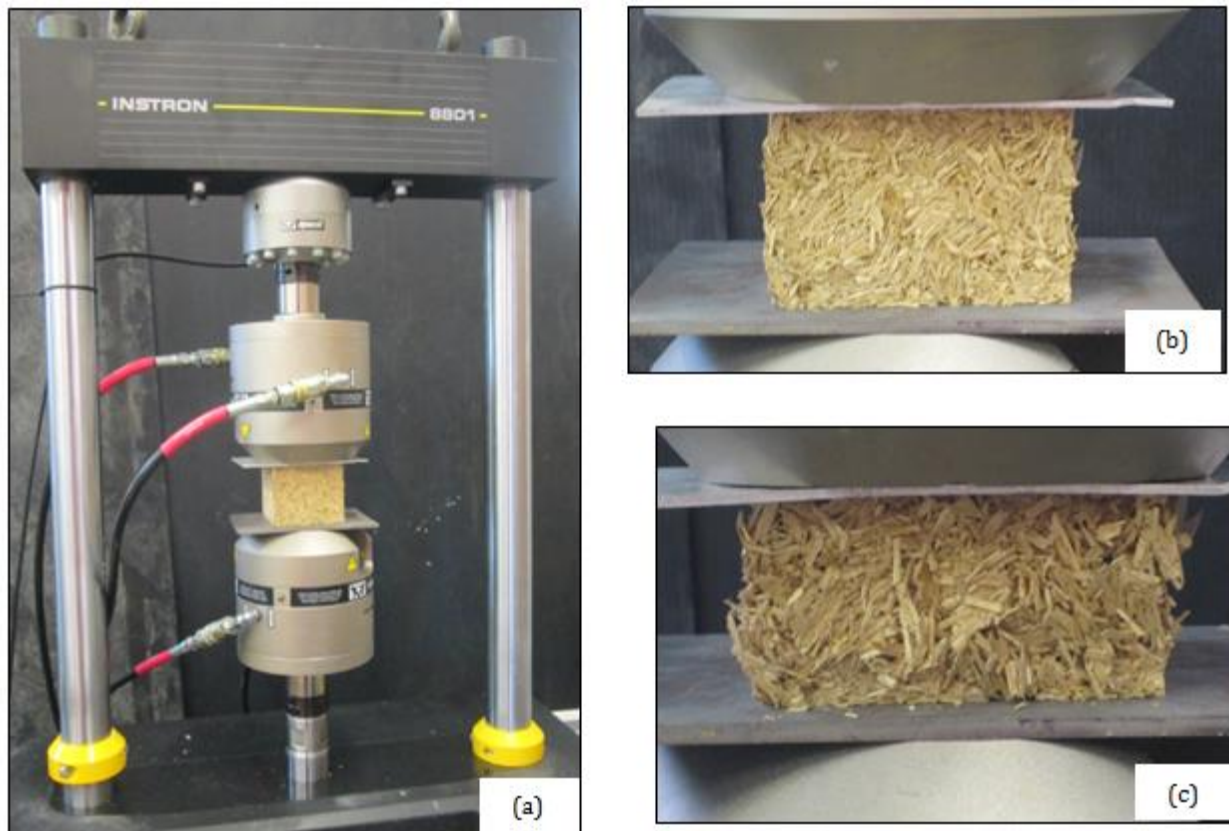


Figure 4 : (a) Dispositif expérimental pour l'essai de compression, (b) avant l'écrasement de l'échantillon et (c) après l'écrasement.

D'après les travaux de (V. CEREZO 2005) et (BRIGITTE DE BRUIJN, et al. 2009), le béton de chanvre possède un comportement élastoplastique, une forte déformabilité sous contrainte et la possibilité de reprise des efforts même après avoir atteint la résistance mécanique maximale. La Figure 4a montre le dispositif expérimental de l'essai de compression tandis que la Figure 4b et la Figure 4c montrent les photographies de l'échantillon avant et après sa détérioration.

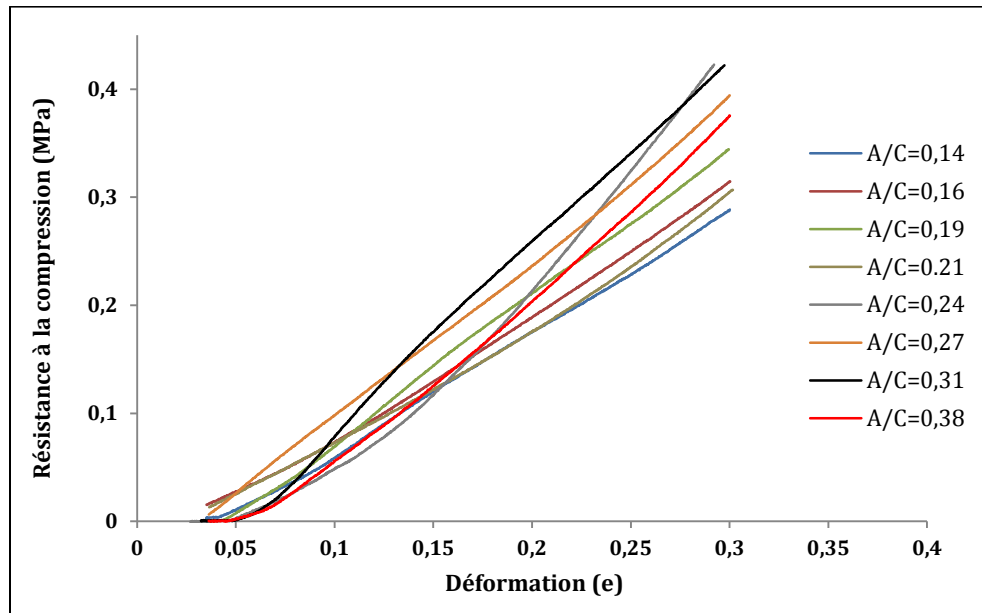


Figure 5 : Résistance à la compression en fonction de la déformation.

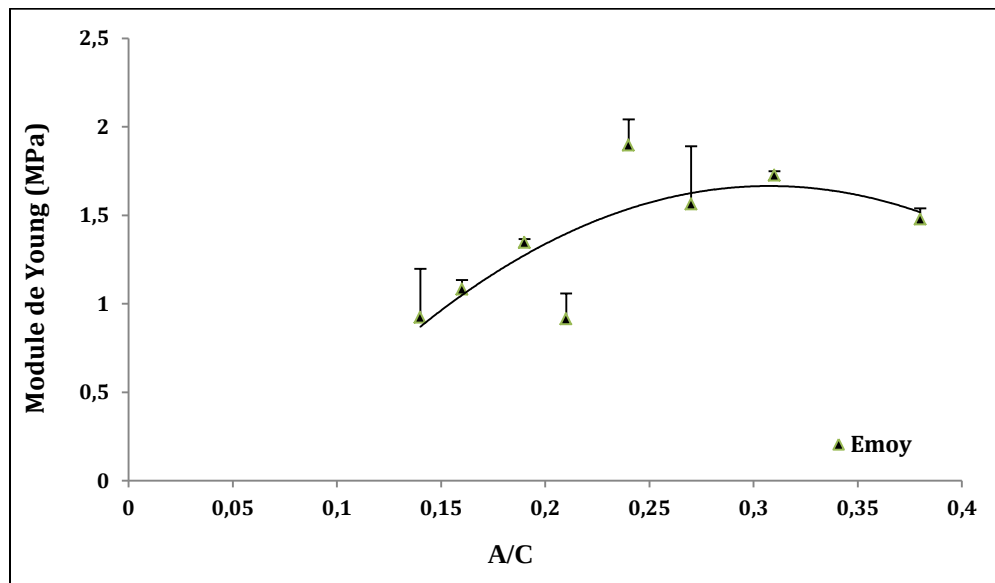


Figure 6 : Module de Young en fonction du rapport massique A/C.

Le module de Young étant défini par la partie linéaire de la courbe de compression selon l'équation [E 2.1].

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad [E 2.1]$$

Sur la Figure 6, nous remarquons que le module de Young augmente également avec la teneur en liant. Cette variation suit une courbe qui présente une valeur optimale pour la composition A/C = 0,31. Le module de Young de l'agromatériau chanvre-amidon est plus petit comparé au béton de chanvre/chaux variant de 0,7 à 1,2 MPa, tout comme la masse volumique du matériau (LE, et al. 2014) .

II.4.3. ESSAIS DE FLEXION

Des essais de flexion ont été effectués avec un appareil de traction Instron 8801 (Grove City, Etats-Unis) à une vitesse de 0,05 mm.s⁻¹. Pour chaque formulation, cinq échantillons ont été préparés suivant le même protocole donné précédemment sur la fabrication des éprouvettes. Les essais sont effectués perpendiculairement à l'orientation privilégiée des fibres. L'éprouvette repose sur deux appuis simples, distants de l, et la charge F est appliquée au centre de l'échantillon et symétrique au milieu de la travée suivant le schéma de montage de la Figure 7.

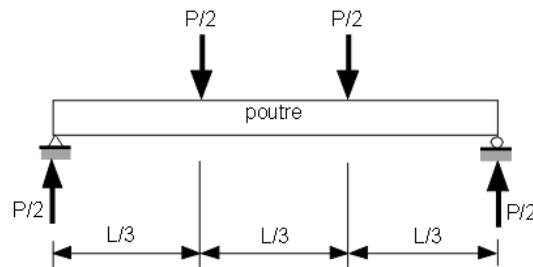


Figure 7 : Schéma de montage de l'essai de flexion 4 points.

La longueur l entre appuis est de 300mm. Le matériau est supposé homogène, de section b*h avec b=h=100mm et la contrainte normale appliquée sur la section est donnée selon la formule [E 2.2].

$$\sigma = \frac{M}{I} y \quad \text{avec} \quad I = \frac{bh^3}{12} \quad [E 2.2]$$

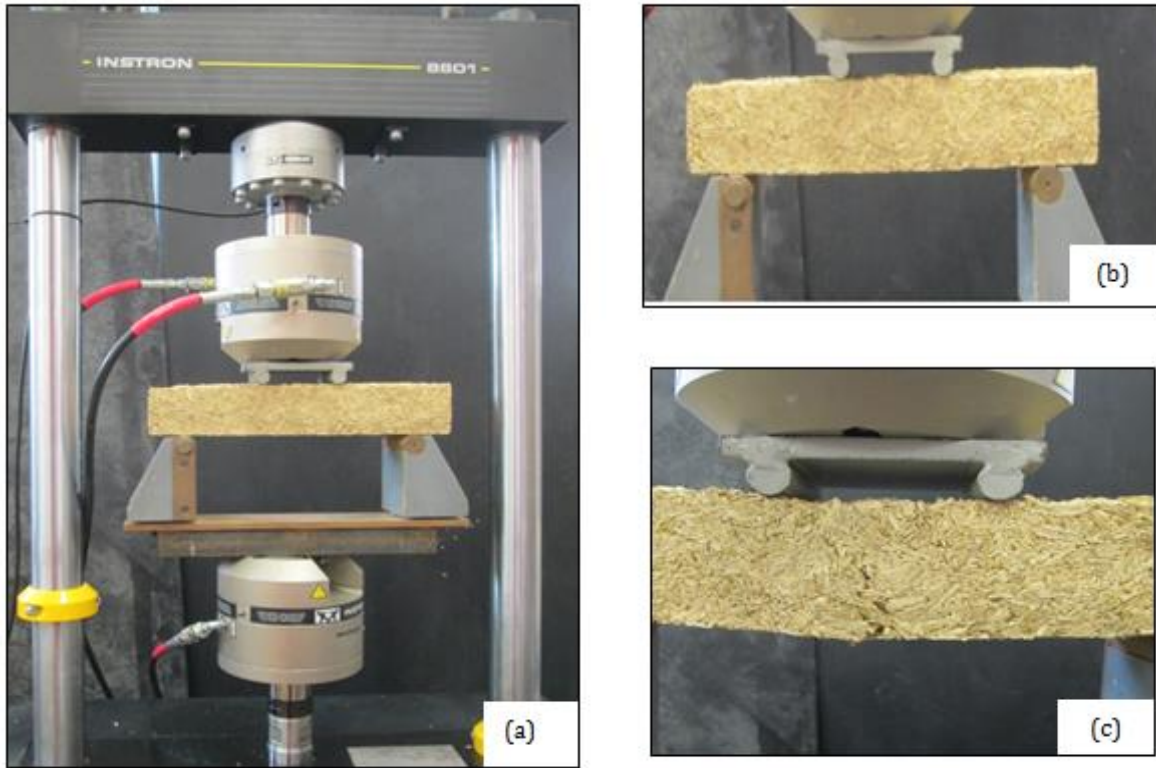


Figure 8 : (a) Dispositif expérimental de l'essai de flexion 4 points, (b) avant la rupture, (c) après l'apparition de la fissure macroscopique.

La Figure 8a montre le dispositif expérimental de l'essai tandis que la Figure 8b et la Figure 8c illustrent le comportement avant et après l'apparition de la fissure macroscopique.

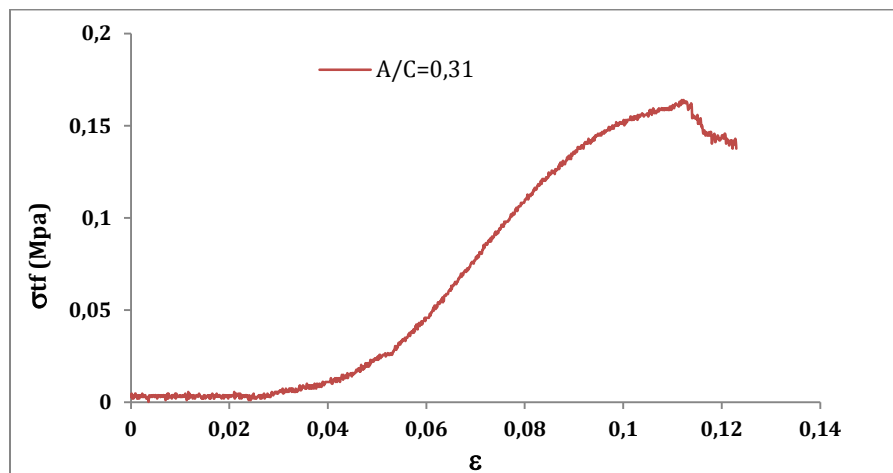


Figure 9 : Courbe typique contrainte-déformation pour un rapport A/C=0,31.

La Figure 9 montre la courbe typique de la résistance à la traction par flexion du chanvre-amidon. Le chanvre-amidon présente un comportement élastoplastique dans une première phase suivie par un comportement très ductile après la contrainte maximale. Une fois que la charge maximale est atteinte, la charge maximale est transmise et répartie à l'interface matrice/liant, provoquant ainsi la rupture de l'interface et la propagation de la fissure qui apparaît sur la face inférieure tendue et la fissure s'ouvre progressivement. La composition dont le rapport est $A/C = 0,31$ donne une contrainte maximale élevée par rapport aux autres compositions.

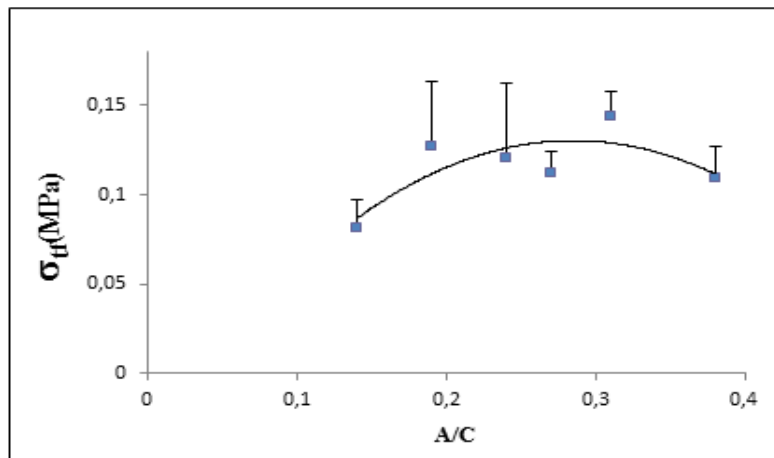


Figure 10 : Variation de la résistance à la traction par flexion en fonction du rapport massique A/C.

La Figure 10 montre la variation de la contrainte en traction par flexion en fonction du rapport A/C. La résistance maximale moyenne de la traction par flexion est de 0.14 MPa pour la composition dont le rapport massique est $A/C = 0,31$. Cette valeur est très inférieure à celle observée dans la littérature pour les bétons chanvre/chaux étudiés tels que (V. CEREZO 2005), (ELFORDY, et al. 2008), de même que la masse volumique du matériau.

II.5. PROPRIETES ACOUSTIQUES

Le coefficient d'absorption acoustique représente la capacité du matériau à absorber l'énergie d'une onde sonore, à une fréquence donnée. Elle varie dans un intervalle de 0 à 1 et plus il est proche de 1 plus le matériau est absorbant. La valeur 0 correspond à un matériau totalement réfléchissant et la valeur 1 correspond à un matériau totalement absorbant.

Lorsque la propagation du son est perturbée par un obstacle sur son passage, l'onde incidente génère une onde réfléchie d'énergie E_r à la surface du matériau et une onde transmise à travers le matériau, d'énergie E_t . Le bilan énergétique correspond à l'équation suivante :

$$E_i = E_r + E_t \quad [E 2.3]$$

Lorsqu'un matériau possède la capacité de dissiper une partie de l'énergie de l'onde incidente, on parle à ce moment de l'absorption acoustique. La Figure 11 montre le comportement de l'onde incidente lorsque l'absorption intervient. Ainsi, le bilan énergétique devient :

$$E_i = E_r + E_t + E_a \quad [E 2.4]$$

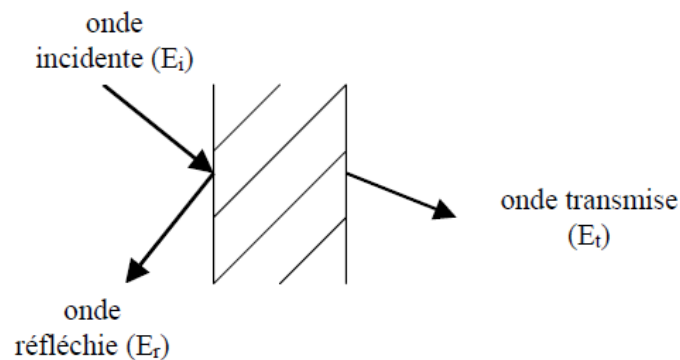


Figure 11 : Comportement d'une onde en incidence oblique à la surface d'un matériau.

Dans le cas particulier où l'énergie de l'onde transmise E_t est négligeable, l'énergie de l'onde incidente devient :

$$E_i = E_r + E_a \quad [E 2.5]$$

$$1 = \frac{E_r}{E_i} + \frac{E_a}{E_i} \quad [E 2.6]$$

Le coefficient de réflexion R et le coefficient d'absorption α sont alors définis par :

$$R = \frac{E_r}{E_i} \quad [E\ 2.7]$$

$$\alpha = \frac{E_i}{E_a} \quad [E\ 2.8]$$

Les matériaux absorbants sont utilisés dans la correction acoustique quand on cherche à réduire les nuisances du bruit émis, en limitant la création d'ondes réfléchies sur les parois de la pièce car ils interfèrent avec l'onde incidente.

Les mesures ont été réalisées sur trois panneaux d'une taille de 35*500*680 mm³ dont le rapport massique est A/C = 0,31. Les panneaux sont placés dans une chambre réverbérante d'un volume de 17m³ avec une surface totale de 41m². Toutes les parois sont identiques du point de vue absorption acoustique. On mesure le temps de réverbération Tr_o dans la pièce vide et le temps de réverbération Tr_p lorsqu'on place les panneaux sur les murs. La Figure 12 montre un exemple de panneau en chanvre-amidon dont le rapport massique A/C = 0,31.



Figure 12 : Panneau en chanvre-amidon dont le rapport massique A/C = 0,31.

La durée de réverbération est mesurée à un tiers d'octave selon la norme DIN EN ISO 3382 (AFNOR 2010). Ces résultats nous permettent de calculer le coefficient d'absorption acoustique de l'agrocomposite en utilisant la formule de Millington [E 2.9] suivante (LAMORAL 1955) :

$$Tr = 0,07 * \frac{V}{\sum_{j=1}^n S_j * \log(\frac{1}{1-\alpha})} \quad [E\ 2.9]$$

$$\alpha_0 = 1 - 10^{-\frac{0,07 * V}{Tr_0 * S_0}} \quad [E 2.10]$$

Dans une salle réverbérant vide, le temps de réverbération Tr_0 et le coefficient d'absorption s'expriment suivant les formules :

$$Tr_0 = 0,07 * \frac{V}{S_0 * \log\left(\frac{1}{1 - \alpha_0}\right)} \quad [E 2.11]$$

Avec les panneaux dans la salle, le temps de réverbération Tr_p et le coefficient d'absorption α_p sont donnés par les relations suivantes :

$$Tr_p = \frac{0,07 * V}{(S_0 - 3S_p) * \log\left(\frac{1}{1 - \alpha_0}\right) + S_p * \log\left(\frac{1}{1 - \alpha_p}\right)} \quad [E 2.12]$$

$$\alpha_p = 1 - 10^{-\frac{1}{S_p} \left[\frac{0,07 * V}{Tr_p} - (S_0 - 3S_p) * \log\left(\frac{1}{1 - \alpha_0}\right) \right]} \quad [E 2.13]$$

où V représente le volume de la chambre (m^3), S_0 (m^2) la surface totale de la chambre et S_p la surface totale des panneaux, α_0 le coefficient d'absorption de la chambre vide, α_p le coefficient d'absorption de la chambre avec les panneaux en chanvre-amidon.

Le Tableau 2 montre le temps de réverbération mesuré dans la salle avec ou sans panneau absorbant en chanvre-amidon.

D'après les résultats de la Figure 13, on remarque que le coefficient d'absorption acoustique du chanvre-amidon est légèrement supérieur à celui du béton chanvre-chaux dans l'intervalle de 100 à 250 HZ.

fréquence (Hz)	Pièce vide		Pièce avec panneaux	
	temps de réverbération (s)	α_0	temps de réverbération (s)	α_p
100	8,18	0,0081	5,8	0,3541
125	7,74	0,0086	5,25	0,4113
160	3,93	0,0169	3,57	0,2305
200	4,63	0,0143	3,51	0,4567
250	6,28	0,0106	3,45	0,6691
315	6,01	0,0111	4,5	0,3889
400	5,66	0,0117	2,84	0,7719
500	5,44	0,0122	2,72	0,7874
630	4,75	0,0140	2,04	0,9039
800	4,38	0,0151	1,56	0,9679
1000	3,61	0,0183	1,4	0,9740
1250	3,3	0,0200	1,24	0,9850
1600	2,81	0,0235	1,22	0,9795
2000	2,51	0,0263	1,2	0,9742
2500	2,37	0,0278	1,19	0,9706
3150	2,14	0,0307	1,07	0,9805
4000	1,78	0,0368	0,94	0,9856
5000	1,46	0,0447	0,87	0,9809

Tableau 2 : Temps de réverbération de la pièce avec ou sans les panneaux en chanvre-amidon.

La Figure 13 montre la variation du coefficient d'absorption en fonction de la fréquence. Pour des fréquences comprises entre 630 et 5000 Hz, le coefficient d'absorption acoustique tend vers une valeur asymptotique entre 0,86 et 0,91. Etant un matériau fibreux, le chanvre-amidon absorbe les hautes fréquences et s'avère plus performant que le béton de chanvre-chaux.

Cependant, les travaux de (V. CEREZO 2005) et (GLE 2013) mettent l'accent sur deux paramètres qui favorisent un coefficient d'absorption acoustique élevée, à savoir la porosité ouverte ainsi que la perméabilité du matériau. En effet l'onde pénètre facilement dans le matériau

et dispose d'un large espace pour s'amortir. Les matériaux absorbants dissipent une partie de l'énergie acoustique incidente et transmettent l'autre partie par leur perméabilité.

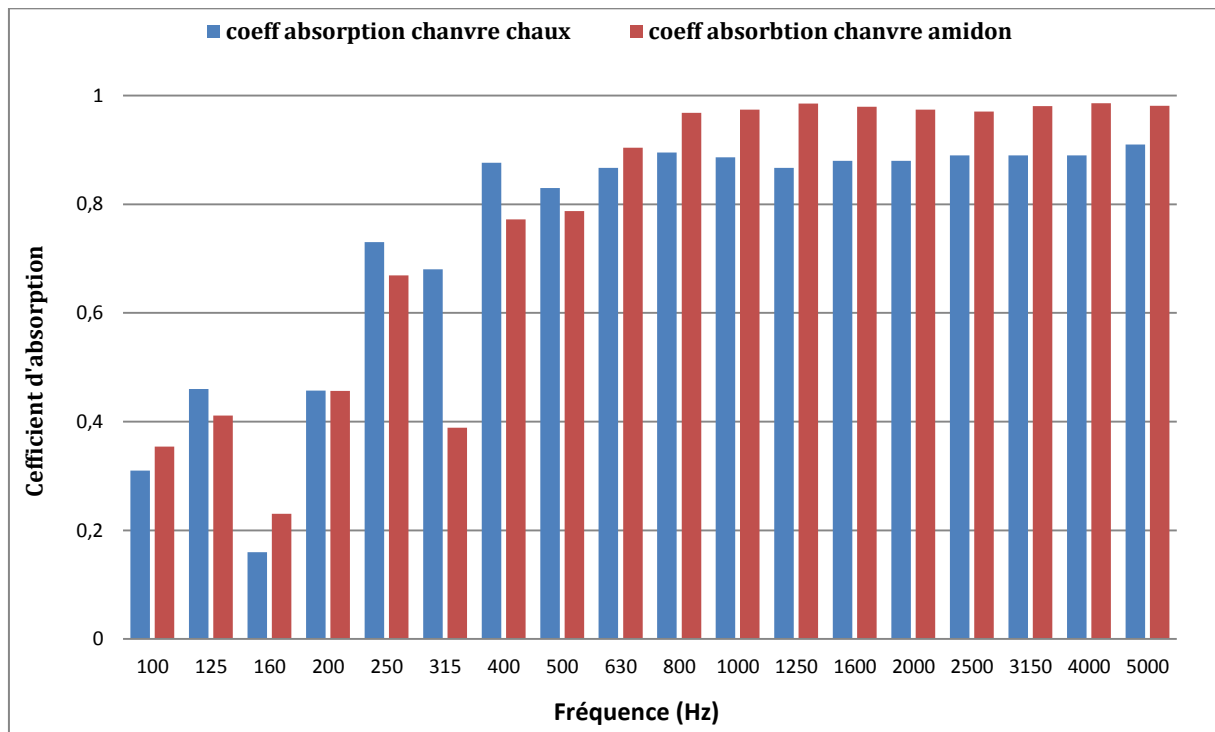


Figure 13 : Coefficient d'absorption acoustique en fonction de la fréquence.

II.6. CONCLUSION

Les caractéristiques mécaniques des matériaux composites sont directement liées aux dosages en liant. Pour la formulation du liant à base d'amidon, nous proposons le rapport $A/E = 0,2$ soit 200g d'amidon pour 1 litre d'eau afin d'obtenir un recouvrement optimal des chènevottes. Pour le rapport massique Amidon/Chènevotte, nous proposons un rapport massique $A/C = 0,31$ qui présente la masse volumique la plus élevée de 177 kg/m^3 et les propriétés mécaniques les plus intéressantes, à savoir une résistance à la compression de 0,4 MPa, une résistance à la traction par flexion de 0,4 MPa et un module de Young de 0,4 MPa. Cependant, une faible quantité de liant implique moins d'adhésion dans la matrice composite et conduit à une baisse de performances mécaniques.

Les résultats de l'essai d'absorption acoustique montrent que l'agromatériau chanvre-amidon présente une bonne absorption des hautes fréquences, matériau adéquat pour être incorporé dans la fabrication de murs insonorisés.

L'optimisation des propriétés mécaniques des composites à base de fibres naturelles passe essentiellement par une amélioration de l'interface polymère/fibre (DO THI 2011), (RAGOUBI 2010), (BAGIOTTI, et al. 2004). En effet, une forte adhésion à l'interface est nécessaire pour un transfert de contrainte efficace. Différents études prouvent qu'un traitement approprié appliqué à la surface des fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice et bien évidemment les propriétés du composite. Il est donc indispensable de connaître les interactions chimiques de surface entre les différents constituants du matériau afin d'améliorer sa stabilité. C'est dans ce contexte que le chapitre suivant sera consacré au traitement de surface.

II.7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AFNOR. *NF EN ISO 3382 : Acoustique - Mesurage des paramètres acoustiques des salles - durée de réverbération des salles ordinaires*. AFNOR, 2010.

BAGIOTTI, J., et al. «A systematic investigation on the influence of the chemical treatment of natural fibers on the properties of their polymer matrix composites.» *Polymer Composites* 25, n° 5 (2004): 470-479.

BRIGITTE DE BRUIJN, P., K., H. JEPSON, K. SANDIN, et C. NILSSON. «Mechanical properties of lime-hemp concrete containing shives and fibres.» *Biosystems Engineering* 103 (2009): 474-479.

CEREZO, V. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat: Thèse de doctorat, 2005.

DO THI, V., V. *Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*. Université de Grenoble et de l'université des sciences de Hochiminh ville : Thèse de doctorat, 2011.

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

GLE, P. *Acoustique des matériaux du bâtiment à base de fibres et particules végétales - Outils de caractérisation, Modélisation et Optimisation*. Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat: Thèse de doctorat, 2013.

LAMORAL, L. «Sur la mesure des coefficients d'absorption de matériaux acoustiques par la méthode de la chambre réverbérante.» *Annales des Télécommunications* 10, n° 10 (1955): 206-217.

LE, A., T, A. GACON, A. LI, T., H. MAI, M. REBAY, et Y. DELMAS. «Experimental investigation on the mechanical performance of starch-hemp composite materials.» *Construction and Building Materials* 61 (2014): 106-113.

MOUNANGA, P., P. POULLAIN, G. BASTIAN, et P. GLOUANNEC. «Effets de la formulation et du procédé de fabrication sur le comportement mécanique de différents bétons de chanvre.» Marseille: 19ème Congrès Français de Mécanique, 2009.

RAGOUBI, M. *Contribution à amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne.* Université Henri Poincaré Nancy 1: These de doctorat, 2010.

TRAN LE, A., D. *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application dans le bâtiment.* Université de Reims Champagne-Ardenne: Thèse de doctorat, 2010.

CHAPITRE 3

TRAITEMENT DE SURFACE DES FIBRES : CARACTERISATION PHYSICO- CHIMIQUE

III.1.INTRODUCTION

Les fibres naturelles hydrophiles sont rarement compatibles avec les matrices thermoplastiques hydrophobes et cela implique nécessairement des modifications de l'un ou de l'autre, voire des deux composants. Généralement, les modifications portent plus sur les fibres que sur la matrice. Les différents traitements apportent le plus souvent des propriétés assez avantageuses aux fibres naturelles et permettent d'établir de véritables liaisons covalentes entre les fibres et la matrice.

Le traitement des fibres le plus fréquemment utilisé est le traitement à l'hydroxyde de sodium en premier lieu suivi par un traitement silane ou une acétylation. Le traitement à l'hydroxyde de sodium permet d'enlever la partie amorphe à la surface de la fibre. L'acétylation permet de modifier la surface de la fibre pour la rendre plus hydrophobe et augmenter ainsi la stabilité dimensionnelle et la résistance à la dégradation environnementale tandis que l'ajout d'un agent de couplage permet de créer un pont de liaison entre la matrice et les fibres naturelles.

Dans ce travail, nous avons opté pour un traitement de surface des fibres par NaOH dans un premier temps suivi par l'application d'un agent de couplage silane. D'autres traitements ont été envisagés également tels que le traitement toluène(80)-éthanol(20) par une distillation à reflux Soxhlet (solution azéotrope négatif pour avoir les mêmes quantités dans la phase liquide et la phase vapeur) pendant 48 heures et à une température avoisinant 80°C. Le coût du traitement, son impact ainsi que les résultats préliminaires nous ont conduits à épargner ce type de traitement.

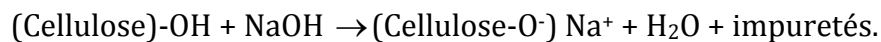
III.2. METHODES

Les fibres de chènevotte ont subi un traitement alcalin à base de NaOH suivi d'un agent de couplage du type silane. L'objectif recherché a priori avec ces deux traitements est de modifier la nature chimique des fibres pour qu'elles soient les plus réactives possibles avec le liant à base d'amidon de blé afin de former une interface liant/matrice la plus stable possible. Les produits chimiques utilisés tels que l'hydroxyde de sodium NaOH, l'acide

acétique CH_3COOH et l'agent de couplage silane (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane (GPTMS) proviennent de l'entreprise Sigma Aldrich.

III.2.1. TRAITEMENT A L'HYDROXYDE DE SODIUM

Le traitement avec de l'hydroxyde de sodium NaOH appelé aussi la mercerisation a été inventée par John Mercer en 1844 pour rendre les tissus solides et plus réceptifs aux teintures. Ce traitement est appliqué aux fibres dans le but d'enlever la partie amorphe à la surface des fibres et, par conséquent, il diminue le diamètre de la fibre et permet d'augmenter le taux de cristallinité ainsi que la rigidité des fibres. La partie amorphe enlevée contient de la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Les composés cellulosiques formés après le traitement sont beaucoup plus stables et la cellulose de la fibre réagit avec l'hydroxyde de sodium suivant l'équation suivante (MWAIKAMBO et ANSELL 2002) :



Deux solutions à différentes concentrations massiques ont été testées : 1 % NaOH (S1) et 6 % NaOH (S6). Les fibres ont été trempées pendant 72 heures dans la solution à 1 % NaOH et 48 heures pour la solution à 6 % NaOH puis ont ensuite été rincées pour la première fois avec une solution à 1 % de concentration volumique à base de l'acide acétique CH_3COOH afin de neutraliser l'excès d'hydroxyde de sodium. Les fibres sont ensuite rincées à plusieurs reprises, de 4 à 5 fois, dans l'eau désionisée jusqu'à ce que le pH du surnageant soit proche de celui de l'eau désionisée.

Le Tableau 1 montre le récapitulatif des traitements à l'hydroxyde de sodium (S1, S6) et celui des fibres brutes témoins NT. Jusqu'ici, différents travaux montrent que le traitement à l'hydroxyde de sodium dans des proportions supérieures à 6 % aura tendance à diminuer la cristallinité des fibres : la structure de la cellulose cristalline « cellulose I » se transforme en cellulose amorphe « cellulose II », ce qui diminue le degré de cristallinité et induit une chute des propriétés mécaniques du matériau composite (MWAIKAMBO et ANSELL 2003), (OKANO et SARKO 1984).

	Traitement NaOH 10g/l	Traitement NaOH 60g/l
NT	Non	Non
S1	Oui	Non
S6	Non	Oui

Tableau 1 : Récapitulatif des traitements de la chènevotte à base de l'hydroxyde de sodium.

III.2.2. TRAITEMENT SILANE

Les agents de couplage utilisés pour améliorer l'interface fibre naturelle/matrice polymère sont relativement limités. En général, il s'agit de molécules possédant deux fonctions dont l'une réagit avec la matrice et l'autre avec la cellulose ou la lignine des fibres pour optimiser l'adhésion à l'interface fibre/matrice. L'alcoxyde de silicium fonctionnalisé appelé à défaut silane, représenté par $R'-Si(OR)_3$, est l'un des meilleurs agents de couplage utilisés dans les composites polymère/fibres naturelles. La fonction organique du silane peut se lier de façon covalente tout en étant compatible avec la matrice polymère. Ces fonctions sont en général glycidyloxy, amino, mercapto, vinyle ou méthacryloxy (XIE, et al. 2010).

D'après les travaux de (XIE, et al. 2010), le silane réagit avec les fibres naturelles en présence d'eau et d'un catalyseur basique ou acide en quatre étapes :

- Etape 1 : L'hydrolyse des monomères silanes en présence d'eau (Figure 1) et du catalyseur en libérant de l'alcool et des groupes silanol réactifs. Dans notre cas, nous avons utilisé l'acide acétique CH_3COOH en tant que catalyseur.

(1) Hydrolyse

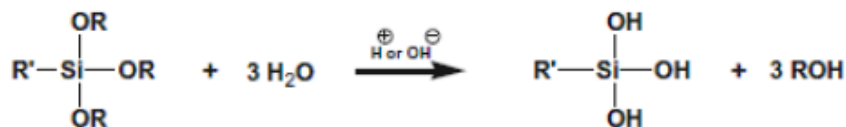


Figure 1 : Réaction d'hydrolyse du silane en présence d'eau.

- Etape 2 : L'auto-condensation (Figure 2) permet aux silanols libres d'être adsorbés sur les groupes hydroxyles présents dans les fibres naturelles. Une petite taille moléculaire des monomères facilite leur diffusion dans les parois cellulaires. Un milieu acide est préférable par rapport à un milieu basique pour accélérer la vitesse d'hydrolyse des silanes, par contre il ralentit la condensation des silanols.

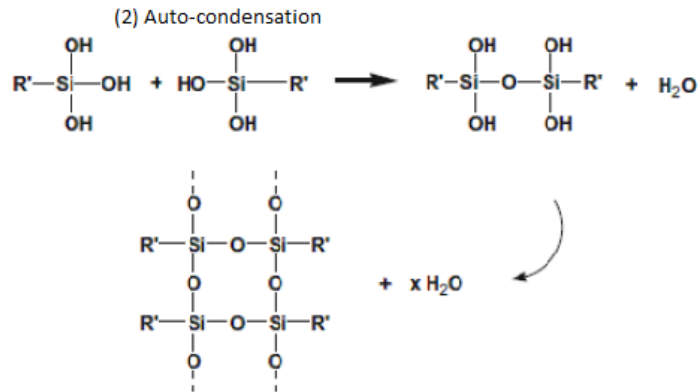


Figure 2 : Auto-condensation des silanols.

- Etape 3 : L'adsorption (
- Figure 3) qui fait que les monomères silanols soient physiquement adsorbés par des groupes hydroxyles situés à la surface des fibres naturelles par des liaisons hydrogène et/ou dans les parois cellulaires par le gonflement de celui-ci. Les silanols libres réagissent entre eux en créant ainsi une structure rigide de polysiloxane avec une liaison stable -Si-O-Si-.

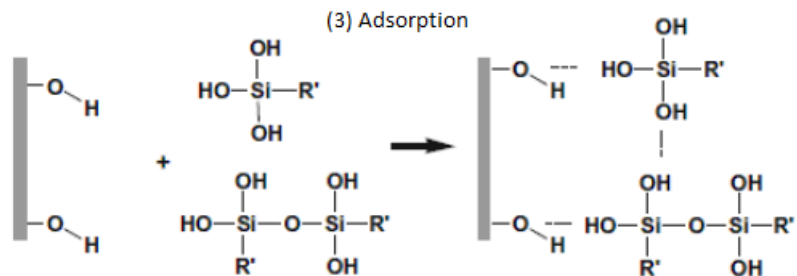


Figure 3 : Adsorption des monomères silanols.

- Etape 4 : Le greffage par liaisons d'hydrogène (Figure 4) entre les groupes silanols et les groupements hydroxyles donne naissance à des liaisons covalentes -Si-O-C en libérant de l'eau.

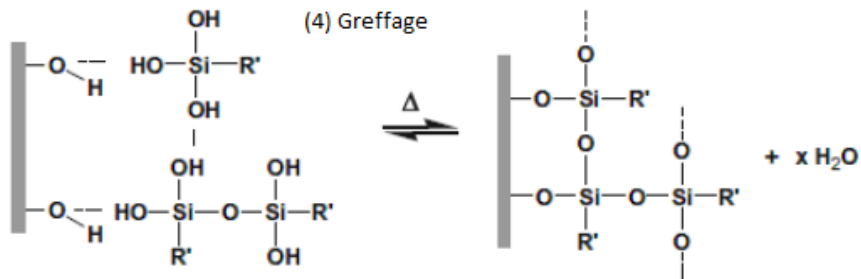


Figure 4 : Greffage des liaisons hydrogène.

Dans le cas de cette étude, nous avons utilisé l'agent de couplage (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane (GPTMS) en solution aqueuse à 1 % de concentration massique. Toutefois, l'absorption du silane par les fibres est très dépendante d'un certain nombre de facteurs tels que le temps d'hydrolyse, la fonctionnalité, la température et le pH de la solution (DO THI 2011). Pour simplifier ces paramètres, nous avons opté pour une concentration économique et des conditions similaires à ce qui est trouvé le plus souvent dans la littérature (SREEKALA, KUMARAN et THOMAS 1997), (DEMIR, et al. 2006), (SGRICCIA, HAWLEYA et MISRA 2008), (DO THI 2011).

Pour préparer notre solution, le GPTMS est d'abord solubilisé dans de l'eau désionisée, puis nous ajoutons l'acide acétique jusqu'à l'obtention d'un pH autour de 2,9. Nous laissons reposer la solution pendant 15 minutes pour qu'elle soit homogène et ensuite ajoutons les fibres de chènevotte et laissons tremper pendant 1 heure à température ambiante. Les fibres sont ensuite rincées avec de l'eau désionisée pour supprimer l'excès de GPTMS jusqu'à obtention du pH du surnageant proche de celui de l'eau désionisée. Enfin, celles-ci sont séchées dans l'étuve à 40°C. Le Tableau 2 montre trois traitements supplémentaires ainsi que le témoin (chènevotte brute).

	Traitement NaOH		Traitement GPTMS
	10 g/l	60 g/l	10 g/l
NT	Non	Non	Non
NT-GPTMS (NTS)	Non	Non	Oui
S1-GPTMS (SS1)	Oui	Non	Oui
S6-GPTMS (SS6)	Non	Oui	Oui

Tableau 2 : Récapitulatif des conditions pour la chènevotte traitée par l'agent de couplage silane.

III.3. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE

L'influence des traitements de la chènevotte a été étudiée par microscopie électronique à balayage (MEB), calorimétrie différentielle à balayage (DSC), analyse thermogravimétrique (ATG) et spectroscopie infrarouge (ATR). A l'échelle du matériau, les propriétés mécaniques du composite à base de chènevotte traitée ont été étudiées et mettent en évidence l'amélioration des propriétés mécaniques après l'optimisation de l'interface chènevotte/matrice.

III.3.1. ASPECT VISUEL

Le traitement à l'hydroxyde de sodium NaOH a un impact sur l'aspect visuel des chènevottes. La Figure 5 montre que le traitement NaOH rétrécit visiblement le diamètre des fibres lorsque le taux de NaOH est augmenté. Ainsi la taille des fibres traitées avec 6 % de NaOH (Figure 5c) semble plus rétrécie par rapport aux fibres traitées à 1 % de NaOH (Figure 5b). Nous constatons également que l'application du NaOH implique un changement de teinte de la fibre, celui-ci passant d'une teinte claire vers une coloration plus foncée. L'application de l'agent de couplage silane (Figure 6) semble créer une force d'attraction entre les fibres qui a tendance à former de petites boulettes.



Figure 5 : Influence du traitement NaOH sur les fibres : (a) brutes, (b) 1 % NaOH et (c) 6 % NaOH.



Figure 6: Influence du traitement silane (a) SS1, (b) SS6.

III.3.2. ANALYSE MICROSCOPIQUE

La microscopie électronique à balayage a été utilisée pour étudier les effets des traitements chimiques à la surface de la chènevotte. Les échantillons sont rincés à l'argon à l'aide d'un appareil LEICA EM SCD050 puis ensuite observés à 15 kV par SEM pour examiner la morphologie des fibres.

III.3.2.1. INFLUENCE DE L'HYDROXYDE DE SODIUM

Les images MEB de la Figure 7b montrent que la surface de la chènevotte est nettoyée par le traitement alcalin comparée à la surface brute sur la Figure 7a. Plus on augmente le taux de NaOH, plus la surface sera lisse (Figure 7d).

Le traitement alcalin permet de réduire le diamètre des fibres et donne une surface qui offre une meilleure adhérence avec la matrice liant, améliorant ainsi les propriétés mécaniques du matériau. Il provoque la rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau, supprime la lignine, l'hémicellulose et la cire qui recouvrent la surface externe afin d'augmenter la quantité de cellulose sur la surface exposée. Autrement dit, plus il y aura de cellulose disponible à la surface de la chènevotte, plus le nombre de sites réactionnels possibles augmentent. La chènevotte brute (Figure 7a) présente une surface recouverte d'impuretés (LI, TABIL et PANIGRAHI 2007), (KOSTIC, et al. 2010). Le traitement au NaOH favorise l'adhésion avec la matrice liant et crée une surface rugueuse et disponible pour le mouillage de la matrice (MAHATO, MATHUR et BHATTACHERJEE 1993), (RODRIGUEZ, STEFANI et VAZQUEZ 2007).

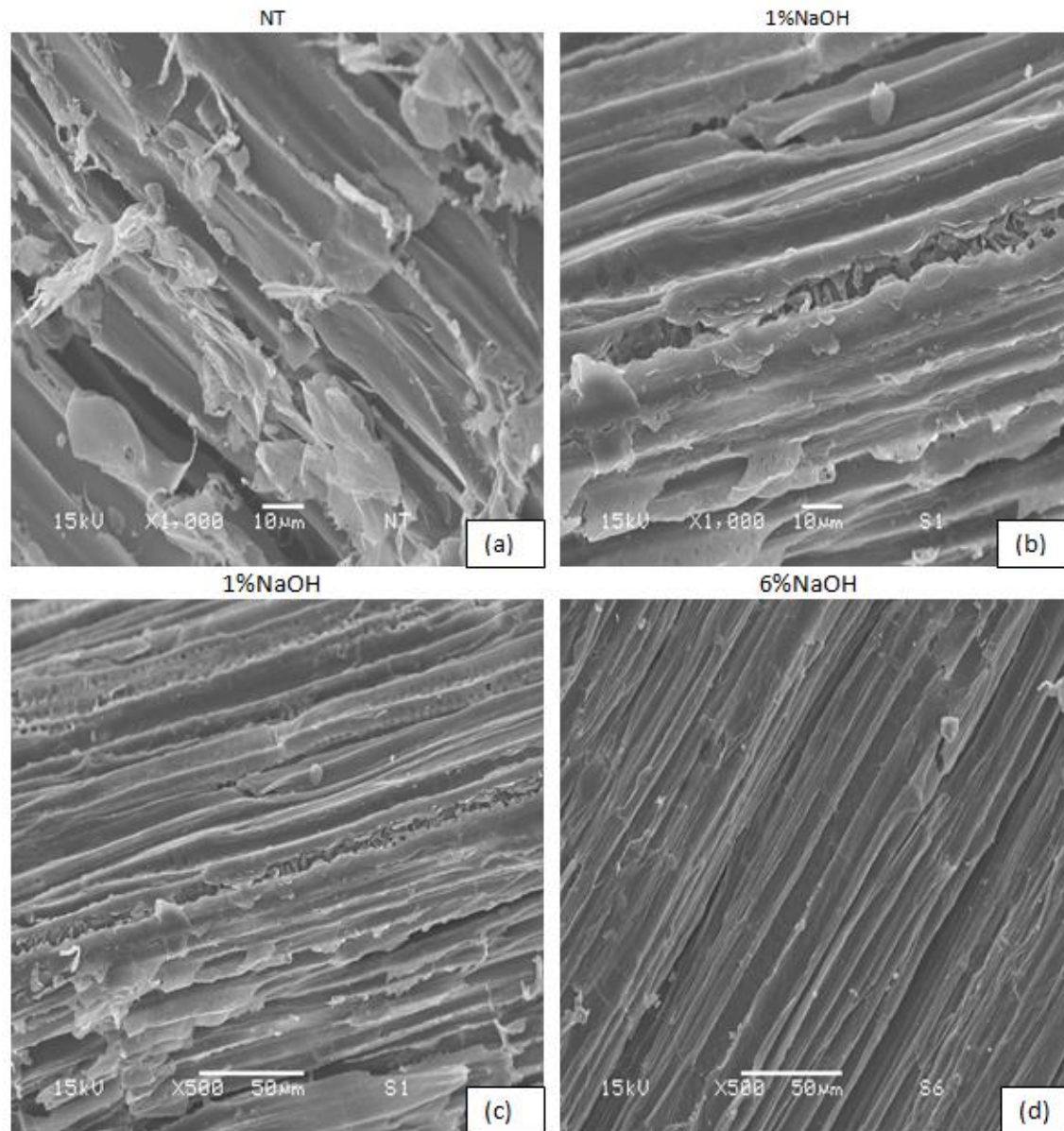


Figure 7 : Effet du traitement NaOH sur la morphologie de surface de la chènevotte (a) brute, (b, c) 1 % NaOH et (d) 6 % NaOH.

III.3.2.2. INFLUENCE DE L'AGENT DE COUPLAGE SILANE

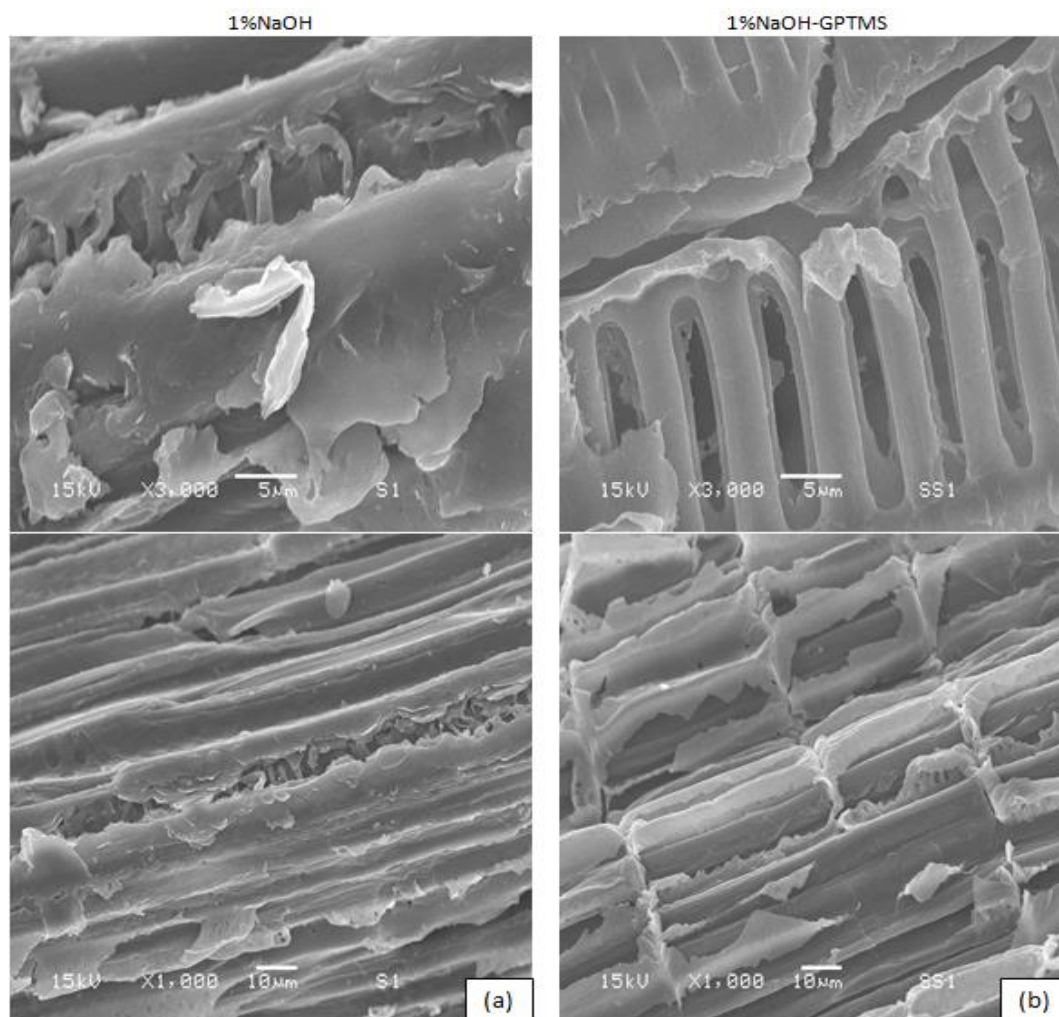


Figure 8 : Effet du traitement silane GPTMS sur la morphologie de surface de la chènevotte
(a) 1 % NaOH, (b) 1 % NaOH + 1 % GPTMS.

L'agent de couplage silane GPTMS est utilisé pour améliorer l'interface de la matrice polymère à base d'amidon par rapport à la chènevotte. Il possède deux fonctions : la première fonction réagit avec la matrice liant à base de l'amidon tandis que l'autre fonction réagit avec les groupements hydroxyles de la cellulose créant ainsi une liaison covalente qui empêche le gonflement de la fibre en formant un réseau réticulé. D'après les travaux de (YANG, et al. 2007), il s'avère que l'efficacité du traitement silane est plus élevée pour les fibres préalablement traitées par NaOH car celui-ci augmente le nombre de sites réactionnels disponibles.

Les fibres ayant subi les deux traitements S1-GPTMS (Figure 8b) présentent une surface recouverte d'une couche probablement due à la formation d'une liaison covalente comparée à la chènevotte traitée uniquement à l'hydroxyde de sodium S1 (Figure 8a). Les silanols libres après l'hydrolyse sont adsorbés par les groupements hydroxyles des fibres pendant l'auto-condensation et forment ainsi une couche rigide de polysiloxane avec une liaison stable -Si-O-Si- à la surface de la fibre. La couche formée réduit les nano-pores présents à la surface de la chènevotte et par conséquent l'absorption d'eau par les parois cellulaires diminue (INNOCENZI, et al. 2009), (XIE, et al. 2010).

III.3.3. CALORIMETRIE DIFFERENTIELLE A BALAYAGE

Le principe de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est de mesurer la différence de flux de chaleur qui s'établit entre un échantillon et une référence lors d'un chauffage ou d'un refroidissement en maintenant leurs températures égales. Le flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau. La variation du flux se traduit par un pic endothermique ou exothermique.

Un échantillon d'environ 9 mg a été pesé pour chaque type de chènevotte (traitée ou brute), puis placé dans une capsule percée en aluminium introduite dans l'appareil DSC 204 F1 instrument (NETZSCH). Les mesures ont été effectuées sous une atmosphère inerte avec une seule montée en température de 20 à 450°C à une vitesse de 5°C/min.

Le premier pic endothermique situé entre 50 et 150°C, est attribué à l'évaporation de l'eau libre et les molécules d'eau faiblement liées (SREEKALA, KUMARAN et THOMAS 1997), (LE TROEDEC, PEYRATOUT, et al. 2009). Sur la Figure 9, nous constatons qu'avec un traitement S6, la quantité d'eau adsorbée est moins importante comparée aux autres fibres. Nous constatons également un déplacement du premier pic endothermique pour les fibres S1 et S6 traitées respectivement par 1 % NaOH et 6 % NaOH. Ce déplacement est dû au fait qu'il y a plus d'eau liée que d'eau libre à la surface de la fibre par rapport aux fibres brutes NT. Sur la Figure 10, nous constatons qu'avec l'application de l'agent de couplage silane GPTMS, il existe un léger décalage du pic. Cette constatation est en accord avec le fait que l'application de l'agent de couplage forme une couche rigide à la surface de la chènevotte et par

conséquent l'absorption d'eau par les parois cellulaires diminue que ce soit pour la chènevotte brute ou bien la chènevotte prétraitée au NaOH.

Les pectines sont dégradées à basse température et affichent un pic endothermique vers 200°C. La température maximale de décomposition est observée entre 200 et 280°C et sa position varie suivant le cycle de température appliqué (LE TROEDEC, Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques 2009). Ce pic est visible sur la Figure 9 ainsi que sur la Figure 10.

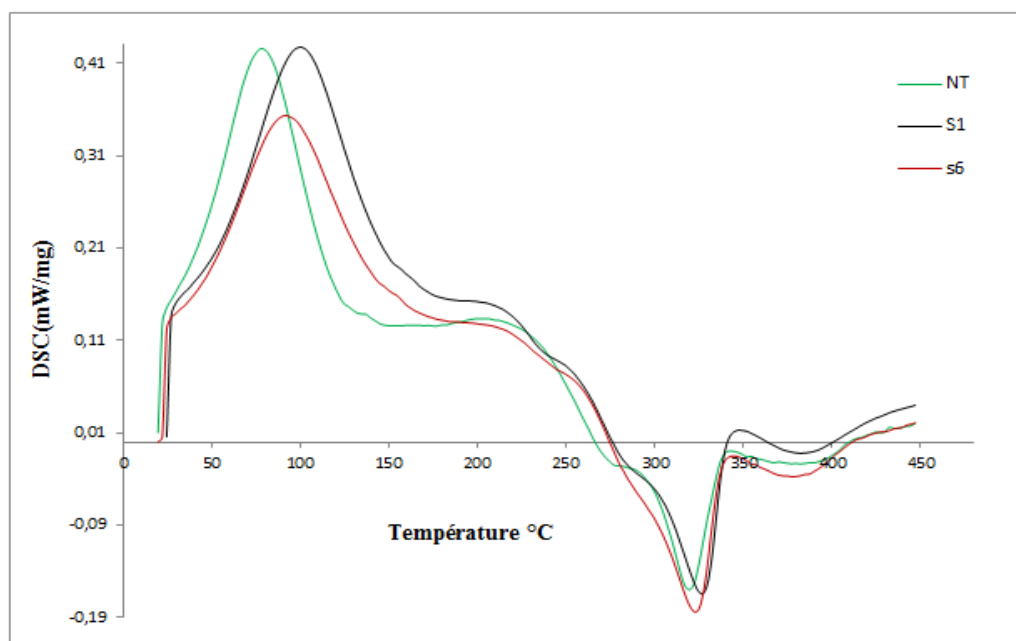


Figure 9 : Thermogramme DSC : influence de l'hydroxyde de sodium NaOH.

Le pic exothermique situé entre 270 et 342°C est attribué à la dépolymérisation de l'hémicellulose. Ceci est dû à différentes réactions impliquées, notamment le processus de carbonisation qui est fortement exothermique. Ce résultat est en accord avec la littérature, qui indique que la décomposition de l'hémicellulose précède celle de la cellulose ainsi que celle de la lignine (SZABO, et al. 1996).

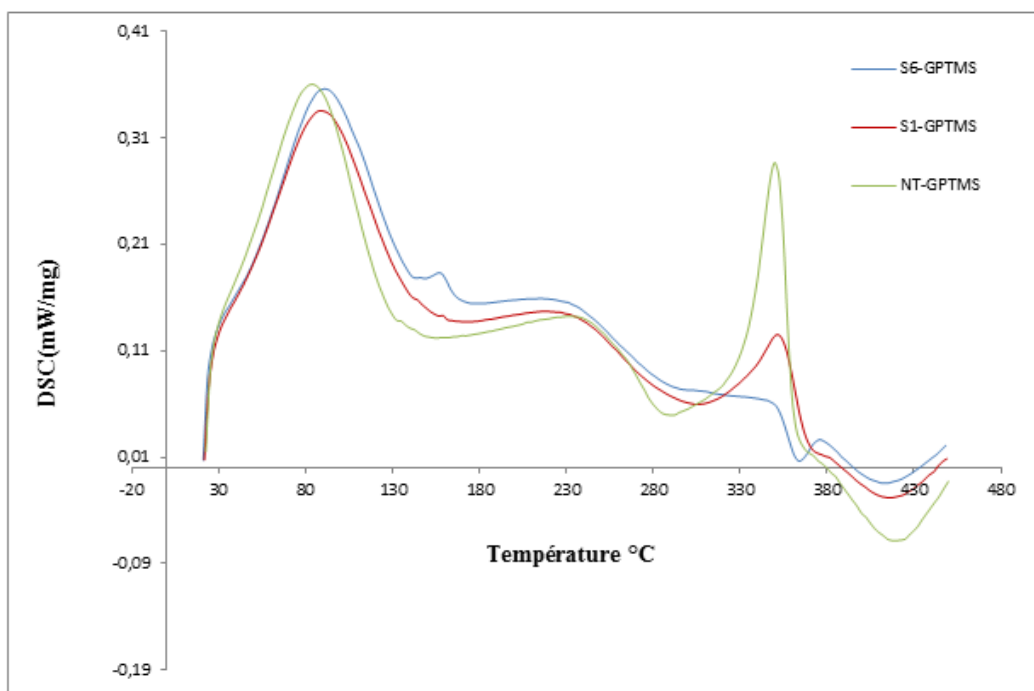


Figure 10 : Thermogramme DSC: influence de l'agent de couplage silane GPTMS.

Le pic situé entre 340 et 414 °C est attribué à la décomposition de la cellulose qui entraîne une volatilisation de résidus. Dans la littérature, la décomposition de la cellulose est une réaction endothermique. Toutefois, cette réaction est superposée à la décomposition de la lignine qui est fortement exothermique, donnant au final un pic exothermique. La lignine est un polymère tridimensionnel provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools composés de plusieurs cycles aromatiques et par conséquent sa dépolymérisation s'effectue sur une large plage de température de 100 à 900°C (YANG, et al. 2007).

Cependant, l'ajout de l'agent de couplage silane crée un pic endothermique autour de 350°C (Figure 10). Ceci prouve qu'il existe bel et bien une liaison covalente stable qui se crée en présence de la cellulose. Cette liaison formée se dégrade en même temps que la cellulose.

III.3.4. ANALYSES THERMOGRAVIMETRIQUES

Un dispositif TGA 207 F3 (NETZSCH) a été utilisé pour étudier la stabilité thermique de la chènevotte (brute et traitée) et celle de l'agrocomposite chanvre-amidon. Les échantillons pesant environ 40 mg, sont placés dans un creuset en alumine puis soumis à une montée en température de 20 à 800°C (5°C/min) sous un flux d'azote de 20 ml/min. La courbe d'ATG

nous permet d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse tandis que la courbe dérivée première DTG indique les pics de dégradation des échantillons.

Dans le Tableau 3, nous indiquons les températures de dégradation des 1^{er} et 2^{ème} pics issus de la courbe de la dérivée première DTG. Le Tableau 4 montre les pourcentages de perte de masse ainsi que les résidus en fonction des traitements des fibres.

Type de traitement	NT (°C)	S1 (°C)	S6 (°C)	NTS (°C)	SS1 (°C)	SS6 (°C)	NT-L (°C)	SS1-L (°C)
T° 1 ^{er} pic	52,2	53,5	58	56,1	60,7	58,1	51,9	52,9
T° 2 ^{ème} pic	307,4	316	292	330,9	345,1	343,1	321	319

Tableau 3 : Température de dégradation des 1^{er} et 2^{ème} pics.

% de perte de poids	NT (°C)	S1 (°C)	S6 (°C)	NTS (°C)	SS1 (°C)	SS6 (°C)	NT-L (°C)	SS1-L (°C)
10	225	234	234	248	256	259	232	232
20	262	272	265	275	296	299	267	274
30	282	290	282	299	321	321	285	290
40	298	302	295	317	335	334	302	305
50	309	314	310	327	344	342	315	318
60	322	347	386	333	352	351	326	332
70	415	505	669	340	373	383	354	398
80	680	799		425	756	799	589	733
90				571				
Résidus	18,3	24,3	27,99	4,30	19,66	20	15,83	18,94

Tableau 4 : Pourcentages de perte de masse.

III.3.4.1. INFLUENCE DE LA SOUDE

D'après la Figure 11b, la courbe de la dérivée première DTG présente deux pics. Le 1^{er} pic correspond à l'évaporation de l'eau et s'étend de 50 à 180°C. Dans cet intervalle, la chènevotte brute présente une perte de poids élevée car elle adsorbe plus d'eau par rapport à la chènevotte traitée à l'hydroxyde de soude (S1, S6). En effet, le traitement alcalin NaOH améliore la stabilité thermique et diminue la sensibilité à l'eau.

A 280°C, nous observons un épaulement uniquement présent sur la chènevotte brute. Cet épaulement correspond à la dépolymérisation de l'hémicellulose et prouve que le traitement à base de l'hydroxyde de sodium permet d'enlever l'hémicellulose.

Le 2^{ème} pic correspond à la dépolymérisation de la cellulose. La chènevotte traitée S1 présente une meilleure stabilité thermique comparée aux deux autres. En revanche, la chènevotte traitée au S6 présente un pourcentage de résidus élevé par rapport aux autres.

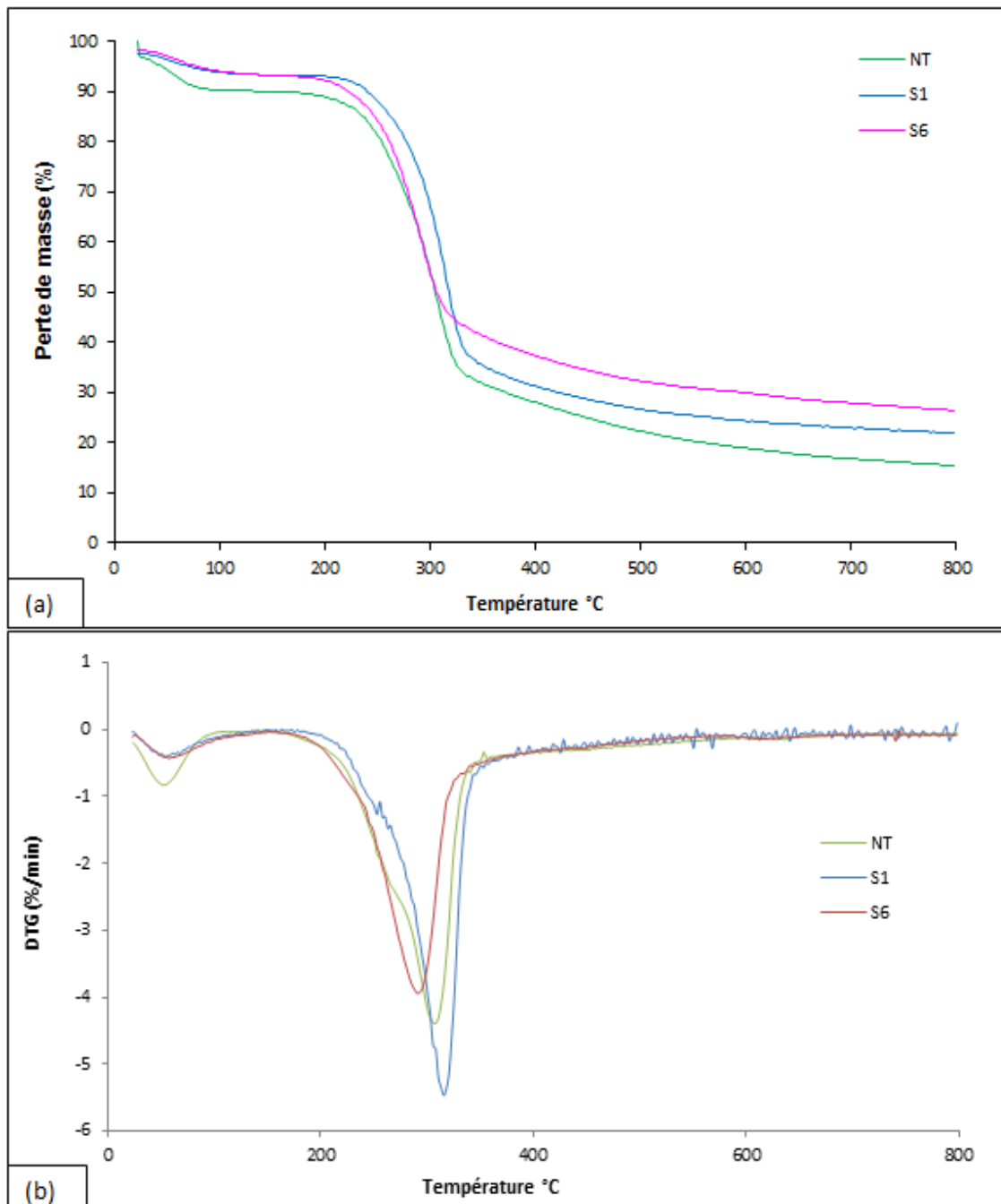


Figure 11 : Analyse thermogravimétrique : Influence de l'hydroxyde de sodium : (a) ATG, (b) DTG.

III.3.4.2. INFLUENCE DE L'AGENT DE COUPLAGE SILANE

Sur la Figure 12a, la chènevotte brute uniquement traitée avec l'agent de couplage (NT-GPTMS) est légèrement plus hydrophile que les deux autres et présente une stabilité thermique inférieure. Ceci montre qu'un prétraitement des fibres avec l'hydroxyde de sodium est nécessaire pour avoir plus d'efficacité. Sur la Figure 12b, les deux courbes S1-GPTMS et S6-GPTMS sont proches. Pour un choix économique, nous optons pour le traitement S1-GPTMS afin d'améliorer l'interface de l'agrocomposite.

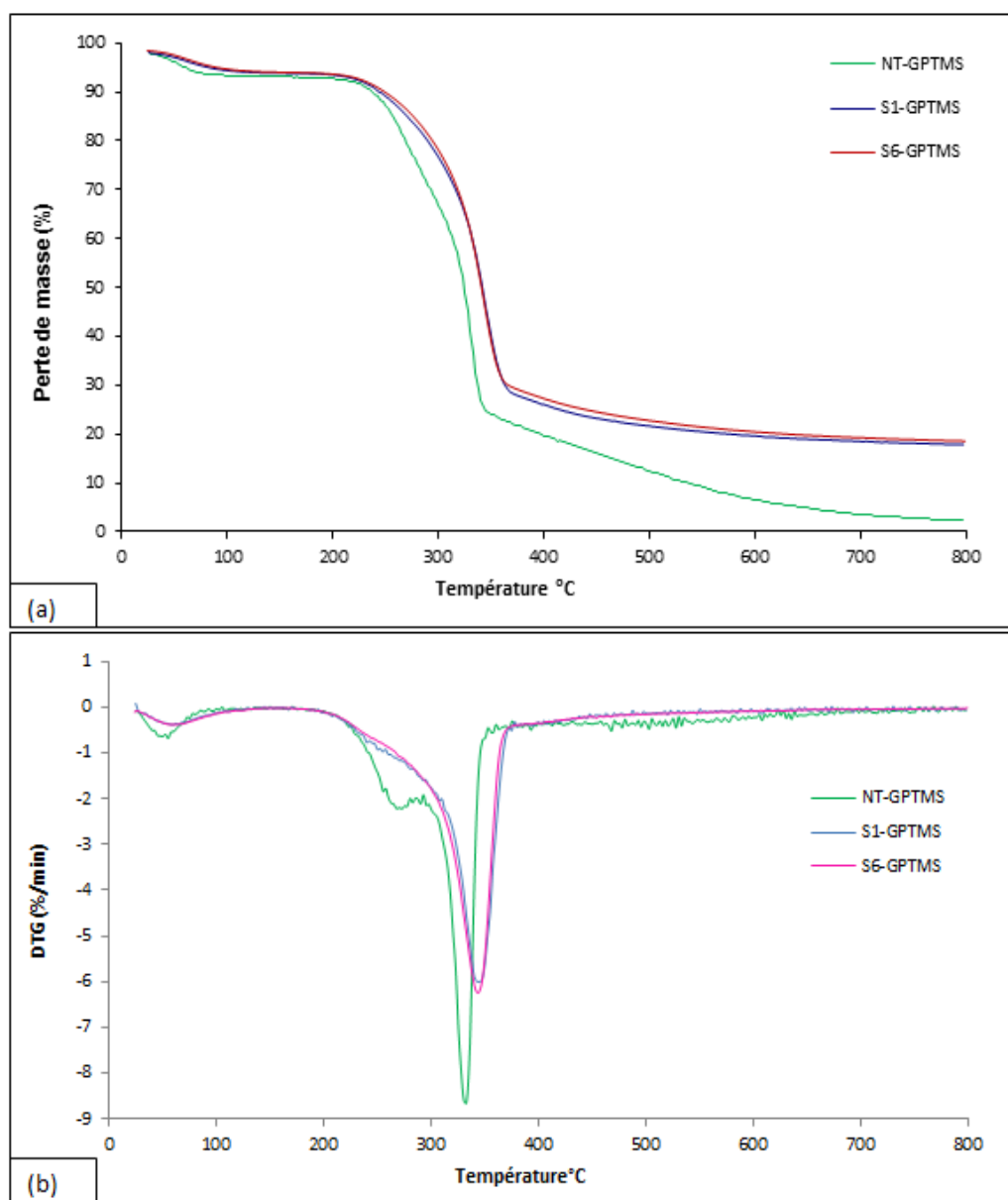


Figure 12 : Analyse thermogravimétrique : Influence de l'agent de couplage GPTMS :
(a) ATG, (b) DTG.

III.3.4.3. INFLUENCE DU TRAITEMENT SUR L'AGROCOMPOSITE

Un échantillon de liant à base d'amidon L, l'agrocomposite chanvre-amidon brut NT-L et l'agrocomposite traité S1-GPTMS-L ont été étudiés. Au vu des résultats de la Figure 13, nous déduisons que l'agrocomposite traité S1-GPTMS-L présente une stabilité thermique meilleure comparée au matériau brut NT-L. L'agrocomposite chanvre-amidon est un matériau hygroscopique non seulement à cause des fibres mais aussi par rapport au liant à base d'amidon de blé. Le traitement des fibres améliore la stabilité thermique du matériau et diminue légèrement la quantité d'eau adsorbée.

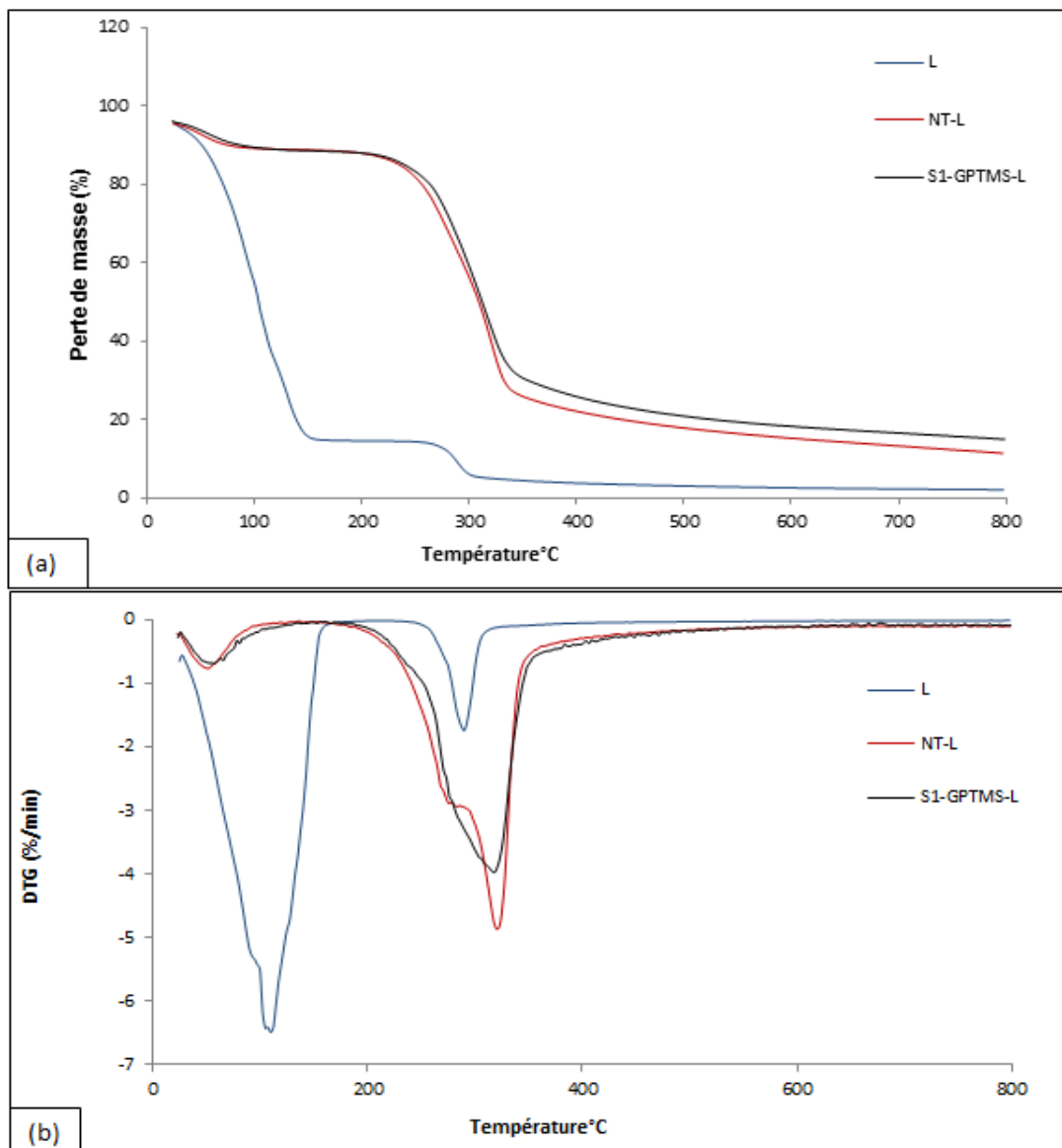


Figure 13 : Analyse thermogravimétrique : Influence du traitement sur l'agrocomposite :
(a) ATG, (b) DTG.

III.3.5. ANALYSES EN SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR est une méthode d'analyse basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser. Elle permet, par la détection de vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions présentes. Un spectromètre de type Perkin Elmer a été utilisé pour analyser les échantillons en effectuant 10 scans et 4 cm⁻¹ de résolution entre 500 et 4000 cm⁻¹.

$\lambda(\text{cm}^{-1})$	Attribution majeure	Source
3356-3349	Liaison O-H	Polysaccharides
2930-2923	Elongation symétrique C-H	Polysaccharides
2868	Elongation symétrique CH ₂	Cires
1742	Groupe ester C=O, élongation symétrique	Xylane (hémicelluloses)
1630	OH (H ₂ O absorbée)	Eau
1514	C=C du cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines
1432	déformation dans le plan de CH ₂ , C=C	Pectine, lignine, hémicellulose
1370	CH ₂	Polysaccharides
1335	C-O du cycle aliphatique	cellulose
1252	C-O du groupe acétyle	Lignine
1162	C-O-C	
895	Liaisons glycosidiques	Polysaccharides
841et 768	-Si-O-Si-	Silane
670	C-OH déformation hors plan	Cellulose

Tableau 5 : Récapitulatif des modes de vibrations des spectres et leurs sources.

Le Tableau 5 donne un récapitulatif des fonctions rencontrées. Dans la littérature (MWAIKAMBO et ANSELL 2002), les groupements hydroxyles attribués à la bande 3356-3349 cm⁻¹, sont impliqués dans les liaisons hydrogène avec des groupes carboxyliques issus des acides gras présents à la surface des fibres. Après le traitement à l'hydroxyde de sodium (S1, S6), l'intensité de ce pic diminue d'après les résultats de la Figure 16. Nous observons également que le traitement avec NaOH réduit l'intensité du pic situé à 2868 cm⁻¹ (attribué à la cire).

Sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, nous remarquons que le pic situé à 1742 cm⁻¹ lié au groupement acétyle de l'hémicellulose disparaît avec le traitement alcalin. Il en est de même pour le spectre des fibres traitées S1-GPTMS de la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Ceci est en accord avec les travaux de (KENNY, VAZQUEZ et CYRAS 2004),

(SGRICCIA, HAWLEYA et MISRA 2008) sur le fait que le traitement avec NaOH enlève l'hémicellulose à la surface de la fibre. Le pic situé à 1630 cm^{-1} lié à l'eau, est réduit avec le traitement alcalin, ce qui signifie que les fibres brutes adsorbent beaucoup. Le pic à 1252 cm^{-1} attribué au groupement acétyle de la lignine est plus important pour les fibres brutes ou les fibres traitées uniquement avec l'agent de couplage.

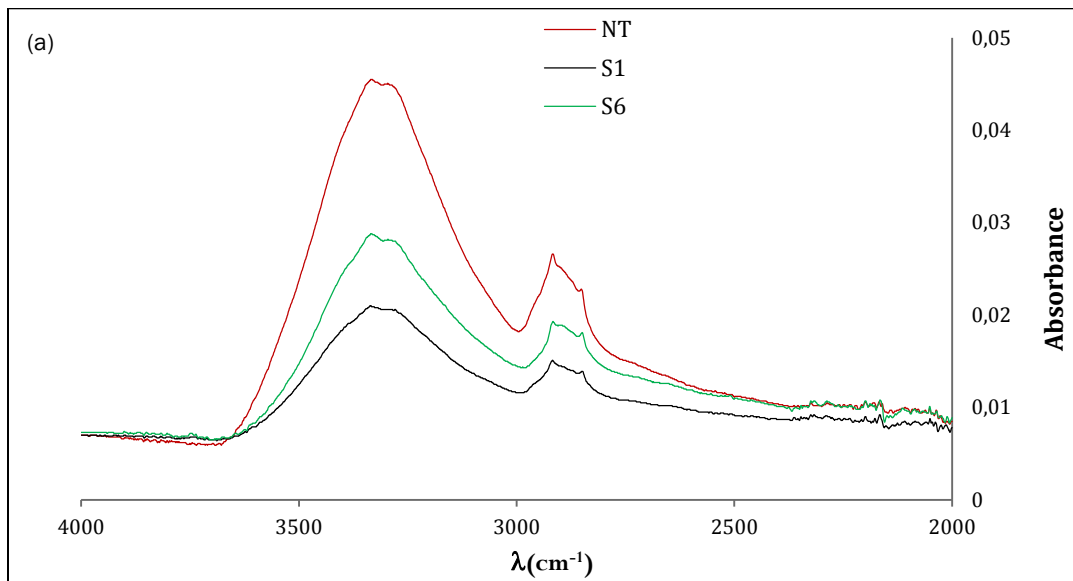


Figure 14 : Influence de l'hydroxyde de sodium - Spectres IR de 4000 à 2000 cm^{-1} .

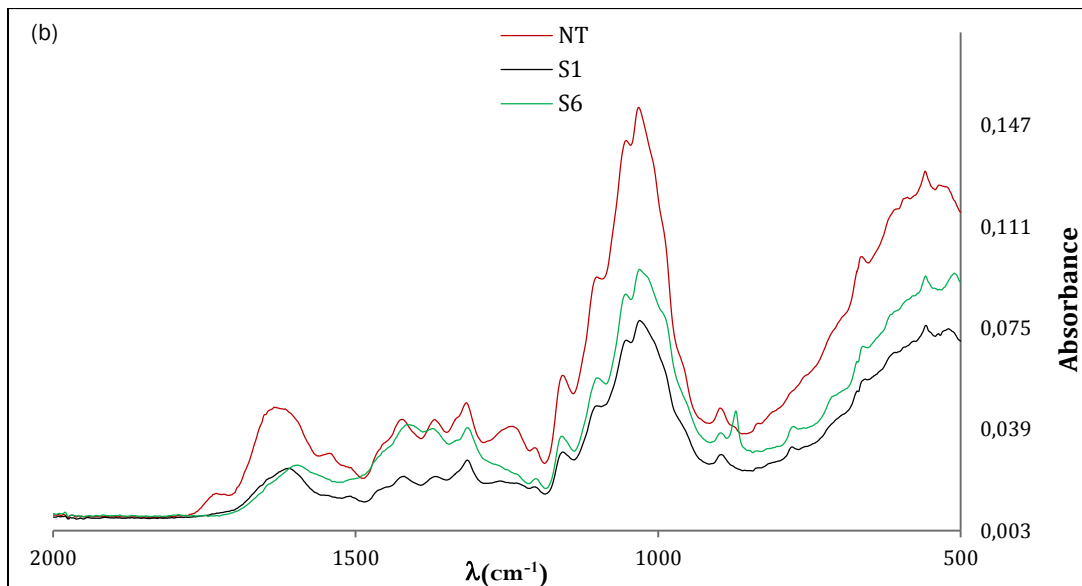


Figure 15 : Influence de l'hydroxyde de sodium - Spectres IR de 2000 à 500 cm^{-1} .

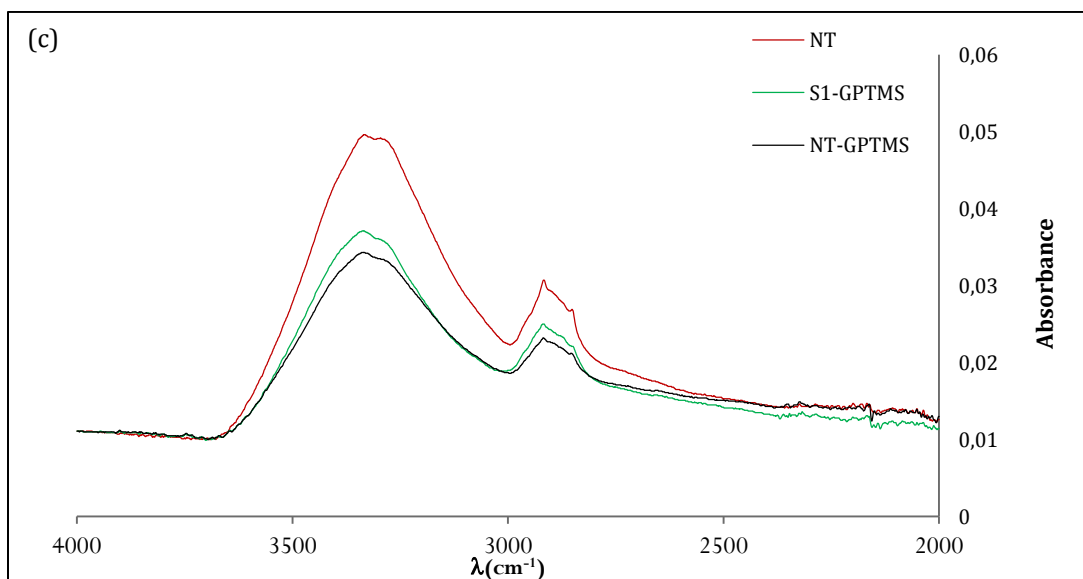


Figure 16 : Influence de l'agent de couplage silane GPTMS - Spectres IR de 4000 à 2000 cm^{-1} .

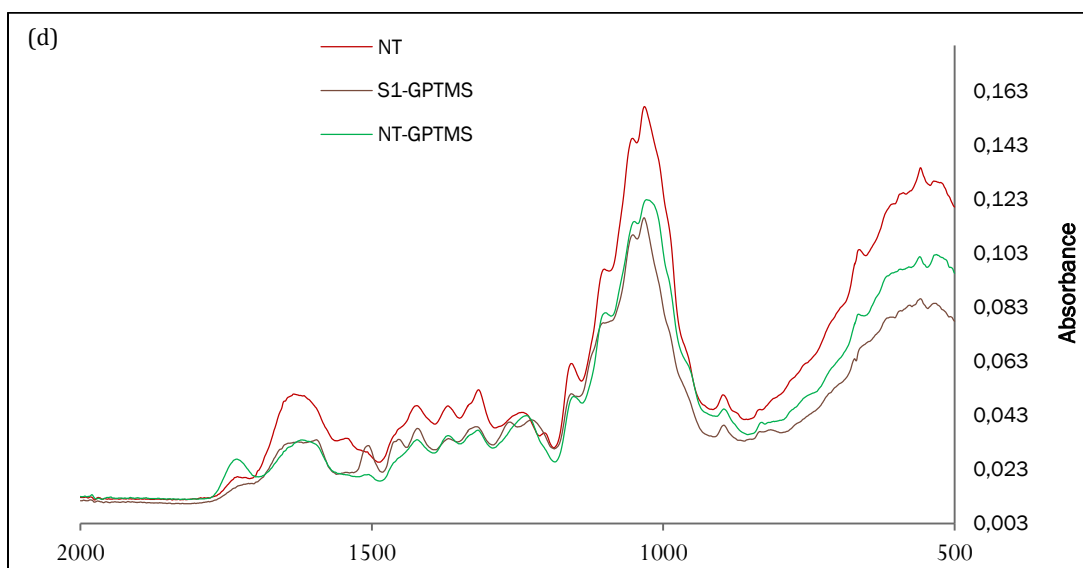


Figure 17 : Influence de l'agent de couplage silane GPTMS - Spectres IR de 2000 à 500 cm^{-1} .

III.3.6. PROPRIETES MECANQUES DU CHANVRE-AMIDON TRAITE

Après le traitement de surface des fibres, les propriétés mécaniques de l'agrocomposite ont été réétudiées entre le béton de chanvre brut et le béton de chanvre traité S1-GPTMS-L. La masse volumique apparente du matériau traité est mesurée après le séchage des échantillons, à l'aide d'une balance de précision 0,001 g pour effectuer les pesées ainsi qu'un pied à coulisse de précision 0,01mm pour mesurer la taille des échantillons. Les résultats montrent une augmentation de la masse volumique de 177 à 210 kg.m^{-3} , due au

traitement à l'hydroxyde de sodium qui nettoie la surface de fibre en premier suivi par l'agent de couplage silane qui améliore l'adhérence fibre/matrice liant.

Les échantillons de taille $100 \times 100 \times 100 \text{ mm}^3$ ont été utilisés pour étudier la résistance à la compression du matériau. Les deux courbes représentant la contrainte en fonction de la déformation (Figure 18) présentent un comportement linéaire. La résistance à la compression augmente de 0,4 à 0,8 MPa après le traitement des fibres, et a été prise égale à la valeur correspondant à la limite du comportement élastique, en accord avec les travaux de (ELFORDY, et al. 2008) et (MOUNANGA, et al. 2009). Le module de Young augmente également de 1,4 à 3,2 MPa pour les échantillons traités.

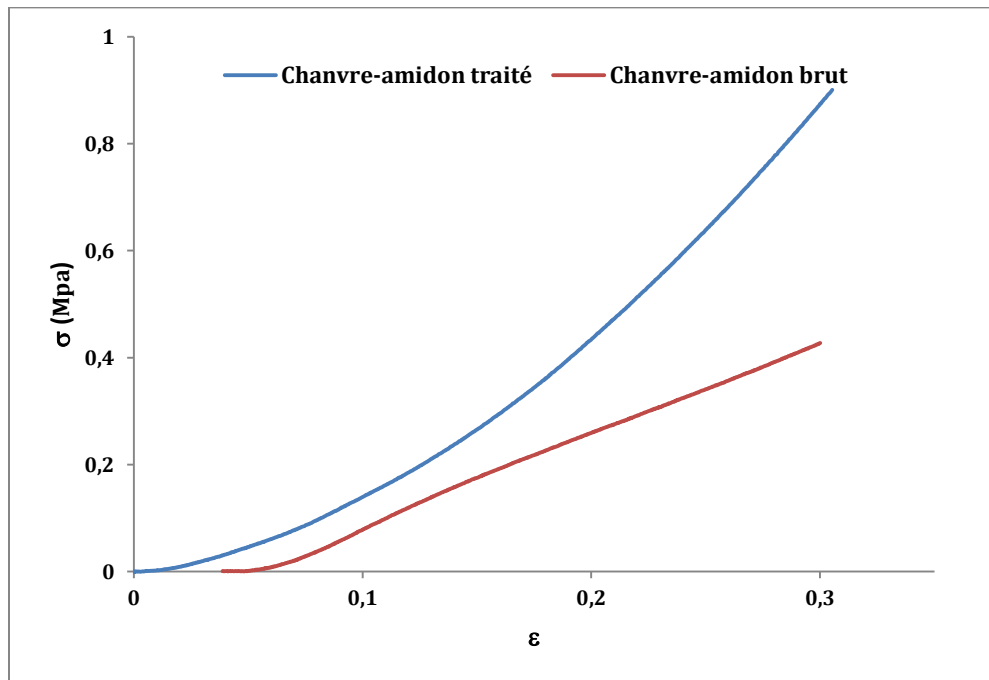


Figure 18 : La courbe contrainte-déformation : Influence du traitement S1-GPTMS sur l'agrocomposite chanvre-amidon.

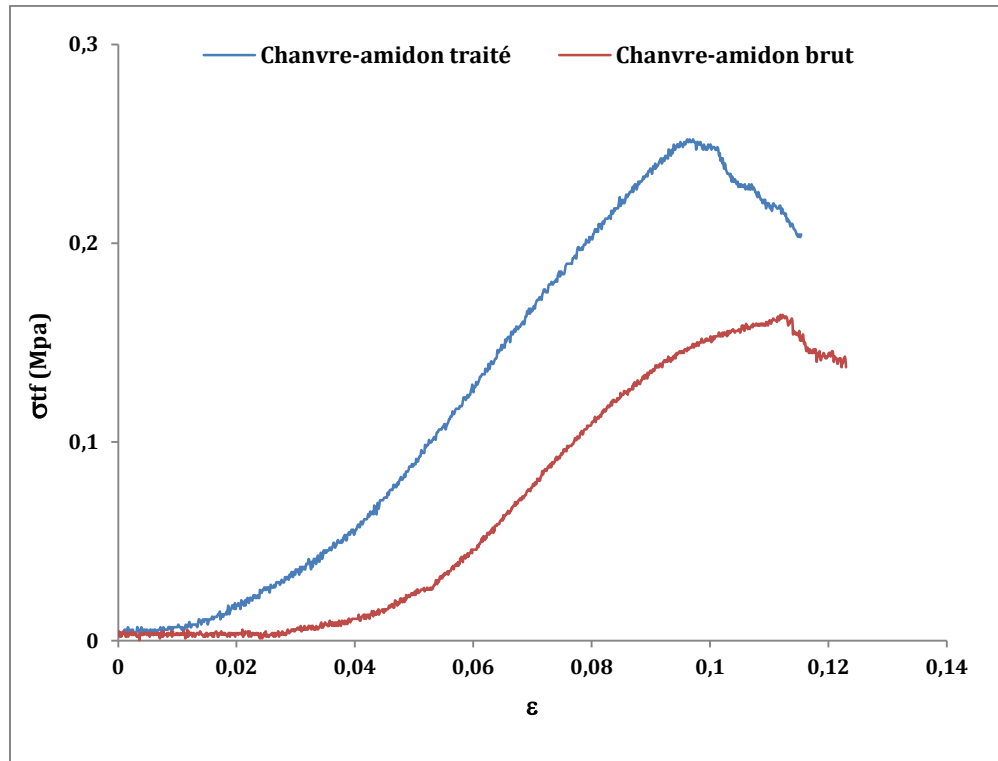


Figure 19 : Résistance à la traction par flexion : Influence du traitement S1-GPTMS sur l'agrocomposite chanvre-amidon.

La contrainte de traction par flexion σ_{tf} est également mesurée sur des échantillons de taille 100x100x400 mm³, par les essais de flexion 4 points. La contrainte σ_{tf} augmente de 0,13 à 0,25 MPa après le traitement des fibres par S1-GPTMS (Figure 19). La charge maximale est transmise et répartie à l'interface matrice/liant et provoque la rupture de l'interface et la propagation de la fissure. Après σ_{max} , on observe un comportement pseudo-plastique dans l'agrocomposite brut et traité, ce qui évite une rupture brutale de celui-ci.

III.4. CONCLUSION

La morphologie des fibres a été modifiée afin d'améliorer les propriétés de l'interface de l'agrocomposite: le traitement à l'hydroxyde de sodium NaOH de la chènevotte permet d'enlever les composés amorphes et augmente le nombre de sites réactionnels. L'ajout de l'agent de couplage silane (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane crée des liaisons

covalentes avec les fibres d'une part et réagit avec la matrice liant d'autre part. Les images MEB confirment l'influence de ces deux traitements à la surface des fibres.

D'après les résultats de la calorimétrie différentielle à balayage DSC et l'analyse thermogravimétrique, il semble que le traitement avec SS1 est aussi efficace et économique comparée au traitement SS6. A l'échelle du matériau, le traitement de surface améliore la rigidité des composites et réduit le temps de séchage après la fabrication des échantillons.

Les analyses par spectroscopie infrarouge montrent un nouveau pic attribué à la liaison -Si-O-Si- qui confirme qu'il existe bel et bien une liaison covalente qui se forme et donc l'interface fibre/matrice liant est renforcée. Cette nouvelle liaison est probablement responsable de l'augmentation de la masse volumique apparente et de l'amélioration du module de Young ainsi que de la résistance à la traction par flexion.

III.5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- DEMIR, H., U. ATIKLER, D. BALKOSE, et F. TIHMINLIOGLU. «The effect of fiber surface treatments on tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fiber composites.» *Composites: Part A* 37, n° 3 (2006): 447-456.
- DO THI, V., V. *Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*. Université de Grenoble et de l'université des sciences de Hochiminh ville: Thèse de doctorat, 2011.
- ELFORDY, S., F. LUCAS, F. TANCRET, Y. SCUDELLER, et L. GOUDET. «Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process.» *Construction and Building Materials* 22, n° 10 (2008): 2116-2123.
- INNOCENZI, P., C. FIGUS, T. KIDCHOB, M. VALENTINI, B. ALONSO, et M. TAKAHASHI. «Sol-gel reactions of 3-glycidoxypyriltrimethoxysilane in a highly basic aqueous solution.» *Dalton Transactions : The international journal for inorganic, organometallic and bioinorganic chemistry*, n° 42 (2009): 9146-9152 .
- KENNY, J., M., A. VAZQUEZ, et V., P. CYRAS. «Effect of chemical treatment on the mechanical properties of starch-based blends reinforced with sisal.» *Journal of composites materials* 38, n° 16 (2004): 1387-1399.
- KOSTIC, M., M., B., M PEJIC, K. ASANOVIC, ALEKSICB, V., M A., et P., D SKUNDRIC. «Effect of hemicellulose and lignin on the sorption and electric properties of hemp fibers.» *Industrial crops and products* 32, n° 2 (2010): 169-174.
- LE TROEDEC, M. *Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques*. Université de Limoges: Thèse de doctorat, 2009.
- LE TROEDEC, M., C., S. PEYRATOUT, A. SMITH, et T. CHOTARD. «Influence of various chemical treatments on the interactions between hemp fibers and a lime matrix.» *Journal of the European ceramic society* 29, n° 10 (2009): 1861-1868.
- LI, X., L., G. TABIL, et S. PANIGRAHI. «Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review.» *Journal of Polymer environment* 15, n° 1 (2007): 25-33.
- MAHATO, D., N., B., K MATHUR, et S. BHATTACHERJEE. «Effects of alkali treatment on electrical and spectral properties of coir fiber.» *Journal of materials science letters* 12, n° 17 (1993): 1350-1353.
- MOUNANGA, P., P. POULLAIN, G. BASTIAN, et P. GLOUANNEC. «Effets de la formulation et du procédé de fabrication sur le comportement mécanique de différents bétons de chanvre.» Marseille: 19ème Congrès Français de Mécanique, 2009.
- MWAIKAMBO, L., Y., et M., P. ANSELL. «Chemical modification of hemp, sisal, jute and Kapok fibres by alkalization.» *Applied polymer science* 84 (2002): 2222-2234.

- MWAIKAMBO, L.Y., et M. ANSELL. «Hemp fiber reinforced cashew nut shell liquid composites.» *Composites Science and Technology* 63 (2003): 1297-1305.
- OKANO, T., et A. SARKO. «Mercerization of cellulose I. X-Ray diffraction evidence for intermediate structures.» *Journal of Applied Polymer Science* 29 (1984): 4175-4182.
- RODRIGUEZ, E., S., P., M STEFANI, et A. VAZQUEZ. «Effects of fibers' alkali treatment on the resin transfer molding processing and mechanical properties of jute-vinylester composites.» *Journal of composites materials* 41 (2007): 1729-1740.
- SGRICCIA, N., M., C. HAWLEYA, et M. MISRA. «Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites.» *Composites Part A* 39, n° 10 (2008): 1632-1637.
- SREEKALA, M., S., M., G. KUMARAN, et S. THOMAS. «Oil Palm Fibres: morphology, chemical composition, surface modification, and Mechanical Properties.» *Journal of Applied Polymer Science* 66, n° 5 (1997): 821-835.
- SZABO, P., G. VARHEGYI, F. TILLA, et O. FAIX. «Thermogravimetric / mass spectrometric characterization of two energy crops , Arundo donax and Miscanthus sinensis.» *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 36, n° 2 (1996): 179-190.
- XIE, Y., C., A., S HILL, Z. XIAO, H. MILITZ, et C. MAI. «Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review.» *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41, n° 7 (2010): 806-819.
- Y.R., HAIPING. « Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review.» *Fuel* 86 (2007): 1781-1788.
- YANG, H., R. YAN, H. CHEN, D., H. LEE, et C. ZHENG. «Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis.» *Fuel* 86, n° 12-13 (2007): 1781-1788.

CHAPITRE 4

CARACTERISATION HYGROTHERMIQUE

IV.1. INTRODUCTION

Dans les chapitres précédents, nous avons étudié la formulation du matériau ainsi que l'optimisation des propriétés d'adhésion à l'interface matrice/fibre par un traitement de surface alcalin à base de l'hydroxyde de sodium NaOH suivi par l'utilisation d'un agent de couplage silane (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane (GPTMS).

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les propriétés hygrothermiques de l'agromatériau chanvre-amidon ainsi que son inertie hydrique. Ces propriétés comprennent la perméabilité à la vapeur d'eau, l'isotherme de sorption, la diffusivité et l'effusivité hydrique ainsi que la conductivité thermique. L'inertie hydrique, quant à elle, est évaluée en déterminant la capacité tampon hydrique du matériau (MBV).

Ce chapitre comprend deux parties. Dans la première partie, nous présentons les méthodes expérimentales ainsi que le matériel et les échantillons utilisés. Deux types de fibres ont été utilisés pour élaborer nos échantillons : le matériau chanvre-amidon brut (NT) dont les fibres n'ont subi aucun traitement et le matériau chanvre-amidon traité (T) avec des fibres traitées au NaOH suivi par celui de l'agent de couplage silane. La deuxième partie présente les résultats, ce qui permettra par la suite de mieux cerner l'utilisation du matériau chanvre-amidon pour le bâtiment. Ce chapitre se terminera par une comparaison des propriétés du chanvre-amidon à celles du chanvre-chaux données dans la littérature.

IV.2. METHODES EXPERIMENTALES

IV.2.1. UTILISATION DU CHANVRE-AMIDON DANS LE BATIMENT

Le matériau chanvre-amidon a été élaboré pour faire partie des matériaux de construction biosourcés. Nous prévoyons de l'utiliser comme isolant hygrothermique placé à l'intérieur de la paroi ou bien comme revêtement intérieur afin de contribuer au confort hygrothermique et acoustique à l'intérieur d'un local. Pour cela, dans la suite de ce chapitre, nous allons caractériser des échantillons d'une épaisseur de 2,5 cm qui pourra servir comme épaisseur de référence de la plaque chanvre-amidon.

IV.2.2. CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS

La préparation du chanvre-amidon suivie par le moulage et le séchage des éprouvettes, a été effectuée en respectant le protocole énoncé au Chapitre 2. Le Tableau 1 montre la taille et le nombre des échantillons utilisés pendant les mesures. Le nombre d'échantillons testés a été fixé en respectant les normes énoncées pour chaque essai.

Essai	Taille des échantillons bruts (NT) et traités (T).	Nombre
Perméabilité à la vapeur d'eau-coupelle sèche	$\Phi = 100 \text{ mm}$, ép. 25 mm (NT)	5
	$\Phi = 100 \text{ mm}$, ép. 25 mm (T)	5
Perméabilité à la vapeur d'eau-coupelle humide	$\Phi = 100 \text{ mm}$, ép. 25 mm (NT)	5
	$\Phi = 100 \text{ mm}$, ép. 25 mm (T)	5
Isotherme de sorption	100*100*25 mm ³ (NT)	4
	100*100*25 mm ³ (T)	4
Capacité tampon hydrique (MBV)	200*200*25 mm ³ (NT)	2
	200*200*50 mm ³ (NT)	2
	200*200*25 mm ³ (T)	1
	$\Phi = 100 \text{ mm}$, ép. 50 mm (T)	4
Conductivité thermique	200*200*25 mm ³ (NT)	3

Tableau 1 : Caractéristiques des échantillons utilisés.

IV.2.3. LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU

La mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau du matériau a été effectuée selon la norme NF EN ISO 12572 : 2001 (AFNOR, 2001) par la méthode de la coupelle sèche et celle de la coupelle humide. Le principe d'essai consiste à imposer à un échantillon d'épaisseur e un

gradient de pression de vapeur constant et unidimensionnel dans les conditions isothermes.

Avant l'essai, les éprouvettes sont stockées à 23°C et 50% d'humidité relative pour que leur masse se stabilise, jusqu'à ce que trois déterminations quotidiennes et successives ne varient plus de 5 %. Après la stabilisation du poids, la surface latérale est recouverte par un papier adhésif et étanche pour assurer un transfert monodimensionnel. L'épaisseur e est mesurée avec un pied à coulisse à 0,01 mm près puis l'éprouvette est scellée sur la coupelle contenant le dessicatif ou la solution aqueuse produisant des humidités relatives spécifiques. L'assemblage coupelle-échantillon est ensuite placé dans une enceinte climatique BINDER MKF 720 dont l'humidité relative diffère de celle qui est créée à l'intérieur de la coupelle pour assurer un gradient de pression.

La Figure 1a montre le dispositif expérimental de la coupelle sèche. Le chlorure de calcium anhydre CaCl_2 a été utilisé en tant que dessicatif pour créer une ambiance à 0 % d'humidité relative dans la coupelle, puis l'assemblage coupelle-échantillon est placé dans l'enceinte climatique maintenue à 23°C/50 % d'humidité relative.

Dans le cas de la coupelle humide présentée sur la Figure 1b, une solution aqueuse saturée de nitrate de potassium KNO_3 a été utilisée pour créer 94 % d'humidité relative dans la coupelle, puis l'assemblage coupelle-échantillon est placé dans l'enceinte climatique maintenue à 23°C/50 % d'humidité relative.

Les deux types d'essais sont effectués sur cinq échantillons bruts et cinq autres traités. Dans notre cas d'étude, une correction de la résistance des couches d'air s'impose suivant l'annexe G de la norme (AFNOR, 2001). Un suivi de la variation de la masse est effectué par des pesées de l'assemblage coupelle-échantillon toutes les 24 heures, à l'aide d'une balance de précision à 0,001 g près. Les pesées sont effectuées jusqu'à l'obtention, pour chaque assemblage, de cinq points de mesure successifs. La Figure 1c montre l'assemblage coupelle-échantillon placé dans l'enceinte climatique.

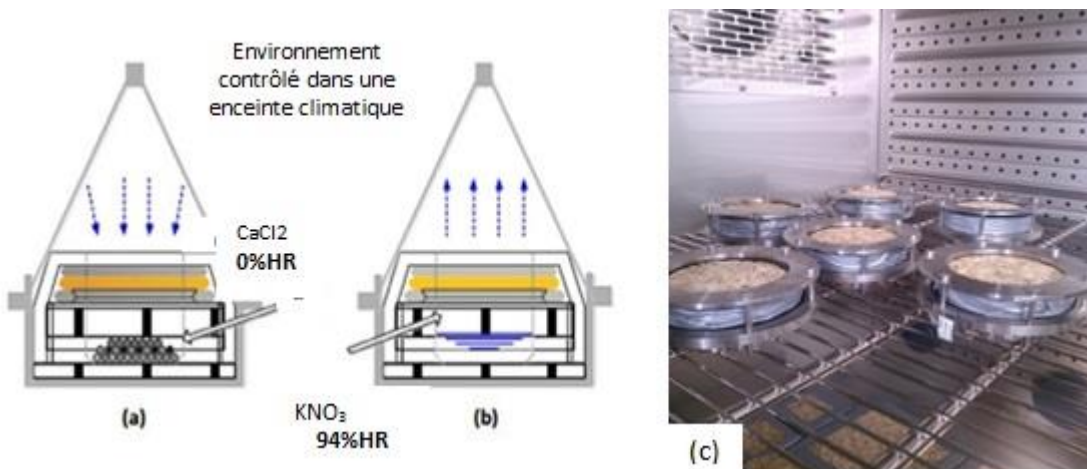


Figure 1 : Dispositif expérimental : (a) coupelle sèche (b) coupelle humide et (c) l'assemblage coupelle-échantillon placé dans l'enceinte climatique.

IV.2.4. ISOTHERMES DE SORPTION

Les essais de sorption sont menés en respectant la norme NF EN ISO standard 1257 : 2000 (AFNOR, 2000). Ils permettent de tracer la courbe de sorption représentant pour une température donnée, la variation de la teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative de l'air ambiant.

Le point de départ de la courbe de sorption correspond à la masse sèche des échantillons. Ils sont placés à l'intérieur d'un dessiccateur contenant du chlorure de calcium anhydre créant 0 % d'humidité relative, puis l'ensemble est placé dans une enceinte climatique Binder MKF 720 maintenue à 23°C, jusqu'à ce que l'équilibre hygroscopique soit atteint. L'échantillon est considéré en équilibre une fois que la masse de l'échantillon présente une variation inférieure à 1% de la masse totale, sur trois pesées successives, effectuées à 24 heures d'intervalle. Après chaque pesée des échantillons, nous avons réalisé le vide d'air à l'intérieur du dessiccateur à l'aide d'une trompe à eau puis le dessiccateur est replacé dans l'enceinte climatique. Le chlorure de calcium est régénéré à 250 °C avant son utilisation et pendant deux heures.

Après avoir trouvé le point initial de la courbe, les échantillons sont ensuite placés à des humidités relatives de 33 % puis 53 %, 75 % et 94 % en adsorption et désorption. Nous avons effectué une montée/descente en humidité relative lorsque l'équilibre hygroscopique

est atteint. La Figure 2a montre les échantillons étudiés et la Figure 2b montre l'enceinte climatique utilisée pour les mesures.



Figure 2: (a) Photographie des échantillons, (b) Enceinte climatique Binder MKF 720.

IV.2.5. LA CAPACITE TAMPON HYDRIQUE

La valeur de la capacité tampon hydrique appelée en anglais «Moisture buffering value» ou MBV en abrégé, a été mesurée en suivant le protocole du projet NORDTEST (RODE, 2005). Elle est déterminée par la quantité d'eau adsorbée ou désorbée par une unité de surface lorsque l'échantillon est soumis à une variation de l'humidité relative extérieure en un temps donné et elle s'exprime en $\text{g.m}^{-2}.\% \text{ HR}^{-1}$.

Avant d'effectuer les mesures, les échantillons sont placés dans l'enceinte climatique maintenue à 23 °C et 50 % d'humidité relative jusqu'à la stabilisation de leur masse. Ils sont ensuite soumis à des cycles dynamiques, de période de 24 heures, pendant lesquels l'humidité relative est fixée à 75 % pendant 8 heures et à 33 % les 16 heures suivantes. Les échantillons sont pesés 5 fois pendant la phase d'adsorption à 75 % d'humidité relative et 2 fois pendant la phase de désorption correspondant à 33 % d'humidité relative. Le test est arrêté lorsque la variation de l'écart de masse entre la phase d'adsorption et de désorption est inférieure à 5 %, sur 3 jours consécutifs. La Figure 3 montre les échantillons utilisés pour déterminer la capacité tampon hydrique du chanvre-amidon.



Figure 3 : Photographie des échantillons utilisés pour la mesure du MBV.

IV.2.6. LA CONDUCTIVITE THERMIQUE

La conductivité thermique du chanvre-amidon a été mesurée par la méthode fluxmétrique, en respectant la norme ISO 8301:1991 (AFNOR, 1991). Le principe de cette mesure repose sur le lien entre le flux de chaleur traversant le matériau et le gradient de température qu'il génère, lorsque la totalité du flux de chaleur passe par l'échantillon. L'une des extrémités de l'échantillon de section A est fixée à un bain thermique dont le rôle est d'évacuer le flux thermique traversant l'échantillon tandis que l'autre extrémité est fixée à une chaufferette dissipant dans l'échantillon une puissance électrique Q obtenue par effet Joule, de manière à produire un gradient thermique suivant la longueur L de l'échantillon. La Figure 4 montre le principe de mesure de la conductivité thermique par la méthode fluxmétrique.

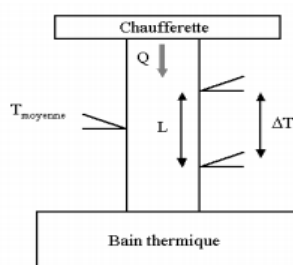


Figure 4 : Principe de mesure de la conductivité thermique par le fluxmètre HFM 436.

Les mesures de la conductivité thermique sont effectuées sur trois échantillons stabilisés dans une enceinte climatique Binder KBF 240 (Figure 5b), à température et humidité

relative données. La Figure 5a montre l'appareil de mesure utilisé (NETZSCH HFM 436 Lambda) et la Figure 5c montre une photographie d'un échantillon.

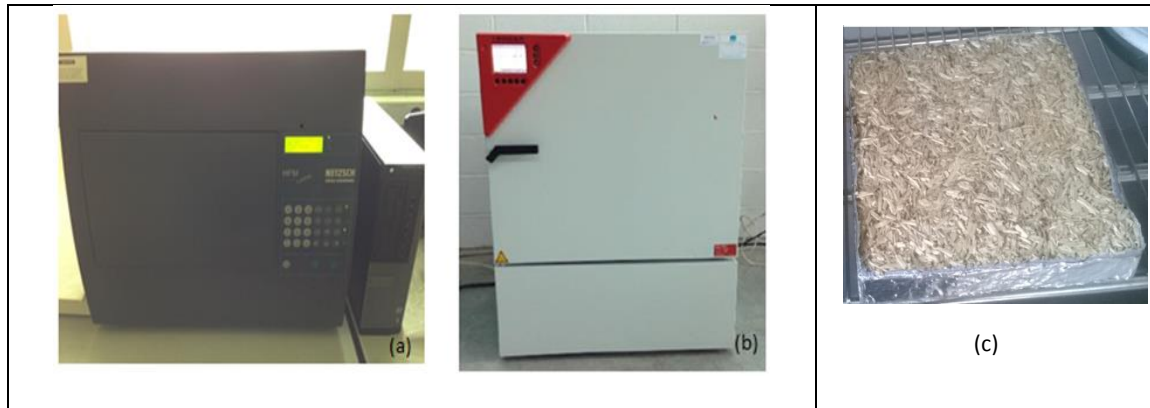


Figure 5 : (a) Appareil NETZSCH HFM 436 Lambda, (b) Enceinte climatique Binder KBF 240 et (c) Photographie d'un échantillon.

IV.3. RESULTATS ET ANALYSES

IV.3.1. LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU

Le flux de vapeur traversant le matériau est déterminé à partir des pesées de l'ensemble coupelle-échantillon. En régime permanent, le flux de vapeur d'eau à travers l'éprouvette G ($\text{kg} \cdot \text{sec}^{-1}$) est représenté par la pente de la droite de régression entre la masse de l'assemblage d'essai et le temps, excluant la phase initiale non linéaire de l'essai. Ainsi la densité de flux (ou débit de transmission) de la vapeur g ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$) est obtenue par la formule [E4.1], où A (m^2) représente la surface de l'éprouvette exposée équivalent à la moyenne arithmétique des aires libres supérieure et inférieure (AFNOR, 2001).

$$g = \frac{G}{A} \quad [\text{E 4.1}]$$

$$W = \frac{G}{A * \Delta_{pv}} \quad [\text{E 4.2}]$$

$$p_{sat} = \varphi * 610,5 * e^{\frac{17,269 * \theta}{237,3 + \theta}} \quad [\text{E 4.3}]$$

$$W_c = \frac{1}{\frac{A * \Delta_{pv}}{G} - \frac{d_a}{\delta_a}} \quad [\text{E 4.4}]$$

La perméance à la vapeur d'eau W ($\text{kg.m}^{-2}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) est calculée par la formule [E 4.2]. La pression de la vapeur saturante p_{sat} (Pa) sur chaque face de l'éprouvette est calculée en fonction de la température θ ($^{\circ}\text{C}$) et l'humidité relative φ (%) suivant la formule [E 4.3], et permet de calculer la valeur de Δ_{pv} .

Une correction de la résistance des couches d'air dans la coupelle d'essai nous permet d'obtenir la valeur de la perméance corrigée W_c ($\text{kg.m}^{-2}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) représentée par l'équation [E 4.4]. d_a (m) est l'épaisseur de la couche d'air tandis que δ_a représente la perméabilité à la vapeur d'eau de l'air égale à $10^{-10} \text{ kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$.

$$\delta = W_c * d \quad [\text{E 4.5}]$$

$$\mu = \frac{\delta_a}{\delta} \quad [\text{E 4.6}]$$

$$s_d = \mu * d \quad [\text{E 4.7}]$$

La perméabilité à la vapeur d'eau δ ($\text{kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) est calculée par l'équation [E 4.5], le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ (-) est donné par l'équation [E 4.6] tandis que l'épaisseur d'air équivalente pour la diffusion de la vapeur d'eau s_d est donnée par la formule [E 4.7] selon la norme (AFNOR, 2001).

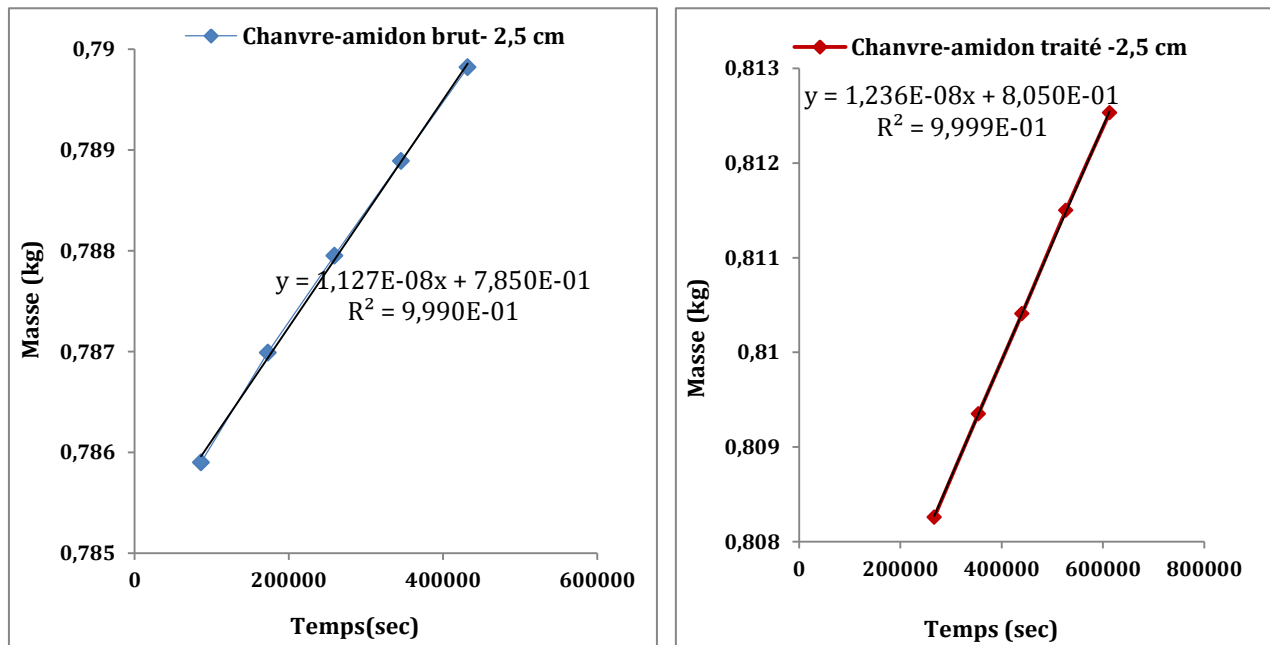


Figure 6: Exemple de variation de la masse en fonction du temps en coupelle sèche pour un échantillon brut (1NT), traité (1T).

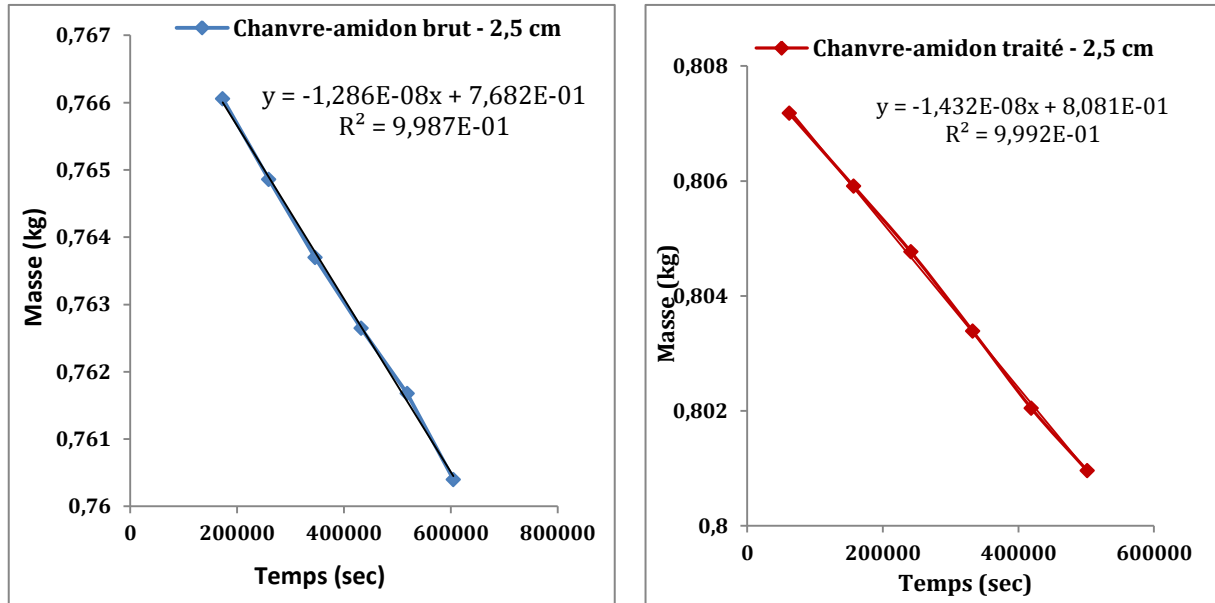


Figure 7 : Exemple de variation de la masse en fonction du temps en coupelle humide pour un échantillon brut (1NT), traité (1T).

La Figure 6 et la Figure 7 montrent respectivement un exemple de variation de la masse en fonction du temps par la méthode de la coupelle sèche et celle de la coupelle humide, pour l'agromatériau chanvre-amidon brut et traité, d'une épaisseur de 2,5 cm.

IV.3.1.1. METHODE DE LA COUPELLE SECHE

Les mesures de la perméabilité à la vapeur d'eau en coupelle sèche donnent des renseignements sur la performance du matériau en humidité faible quand le transfert d'humidité est dominé par la diffusion de vapeur (AFNOR, 2001). Le Tableau 2 montre les résultats de la perméabilité à la vapeur d'eau δ et le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ , pour chaque type de matériau.

	δ (kg.m ⁻¹ .sec ⁻¹ .Pa ⁻¹)	μ (-)	s_d (cm)
Chanvre-amidon brut	3,78E-11	5,28±0,35	13,7
Chanvre-amidon traité	4,36E-11	4,58±0,3	11,46

Tableau 2 : Récapitulatif des résultats par la méthode de la coupelle sèche.

A faible humidité relative, l'agromatériau chanvre-amidon présente une perméabilité à la vapeur d'eau équivalent à 4,36E-11 kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹ pour le matériau traité et 3,78E-11

kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹ pour le matériau brut (MAALOUF, et al., 2014). Ces deux valeurs sont relativement élevées par rapport aux résultats trouvés dans la littérature sur le béton de chanvre-chaux. Le béton de chanvre-chaux projeté étudié par (COLLET, et al., 2013) présente une perméabilité à la vapeur d'eau δ égale à 3,2E-11 kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹. Cette valeur est légèrement supérieure à la valeur trouvée par (CHAMOIN, 2013) égale à 2,92 2E-11 kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹. En revanche, les formulations étudiées par (WALKER & PAVIA, 2014) donnent des résultats similaires à ceux du chanvre-amidon, avec δ variant entre 3,99E-11 kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹ et 4,21 E-11 kg.m⁻¹.sec⁻¹.Pa⁻¹. L'épaisseur de la lame d'air équivalente s_d est plus importante dans le matériau brut. Plus la valeur de s_d est élevée, plus le matériau s'oppose à la migration de la vapeur d'eau. Nous en déduisons que le traitement des fibres effectué favorise la migration de la vapeur d'eau à travers le matériau chanvre-amidon, pour les humidités relatives faibles.

IV.3.1.2. METHODE DE LA COUPELLE HUMIDE

Les mesures de la perméabilité en coupelle humide fournissent des indications sur la performance du matériau en condition très humide. Le Tableau 3 montre les résultats de la perméabilité à la vapeur d'eau δ et le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ , pour chaque type de matériau.

	δ (kg.m ⁻¹ .sec ⁻¹ .Pa ⁻¹)	μ (-)	s_d (cm)
Chanvre-amidon brut	4,74E-11	4,22±0,38	10,55
Chanvre-amidon traité	5,76E-11	3,47±0,33	8,67

Tableau 3: Récapitulatif des résultats par la méthode de la coupelle humide.

En condition humide, le facteur de la résistance à la vapeur d'eau μ du chanvre-amidon baisse à 4,22±0,38 pour le matériau brut et 3,47±0,33 pour le matériau traité, et par conséquent le matériau devient plus perméable à la vapeur d'eau (MAALOUF, et al., 2014). Cette baisse est due probablement au fait que dans les conditions humides le transfert d'humidité est dominé par une condensation capillaire des molécules d'eau à travers le réseau poreux du matériau. Par rapport à d'autres matériaux de construction poreux étudiés par (ROELS, et al., 2004), ces valeurs sont évidemment inférieures aux valeurs

habituelles. La perméabilité à la vapeur d'eau du béton de chanvre-chaux étudié par (COLLET, et al., 2013) présente une valeur inférieure égale à $2,5E-11 \text{ kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$, pour une humidité relative moyenne. L'épaisseur d'air équivalente S_d du matériau brut semble le plus élevé. Nous en déduisons que le matériau chanvre-amidon traité favorise la migration de la vapeur d'eau, également pour les fortes humidités relatives.

IV.3.1.3. LE FACTEUR DE RESISTANCE A LA VAPEUR D'EAU

Le facteur de résistance à la vapeur d'eau s'exprime également sous une forme analytique proposée par (ROELS, et al. 2010) suivant l'équation [E 4.8], où a , b et c sont les paramètres d'ajustement calculés par la méthode des moindres carrés réalisée avec Excel 2010.

$$\mu = \frac{1}{a + be^{c\phi}} \quad [E 4.8]$$

Une mesure supplémentaire de la perméabilité à la vapeur a été ajoutée, à 23°C et 0/25% d'humidité relative, afin de pouvoir calculer les coefficients a , b et c . Le Tableau 4 affiche les paramètres d'ajustement obtenus.

	a	b	c
Chanvre - amidon brut (NT)	0,177	0,00515	3,4
Chanvre - amidon traité (T)	0,192	0,0107	3,03

Tableau 4: Paramètres d'ajustement pour le facteur de résistance à la vapeur d'eau.

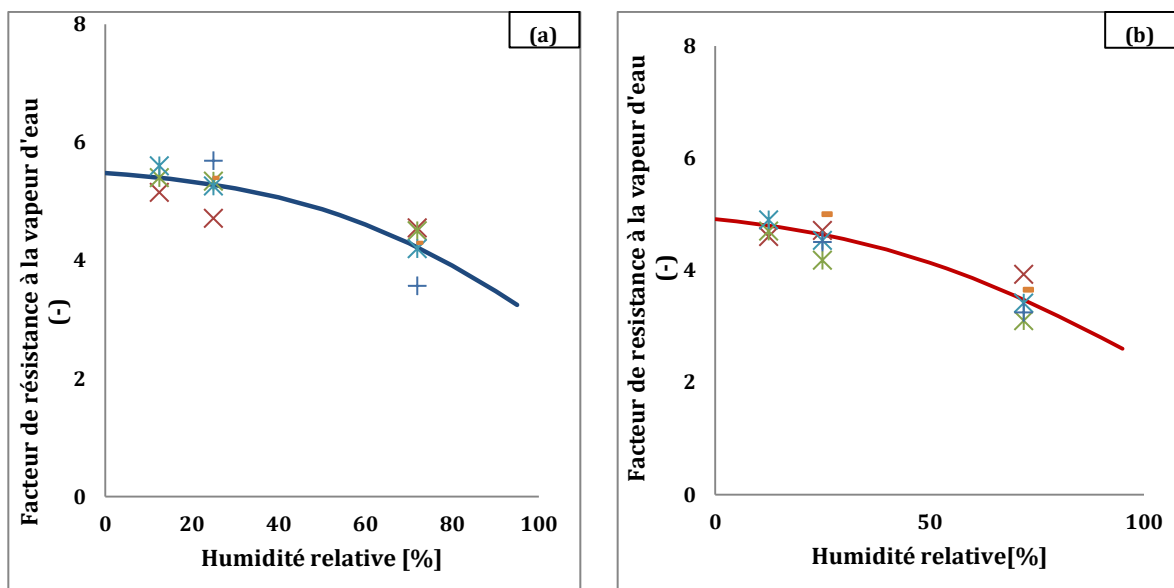


Figure 8 : Facteur de résistance à la vapeur d'eau du chanvre-amidon : (a) brut, (b) traité.

La variation du facteur de résistance à la vapeur d'eau μ en fonction d'humidité relative est présentée dans la Figure 8a pour le matériau brut et la Figure 8b pour le matériau traité. Les valeurs analytiques du facteur de résistance à la vapeur d'eau en fonction de l'humidité relative trouvées sont proches des valeurs expérimentales affichées dans les Tableau 2 et 3. Pour une humidité relative faible de 25 % correspondant à la coupelle sèche (0/50 %), le facteur de résistance à la vapeur d'eau obtenu analytiquement est 5,4 contre la valeur de $5,09 \pm 0,284$ obtenue expérimentalement pour le matériau brut (NT) et 4,5 contre $4,604 \pm 0,069$ pour le matériau traité (T).

Pour une humidité relative élevée de 72 % correspondant à la coupelle humide (50/94 %), le facteur de résistance analytique à la vapeur d'eau obtenu analytiquement est 4,2 contre la valeur de $3,96 \pm 0,38$ obtenue expérimentalement pour le matériau brut (NT) et 3,25 contre $3,459 \pm 0,218$ pour le matériau traité (T).

IV.3.2. ISOTHERMES DE SORPTION

IV.3.2.1. LES MODES DE FIXATION D'HUMIDITE DANS LE MATERIAU POREUX

L'augmentation de l'humidité relative de l'air à la surface de l'échantillon entraîne une prise de masse connue sous le nom de phénomène d'adsorption physique et permet de fixer les molécules d'eau à la surface des pores d'une façon réversible. De même, une diminution

d'humidité de l'air environnant entraîne une perte de masse et ce phénomène correspond à la désorption.

Le mécanisme de fixation des molécules d'eau se fait en 3 étapes évoquées au Chapitre 1, entre autre l'adsorption monomoléculaire, l'adsorption polymoléculaire et la condensation capillaire. Dans la première étape, les molécules de vapeur d'eau sont absorbées et recouvrent progressivement une couche à la surface des pores où elles sont maintenues sous effet de la force de Van der Waals. La phase gazeuse est continue et le transfert de l'eau liquide peut être négligé. Quand l'humidité relative de l'air ambiant augmente, nous atteignons la deuxième étape et une deuxième couche est absorbée par la première couche de l'étape 1, qui devient à son tour une surface absorbante pour la troisième couche. Le transfert d'humidité se fait simultanément par le transfert d'eau liquide et de la vapeur. Dans la troisième étape, les multicouches se rejoignent et forment un pont liquide séparé de la phase gazeuse par un ménisque. L'eau est retenue à la surface des pores par les forces capillaires et entraîne ainsi le remplissage des pores les plus fins dans un premier temps puis les pores les plus importants par condensation capillaire (COLLET, 2004). La Figure 9 montre la forme de la courbe de sorption, constituée en général par 3 zones, chacune correspondant à une étape de fixation de l'eau.

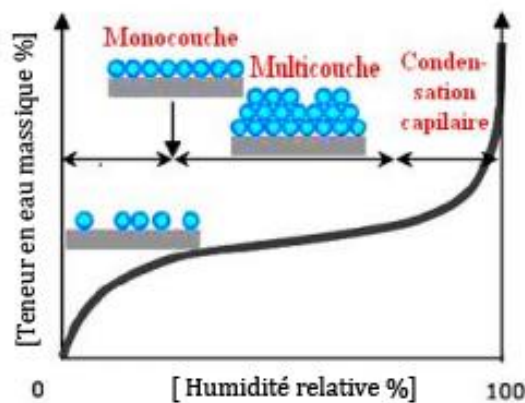


Figure 9 : Allure de la courbe de sorption selon (KRUS, 1996).

IV.3.2.2. LA COURBE DE SORPTION

En effet, la détermination des isothermes d'adsorption/désorption se fait par la mesure de la teneur en eau d'un échantillon à l'équilibre hygroscopique, à une humidité relative donnée. La teneur en eau u est définie par la relation suivante (AFNOR, 2000):

$$u = \frac{m - m_0}{m_0} = \frac{m_w}{m_0} \quad [\text{E 4.9}]$$

Avec m_0 la masse de l'échantillon à l'état sec (0% d'humidité relative), m (kg) la masse de l'échantillon à une humidité relative donnée et m_w (kg) la masse de la vapeur d'eau.

La Figure 10a montre la courbe moyenne entre la courbe d'adsorption et celle de la désorption, tracée à partir des résultats obtenus sur les échantillons bruts (NT) tandis que la Figure 10b correspond aux résultats des échantillons traités (T). Les isothermes obtenues pour les deux compositions présentent une sigmoïde de type 2 selon la théorie de Brunauer, Emmett et Teller (BET), typique pour les matériaux cellulosiques (PARK, 1986), (NILSSON, et al., 2005), (ALIX, et al., 2009), (CELINO, et al., 2014) et de type II d'après la classification IUPAC (SING, et al., 1985). La relation entre la teneur en eau et l'humidité relative est une fonction non-linéaire. Pour les humidités relatives faibles et moyennes, la teneur en eau augmente légèrement. A titre de comparaison, à 53 % d'humidité relative, la teneur en eau est de 5,6 % pour le chanvre-amidon traité et 5,3 % pour le chanvre-amidon brut. Pour les humidités relatives élevées, nous constatons une forte augmentation de la teneur en eau jusqu'à 18,5% pour le chanvre-amidon traité à 94 % d'humidité relative contre 17,2 % pour le chanvre-amidon brut.

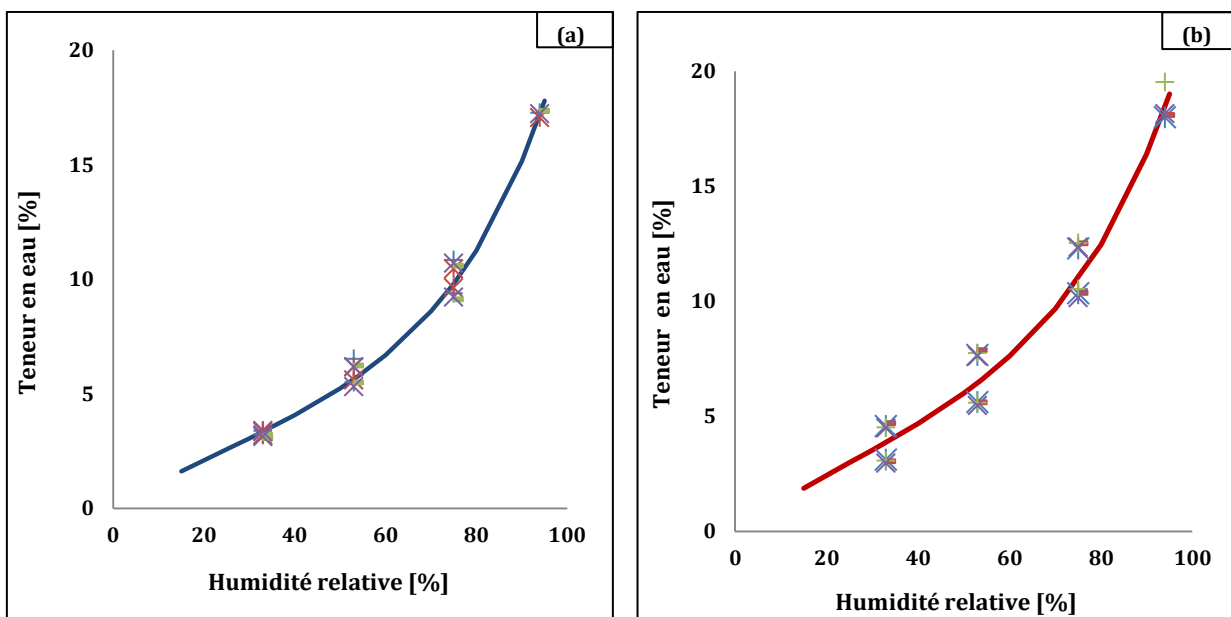


Figure 10 : Courbe moyenne de l'isotherme de sorption du matériau chanvre-amidon
(a) brut, (b) traité.

La valeur de l'hystérésis à une humidité relative donnée représente la différence entre la teneur en eau de la courbe de désorption et celle de la courbe d'adsorption. Toutefois, l'agromatériau chanvre-amidon présente un phénomène d'hystérésis plus important comparé au matériau brut. Ce phénomène est lié à l'effet de la « bouteille d'encre » (DAIAN, 1986) se produisant dans les pores ainsi qu'à la différence de mouillabilité des pores en adsorption et désorption évoqué par (LEON Y LEON, 1998).

Le chanvre-amidon traité semble fixer un peu plus d'humidité que le matériau brut de référence. En effet, les traitements de surface effectués améliorent les propriétés de sorption du matériau. Ceci est en accord avec les travaux de (ALIX, et al., 2009) sur le fait que le traitement de fibres de lin avec un agent de couplage silane améliore ses propriétés de sorption. D'après les travaux de (MWAIKAMBO & ANSELL, 1999), le traitement des fibres par l'hydroxyde de sodium NaOH enlève la partie amorphe à la surface des fibres augmentant ainsi le taux de cristallinité. L'ajout de l'agent de couplage silane augmente la porosité des fibres qui influe sur le phénomène d'hystérésis (BILBA & ARSENE, 2008).

	33 %	53 %	75 %
--	------	------	------

Chanvre - amidon brut (NT)	0,21 %	0,84 %	1,5 %
Chanvre - amidon traité (T)	1,5 %	2,15 %	2,07 %

Tableau 5 : Récapitulatif des résultats de l'hystérésis.

Les résultats affichés dans le Tableau 5 montrent que le phénomène d'hystérésis augmente avec l'humidité relative. Avec le chanvre-amidon brut, nous constatons un écart relativement faible de 0,21 % à 33% d'humidité relative, qui reste à revérifier parce que celui-ci s'effrite facilement par manque d'adhésion dans la matrice au cours de l'essai.

La courbe de sorption obtenue expérimentalement s'exprime également sous une forme analytique proposée par (MERAKEB, et al., 2008) suivant l'équation [E 4.10] :

$$\ln\left(\frac{u}{u_s}\right) = a \ln(\phi) \exp(b\phi) \quad [E 4.10]$$

Où u (kg/kg) est la teneur en eau, u_s (kg/kg) représente la teneur en eau du matériau saturé, a et b sont les paramètres d'ajustement calculés par la méthode des moindres carrés avec Excel 2010 et ϕ (%) représente l'humidité relative donnée. Le Tableau 6 montre les paramètres d'ajustement de l'isotherme de sorption tracé sur la Figure 10.

	us	a	b
Chanvre - amidon brut (NT)	0,211	1,145	1,126
Chanvre - amidon traité (T)	0,222	1,113	1,055

Tableau 6 : Paramètres d'ajustement de l'isotherme de sorption pour les échantillons bruts (NT) et traités (T).

IV.3.3. EFFUSIVITE ET DIFFUSIVITE HYDRIQUE

L'effusivité hydrique représente la capacité à absorber et rejeter l'humidité à la surface du matériau. Elle est donnée par la formule [E 4.11] suivante :

$$E_{ff} = \sqrt{\frac{\delta \cdot \rho_0 \xi}{P_{sat}}} \quad [E 4.11]$$

Où ρ_0 (kg.m⁻³) est la masse volumique apparente du matériau sec et ξ (kg.kg⁻¹) représente la capacité hydrique obtenue par la dérivée de la courbe de sorption pour donner l'équation [E 4.12] :

$$E_{ff} = \sqrt{\frac{\delta \rho_0 \frac{\partial u}{\partial \phi}}{P_{sat}}} \quad [E 4.12]$$

La diffusivité hydrique permet d'évaluer la nature et l'intensité des transferts d'humidité dans la phase liquide et/ou gazeuse à l'échelle macroscopique du matériau. En effet, les résultats de la perméabilité à la vapeur d'eau et de l'isotherme de sorption interviennent de façon couplée. Dans des conditions isothermes, pour un transfert monodimensionnel, l'équation de conservation de la masse s'écrit :

$$g = -\rho_0 D_u \frac{\partial u}{\partial x} \quad [E 4.13]$$

La relation entre la teneur en eau u du matériau et l'humidité relative ambiante $u = f(\phi)$ définie par les isothermes de sorption est continue et dérivable sur l'ensemble du domaine hygroscopique. Ainsi nous pouvons écrire :

$$\frac{\partial u}{\partial x} = \frac{\partial u}{\partial \phi} \frac{\partial \phi}{\partial x} \quad [E 4.14]$$

La combinaison de ces deux équations donne :

$$g = -\rho_0 D_u \frac{\partial u}{\partial \phi} \frac{\partial \phi}{\partial x} \quad [E 4.15]$$

Le gradient de pression de vapeur étant linéaire dans le matériau et dans les conditions isothermes, le gradient d'humidité relative est donc également linéaire. Nous obtenons alors :

$$g = -\rho_0 D_u \frac{\partial u}{\partial \phi} \frac{\phi_2 - \phi_1}{e} \quad [E 4.16]$$

De plus, le flux d'humidité s'écrit en monodimensionnel :

$$g = -W \Delta p_v = -\frac{\delta}{e} \Delta p_v = -\delta \frac{P_{v2} - P_{v1}}{e} \quad [E 4.17]$$

La combinaison des équations [E 4.16] et [E 4.17] donne :

$$-\rho_0 D_u \frac{\partial u}{\partial \phi} \frac{\phi_2 - \phi_1}{e} = -\delta \frac{P_{v2} - P_{v1}}{e} \quad [E 4.18]$$

Avec $\phi = \frac{P_v}{P_{vsat}}$, la diffusivité hydrique dans le milieu poreux D_u devient :

$$D_u = \delta \frac{P_{vsat}}{\rho_0} \frac{1}{\frac{\partial u}{\partial \phi}} \quad [E 4.19]$$

Où la diffusivité hydrique D_u s'exprime en ($\text{m}^2.\text{sec}^{-1}$), δ la perméabilité à la vapeur d'eau en ($\text{kg m}^{-1}\text{sec}^{-1}\text{Pa}^{-1}$), P_{vsat} la pression de la vapeur saturante en (Pa), ρ_0 la masse volumique apparente sèche du matériau en (kg.m^{-3}) et $\frac{\partial u}{\partial \phi}$ la dérivée de l'isotherme de sorption.

La Figure 11a présente l'évolution de la diffusivité en fonction de la teneur en eau. La première bosse, relative au transfert sous forme de vapeur, selon la théorie de (De VRIES, 1958) apparaît pour les deux formulations. La diffusivité hydrique du chanvre-amidon brut est supérieure à celle du matériau traité. La Figure 11b montre que l'effusivité hydrique du chanvre-amidon traité est supérieure à celle du matériau brut. Ce résultat est en accord avec les résultats de la capacité tampon hydrique, et ceci est probablement dû au fait que les fibres traitées adsorbent facilement les molécules d'eau grâce aux liaisons créées.

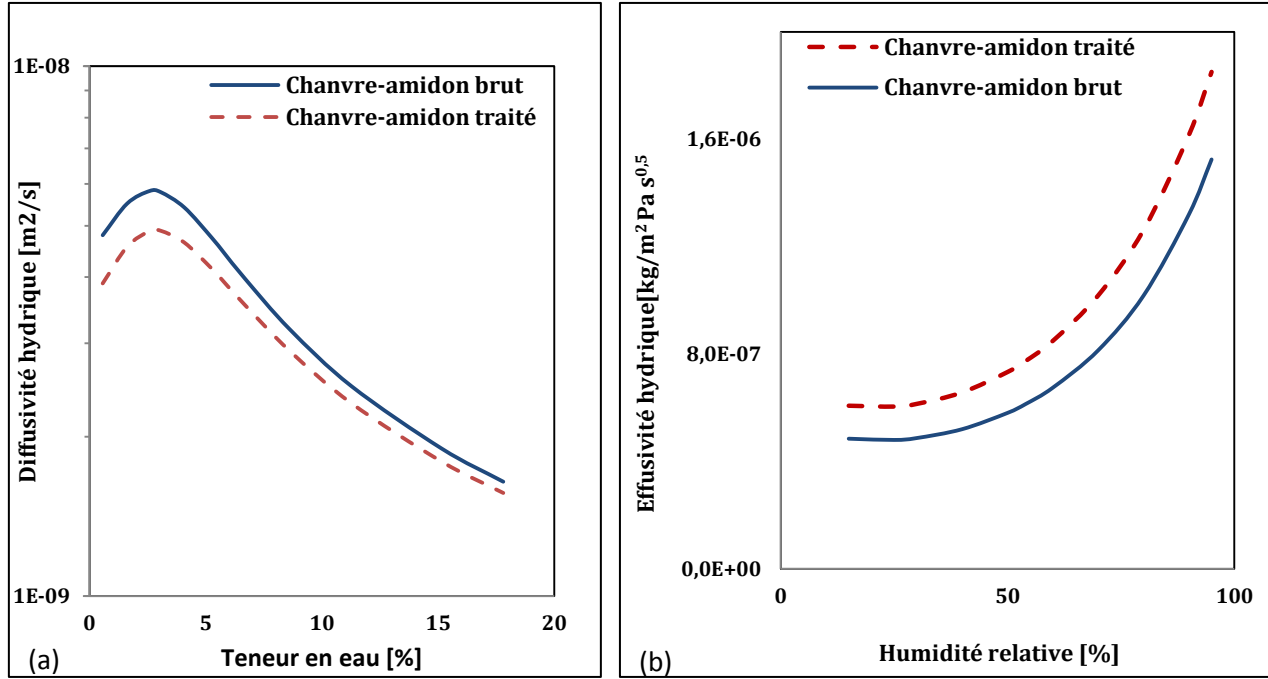


Figure 11: (a) Diffusivité hydrique en fonction de la teneur en eau (b) Effusivité hydrique en fonction de l'humidité relative.

IV.3.4. LA CAPACITE TAMPON HYDRIQUE

La capacité tampon hydrique réelle ($MBV_{réel}$) exprimée en (g/m² %HR), est calculée selon l'équation [E 4.20] (RODE, 2005):

$$MBV_{réel} = \frac{\Delta m}{A * (HR_{haute} - HR_{basse})} \quad [E 4.20]$$

A (m²) représente la surface de l'échantillon qui est en contact avec l'air, HR_{haute} et HR_{basse} représentent respectivement l'humidité relative élevée (75 % HR) et l'humidité relative faible (33 % HR) et Δm représente la variation de la masse au cours de la phase d'absorption/désorption (g).

Cette valeur réelle est à comparer à une valeur idéale ($MBV_{idéal}$) qui néglige la résistance de la lame d'air à la surface du matériau. La valeur de ($MBV_{idéal}$) est la valeur limite du ($MBV_{réel}$) lorsque le coefficient de convection massique est infini et elle est donnée par la relation (RODE, et al., 2007):

$$MBV_{idéal} \approx 0,00568 P_{sat} E_{ff} \sqrt{\tau} \quad [E 4.21]$$

E_{ff} ($\text{kg.m}^{-2}.\text{Pa}^{-1}.\text{s}^{-0,5}$) représente l'effusivité hydrique du matériau donnée par la formule [E 4.12], P_{sat} (Pa) la pression de saturation et τ représente la période d'un cycle égale à 24h (86400 sec).

On définit la profondeur de pénétration $d_{p,1\%}$ de la vapeur d'eau dans un matériau poreux comme étant la distance entre la surface du matériau et le point où l'amplitude de variation de la concentration de la vapeur ne dépasse pas 1 % de la variation à la surface du matériau. Elle est donnée par l'équation [E 4.22] (ARFVIDSSON, 2000):

$$d_{p,1\%} = 4,61 \sqrt{\frac{D_u \tau}{\delta}} \quad [\text{E 4.22}]$$

Où D_u ($\text{m}^2.\text{sec}^{-1}$) est la diffusivité hydrique obtenue par l'équation [E 4.19], δ ($\text{kg.m}^{-1}.\text{sec}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) la perméabilité à la vapeur d'eau et τ la période du cycle qui est égale à 24h (86400 s).

De même, on définit la profondeur de pénétration $d_{p,1/e}$ comme étant la distance entre la surface du matériau et le point où l'amplitude de variation de la concentration de la vapeur ne dépasse pas 1/e de la variation à la surface du matériau. Elle est donnée par :

$$d_{p,1/e} = \sqrt{\frac{D_u \tau}{\delta}} \quad [\text{E 4.23}]$$

Le protocole Nordtest recommande une surface totale d'échantillons supérieure à 300 cm^2 . Quant à l'épaisseur, soit elle doit être égale à l'épaisseur réelle du matériau comme utilisé en pratique ou supérieure à la profondeur de pénétration $d_{p,1\%}$. Cependant, comme le montre (ROELS & JANSSEN, 2006) une épaisseur supérieure à $d_{p,1/e}$ peut être utilisée puisque le ($MBV_{\text{réel}}$) est peu affecté par l'épaisseur lorsque celle-ci elle est supérieure à $d_{p,1/e}$.

	μ (—)	ξ (kg/kg)	D_u (m^2s^{-1})	E_{ff} ($\text{kg.m}^{-2}.\text{Pa}^{-1}.\text{s}^{-0,5}$)	$d_{p,1\%}$ (cm)	$MBV_{\text{idéal}}$ ($\text{g/m}^2\% \text{HR}$)
NT	4,77	0,14	$4,93 \times 10^{-9}$	$5,97 \times 10^{-7}$	3,1	2,8
T	4,03	0,156	$4,26 \times 10^{-9}$	$7,6 \times 10^{-7}$	2,9	3,6

Tableau 7: Capacité tampon hydrique idéale du chanvre amidon brut (NT) et le chanvre-amidon traité (T), à 54 % d'humidité relative.

Le Tableau 7 montre les propriétés hydriques calculées ainsi que les valeurs du $d_{p,1\%}$ et du ($MBV_{idéal}$) pour le chanvre-amidon brut et traité et pour une valeur d'humidité relative de 54% (la moyenne entre 33% et 75%). La

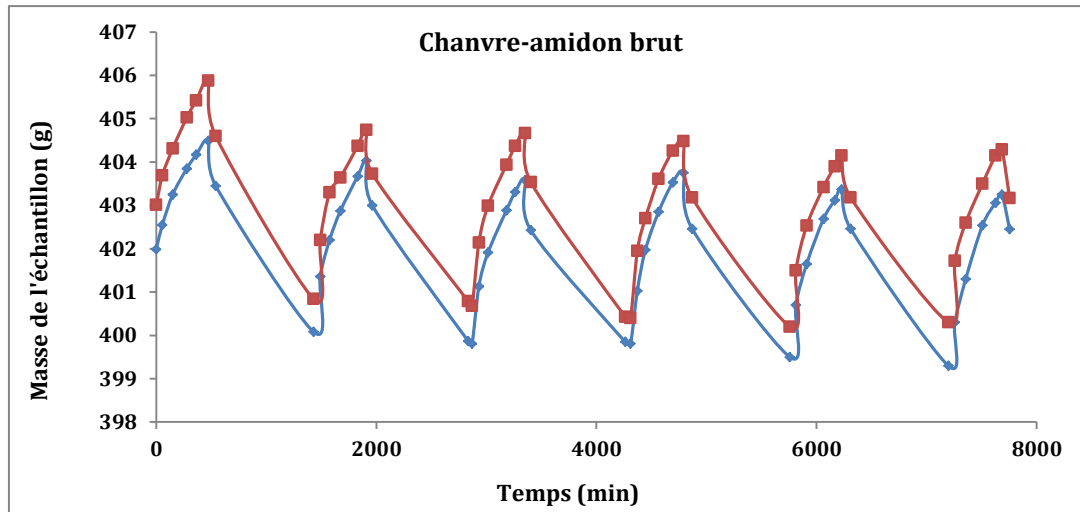


Figure 13 : Exemple d'une cinétique de sorption du chanvre-amidon brut d'une épaisseur de 5 cm.

montre le relevé des mesures pour les échantillons de 5 ± 0.3 cm d'épaisseur de chanvre amidon traité et la Figure 13 montre le relevé des mesures pour les échantillons de 5 ± 0.3 cm d'épaisseur de chanvre amidon brut.

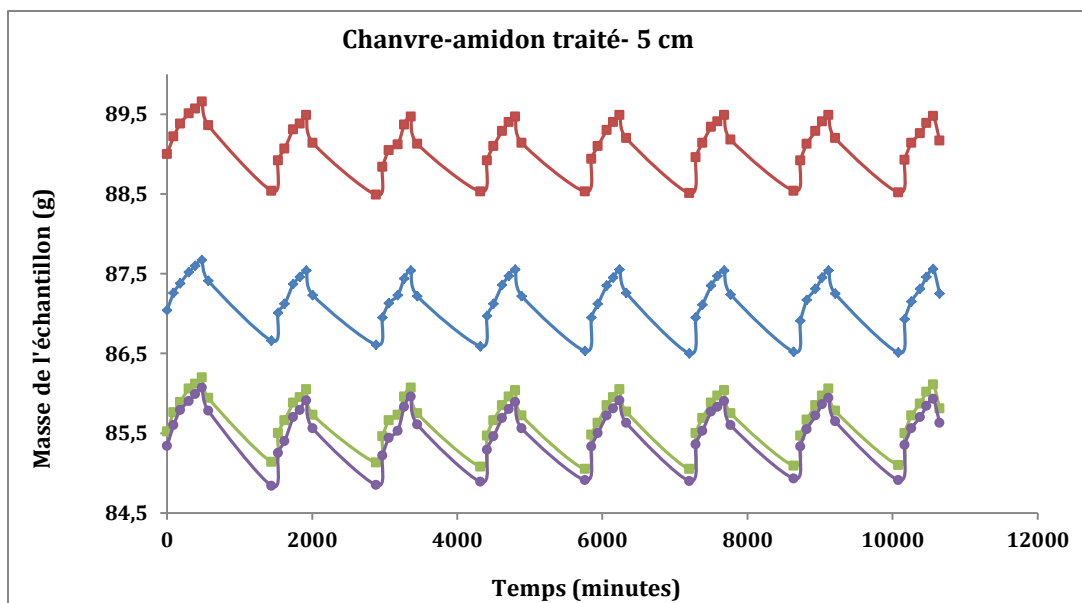


Figure 12 : Exemple d'une cinétique de sorption du chanvre-amidon traité d'une épaisseur de 5 cm.

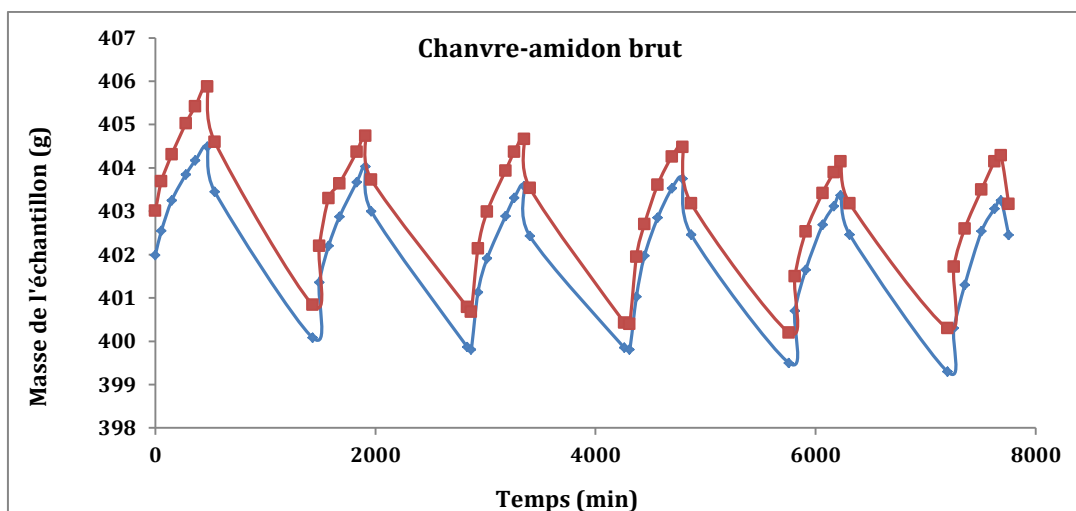


Figure 13 : Exemple d'une cinétique de sorption du chanvre-amidon brut d'une épaisseur de 5 cm.

D'après les résultats affichés dans le Tableau 8, l'agromatériau chanvre-amidon-amidon traité présente un coefficient tampon hydrique égal à $3,49 \pm 0,04$ g/m².% HR contre $2,52 \pm 0,03$ g/m².% HR pour le chanvre-amidon brut et pour des plaques d'épaisseur 2.5 cm. Ces valeurs sont inférieures aux valeurs idéales affichées dans le Tableau 7. Selon la classification de (RODE, 2005), le chanvre-amidon est un « excellent régulateur d'humidité ». Ces résultats montrent également que le traitement des fibres effectué améliore la capacité du matériau à fixer ou rejeter l'humidité relative. Ces valeurs du ($MBV_{réel}$) varient peu lorsqu'on passe d'une épaisseur de 2,5 à 5 cm.

Epaisseur de l'échantillon (cm)	Chanvre-amidon traité	Chanvre-amidon brut
2,5	$3,49 \pm 0,04$ g/m ² .% HR	$2,52 \pm 0,03$ g/m ² .% HR ¹
5	$3,39 \pm 0,03$ g/m ² .% HR	$2,43 \pm 0,029$ g/m ² .% HR ¹

Tableau 8 : Capacité tampon hydrique réelle du chanvre-amidon traité (T) et du chanvre-amidon brut (NT) en fonction de l'épaisseur.

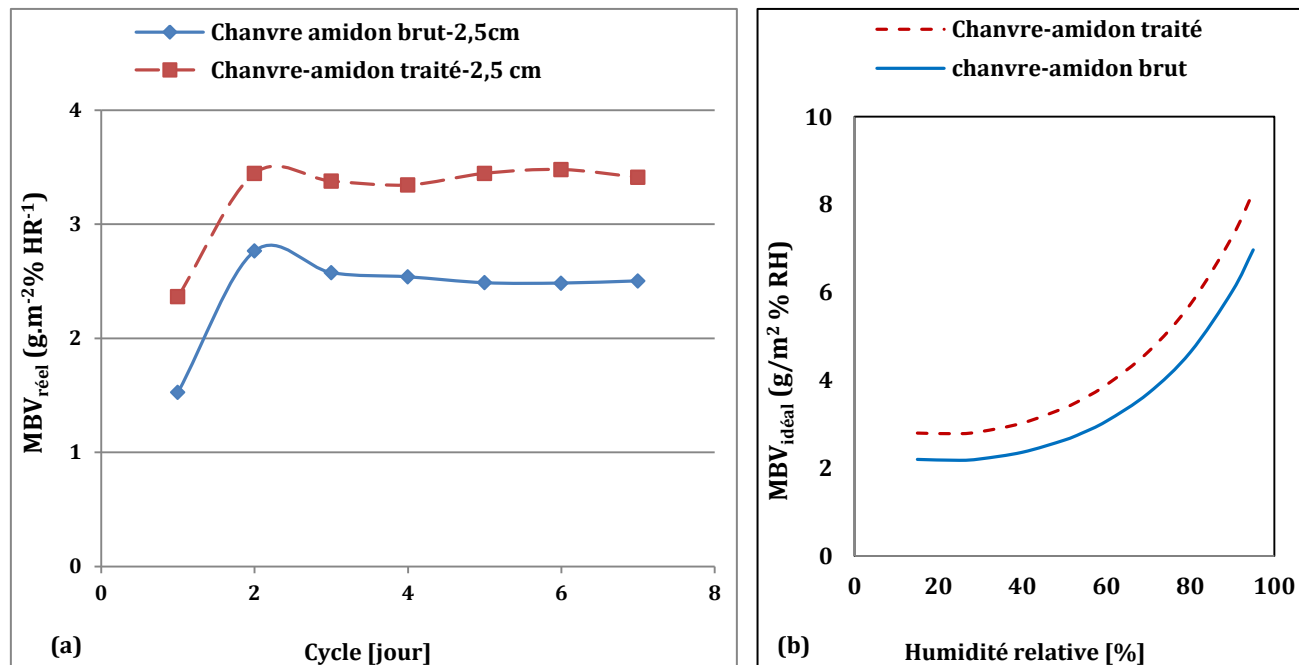


Figure 14 : (a) La capacité tampon hydrique réelle en fonction du nombre de cycles, (b) Capacité tampon hydrique idéale en fonction de l'humidité relative.

La Figure 14a montre la variation du ($MBV_{réel}$) en fonction du nombre de cycles pour un échantillon traité et un brut. La valeur de ($MBV_{réel}$) prise en compte, est calculée sur la moyenne des trois dernières mesures pour lesquelles la variation est inférieure à 5% (du cycle 3 au cycle 5 dans les deux cas). La Figure 14b montre la valeur de ($MBV_{idéal}$) en fonction de l'humidité relative calculée en utilisant la relation [E 4.21]. Elle augmente avec l'humidité relative. Comme confirmé par les mesures expérimentales, le chanvre-amidon traité a une valeur idéale supérieure à celle du matériau brut.

Les mêmes mesures effectuées sur un chanvre-chaux donnent une valeur moyenne égale à $2,15 g/m^2 \% HR$ pour une épaisseur allant de 7 à 8 cm (COLLET & PRETOT, 2012), (COLLET, et al., 2013) et une valeur de $1,39 g/m^2 \% HR$ pour une épaisseur de 1,75 cm pour la composition étudiée par (EVRARD, 2006). Cette valeur est inférieure aux autres résultats du fait que l'épaisseur de ces échantillons est inférieure à la profondeur de pénétration. L'effet de revêtement sur la valeur de la capacité tampon hydrique a été évalué par (COLLET & PRETOT, 2012). Celui-ci réduit la valeur de ($MBV_{réel}$) en général de $2,15 g/m^2 \% HR$ à $1,87 g/m^2 \% HR$ après l'application d'un mortier à base de chaux. La capacité de tampon hydrique est élevée pour le chanvre amidon car l'amidon utilisé a une grande capacité d'absorption d'humidité.

IV.3.5. CONDUCTIVITE THERMIQUE

Comme les résultats précédents de l'isotherme de sorption et la capacité tampon hydrique le soulignent, le chanvre-amidon est un matériau fortement hygroscopique et présente une porosité ouverte. La vapeur d'eau peut se condenser sous forme d'eau liquide et se fixer à la surface des pores lorsque l'humidité de l'air est élevée ou bien s'évaporer lorsque l'humidité de l'air devient sèche.

L'eau contenue dans les pores du matériau influe fortement sur les propriétés thermiques. Etant très conductrice, elle modifie la conductivité thermique et la chaleur spécifique du chanvre-amidon. En effet, la conductivité thermique de l'eau est $\lambda_{eau} = 0,6 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ tandis que celle de l'air est $\lambda_{air} = 0,026 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Ces valeurs montrent nettement que les phases solide et liquide sont les principales responsables des transferts de chaleur. En ce qui concerne l'eau libre, elle se situe dans les pores au sein des chènevottes ou au sein de la matrice (ou les deux à la fois). Il est à noter que la conductivité thermique augmente avec la teneur en eau. Ceci implique que la conductivité du matériau sec sera bien évidemment inférieure à celle du matériau humide. Ainsi, la conductivité thermique est donnée par l'équation [E 4.24]:

$$\lambda = \frac{Q * d}{T_1 - T_2} \quad [\text{E 4.24}]$$

Où d (m) représente l'épaisseur de l'échantillon, Q (W.m^{-2}) la densité du flux de chaleur et T_1 (K) température de la surface de l'échantillon fixée à un doigt froid (bain thermique) et T_2 (K) la température à la surface fixée à une chaufferette. Jusqu'à ce jour, seule la conductivité thermique des échantillons bruts a été évaluée car l'appareil est tombé en panne.

La Figure 15 montre la variation de la conductivité thermique λ en fonction de la température et l'humidité relative dans le matériau pour les trois échantillons testés. Avant chaque essai, les échantillons étaient placés dans une enceinte climatique à température et humidité relative constantes, jusqu'à la stabilisation de leurs masses. La conductivité thermique augmente en fonction de la température et l'humidité relative et passe de

0,04905 W.m⁻¹.K⁻¹ à 0,0528 W.m⁻¹.K⁻¹ lorsque l'humidité relative passe de 0 à 50 % à 10°C et de 0,0506 W.m⁻¹.K⁻¹ à 0,0555 W.m⁻¹.K⁻¹ à 30°C.

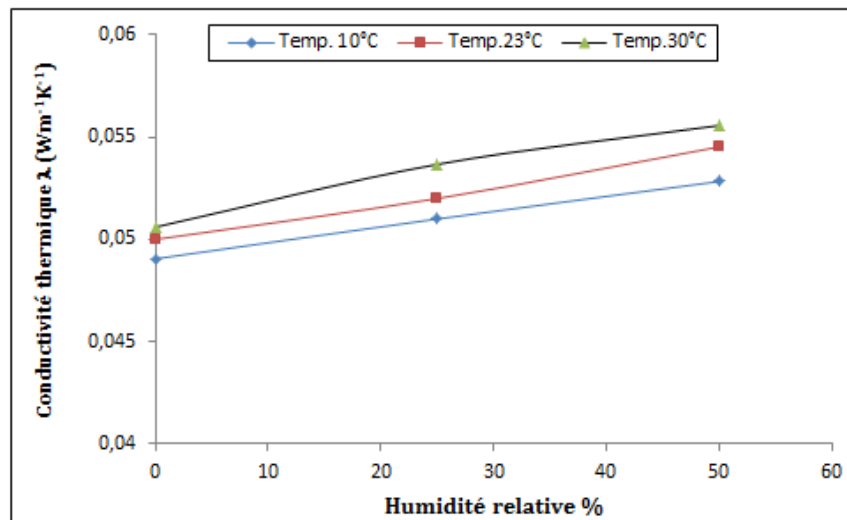


Figure 15 : Evolution de la conductivité thermique du chanvre-amidon brut en fonction de l'humidité.

Dans les travaux précédents, les mesures de la conductivité du chanvre-chaux sous des conditions d'hygrométrie différentes ont été effectuées par (COLLET, 2004), (CEREZO, 2005), (EVRARD, 2008). Selon les résultats de (CEREZO, 2005) pour une masse volumique $\rho = 450 \text{ kg.m}^{-3}$, la conductivité augmente de 10 %, passant de 0,1 à 0,11 W.m⁻¹.K⁻¹ pour une humidité relative passant de 0 à 50 %. Comparé au chanvre-chaux, le chanvre-amidon montre une conductivité thermique inférieure, de même que sa masse volumique sèche (170 kg/m³).

IV.4. CONCLUSION

Les différentes propriétés étudiées ont permis de mettre en évidence les propriétés hydriques du matériau, son inertie hydrique et la conductivité thermique.

Une analyse comparative entre le chanvre-amidon et le béton de chanvre-chaux montre que le chanvre-amidon présente une perméabilité à la vapeur d'eau élevée pour les humidités relatives faibles et élevées. La vapeur d'eau se déplace de la zone à forte concentration en vapeur vers la zone à faible concentration à travers le matériau. La capacité tampon hydrique présente également une valeur supérieure de 2,52 g/m².% HR pour le chanvre-amidon brut et de 3,49 g/m².% HR pour le chanvre-amidon traité, pour une épaisseur de

2,5 cm. Ces résultats montrent que le matériau chanvre-amidon présente une excellente capacité à réguler l'humidité relative de l'air ambiant. En effet, l'amidon étant très hydrophile, il est capable d'absorber de l'eau issue de l'atmosphère ambiante (MONNET, 2008), ce qui rend le matériau chanvre-amidon fortement hygroscopique. La courbe de sorption classée de type II, montre une hystérésis plus importante dans le matériau traité. Ceci est dû probablement aux nouvelles liaisons qui se créent après le traitement des fibres et qui permettent aux molécules d'eau de se fixer plus facilement à la surface de la fibre.

Etant un matériau très poreux, le chanvre-amidon brut présente une faible conductivité thermique de $0,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cette valeur reste inférieure aux valeurs habituels de la conductivité thermique du béton de chanvre-chaux du fait que la masse volumique du chanvre-amidon reste faible et inférieure aux formulations moins dense de type toiture.

IV.5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ABADIE, M. O. & MENDONCA, K. C., 2009. Moisture performance of building materials : From material characterization to building simulation using the Moisture Buffer Value concept. *Buiding and Environment*, Volume 44, pp. 388-401.
- AFNOR, 1991. *Norme ISO 8301 :1991 : Isolation thermique. Détermination de la résistance thermique et des propriétés connexes en régime stationnaire. Méthode flux métrique*, AFNOR.
- AFNOR, 2000. *NF EN ISO 12571: 2000 : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment. Détermination des propriétés de sorption hygroscopique*, AFNOR.
- AFNOR, 2001. *NF EN ISO 12572: 2001 : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment. Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau*, AFNOR.
- ALIX, S. et al., 2009. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresour. Technol.*, 100(20), p. 4742–4749.
- ARFVIDSSON, J., 2000. *Moisture penetration depth for periodically varying relative humidity at the boundary*, Prague: Heat and Moisture Transfer in Building.
- BILBA, K. & ARSENE, A., 2008. Silane treatment of bagasse fiber for reinforcement of cementitious composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(9), p. 1488–1495.
- CELINO, A., FREOUR, S., JACQUEMIN, F. & CASARI, P., 2014. The hygroscopic behavior of plant fibers: a review. *Frontiers in Chemistry*, 1(43), pp. 1-12.
- CEREZO, V., 2005. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, Thèse de l'ENTPE.
- CEROLINI, S., D'ORAZIO, M., DI PERNA, C. & al., e., 2009. Moisture buffering capacity of highly absorbing materials. *Energy and buildings*, pp. 41 : 164-168.
- CHAMOIN, J., 2013. *Optimisation des propriétés (Physiques, hyriques et mécaniques) de béton de chanvre par la maîtrise de la formulation*, Thèse de l'INSA de Rennes.
- COLLET, F., 2004. *characterisation hydrique et thermique de matériaux à faibles impacts environnementaux*, Thèse de l'INSA de Rennes.
- COLLET, F., CHAMOIN, J., PRETOT, S. & al., a., 2013. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy and Buildings*, Volume 62, pp. 294-303..
- COLLET, F. & PRETOT, S., 2012. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Construction and building materials*, Volume 36, pp. 58-65.
- DAIAN, J. F., 1986. *Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau méso et macroporeux. Etude expérimentale du mortier de ciment*, Thèse de doctorat, Université de Grenoble : UTMG/INPG, p 329.

De VRIES, D. A., 1958. Simultaneous transfert of heat and moisture in porous media. *Transaction of The American Geophysical Union*, 39(5), pp. 909-916.

DERLUYN, H. et al., 2012. Hysteretic moisture behavior of concrete: modelling and analysis. *Cement and Concrete Research*, 42(10), p. 1379–1388.

EVARD, A., 2006. *Sorption behaviour of lime-hemp concrete and its relation to indoor confort and energy demand*, Geneva, Switzerland: In 23rd conference on passive and low energy architecture.

EVARD, A., 2008. *Transient hygrothermal behavior of lime hemp materials*, Université catholique de Louvain.

KRUS, M., 1996. *Moisture transport and storage coefficients of porous mineral building materials. Theoretical principles and new test methods*. Stuttgart: Fraunhofer IRB Verlag éd.ISBN, 3-8167-4535-0.

LEON Y LEON, C. A., 1998. New perspectives in mercury porosimetry. *Advances in Colloid and Interface science*, Volume 76-77, pp. 341-342.

MAALOUF, C. et al., 2014. Study of th hygric behaviour and moisture buffering performance of a hemp-starch composite panel for buildings. *BioResources*, Article soumis.

MERAKEB, S., DUBOIS, F. & PETIT, C., 2008. Modeling of the sorption hysteresis for wood. *Wood Science Technology*, Volume 43, pp. 575-589.

MONNET, D., 2008. *Etude de l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux amylacés par sélection et /ou modifications structurales dirigés*, Thèse de l'Université de Reims Champagne-Ardenne.

MWAIKAMBO, L. Y. & ANSELL, M. P., 1999. *The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok fibres for composite reinforcement*, L.Y. Kassel, Germany.: 2nd International Wood and Natural Fibre Composites Symposium.

NILSSON, D., SVENNERSTEDT, B. & WRETFORS, C., 2005. Adsorption equilibrium moisture contents of flax straw, hemp stalks and reed canary grass. *Biosystems Eng.*, 91(1), pp. 35-43.

OSANYINTOLA, O. & C.J., S., 2006. Moisture buffering capacity of hygroscopic building materials: Experimental facilities and energy impact. *Energy and buildings*, pp. 38 : 1270-1282.

PARK, G. S., 1986. Transport Principles—Solution, Diffusion and Permeation in Polymer Membranes. *NATO ASI Series*, Volume 181, pp. 57-107.

PEUHKURI, R. & RODE, C., 2005. *Using dynamic moisture loading tests for determination of moisture buffer value*, Montreal: Annex 41 Meeting .

RODE, C., 2005. *Moisture buffering of building materials*, Report BYG DTU-126, 2005, ISSN 1601-2917, ISBN 87-7877-195.

RODE, C., PEUHKURI, R., TIME, K. & OJANEN, T., 2007. Moisture buffer value of building materials. *Journal of ASTM International*, 4 (5).

ROELS, S. et al., 2004. Interlaboratory Comparison of Hygric properties of Porous Building Materials. *Journal of Thermal Env.& BLDG. Sci*, 27(4).

ROELS, S. & JANSSEN, H., 2005. *Is the moisture buffer Value a reliable material property to characterize the hygric buffering capacities of building materials?*, s.l.: Working paper A41-T2-B-05-7 for IAE Annex 41 project, Whole building Heat, Air and moisture.

ROELS, S. & JANSSEN, H., 2006. A comparison of the Nordtest and Japanese test methods for the moisture buffering performance of building materials. *Journal of Building Physics*, 30(2), p. 137–161.

ROELS, S., TALUKDAR, P., JAMES, C. & al., a., 2010. Reliability of material data measurements for hygroscopic buffering. *International Journal of Heat Mass and Transfer*, 53(23-24), pp. 5355-5363.

SAMRI, D., 2008. *Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction: approche expérimentale et modélisation numérique*, Lyon: Thèse de l'INSA.

SING, K. S. W. et al., 1985. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry*, 57(4), pp. 603-619.

WALKER, R. & PAVIA, S., 2014. Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes. *Construction and Building Materials*, Volume 64 , p. 270–276.

WALKER, R. & PAVIA, S., s.d. *Construction and Building Materials*, 64 (2014) 270–276.

ZAMPORI, DOTELLI & VERNELLI, 2013. Life Cycle Assessment of Hemp Cultivation and Use of Hemp-Based Thermal Insulator Materials in Buildings. *Environ. Sci. Technol.*, pp. 47 (13), pp 7413–7420.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Durant cette thèse, nous nous sommes intéressés à l'élaboration et l'optimisation du matériau chanvre-amidon pour le bâtiment tout en s'appuyant sur la caractérisation mécanique, acoustique et hygrothermique. Une étude préliminaire sur la réaction au feu du matériau est également exposée dans l'annexe de ce document.

La composition du chanvre-amidon brut dont le rapport massique Amidon/Chènevotte $A/C = 0,31$ avec une masse volumique de 177 kg/m^3 présente des propriétés mécaniques optimales. Les résultats de l'essai d'absorption acoustique montrent que l'agromatériau chanvre-amidon brut présente une bonne absorption des hautes fréquences, matériau adéquat pour être incorporé dans la fabrication de murs insonorisés en tant que matériau absorbant.

Pour optimiser l'interface matrice liant/fibres, nous avons opté pour un traitement de surface alcalin à base de l'hydroxyde de sodium NaOH puis l'ajout de l'agent de couplage silane (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane GPTMS. Le traitement au NaOH enlève les composés amorphes à la surface tels que l'hémicellulose, la lignine et la cire, augmentant ainsi la quantité de cellulose exposée à la surface et impliquant une augmentation du nombre de sites réactionnels avec la matrice liant. L'ajout de l'agent de couplage silane GPTMS crée des liaisons covalentes avec les fibres d'une part et réagit avec la matrice liant d'autre part.

Les images observées au microscope électronique à balayage MEB montrent que plus on augmente la concentration du NaOH plus la surface est de plus en plus lisse. L'ajout de l'agent de couplage silane crée une couche rigide de polysiloxane avec une liaison stable -Si-O-Si- à la surface de la fibre. Les analyses effectuées par la spectroscopie infrarouge confirment l'existence de la nouvelle liaison covalente qui se forme par la présence d'un pic attribué à la liaison -Si-O-Si- qui se forme à l'interface fibre/matrice liant après avoir ajouté l'agent de couplage silane.

D'après les résultats de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'analyse thermogravimétrique (ATG), nous constatons que le traitement à 1 % NaOH suivi par 1 % d'agent de couplage silane (SS1) est le traitement le plus efficace et le plus économique à retenir. Après le traitement SS1, les propriétés mécaniques semblent améliorées et le temps de séchage diminue considérablement. Les nouvelles liaisons

covalentes créées sont probablement responsable de l'augmentation de la masse volumique apparente de 177 kg/m^3 à 210 kg/m^3 , de 0,4 à 0,8 MPa pour le module de Young et de 0,13 à 0,25 MPa pour la résistance à la traction par flexion.

Les propriétés hygrothermiques du matériau ainsi que son inertie hydrique ont été évalués. Le chanvre-amidon brut et le chanvre-amidon traité présentent une perméabilité à la vapeur d'eau élevée comparé au béton de chanvre-chaux, que ce soit pour les humidités relatives faibles ou élevées. Les mesures de la capacité tampon hydrique ($MBV_{\text{réel}}$) montrent que le matériau chanvre-amidon présente une excellente capacité à réguler l'humidité relative de l'air ambiant. Pour le chanvre-amidon brut, une valeur de $2,52 \text{ g/m}^2.\% \text{ HR}$ a été retenue contre $3,49 \text{ g/m}^2.\% \text{ HR}$ pour le chanvre-amidon traité, pour une épaisseur de 2,5 cm. Ces valeurs restent supérieures aux valeurs du béton chanvre-chaux retrouvées dans la littérature. En effet, l'amidon étant très hydrophile, il se comporte comme une éponge et il est capable d'absorber de l'eau issue de l'atmosphère ambiante (MONNET, 2008), ce qui rend le matériau chanvre-amidon fortement hygroscopique. La courbe de sorption classée de type II, montre un phénomène d'hystérésis plus important dans le chanvre-amidon traité. Ceci est dû probablement aux nouvelles liaisons qui se créent après le traitement des fibres et qui permettent aux molécules d'eau de se fixer plus facilement à la surface de la fibre. La conductivité thermique du chanvre-amidon brut a été mesurée en fonction de la température et l'humidité. Nous obtenons une conductivité thermique faible de $0,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cette valeur reste inférieure aux valeurs habituelles de la conductivité thermique du béton de chanvre-chaux du fait que la masse volumique du chanvre-amidon reste faible et inférieure par rapport aux formulations du chanvre-chaux.

Les travaux effectués dans cette thèse ouvrent de nombreuses perspectives :

- A l'échelle du matériau, il serait intéressant d'étudier différents paramètres d'paramètres tels que la taille des fibres, la concentration d'amidon, la pression de compactage, la durabilité du matériau (les phénomènes de dégradation qui interviennent dans le vieillissement accéléré sous atmosphère humide ou en immersion dans l'eau), la porosité du matériau et encore l'ajout des additifs ignifuges pour améliorer la tenue au feu du matériau.
- A l'échelle du bâtiment, il est nécessaire d'évaluer ses performances hygrothermiques par le biais de la simulation numérique et son apport sur le

confort des occupants, en fonction de la typologie du bâtiment et du climat extérieur afin d'appliquer le matériau comme isolant ou revêtement intérieur.

ANNEXE

REACTION AU FEU DE L'AGROMATERIAU CHANVRE-AMIDON BRUT

Essai d'allumabilité à la petite flamme du composé chanvre-amidon

EXPERT : SÉBASTIEN THUNEVIN
NOVEMBRE 2014

Référence : essai basé sur la norme NF EN ISO 11925-2 (fév. 2013)

Principe de l'essai : il s'agit de soumettre une éprouvette du composé chanvre-amidon à une flamme de 20 mm émise par un petit brûleur à gaz pendant 15 ou 30 secondes sous éclairage énergétique nul, et à :

- ✗ vérifier s'il y a ou non inflammation ;
- ✗ vérifier si l'extrémité de la flamme dépasse la hauteur de 150 mm à partir de son point d'application, et à quel moment ;
- ✗ constater la présence de gouttelettes/particules enflammées ;
- ✗ observer le comportement physique de l'éprouvette.

Sommaire :

✗ Conditions de réalisation	page 2
✗ Critères à satisfaire	page 2
✗ Descriptions de l'essai	page 3
✗ Échantillon de référence	page 3
✗ Échantillon n°1 : plaque amidonnée	page 4
✗ Échantillon n°2 : plaque amidonnée	page 4
✗ Conclusions des essais	page 5

Conditions de réalisation :

- ✗ les éprouvettes doivent mesurer 250 mm de hauteur par 90 mm de largeur et 60 mm d'épaisseur maximum. Pour nos essais, les éprouvettes présentent des dimensions plus grandes en largeur pour des questions de commodité sans influence sur l'essai ;
- ✗ la surface exposée de l'éprouvette ne présente pas d'aspérités supérieures à 6 mm ;
- ✗ la masse volumique apparente du produit testé est de $185 \pm 5 \text{ kg/m}^3$ lors des essais;
- ✗ le local d'essai est à 16,5°C et 57% d'hygrométrie au moment des essais (5/11/2014) ;
- ✗ le gaz utilisé est du gaz propane commercial.

Critères à satisfaire :

Référence NF EN 13501-1 A1 : Classement au feu des produits et éléments de construction

✗ **Classe E :**

Avec un temps d'exposition de 15 secondes, il ne doit y avoir aucune propagation de flamme au-delà de 150 mm verticalement, à partir du point d'application de la flamme d'essai dans les 20 secondes après l'application de la flamme.

Remarque : si le produit ne satisfait pas ce critère, il obtient la classe F.

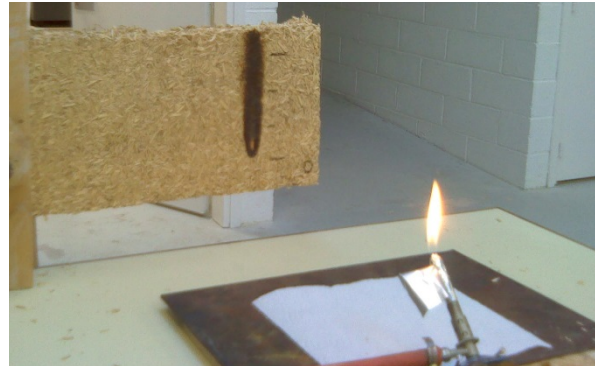
✗ **Classe D ou supérieure :**

Avec un temps d'exposition de 30 secondes, il ne doit y avoir aucune propagation de flamme au-delà de 150 mm verticalement, à partir du point d'application de la flamme d'essai dans les 60 secondes après l'application de la flamme. Si cet essai est validé, il faudra sera alors possible de réaliser les essais permettant d'obtenir une classe supérieure.

Descriptions des essais :

La durée de l'essai est basée sur le temps de présence de la flamme sur l'éprouvette.
3 échantillons ont été testés, tous issus de la même plaque :

- ✗ le premier sert de référence ;
- ✗ les deux suivants ont été recouverts d'amidon sur la face testée 1 mois avant l'essai au feu.



Deux essais ont été au minimum faits sur chaque plaque, d'une durée de 15 s et/ou de 30 s (durées d'application de la flamme).

Le brûleur est positionné avec un angle de 45° pour avoir une flamme incidente sur la surface verticale de l'échantillon testé. La distance entre le bord inférieur de l'échantillon et le point d'application de la flamme est de 40 mm. La distance entre le brûleur et la surface testée est de 5 mm.

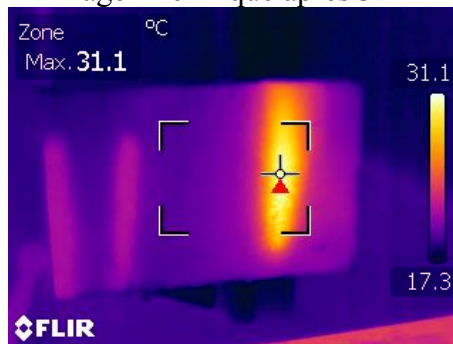
La hauteur de flamme est réglée pour se rapprocher de 20 mm (valeur donnée dans la norme) même si le brûleur utilisé rend ce réglage difficile.

Échantillon de référence :

Essai de 15s



Image Thermique après 3min



Essai de 30s



Image Thermique après 45s

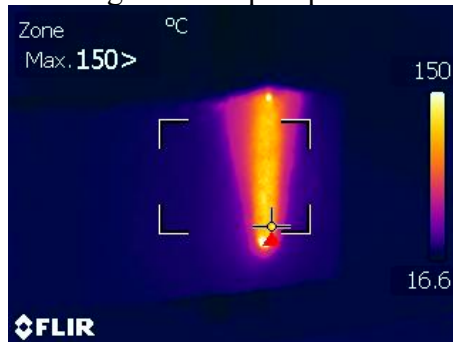
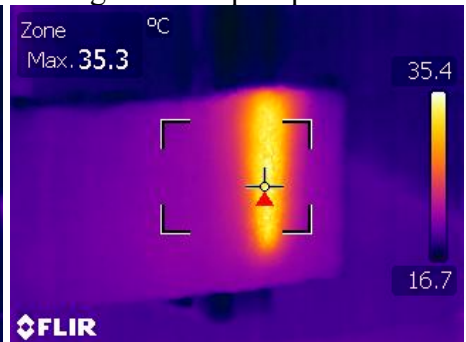


Image Thermique après 5min

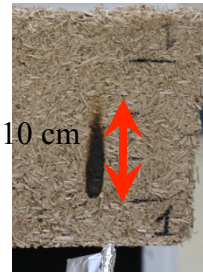


Dans les deux cas, la flamme atteint la hauteur de 15cm $\pm$ 2cm. Dès le retrait du brûleur, l'inflammation disparaît. Il n'y a aucune formation de débris. La combustion ne se propage pas : seul ce qui est en contact proche avec la flamme se consume, et ceci s'arrête dès l'absence de flamme.

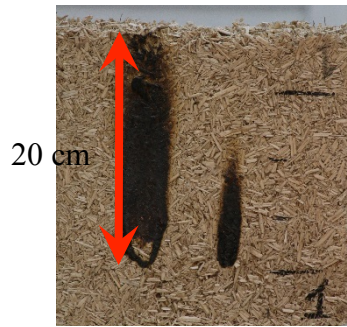
Par ailleurs, on constate que la chaleur se dissipe rapidement puisque 5 min après les essais, la température maximale en surface ne dépasse pas 35°C (alors qu'elle a atteint 60°C pour l'essai 15s et 150°C pour l'essai 30s lors du retrait de la flamme).

Échantillon n°1 : plaque amidonnée

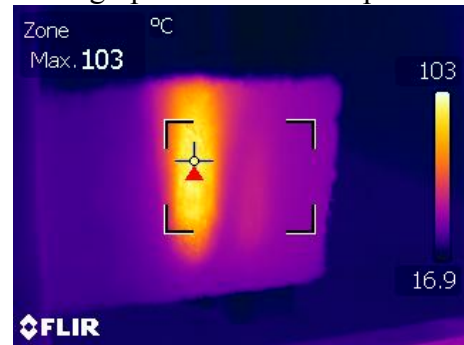
1^{er} essai de 30s



2nd essai de 30s



thermographie du 2nd essai après 45s



Dans les deux cas, la flamme n'était pas identique ce qui explique la différence obtenue.

En effet, lors du 1^{er} essai, la flamme avait une hauteur initiale de 2 cm contre 10 cm lors du 2^{ème} essai.

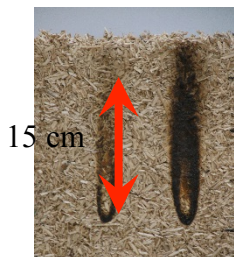
Lors des 2 essais, le développement de la flamme a été retardé comparé à l'essai de référence mais lors du retrait du brûleur, une légère inflammation perdure durant 20 à 30 s.

Il n'y a aucune formation de débris. La combustion ne se propage pas, seul ce qui est en contact proche avec la flamme se consume, et ceci s'arrête dès l'absence de flamme.

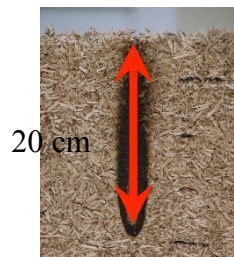
Les thermographes confirment la tendance précédente, avec une amplitude légèrement plus étendue en largeur de la répartition de chaleur probablement liée au développement de l'inflammation sur l'amidon mis en surface.

Échantillon n°2 : plaque amidonnée

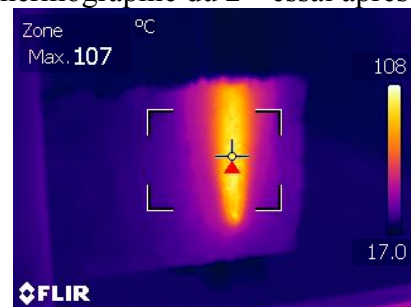
1^{er} essai de 15s



2nd essai de 30s



thermographie du 2nd essai après 45s



Dans les 2 cas, la flamme a atteint ou dépassé la hauteur de 150 mm sur la surface testée avant la fin de l'essai. Pour l'essai à 15 s, ce ne fut pas flagrant. Par contre pour l'essai à 30 s, il n'y a pas de doute, la propagation se fait en surface de l'éprouvette et perdure après le retrait du brûleur.

Pour ces 2 essais, la hauteur de flamme initiale était de l'ordre de 8 à 10 cm.

Pour ces essais encore, il n'y a que très peu de fumées dégagées et aucun débris de n'est tombé sur le papier filtre.

Conclusions des essais :

Les essais ont été menés avec un brûleur qui ne correspond pas exactement à la norme ce qui peut avoir une influence sur les hauteurs de flamme mesurées. En effet, les hauteurs de flamme au début des essais étaient comprises entre 2 et 10 cm (donc supérieures aux 20 mm stipulés dans le cadre de la norme NF EN ISO 11925-2)

Toutefois, le constat de la propagation de la flamme lorsque de l'amidon a été rajouté sur la surface de l'éprouvette est évident même si le développement de la flamme semble avoir été retardé de quelques secondes. Cette propagation de la flamme entraîne souvent le dépassement de la hauteur de 15 cm requis pour respecter la norme. Néanmoins, pour le 1^{er} essai à 30s de la plaque 1 (seul essai pour lequel nous avons réussi à bien régler la hauteur de flamme), le résultat est positif.

De façon générale, qu'il y ait présence ou non d'amidon sur la paroi, l'inflammation de la paroi existe mais la propagation reste limitée aussi bien en surface qu'en profondeur.

Les thermographes pris sur chaque essai montrent un refroidissement rapide de chaque éprouvette après extinction de la flamme (moins de 40°C après 3min au point le plus chaud).

Les essais menés ne permettent pas d'affirmer la possibilité d'obtenir la classification E mais il semble possible d'y parvenir avec un dispositif expérimental permettant de respecter plus fidèlement les conditions imposées au niveau de la norme. Toutefois, il semble difficile d'imaginer l'obtention d'une classification supérieure sans modification de la composition de la paroi.

Il est à noter que les essais avec attaque de la flamme sur les bords (qui risqueraient d'être plus défavorables) n'ont pas été réalisés dans le cadre de cette campagne expérimentale. La nécessité de leur mise en œuvre dépendrait du domaine d'utilisation visé.

RESUME en français

Afin de diminuer les consommations énergétiques, plusieurs pays Européens, y compris la France, ont mis au point de nouvelles normes permettant d'optimiser les performances énergétiques de l'enveloppe du bâtiment. Ceci peut entraîner l'augmentation de l'humidité relative, ce qui peut nuire à la santé des occupants et dégrader la structure du bâtiment. Utiliser des éco-matériaux tel que le béton de chanvre est une solution prometteuse permettant d'assurer le confort à l'intérieur du bâtiment, en régulant l'humidité relative. L'objectif principal de cette thèse est d'élaborer, optimiser et caractériser un agromatériau à base de la chènevotte dans un liant d'amidon de blé. La formulation du matériau est étudiée en variant le rapport massique amidon/chanvre et son impact sur les propriétés mécaniques. Pour améliorer les propriétés d'adhésion à l'interface chanvre/amidon, un traitement de surface à base d'hydroxyde de sodium NaOH suivi par un agent de couplage (3-glycidyloxypropyl) triméthoxysilane ont été effectués. L'influence du traitement de surface sur la chènevotte a été analysée au microscope électronique à balayage (MEB), par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), l'analyse thermographique (ATG) et par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). L'influence du traitement sur les propriétés mécaniques est également évaluée. Les propriétés hygrothermiques de l'agrocomposé chanvre-amidon telles que l'isotherme de sorption, la perméabilité à la vapeur d'eau, la capacité tampon hydrique et la conductivité thermique sont également étudiées avec et sans traitement de surface de la chènevotte.

Preparation and characterization of hemp-starch composite as a construction material.

RESUME en anglais

In order to control energy consumption, several European countries including France, adopted regulations to optimize the energy performance of the building envelope. This fact could increase the level of indoor relative humidity which can affect the health of the occupants and causes material damage. Using eco-friendly materials such as hemp concrete which can buffer indoor moisture levels might contribute to maintain high indoor comfort. The main purpose of this thesis is to optimise and characterize a construction material made of hemp hurds and wheat starch binder. The formulation of the hemp-starch is studied by varying starch/hemp ratio and its impact on mechanical properties. To improve the adhesion between hemp fibers and starch matrix, alkali treatment with sodium hydroxide was performed to solubilize hemicelluloses and lignin seal surrounding the cellulose bundle in the first step and then a silane coupling agent (3-glycidyloxypropyl) trimethoxysilane was used to provide a stable bond between hemp fibres and starch matrix. The influence of surface treatments were investigated by scanning electron microscopy (SEM), differential thermal analysis (DTA), Thermogravimetric analysis (TGA) and attenuated total reflectance spectroscopy (ATR). After the treatments, mechanical properties of hemp-starch material were studied. Hygrothermal properties of hemp-starch material with and without fibre treatment were also measured. These properties include sorption isotherm curve, water vapour permeability, thermal conductivity and moisture buffering value.

DISCIPLINE : Génie Civil

MOTS-CLES : Chanvre, amidon, traitement de surface, caractérisation de surface, propriétés mécaniques, acoustiques, hygrothermiques et la capacité tampon hydrique.

GRESPI/Laboratoire de Thermomécanique
UFR Sciences Exactes et Naturelles
Campus Moulin de la Housse- BP 1039
51687 Reims cedex 2