UNIVERSITÉ D'ARTOIS

Université d'Artois

Université Lille Nord de France

PRES Université Lille Nord de France

THÈSE

présentée pour obtenir le titre de DOCTEUR en

Sciences de l'ingénieur

Option : Génie Civil

Influence de l'amidon sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et multiphysiques de formulations terre-paille

Ghaith ALHAIK

Soutenue le 27/03/2017 devant la commission d'examen composée de :

M. Christophe LANOS	Prof. Université de Rennes 1	Président
Mme. Anne PANTET	Prof. Université du Havre	Rapportrice
Mme. Adeline GOULLIEUX	HDR. Université de Picardie Jules Verne	Rapportrice
M. Eric WIRQUIN	Prof. Université d'Artois	Directeur de thèse
M. Vincent DUBOIS	MCF. Université d'Artois	Co-encadrant de thèse
M. Georges AOUAD	HDR. University of Balamand.Liban	Co-encadrant de thèse
M. François BUYLE BODIN	Prof. Université de Lille	Invité

Thèse réalisée au Laboratoire Génie Civil et Géo Environnement

Béthune, Université d'Artois
Technoparc Futura
62400 Béthune

Tél : +33 3 21 63 72 40

Site web : http://www.lgcge.fr

Sous la direction de	M. Wirquin Eric	eric.wirquin@univ-artois.fr
Co-encadrement	M. Dubois Vincent	vincent.dubois1@univ-artois.fr
Co-encadrement	M. Aouad Georges	georges.Aouad@balamand.edu.lb

"What we do for ourselves dies with us. What we do for others and the world remains and is immortal."

Albert Pine

Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein du laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) de l'Université d'Artois.

Tout d'abord, j'aimerais remercier vivement mon directeur de thèse M. Eric WIRQUIN, pour l'ensemble de ses conseils, la correction de la thèse ainsi que les encouragements qu'il m'a donné durant la thèse. Malgré un emploi du temps très chargé, il a toujours su trouver du temps pour répondre à mes questions et porter une grande attention à ce travail de recherche.

J'aimerais également remercier chaleureusement mon encadrant M. Vincent DUBOIS, qui a su me diriger tout au long de cette thèse avec rigueur, enthousiasme et bonne humeur. Il a suivi ce travail avec rigueur en prodiguant ses conseils scientifiques et techniques. Ses conseils précieux tout au long de la rédaction me permettent d'aboutir à la production de cette thèse. Sans lui, la rédaction de ce mémoire n'aurait pas été réalisée.

Je tiens à remercier chaleureusement mon encadrant M. Georges AOUAD, pour l'ensemble de ses conseils, ainsi que les encouragements qu'il m'a donné durant ces trois ans.

Mes remerciements vont également à Mme. Anne PANTET, professeur à l'université du Havre, et Mme. Adeline GOULLIEUX, HDR à l'université de Picardie Jules Verne, qui ont accepté de participer au jury, de rapporter ce travail et de me faire profiter de leurs expériences. J'adresse mes vifs remerciements à M. Christophe LANOS, professeur à l'université de Renne 1, et M. François BUYLE-BODIN, professeur à l'université de Lille, qui ont accepté d'examiner ma thèse.

Je remercie de tout mon cœur toutes les personnes qui me sont chères, en particulier

mes parents, mes sœurs, mon frère, ma femme et mon fils pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Je tiens à remercier mon cher pays, la Syrie, en priant que la paix et la sérénité reviennent dans le monde entier. Je tiens également à remercier la France, ce beau pays, qui m'a accueilli chaleureusement pour réaliser mon rêve d'être docteur en génie civil ainsi que de construire ma petite famille avec ma femme et mon très cher fils.

Je remercie chaleureusement les professeurs, les collègues doctorants et le personnel de l'université d'Artois et du laboratoire LGCgE pour leur sympathie et leur soutien pendant ces trois ans au cours desquels s'est déroulé cette thèse.

Mes remerciements s'adressent aussi à M. Shadi GHADEER, directeur de la société "ALGHADEER", qui a financé une partie de cette thèse. Je tiens également à remercier les entreprises "Carrières du Boulonnais" et "Roquette" pour la fourniture d'une partie des matériaux de l'étude ainsi que pour les échanges autour de leurs produits.

Je tiens également à remercier M. Michel Ferreira, M. Sébastien Tilloy, M.Eric Monflier, M. Emmanuel ANTCZAK, M. Alexandre LEBLANC et M. Philippe HERIN pour leur accompagnement dans la réalisation de campagnes expérimentales complémentaires à l'étude, ainsi que pour leurs soutiens et leurs conseils.

À

REEM, GAD ET MON FUTUR BÉBÉ

Résumé

Les techniques de l'éco-construction répondent au besoin de réduire l'empreinte environnementale du secteur de la construction grâce à l'utilisation de ressources de proximité (filières courtes), sans transformation énergivore et grâce à la capacité de régulation thermo-hydrique des parois. La terre crue seule ou associée à de la paille fait office de symbole. Mais ses caractéristiques variables selon son origine, le long temps de séchage, et de faibles résistances mécaniques sont des freins à son utilisation. L'association de la terre avec des adjuvants biosourcés, tel que l'amidon déjà utilisé dans la fabrication de plaque de plâtre, représente une voie intéressante d'amélioration des performances.

La thèse a pour objectif d'étudier l'influence de l'amidon sur le comportement physico-mécanique de la terre seule ou mélangée à de la paille. L'application envisagée des formules est la préfabrication de produits de construction non-porteurs. Les formulations incluent des fines argilo-calcaires (FAC), de la chènevotte ou des anas de lin, et différents amidons.

La première partie de la thèse porte sur les mélanges terre-amidon. Des essais au viscosimètre ont défini le comportement rhéologique des mélanges de type Bingham modifié et ont montré une augmentation de la thixotropie. A l'état durci, les résistances mécaniques ont été meilleures avec l'amidon.

La deuxième partie porte sur des mélanges terre-paille-amidon. L'amidon améliore l'ouvrabilité et les résistances mécaniques mesurées selon différentes conditions de stockage. A l'échelle d'un carreau, les performances mécaniques, thermiques et acoustiques de certaines formules sont comparables à celles de carreaux de plâtre.

Mots clés : Terre crue, Amidon, Chènevotte, Anas de lin, Propriétés rhéologiques, Propriétés physico-mécaniques, Performances de confort

INFLUENCE OF STARCH ON THE RHEOLOGICAL, MECHANICAL AND MULTIPHYSICS PROPERTIES OF EARTH-STRAW MIXES

Abstract

The eco-construction responds to the need to reduce the environmental footprint in the sector of construction through the use of proximity resources (e.g. earth, straw, etc.), without energy-intensive transformation and through the thermohydric regulation capacity of walls. Raw earth alone or in association with straw is a symbol. But variable characteristics according to its origin, a long drying time and low mechanical strengths are brakes to its use. Earth material in association with biosourced admixtures such as starch, already used in the manufacturing of plasterboard, represents an interesting way to improve its performances.

The thesis aims to study the influence of starch on the physico-mechanical behavior of the earth alone or with straw. The intended application of the study is the prefabrication of non-load-bearing construction products. The designed mixes include quarry fines (QF), hemp or flax straw and various starches.

The first part of this work deals with earth-starch mixes. Viscometer tests were defined modified Bingham as the rheological behavior of mixes and showed an increase in thixotropy. In hardened state, the mechanical strengths are better with starch.

The second part deals with earth-straw-starch mixes. Starch improves the workability and the mechanical strengths measured under different storage conditions. At the scale of a block, the mechanical, thermal and acoustic performances of some mixes are comparable to those of plaster blocks.

Keywords : Earth materials, Starch, Hemp straw, Flax straw, Rheological properties, Physico-mechanical properties, Comfort performances

Table des matières

Résumé **7**

Abstract **10**

Table des matières **11**

Table des figures **17**

Liste des tableaux **26**

Introduction générale **28**

1 Étude bibliographique **33**

1.1 Introduction 34

1.2 Contexte général sur la construction durable 34

1.2.1 Épuisement des ressources naturelles 35

1.2.2 Problème d'émission des gaz à effet de serre 36

1.2.3 Quantité de déchets 37

1.2.4 Enjeux dans le secteur du bâtiment 37

1.3 Les écomatériaux : une bonne réponse au développement durable 38

1.3.1 Les bétons végétaux 38

1.3.1.1 Béton de chanvre 39

1.3.1.2 Béton de lin 44

1.3.1.3 Avantages et inconvénients des béton végétaux/Comportement physico-mécanique des bétons végétaux 48

1.3.2 La terre : un écomatériau de construction 50

1.3.2.1 Composition de la terre 52

1.3.2.1.1 Les argiles 52

1.3.2.1.2 Structure de base des argiles . . . 53
1.3.2.1.2.1 Kaolinite . . . 53
1.3.2.1.2.2 Illite . . . 54
1.3.2.1.2.3 Smectites . . . 54
1.3.2.1.3 Forces de liaison . . . 54
1.3.2.2 Les techniques de construction en terre . . . 55
1.3.2.2.1 Torchis . . . 55
1.3.2.2.2 Pisé . . . 55
1.3.2.2.3 Blocs de terre comprimée (BTC) . . . 56
1.3.2.2.4 Adobes . . . 57
1.3.2.2.5 Terre-paille . . . 57
1.3.2.2.6 Bauge . . . 58
1.3.2.3 Exemples de dispositifs réglementaires . . . 59
1.3.2.4 Avantages et inconvénients de la construction en terre crue . . . 61
1.3.3 Synthèse . . . 62
1.4 L'amidon : un adjuvant potentiel issu de la chimie verte pour le domaine de la construction . . . 63
1.4.1 Qu'est-ce que l'amidon ? . . . 63
1.4.2 Composition, morphologie et structure moléculaire . . . 66
1.4.2.1 Composition de l'amidon . . . 67
1.4.2.1.1 Amylose . . . 67
1.4.2.1.2 Amylopectine . . . 69
1.4.2.1.3 Chaînes intermédiaires . . . 72
1.4.2.1.4 Composants mineurs . . . 72
1.4.2.2 Structure semi-cristalline des grains d'amidon . . . 72
1.4.2.3 Comportement des granules à des températures inférieures à la température de gélatinisation . . . 74
1.4.3 Modifications de l'amidon . . . 75
1.4.4 Transformation hydrothermique des amidons . . . 76
1.4.4.1 En milieu fortement hydraté . . . 76
1.4.4.1.1 Comportement de l'amidon lors de la gélatinisation . . . 76

1.4.4.1.2 Rétrogradation 78
1.4.4.1.3 Comportement à la cuisson et rétrogradation des différents amidons 80
1.4.4.2 Cuisson en milieu peu hydraté (teneur en eau inférieure à 40%) 82
1.4.5 Les marchés de l'amidonnerie 83
1.4.6 Valorisation de l'amidon dans la construction 85
1.5 Synthèse 86

2 Objectifs et méthodologies **89**
2.1 Objectifs de la thèse 90
2.2 Méthodologie 91
2.2.1 Étude de la combinaison terre-amidon 91
2.2.1.1 Fines argilo-calcaires 92
2.2.1.1.1 Origine des Fines argilo-calcaires (FAC) 93
2.2.1.1.2 Caractérisation des FAC 94
2.2.1.2 Amidon 97
2.2.2 Étude de l'association terre-amidon et coproduits végétaux 98
2.2.2.1 Chènevotte 101
2.2.2.1.1 Morphologie 101
2.2.2.1.2 Microstructure 101
2.2.2.1.3 Masse volumique apparente 102
2.2.2.1.4 Absorption d'eau 103
2.2.2.1.5 Granulométrie 104
2.2.2.2 Anas de lin 105
2.2.2.2.1 Morphologie 105
2.2.2.2.2 Microstructure 106
2.2.2.2.3 Masses volumiques 107
2.2.2.2.4 Absorption d'eau 108
2.2.2.2.5 Granulométrie 109

3 Influence de l'amidon sur le comportement à l'état frais et à l'état durci d'une pâte de terre **111**

3.1 Présentation de la campagne expérimentale FAC + amidon 112
3.1.1 Protocoles de malaxage 112
3.1.2 Étude du comportement à l'état frais 114
3.1.2.1 Table à secousses 114
3.1.2.2 Étude rhéologique 117
3.1.2.2.1 Seuil de cisaillement 117
3.1.2.2.2 Viscosité 118
3.1.2.2.3 Thixotropie 118
3.1.2.2.4 Modèles rhéologiques principaux 119
3.1.2.2.5 Campagne expérimentale 121
3.1.3 Étude du comportement à l'état durci 127
3.1.3.1 Fabrication des éprouvettes 127
3.1.3.2 Suivi du séchage 128
3.1.3.3 Essais mécaniques 131
3.1.3.3.1 Résistance à la flexion trois points 132
3.1.3.3.2 Résistance en compression 132
3.1.3.3.3 Résultats et discussions 133
3.1.3.4 Effet du changement des conditions de stockage sur les éprouvettes 135
3.1.3.4.1 Fabrication et suivi de séchage des éprouvettes 136
3.1.3.4.2 Résultats mécaniques 139
3.2 Remplacement des FAC par de la kaolinite 149
3.2.1 Protocoles de malaxage 150
3.2.2 Étude du comportement à l'état frais 151
3.2.2.1 Table à secousses 151
3.2.2.2 Étude rhéologique 153
3.2.3 Étude du comportement à l'état durci 157
3.2.3.1 Fabrication et suivi du séchage des éprouvettes 157
3.2.3.2 Étude mécanique 160
3.2.3.2.1 Résistance à la flexion 160
3.2.3.2.2 Résistance à la compression 160

3.3 Études complémentaires . . . 161
3.3.1 Modifications chimiques . . . 162
3.3.2 Porosimètrie au mercure . . . 164
3.3.3 Diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge . . . 165
3.4 Conclusion de chapitre . . . 166

4 Étude physico-mécanique des mélanges à base de FAC, amidon et co-produits végétaux 169

4.1 Paramètres de formulation des mélanges . . . 170
4.2 Protocoles expérimentaux . . . 172
4.2.1 Protocoles de malaxage . . . 172
4.2.2 Étude du comportement à l'état frais . . . 174
4.2.3 Étude du comportement à l'état durci . . . 179
4.2.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi de séchage . . . 179
4.2.3.2 Essais mécaniques . . . 180
4.2.3.2.1 Mode opératoire . . . 180
4.3 Étude du mélange de référence (FAC + amidon + CPV) . . . 180
4.3.1 Étude du comportement à l'état frais . . . 180
4.3.1.1 Influence de la présence de chènevotte . . . 180
4.3.1.2 Influence de la présence d'anas de lin . . . 183
4.3.2 Étude du comportement à l'état durci . . . 185
4.3.2.1 Fabrication des éprouvettes et suivi de séchage . . . 185
4.4 Influence de l'ajout d'un superplastifiant sur le comportement des mélanges 187
4.4.1 Le superplastifiant étudié . . . 187
4.4.2 Étude du comportement à l'état frais . . . 188
4.4.3 Étude du comportement à l'état durci . . . 193
4.4.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi du séchage . . . 193
4.4.3.2 Résistance à la flexion . . . 198
4.5 Influence de l'ajout de chaux sur le comportement des mélanges adjuvantés . 199
4.5.1 La chaux utilisée . . . 199
4.5.2 Étude du comportement à l'état frais . . . 200
4.5.3 Étude du comportement à l'état durci . . . 203

4.5.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi du séchage 203
4.5.3.2 Résistance à la flexion 205
4.5.3.3 Influence de la durée de stockage sur la résistance à la flexion 208
4.6 Augmentation de la proportion en coproduits végétaux 212
4.6.1 Présentation des formules étudiées 212
4.6.2 Fabrication et suivi de séchage 212
4.6.3 Résistance à la flexion 214
4.7 Relation entre les résistances à la flexion et les masses volumiques apparentes 215
4.8 Conclusion partielle 217
4.9 Étude à l'échelle réelle d'un carreau 219
4.9.1 Choix des formulations 219
4.9.2 Fabrication des carreaux et suivi de séchage 219
4.9.3 Résistance à la flexion 225
4.9.4 Résistance en compression 228
4.10 Caractérisations thermiques et acoustiques 231
4.10.1 Fabrication des éprouvettes 231
4.10.2 Comportement thermique 231
4.10.3 Comportement acoustique 234
4.11 Conclusion de chapitre 236

Conclusions et perspectives **239**

Références bibliographiques **247**

Annexes **i**

A Diffraction des rayons X **iii**

B Composition des mélanges étudiés **v**

C Suivi de séchage pour des éprouvettes prismatiques **ix**

D Fiche technique de superplastifiant **xiii**

Table des figures

1-1 Consommation d'énergie dans le patrimoine bâti entre 1970 et 2012. 35

1-2 Exemples de dates d'épuisement des ressources naturelles utilisées dans le domaine de la construction 36

1-3 La production de déchets en France de 2004 à 2012 dans tous les secteurs . . 37

1-4 La plante de chanvre. 39

1-5 Répartition des surfaces cultivées en chanvre en France en 2009 40

1-6 Le chanvre dans la construction : de la production agricole à la mise en œuvre, [**NOMADEIS 2012**]. 42

1-7 Les principaux modes de mise en IJuvre de béton du chanvre 43

1-8 La fleur de lin. 44

1-9 Répartition des surfaces cultivées en lin en Europe de l'ouest en 2015 45

1-10 Répartition de l'utilisation du lin dans le marché français 46

1-11 Le lin dans la construction 47

1-12 Produits à base de lin 48

1-13 La relation entre la masse volumique et la résistance en compression 50

1-14 Répartition des techniques de la construction en terre dans le monde 51

1-15 Répartition des techniques de la construction en terre en France 51

1-16 Schéma de la structure de l'argile 53

1-17 Conches : musée des Arts et Traditions en cours de construction, les murs en torchis 55

1-18 Immeuble en pisé à Lyon 56

1-19 Une maison construite en brique de terre comprimée 57

1-20 Fabrication des briques de terre 57

1-21 Carreaux de terre 58

1-22 Murs en bauge 59

1-23 Évolution de la production française d'amidon 65
1-24 Production française d'amidons et de fécule (2015) 66
1-25 Principales matières premières de l'industrie amidonnière 67
1-26 Structure de l'amylose 68
1-27 Structure en hélice formée par le complexe amylose iode 69
1-28 Structure chimique de l'amylopectine 70
1-29 Représentation schématique de la structure d'un granule d'amidon. 71
1-30 Schéma de la structure du granule d'amidon 73
1-31 Modèle de localisation des fractions amylose, amylopectine dans des granules plus ou moins hydratés 75
1-32 Schéma des différents types de modifications pouvant être appliqués sur l'amidon 76
1-33 Granules crus en lumière polarisée 77
1-34 Empois d'amidons et de fécules à 5,7% de matières sèches après cuisson et après refroidissement 78
1-35 Formation des doubles hélices et des "cristaux" d'amylose 79
1-36 Structure du gel d'amylose 79
1-37 Transformations hydrothermique des amidons 80
1-38 Courbes de viscosité Brabender des amidons natifs 81
1-39 Comportement général des amidons à la cuisson et au refroidissement 82
1-40 Influence de la teneur en eau sur la température de transition vitreuse de divers amidon 83
1-41 Les destinations sur le secteur alimentaire 84
1-42 Les destinations sur le secteur non alimentaire 84

2-1 Méthodologie utilisée dans la première partie de cette étude. 92
2-2 Particules de fines argilo-calcaires sous forme de poudre sèche 93
2-3 Triangle des textures du sol 96
2-4 Courbe granulométrique des FAC 97
2-5 Particules d'amidon sous forme de poudre sèche 98
2-6 Méthodologie utilisée dans la deuxième partie de cette étude. 100
2-7 Vue macroscopique de la chènevotte étudiée 101

2-8 Vue microscopique d'une coupe transversale de la tige du chanvre 102
2-9 Vue microscopique d'une coupe longitudinale de la chènevotte étudiée 102
2-10 Quantité d'eau absorbée par la chènevotte. 104
2-11 Courbe granulométrique de la chènevotte obtenue par tamisage à sec 105
2-12 Vue macroscopique de l'anas de lin étudiée 106
2-13 Vue microstructure pour une coupe longitudinale d'anas de lin 106
2-14 Vue microscopique d'une coupe transversale d'anas de lin. 107
2-15 Récipient normalisé de 5 litres contenant l'anas de lin. 107
2-16 Quantité d'eau absorbée par les anas de lin 109
2-17 Courbe granulométrique des anas de lin obtenue par tamisage à sec. 109

3-1 Mélange de FAC + amidon en fin de malaxage. 114
3-2 Table à secousses 114
3-3 Principe d'essai de la consistance du mortier de terre. 115
3-4 Les étapes d'essai d'étalement d'un mélange de FAC + amidon. 115
3-5 Indice de thixotropie, seuil de cisaillement et viscosité plastique. 118
3-6 Thermo Scientific HAAKE Viscotester 550 avec un rotor en étoile. 121
3-7 Évolution de $\tau = f(temps)$. 122
3-8 Exemples d'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse des mélanges de FAC seules et de FAC + amidon H. 123
3-9 Indice de thixotropie pour les mélanges de FAC seules et de FAC + amidon à 20°C. 124
3-10 Exemples de comparaison d'indice de thixotropie pour des mélanges incluant des FAC à 20 et à 120°C + amidons natifs. 125
3-11 Éprouvettes dans le moule au moment de la fabrication. 128
3-12 Éprouvettes conservées dans l'enceinte climatique. 128
3-13 Éprouvettes dans les moules deux jours après fabrication. 129
3-14 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H. 130
3-15 Éprouvettes déformées et fissurées de FAC + amidon J (gauche)et de FAC + amidon K (droite). 130
3-16 Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées après 21 jours 131

3-17 Presse électromécanique Shimadzu 50 kN (centre) avec dispositifs de compression (gauche) et de flexion (droite). 132
3-18 Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC et de FAC + chaque amidon après 21 jours. 133
3-19 Résistances en compression des éprouvettes de FAC et de FAC + chaque amidon après 21 jours. 133
3-20 Éprouvettes de FAC + amidon D conservées à 40, 60 et 100°C. 136
3-21 Suivi de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + amidon D selon le protocole de durcissement. 137
3-22 Suivi de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + amidon H selon le protocole de durcissement. 137
3-23 Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 138
3-24 Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 139
3-25 Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 140
3-26 Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 140
3-27 Résistances en compression des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 141
3-28 Résistances en compression des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours. 141
3-29 Cycle type de variation de températures et d'humidités. 143
3-30 Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. 144
3-31 Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. 144
3-32 Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. . . . 145

3-33 Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. . . . 146
3-34 Résistances mécaniques en compression des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. . . 146
3-35 Résistances mécaniques en compression des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours. . . 147
3-36 Comparaison entre les masses volumiques apparentes des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours. 148
3-37 Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours. 148
3-38 Comparaison entre les résistances mécaniques en compression des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours. 149
3-39 Mélange de kaolinite + amidon D en fin de malaxage. 151
3-40 Les étapes d'essai d'étalement de mélange de kaolinite + amidon. 152
3-41 Évolution de la contrainte de cisaillement maximum en fonction du gradient de la vitesse des mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon H. 154
3-42 Indice de thixotropie pour les mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon. 154
3-43 Éprouvettes de kaolinite (gauche) et éprouvettes de kaolinite + amidon H (droite). 157
3-44 Masses volumiques apparentes des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon. 159
3-45 Comparaison entre les masses volumiques apparentes des éprouvettes à base de FAC seules ou kaolinite seule et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H. 159
3-46 Résistance mécanique en compression des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon. 160
3-47 Comparaison entre les résistances mécaniques en compression des éprouvettes à base de FAC seules ou kaolinite seule et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H. 161
3-48 Éprouvettes de FAC + amidon D' fissurées et déformées. 163
3-49 Comparaison entre les structures de deux types d'amidon D et H. 165

4-1 Un mélange à base de terre crue et de chènevotte dans le malaxeur. 172

4-2 Mélange FAC et chènevotte sur la table à secousses. 174
4-3 Schéma de principe de l'essai au consistomètre VEBE [**AFNOR NF EN 12350-3**]. 176
4-4 Remplissage du moule du consistomètre VEBE. 178
4-5 L'essai au consistomètre VEBE. 178
4-6 Essai de flexion sur une éprouvette ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$). 180
4-7 Temps de remplissage des mélanges à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon. 181
4-8 Affaissement des mélanges à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon après 30 secondes de mise en marche de l'essai VEBE. 182
4-9 Temps de remplissage des mélanges de FAC + anas de lin sans et avec amidon. 184
4-10 Affaissement à 30 secondes des mélanges de FAC + anas de lin sans et avec l'amidon. 185
4-11 Temps de remplissage des mélanges de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant. 189
4-12 Affaissement des mélanges de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE. 189
4-13 Temps de remplissage des mélanges FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant. 190
4-14 Affaissement des mélanges FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE. 190
4-15 Comparaison des temps de remplissage des mélanges FAC + chènevotte + amidon avec et sans superplastifiant. 191
4-16 Comparaison des temps de remplissage des mélanges FAC + anas de lin + amidon avec et sans superplastifiant. 191
4-17 Comparaison de l'affaissement des mélanges FAC + chènevotte + amidon avec et sans superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE. 192

4-18 Comparaison de l'affaissement des mélanges FAC + anas de lin + amidon avec et sans superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE. 193
4-19 Mise en place de la matière dans le moule. 194
4-20 Démoulage des éprouvettes prismatiques. 195
4-21 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant. . 195
4-22 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + anas de lin et de FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant. . 196
4-23 Éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) à base de FAC, anas de lin et amidon après fabrication (en bas) et en fin de séchage (en haut). 197
4-24 Moisissures observées sur une éprouvette à base de FAC, chènevotte et amidon 197
4-25 Masses volumiques apparentes des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) étudiées . 198
4-26 Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) étudiées à 28 jours. 198
4-27 Exemples de temps de remplissage des mélanges étudiés avec et sans chaux. 202
4-28 Exemples des affaissement des mélanges étudiés avec et sans la chaux après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE. 202
4-29 Évolution du pH en fonction de pourcentage de chaux. 204
4-30 Comparaison entre les masses volumiques apparentes des mélanges étudiés en présence de chènevotte. 204
4-31 Comparaison entre les masses volumiques apparentes des mélanges étudiés en présence d'anas de lin. 205
4-32 Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des mélanges étudiés en présence de chènevotte. 206
4-33 Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des mélanges étudiés en présence d'anas de lin. 206
4-34 Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées en présence de chènevotte selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$. 208

4-35 Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées en présence de chènevotte selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$. 209
4-36 Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées en présence d'anas de lin selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$. 210
4-37 Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées en présence d'anas de lin selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$. 210
4-38 Éprouvettes à base de FAC + chènevotte (gauche), et de FAC + anas de lin (droite) avec $L/G = 3,5$. 213
4-39 Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées avec $L/G = 3,5$ à 28 jours. 214
4-40 Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées avec $L/G = 3,5$ à 28 jours. 215
4-41 Relation entre les résistances à la flexion et les masses volumiques apparentes. 216
4-42 Exemple de carreau après moulage 220
4-43 Comparaison entre deux carreaux avec $\frac{L}{G}$ =5,5 (gauche) et $\frac{L}{G}$ =3,5 (droite). 220
4-44 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux de $\frac{L}{G}$ = 5,5 avec chènevotte. 221
4-45 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux de $\frac{L}{G}$ = 5,5 avec anas de lin. 222
4-46 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux légers de $\frac{L}{G}$ = 3,5 avec chènevotte. 222
4-47 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux légers de $\frac{L}{G}$ = 3,5 avec anas de lin. 223
4-48 Masses volumiques apparentes des carreaux étudiés en présence de chènevotte. 224
4-49 Masses volumiques apparentes des carreaux étudiés en présence d'anas de lin. 225
4-50 Essai de flexion sur un carreau 226
4-51 Comparaison des résistances à la flexion à 28 jours entre les carreaux avec chènevotte et les carreaux de plâtre et de béton cellulaire. 226
4-52 Comparaison des résistances à la flexion à 28 jours entre les carreaux avec anas de lin avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire. 227
4-53 Un essai de compression sur un demi carreau. 228

4-54 Comparaison de résistances en compression à 28 jours des carreaux étudiés en présence de chènevotte avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire. 229
4-55 Comparaison de résistances en compression à 28 jours des carreaux étudiés en présence d'anas de lin avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire. . 229
4-56 Éprouvettes thermiques et acoustiques après fabrication (à gauche) et pendant le stockage (à droite). 231
4-57 Le dispositif plaque chaude gardée utilisé pour les essais thermique. 232
4-58 Relation entre teneur en eau, conductivité et capacité thermique. 233
4-59 Comparaison des coefficients d'absorption des formulations 235
4-60 Comparaison de coefficient d'absorption des formulations étudiées. 236

A.1 Comparaison entre les trois mélanges FAC, FAC + amidon D et FAC + amidon H. iv

C.1 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les mélanges FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant + chaux. x
C.2 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les mélanges FAC + anas de lin et de FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant + chaux. x
C.3 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes incluant de la chènevotte avec $L/G = 3,5$. xi
C.4 Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes incluant des anas de lin avec $L/G = 3,5$. xi

Liste des tableaux

1-1 Exemples de propriétés des bétons végétaux existant dans la littérature. . . 49
1-2 Valeurs recommandées (en MPa) pour la construction en pisé 61
1-3 Les principaux pays producteurs en 2012 65
1-4 Caractéristiques principales des amidons et fécules 67
1-5 Degré moyen de polymérisation 71
1-6 Composition des amidons 72

2-1 Composition minéralogique moyenne des FAC 95
2-2 Propriétés des FAC 95
2-3 Masse volumique apparente de la chènevotte. 103
2-4 Masse volumique apparente des anas de lin 108

3-1 Quantité d'eau nécessaire pour une pâte de FAC seules et de FAC + amidon prégélatinisé à étalement constant. 116
3-2 Quantité d'eau nécessaire pour une pâte de FAC + amidon non-prégélatinisé à étalement constant. 116
3-3 Valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié. 126
3-4 Comparaison des propriétés des FAC et de la kaolinite. 150
3-5 Quantité d'eau nécessaire pour un mélange de kaolinite seule et de kaolinite + amidon. 152
3-6 Valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié pour les mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon. 156
3-7 Comparaison des valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié pour les mélanges à base de FAC ou kaolinite + amidon. 156
3-8 Retrait des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + quelques amidons. . . 158

3-9 Comparaison entre la quantité d'eau pour les amidons (D, D', H et H') à étalement constant sur la table à secousses. 163
3-10 Comparaison des résultats obtenus en porosimètrie au mercure pour trois mélanges à base de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H. 164

4-1 Classes de consistance de l'essai VEBE pour un béton. 177
4-2 Exemple des formulations étudiées avec L/G = 5,5 à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon. 181
4-3 Exemple des formulations étudiées avec L/G = 5,5 à base de FAC + anas de lin sans et avec amidon. 183
4-4 Exemple des formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux avec et sans amidon. 186
4-5 Formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux, amidon et superplastifiant. 188
4-6 Formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux, amidon, superplastifiant et chaux. 201
4-7 Formulations étudiées avec $L/G = 3,5$. 212
4-8 Formulations choisis pour l'étude sur carreau. 219
4-9 Conductivité et capacité thermique des formulations développées. 234

B.1 Mélange à base de chènevotte. vi
B.2 Mélange à base d'anas de lin. vii

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le domaine de la construction représente un secteur économique d'importance. Ce secteur cherche à réduire son impact environnemental en terme de consommation d'énergie, de recyclage des déchets et d'émissions de gaz à effet de serre. Cela implique par exemple pour les produits de construction, de mieux maîtriser la production de matières premières, la transformation, le transport, la mise en place jusqu'à la fin de vie et le recyclage. Une solution peut venir de l'utilisation de matériaux de construction à faible impact environnemental.

La terre est un matériau de construction local, abondant et écologique utilisé depuis des millénaires. Plusieurs méthodes ou techniques de construction en terre existent (torchis, pisé, BTC etc...) que la terre soit stabilisée par le ciment ou la chaux, ou non stabilisée, seule ou associée avec des coproduits végétaux tels que la chènevotte, l'anas de lin, le colza, le miscanthus, etc... L'utilisation de la terre crue dans la construction des habitats permet de réguler l'humidité intérieure dans les pièces. De même, grâce à son inertie thermique, la terre crue peut également réguler la température et apporter un confort d'été par déphasage.

La stabilisation de la terre par le ciment ou par la chaux permet d'accroître les performances mécaniques mais réduit les capacités de régulation hydrothermique et les possibilités de recyclage en fin de vie. D'autres traitements peuvent être considérés notamment dans le domaine de la chimie verte. Dans ce domaine, des molécules sont étudiées et éventuellement modifiées pour satisfaire à des besoins de performances en remplacement de molécules traditionnelles plus consommatrices d'énergie ou nécessitant l'utilisation de produits dangereux pour leur transformation. Avec cette volonté de proposer des alternatives écologiques, des adjuvants sont, par exemple, développés dans l'industrie cimentière en remplacement de ceux d'origine pétrochimique. Sur ce même principe, des liants à base de polysaccharides sont proposés dans la composition de matériaux de construction. Parmi ces polysaccharides, on trouve l'amidon.

L'amidon est d'origine végétale ayant des propriétés permettant de modifier le comportement rhéologique de pâtes ou fluides dans le domaine alimentaire ou non-alimentaire.

Il est également utilisé dans la fabrication de plaques de plâtre pour accroître l'adhésivité entre le plâtre et la feuille de carton. Dans ce cadre, l'association avec la terre peut être intéressante à étudier pour vérifier si les deux éléments sont compatibles et si l'amidon peut être une voie de traitement possible.

Le premier chapitre de cette thèse est consacré à la revue bibliographique où sont posés les problématiques environnementales dans le secteur de la construction. Puis nous nous focaliserons sur l'utilisation de la terre, qui peut être une solution grâce à ses nombreux avantages. Les problèmes d'impact environnemental et d'épuisement de ressources naturelles ainsi que les différentes méthodes utilisées pour la construction en terre seront abordés.

Cette thèse a pour but d'étudier les interactions entre l'amidon et la terre avec ou sans coproduits végétaux. L'application visée de ce type de formulation concerne les parois intérieures non porteuses. Dans ce cadre, les propriétés à l'état frais et les performances à l'état durci sont mesurées.

Dans le deuxième chapitre, l'objectif de cette thèse et la méthodologie de travail développée sont détaillés. Les matériaux utilisés dans ce travail de recherche sont présentés, notamment leurs origines et leurs propriétés. Pour atteindre l'objectif fixé, l'étude est divisée en deux parties.

La première partie, présentée dans le chapitre trois, est dédiée à l'étude de l'influence de divers types d'amidon sur les propriétés rhéologiques d'une pâte argileuse. L'étude à l'état durci présente les mesures de résistances à la flexion et à la compression d'éprouvettes conservées selon différentes conditions de stockage. En fonction des résultats obtenus dans cette partie, les meilleurs amidons sont sélectionnés pour poursuivre l'étude présentée dans la deuxième partie.

La deuxième partie, présentée dans le chapitre quatre, est dédiée à l'association terre/amidon et coproduits végétaux. Les consistances des mélanges terre/coproduits végétaux avec et

sans amidon sont mesurées pour établir le rapport $Eau/Liant$ optimal permettant une bonne mise en place. A l'état durci, les performances mécaniques, thermiques et acoustiques sont déterminées tant à l'échelle d'une éprouvette qu'à l'échelle d'un carreau de taille conventionnelle.

Enfin, la conclusion générale présente les résultats obtenus dans cette thèse. En perspectives, des pistes de recherche sont proposées en vue de renforcer la compréhension des interactions terre-amidon et de permettre le transfert à l'échelle industrielle.

CHAPITRE 1

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Introduction

Dans ce chapitre nous exposerons la problématique environnementale liée au secteur de la construction. Ensuite, nous présenterons, de manière générale, les écomatériaux de construction à base de coproduits végétaux et les études déjà faites sur l'association béton/coproduits végétaux. Puis nous nous focaliserons sur la terre en tant que matériau de construction à travers sa composition, ses avantages sur le plan environnemental et les différentes techniques de construction en terre.
Enfin, l'amidon sera décrit. L'amidon est un polysaccharide d'origine biosourcée utilisé en tant qu'agent capable de modifier les propriétés rhéologiques des matériaux de construction.

1.2 Contexte général sur la construction durable

La prise de conscience des problèmes d'environnement est apparue pendant la conférence de Stockholm en 1972 puis lors de la commission Brundtland 1987. Ensuite, après le sommet de la terre à Rio en 1992, les idées étaient formalisées sur des concepts de développement durable, d'écologie et de chimie verte.

Selon le rapport de Brundtland 1988, le concept de développement durable est de satisfaire nos besoins actuels sans compromettre les besoins des générations futures.

En France, dans le domaine de la construction, les effets se concentrent sur le choix des matières premières, notamment sur le valorisation des déchets de construction, sur la production des matériaux utilisés dans la construction et sur le développement des techniques de fabrication.

En France, depuis 40 ans la mise en œuvre des règles et des normes a aidé à améliorer les performances thermiques dans les nouvelles constructions ainsi que les anciennes.

La figure 1-1 présente la diminution de la consommation énergétique de ces dernières années grâce à l'augmentation des exigences liées aux matériaux de construction. Avant 1974, la consommation énergétique dans la construction était très importante à cause du manque de réglementations thermiques pour l'isolation des habitats. Depuis 1974 et jusqu'à aujourd'hui, plusieurs normes et réglementations ont été appliquées dans le secteur

de la construction dans le but d'améliorer les performances des matériaux utilisés et de réduire considérablement la consommation énergétique.

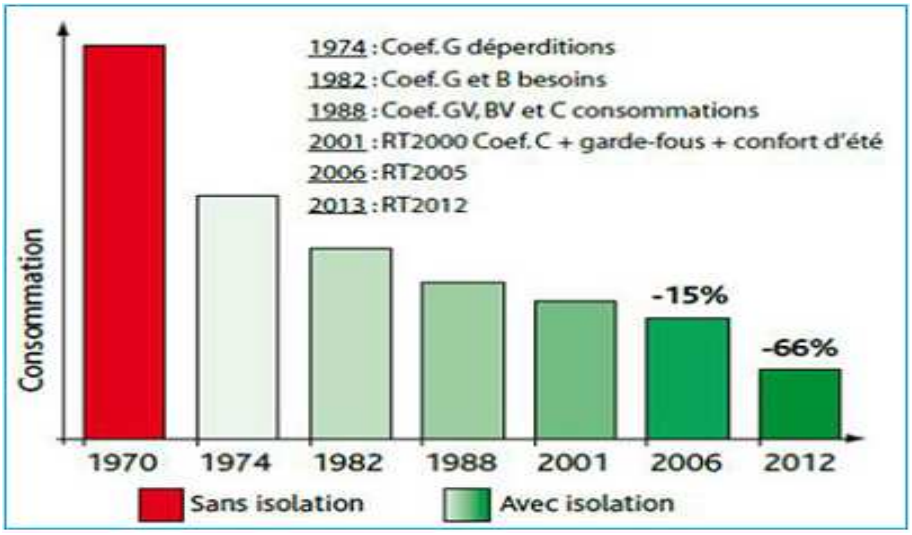


FIGURE 1-1 – Consommation d'énergie dans le patrimoine bâti entre 1970 et 2012, [IMERYS 2009].

De plus, d'un point de vue énergétique, le projet de la prochaine réglementation thermique (RT 2020) a pour objectif d'avoir des habitats à énergie positive dont la consommation d'énergie est inférieure à l'énergie produite par l'habitation. Elle favorisera également l'utilisation de matériaux à faible impact environnemental.

1.2.1 Épuisement des ressources naturelles

Selon le site [ConsoGlobe] d'ici la fin du $XXII^{e}$ siècle, les ressources naturelles seront épuisées au rythme de la production actuelle. La figure 1-2 montre des exemples de dates d'épuisement des ressources naturelles utilisées dans le domaine de construction. Aujourd'hui, l'objectif est donc de trouver et développer de nouveaux matériaux qui puissent remplacer ces ressources non renouvelables en étant abondants, durables, écologiques, *etc* ce qui est le cas de la terre.

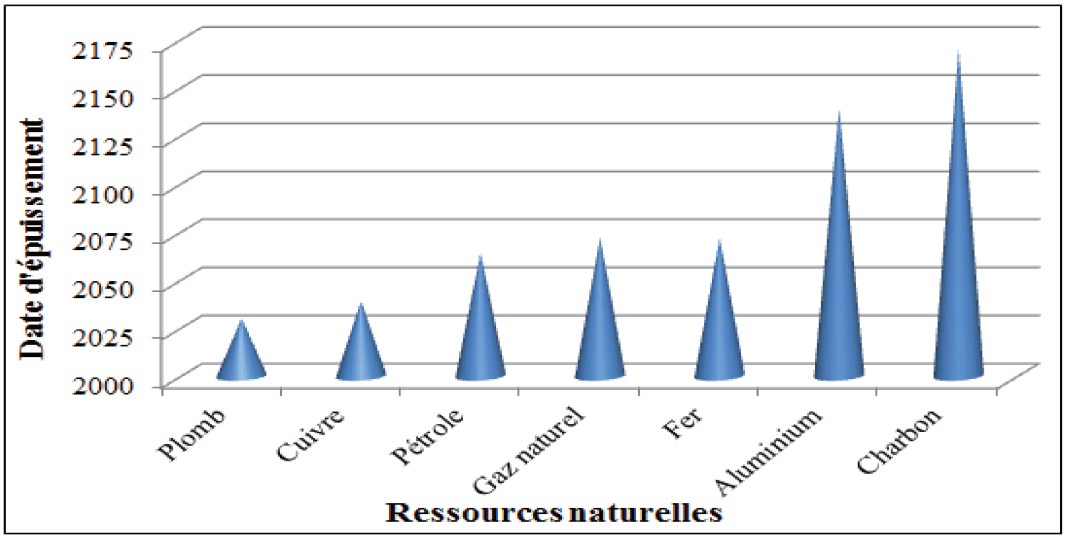


FIGURE 1-2 – Exemples des dates d'épuisement des ressources naturelles utilisées dans le domaine de la construction [ConsoGlobe].

1.2.2 Problème d'émission des gaz à effet de serre

L'énergie utilisée dans les habitats et les centres commerciaux représente 40% de la consommation totale d'énergie dans l'union européenne ainsi que 36% de l'émission de CO_2.

Selon [**PRICE *et al.* ; 2006**, **DIANA and ALEKSANDRA 2008**] le secteur du bâtiment est le deuxième plus grand émetteur de dioxyde de carbone (CO_2) après le secteur de l'industrie avec un tiers des émissions de dioxyde de carbone. Le dioxyde de carbone est un des principaux gaz à effet de serre responsables du réchauffement planétaire. Selon [**DINCER 1999**] le dioxyde de carbone contribue à hauteur de 50% environ à l'effet de serre. Il est donc très important de réduire les émissions venantes du secteur du bâtiment. Dans ce contexte, les travaux de [**CONSTATINOS *et al.* ; 2007**] et de [**GONZALEZ and NAVARRO 2006**] ont confirmé que pour réduire efficacement les émissions de dioxyde de carbone, il faut utiliser des matériaux de construction à faible impact environnemental.

1.2.3 Quantité de déchets

Selon l'ADEME 2015, la production totale de déchets en France, en 2012, a été estimée à environ 345 millions de tonnes pour tous les domaines (constructions, ménages, activités et collectivités hors construction). Cette valeur montre une baisse de 10 millions de tonnes par rapport à l'année 2010. Cette baisse est liée directement au secteur de la construction dont le volume de déchets produits est passé de 260 millions de tonnes à 247 millions de tonnes sur cette période. La figure **1-3** présente l'évolution de la production de déchets en France de 2004 à 2012 dans tous les secteurs.

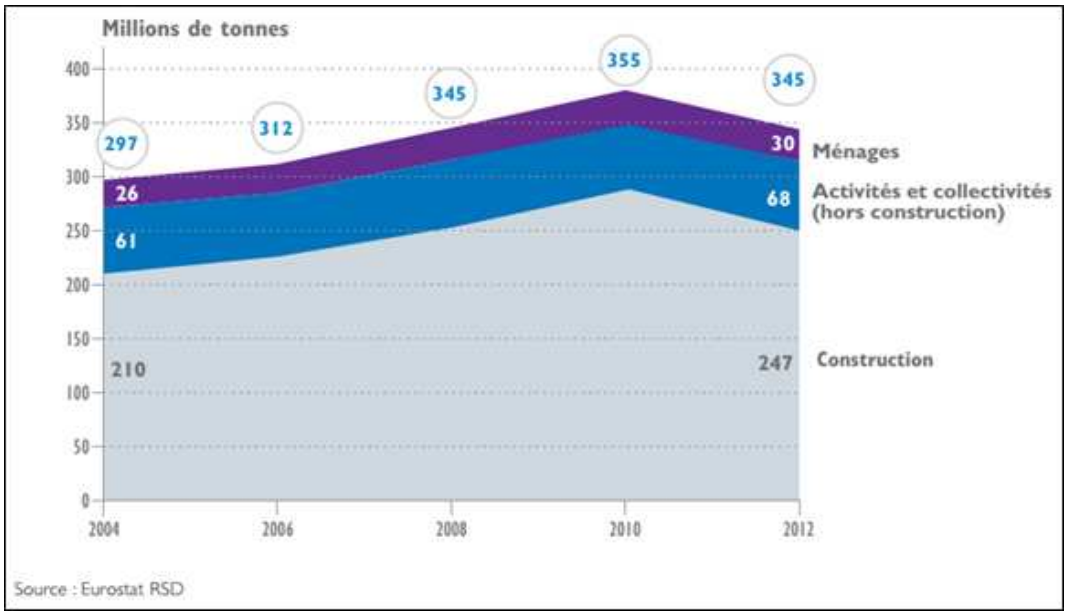


FIGURE 1-3 – La production de déchets en France de 2004 à 2012 dans tous les secteurs (Source : Eurostat RSD dans ADEME 2015).

1.2.4 Enjeux dans le secteur du bâtiment

D'après [**OECD 2003**, **CONSTATINOS *et al.* ; 2007**] le secteur du bâtiment utilise un tiers des ressources naturelles consommées en Europe. En plus, il produit une quantité de déchet non négligeable, de la construction jusqu'à la déconstruction.

L'énergie grise liée aux matériaux conventionnels de construction dépasse largement l'énergie grise liée aux autres domaines d'activités humaines. Ainsi, le développement d'écomatériaux durables est indispensable et peut permettre de diminuer l'émission de

carbone et d'énergie grise.

Pour améliorer l'efficacité énergétique dans le secteur du bâtiment, il est devenu très important de développer le marché des écomatériaux ainsi que de développer des nouvelles solutions constructives pour réduire la consommation d'énergie pendant la durée de vie du bâtiment.

1.3 Les écomatériaux : une bonne réponse au développement durable

Le secteur de la construction représente une part importante de la consommation des ressources non renouvelables de notre planète, tant en termes de matériaux utilisés pour la construction que de consommation d'énergie pour le fonctionnement des bâtiments. Une façon de garantir un développement écologique durable à long terme est basée sur la production de produits et de services en utilisant des ressources et des énergies renouvelables telles que la biomasse de la foresterie et de l'agriculture.

Ces dernières années, des travaux de recherche ont porté sur l'utilisation de ces ressources dans des formulations de bétons dits végétaux. Ces produits sont issus complètement de techniques traditionnelles, notamment à base de terre crue qui est symbole d'écomatériau.

1.3.1 Les bétons végétaux

Depuis une trentaine d'année, transférer les produits de construction à base de béton en écomatériaux de construction a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. L'utilisation, aujourd'hui, de béton végétaux, tels que le béton de chanvre ou le béton de lin, se développe de plus en plus pour l'isolation des bâtiments. Le béton de chanvre est un matériau multifonctionnel : il a de bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique, et son comportement hygrothermique permet une régulation de l'humidité naturelle. Le chanvre a été la base de plusieurs travaux de recherche grâce à son origine botanique renouvelable et ses propriétés thermiques et acoustiques très intéressantes. Ces dernières années, d'autres coproduits végétaux ont également montré un grand potentiel pour le secteur des éco-matériaux dans le domaine de la construction tel que les anas de lin, la paille de colza, et le miscanthus, *etc.*

1.3.1.1 Béton de chanvre

Le chanvre (Cannabis Sativa) est une plante à faible dépense énergétique pour sa culture même pendant sa production, avec un bilan carbone neutre en fin de vie (Fig. 1-4). De plus le chanvre montre des avantages agronomiques très intéressants comme une bonne tête d'assolement et une amélioration de la structure du sol ainsi que sa culture qui s'effectue sans traitement ni engrais [**BOUTIN *et al.* ; 2006**]. Ce matériau est totalement renouvelable et complètement biodégradable lors de la démolition. Pour toutes ces raisons, le chanvre est classé comme un matériau propre et recommandé dans le domaine de la construction surtout ces derniers temps avec les problèmes de réchauffement climatique de la planète. C'est donc la plante idéale pour le développement durable de par l'absence d'application de produits phytosanitaires mais aussi par sa capacité de stockage de carbone dans ses divers produits transformés. La diversification des débouchés permet une valorisation favorable de toutes les parties de cette plante.

La plante est très abondante et disponible. Sa hauteur varie généralement de 2 à 4 m. La composition de la tige de chanvre est comme suit : 32% de fibres, 42% de chènevottes, 18% de poussières et 8% de graines [**MAGNIONT 2010**].

FIGURE 1-4 – La plante de chanvre.

D'après l'ADEME (2005), la France est le plus gros producteur de chanvre industriel en Europe avec 50% de la production européenne (surface cultivée de 15 000 hectares).

La production de chanvre industriel en Europe est estimée à 25 000 tonnes de fibres et 40 000 tonnes de chènevottes par an (Fig. **1-5**).

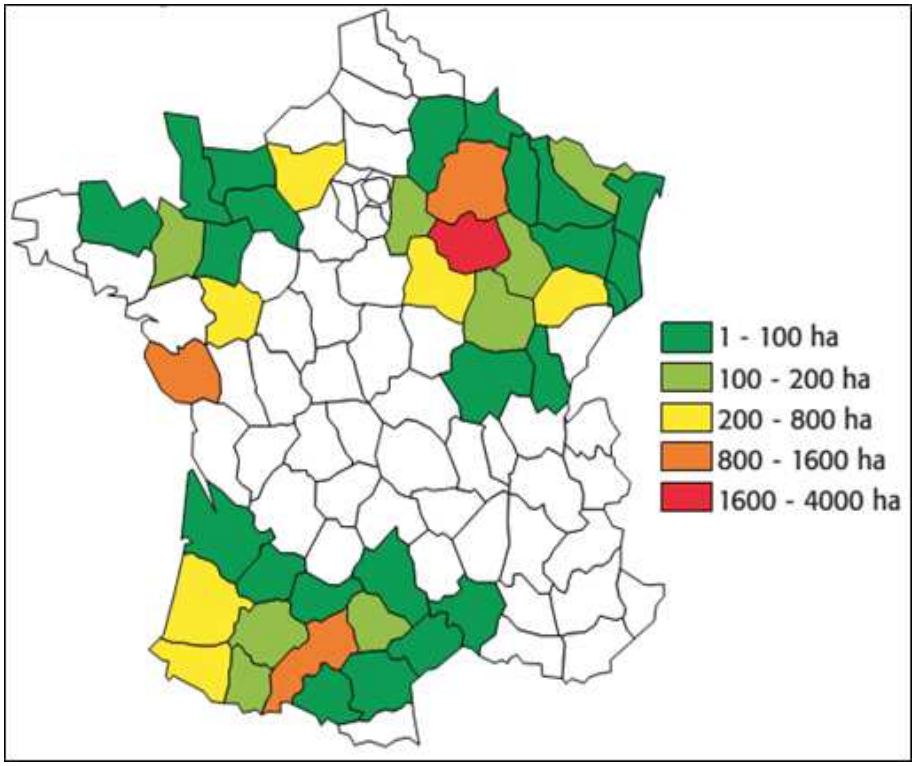


FIGURE 1-5 – Répartition des surfaces cultivées en chanvre en France en 2009 (source d'ADEME).

En France, se trouvent 6 principaux bassins de productions de chanvre autour d'industriels de première transformation :

- La chanvrière de l'Aube (LCDA, Bar sur Aube, 10) ;
- Eurochanvre (Gray, 70) ;
- Agrofibre (Cazère, 31) ;
- CAVAC Biomatériaux (Saint Gemme la Plaine, 85) ;
- Agrochanvre (Baranton, 50) ;
- Coopérative Centrale des Producteurs de Semences de Chanvre (CCPSC, Beaufort en Vallée, 49).

L'ensemble de cette filière se regroupe dans une interprofession nommée Interchanvre.

D'après [**SEDAN 2007**] il existe quatre sous-produits du chanvre sur le marché :

— La fibre : C'est la partie périphérique de la tige, elle représente 30 à 35% de la masse de la plante. Elle est utilisée pour fabriquer les papiers, les composites polymères, la laine de chanvre, le géotextile et le textile (les fils, les ficelles et les cordes) *etc.* ;

— La chènevotte : C'est la partie médullaire de la tige. Elle correspond au bois de la plante et représente 55% de la masse de la plante. Son pouvoir absorbant est très important. Elle est utilisée principalement dans la litière animale, les panneaux de particules, le paillage, et est valorisée dans le bâtiment (béton de chanvre, dalles, mur, enduit, toitures, isolation "matière vrac") *etc.* En Europe, environ 5% de la production de chènevotte est utilisée dans la construction [**KARUS and VOGT 2004**] ;

— La poudre organique : elle représente entre 10 à 15% de la masse de la plante. Issue du défibrage, elle est composée de fibrilles, de microparticules de chènevotte et de matières minérales. Son pouvoir absorbant est aussi important. Elle est utilisée pour fabriquer la litière animale après granulation, en matériel de chauffage après compression et pour l'amélioration des sols, *etc.* ;

— Le chènevis : C'est l'appellation de la graine oléagineuse. Le rendement obtenu est d'environ 1 t/ha. Son principal débouché concerne l'alimentation animale, l'alimentation humaine, l'huile cosmétique et les huiles pour usages industriels.

Les produits issus de chanvre peuvent être classés en deux grandes familles :

- Produits d'isolation rapportée thermique et/ou acoustique (laines et granulats) ;
- Produits de remplissage tels que les bétons, les mortiers, les enduits et les blocs à façonner (les granulats de chanvre sont mélangés à des liants).

La figure **1-6** présente les différents produits issus du chanvre et les procédures de la production agricole jusqu'à la mise en œuvre.

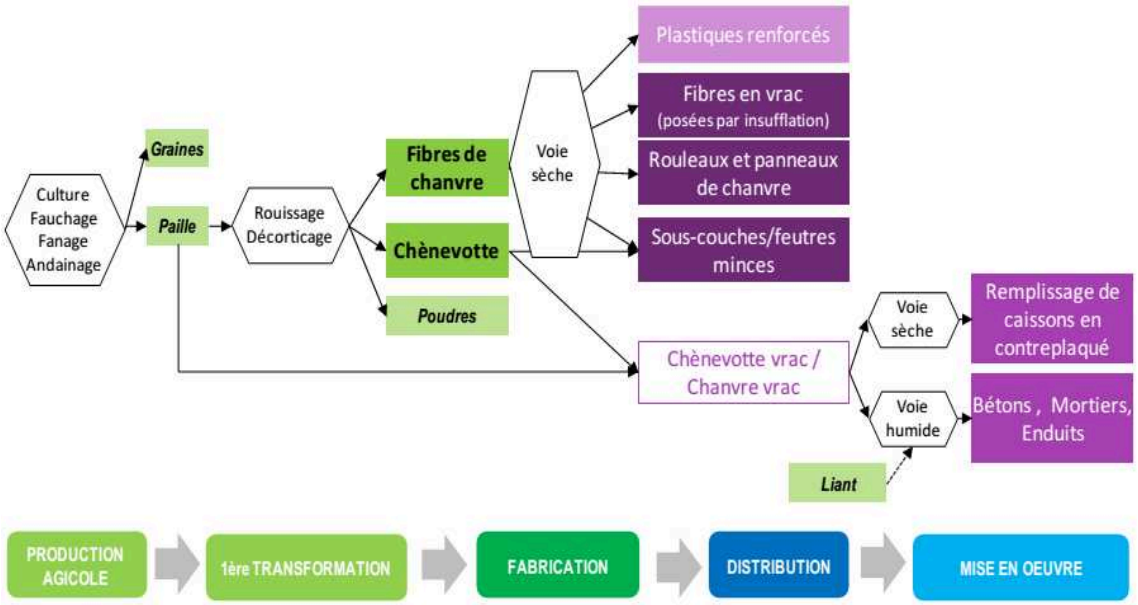


FIGURE 1-6 – Le chanvre dans la construction : de la production agricole à la mise en œuvre, [NOMADEIS 2012].

Depuis une trentaine d'année, le béton de chanvre a fait l'objet de plusieurs études dans le but de développer un éco-matériau avec une bonne résistance mécanique et un faible impact environnemental.

Ces matériaux sont utilisés dans les construction de maisons individuelles ainsi que dans les bâtiments publics. En France, la chènevotte est utilisée en tant que granulat pour la confection de bétons légers [**BOULOC 2006**]. Selon l'association [**Construire en chanvre**], plus de 3000 chantiers ont eu recours au béton du chanvre en 2007, ce qui met en évidence l'évolution de ce matériau. D'après [**BEVAN and WOOLLEY 2008**] un bâtiment de 5 étages à Clermont Ferrand a été construit en utilisant le béton du chanvre.
Selon l'étude de l'analyse du cycle de vie de [**BOUTIN *et al.* ; 2006**], la durée de vie théorique de ce type de matériaux a été fixée à 100 ans.

Le béton de chanvre est obtenu en associant la chènevotte avec une barbotine à base de chaux et d'eau. La chènevotte, coproduit de la production de chanvre, est considérée comme granulat dans le béton de chanvre.

La figure 1-7 montre les modes de mise en œuvre de béton de chanvre et les briques préfabriquées.

FIGURE 1-7 – Les principaux modes de mise en œuvre de béton du chanvre : (a) Le banchage. (b) Les briques préfabriquées. (c) La projection, [BEVAN and WOOLLEY 2008].

Les dosages en liant, chanvre et eau ont été définis par les règles professionnelles du béton de chanvre [Construire en Chanvre 2012] suivant le type d'application (sol, mur, enduit *etc.*) et la performance souhaitée.

Différents types d'applications peuvent se distinguer selon les dosages du béton :

— L'application sol pour fabriquer des dalles de plancher avec une résistance mécanique moyenne et une conductivité thermique modérée. La masse volumique visée pour cette application est d'environ 500 kg/m^3.

— L'application mur pour réaliser des cloisons avec de bonnes caractéristiques physico-mécaniques. Les masses volumiques sèches sont alors comprises entre 400 et 450 kg/m^3.

— L'application toiture est le moins dosé en liant par rapport aux autres applications. De bonnes caractéristiques thermiques sont alors recherchées. La masse volumique sèche recherchée pour ce type d'application est plus basse, environ 250 kg/m^3 [Construire en Chanvre 2012a].

— L'application enduit : le fait de l'appliquer sur une surface verticale provoque un fort dosage en liant pour apporter suffisamment d'accroche et de stabilité sur la

paroi porteuse. Ce type d'application a la plus importante masse volumique sèche avec des valeurs comprises entre 800 et 850 kg/m^3.

1.3.1.2 Béton de lin

Le lin est une plante herbacée annuelle de la famille des linacées (Fig .1-8) cultivée dans les régions tempérées. En France, deux types de l'espèce Linum usitatissimum sont cultivées : le lin fibre et le lin oléagineux.

Ces deux types de lin peuvent être différenciés par leur représentativité sur le territoire français et leurs débouchés. Historiquement, le lin fibre est sélectionné pour la qualité de sa fibre et est donc cultivé pour des usages textiles, tandis que le lin oléagineux est sélectionné pour sa production de graines riches en huile.

FIGURE 1-8 – La fleur de lin.

La France est classée premier producteur mondial avec environ 100 000 ha cultivés autant pour la quantité produite que pour la qualité des fibres de lin. En France, le lin est cultivé principalement le long de la côte allant de Caen à Dunkerque. On en trouve également en Belgique et aux Pays-Bas. 85% de la production mondiale de lin teillé viennent de France, Belgique et Pays-Bas [**CEESM 2015**].

La Haute-Normandie représente 55% des surfaces françaises cultivées en lin textile, dont 76% en Seine-Maritime. La Seine-Maritime est le premier département producteur

de lin en France avec un quart des surfaces semées de lin de l'Europe de l'ouest et un tiers des surfaces semées de lin françaises (Fig. 1-9).

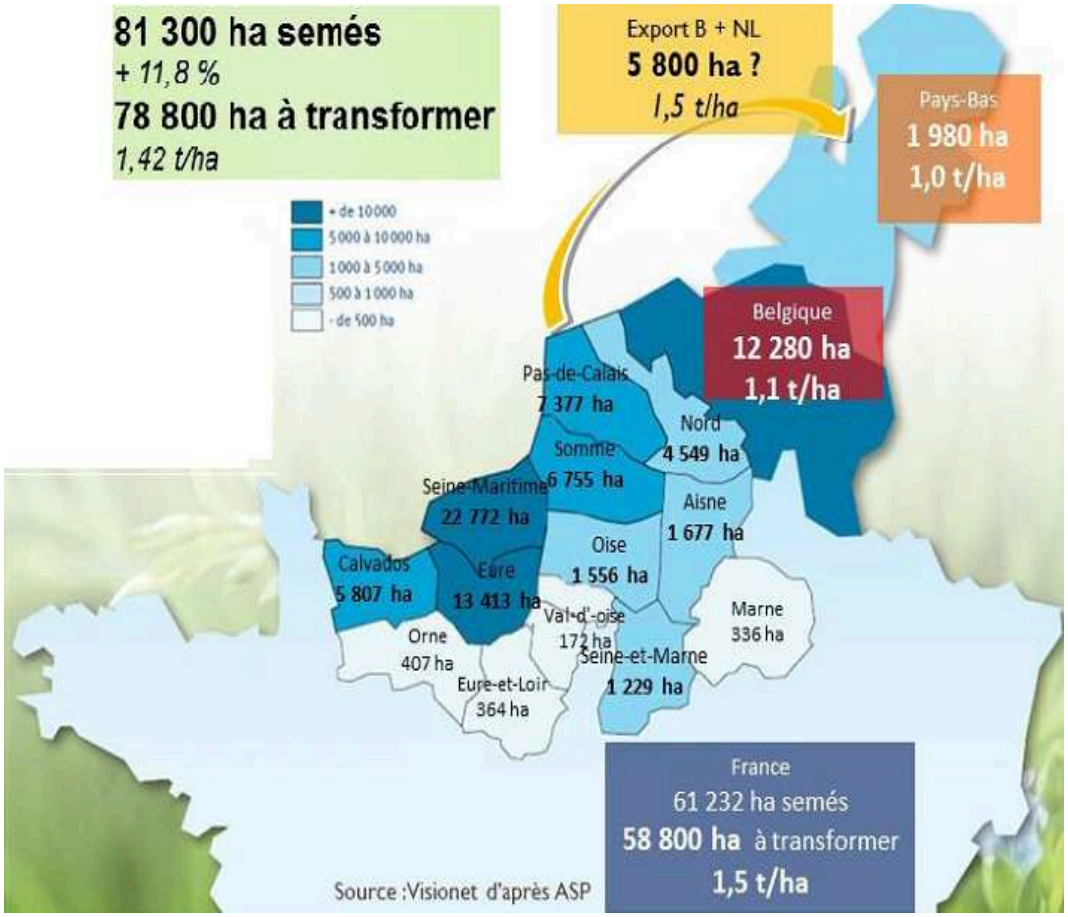


FIGURE 1-9 – Répartition des surfaces cultivées en lin en Europe de l'ouest en 2015. (source : ASP dans [CEESM 2015]).

L'utilisation de cette plante a été développée grâce à ses avantages tels que :

— Sa capacité à absorber le carbone :

La plante de lin absorbe le CO_2 émis dans l'atmosphère : un hectare cultivé en lin retient chaque année 3,7 t/ha de CO_2. En Europe, chaque année, 342 000 tonnes équivalent carbone sont évités grâce à cette plante.

— Pas de déchets :

La plante de lin est utilisée entièrement dans différents domaines : les fibres de lin dans les textiles, le papier, *etc.* ; les graines de lin dans les tourteaux, les vernis, le linoléum, *etc.* ; les anas, pour le jardinage, l'isolation, la litière, *etc.*

— Pas de pollutions : ni des sols ni des eaux

La plante de lin a un faible besoin en azote donc les ressources du sol suffisent à la nourrir.

Aujourd'hui, selon [CEESM 2015], l'utilisation du lin dans les différents domaines en France suit la répartition présentée dans la figure. 1-10.

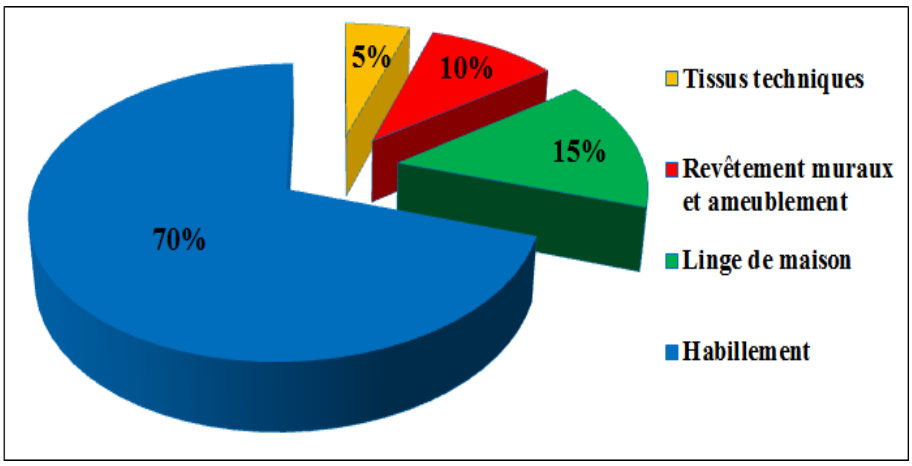
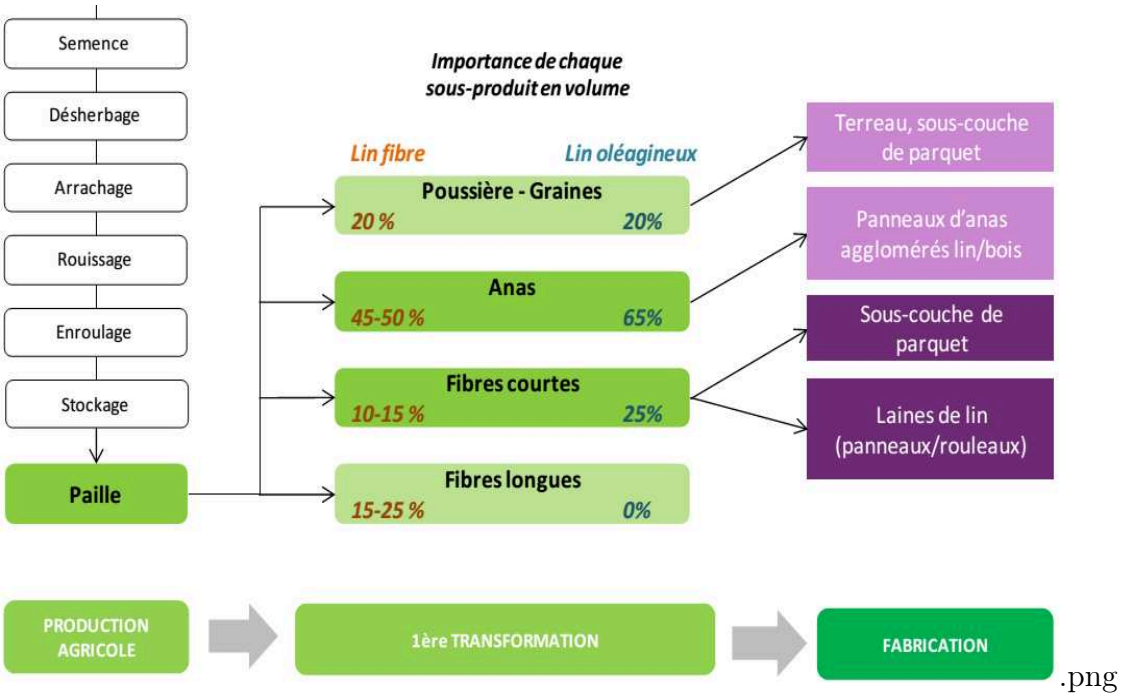


FIGURE 1-10 – Répartition de l'utilisation du lin dans le marché français, [CEESM 2015].

Dans le marché de la construction se trouvent deux sous-produits du lin : les fibres courtes et les anas. Les deux sous-produits sont générés par le lin fibre et le lin oléagineux mais dans des proportions différentes pour chacune de ces deux variétés (1-11).



.png

Figure 1-11 – Le lin dans la construction : de la production agricole à la fabrication des produits, [CEESM 2015].

Aujourd'hui, en France, trois produits biosourcés à base de lin sont fabriqués, commercialisés et mis en œuvre :

- Les laines de lin conditionnées sous forme de panneaux/rouleaux ;
- Les panneaux d'anas agglomérés "peuvent contenir majoritairement de la fibre de bois et également des matériaux comme la paille de colza" ;
- Les feutres d'isolation phonique "sous couches de parquet" ;
- Ainsi que les bétons et mortiers de lin, qui sont en cours de développement et ne sont pas encore commercialisés.

En France, le volume d'anas produits annuellement varient entre 170 000 à 250 000 tonnes par an. Cependant, le volume valorisé dans le secteur de la construction est estimé à 50%, soit environ 85 000 et 125 000 tonnes. Tandis que le volume de la fibre courte produite annuellement varie entre 38 000 et 55 000 tonnes par an et le volume valorisé dans le secteur de la construction est estimé à 1%, soit environ 500 tonnes.

Le lin est une plante écologique parce qu'elle n'a besoin pendant sa croissance ni d'irrigation ni d'énergie. L'utilisation de l'anas de lin comme matériau vert pour la construction

aide à augmenter sa production annuelle ces dernières années et à créer de nouvelles perspectives économiques. D'après [**DUPRE 2014**, **RAHIM *et al.* ; 2015**], la production annuelle d'anas de lin en France est comprise entre 230 000 et 260 000 tonnes.

Les anas de lin sont principalement utilisés dans la fabrication de panneau de particules ainsi qu'en tant que granulats dans le béton de lin (Fig. **1-12**). Le béton de lin est obtenu de manière similaire au béton de chanvre tout en remplaçant la partie granulat (chènevotte) par des anas de lin.

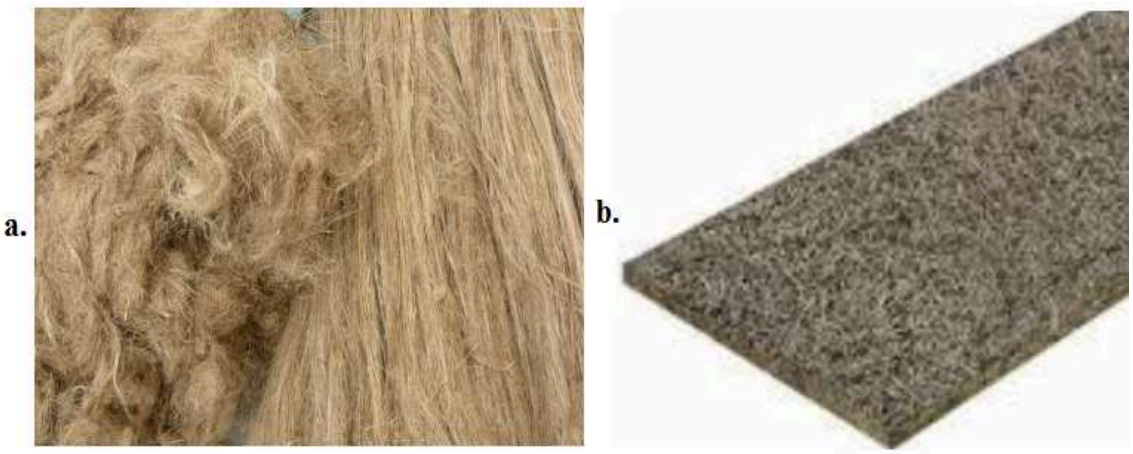


FIGURE 1-12 – Produits à base de lin : a. Fibres de lin. b. Béton de lin, [LE 2015].

1.3.1.3 Avantages et inconvénients des béton végétaux/Comportement physico-mécanique des bétons végétaux

Plusieurs études ont montré les avantages d'introduire le chanvre, le lin ou un de ces sous-produits dans une pâte cimentaire. Les vides et la porosité des particules de chanvre et de lin leur donnent une faible masse volumique apparente ce qui induit une légèreté des bétons de chanvre ou de lin, une faible conductivité thermique et une bonne absorption acoustique. Le tableau **1-1** présente les propriétés des bétons végétaux existant dans la littérature.

Constituants	ρ kg/m^3	R_c MPa	λ $W/(m \times K)$	α
Béton de chanvre	250 - 800	0,18 - 1,15	0,06 - 0,20	0,3 - 0,9
[**CEREZO 2005**, **COLLET *et al.* ; 2008**, **ARNAUD and GOURLAY 2012**]				
Béton de lin	600	0,28	0,17	....
[**RAHIM *et al.* ; 2013**]				

Tableau 1-1 – Exemples de propriétés des bétons végétaux existant dans la littérature.

Le béton de chanvre a une faible résistance mécanique en compression et un faible module d'élasticité. Par conséquent, il ne peut servir en tant que matériau porteur [**DE BRUIJNA *et al.* ; 2009**]. Aujourd'hui, le béton de chanvre est donc principalement utilisé comme matériau de remplissage, revêtement mural ou/et dalle préfabriquée, sous forme de blocs ou briques.

Les études faites sur les bétons de chanvre/chaux montrent que les propriétés mécaniques, thermiques et hydriques sont notamment influencées par le séchage et le type de traitement des fibres végétales. Des traitements chimiques sur la surface des fibres peuvent améliorer la stabilité des propriétés mécaniques et thermiques des particules de chènevotte à hauteur de 40%, ainsi qu'augmenter la résistance à la flexion. Cependant le module d'élasticité diminue légèrement [**SEDAN *et al* . ; 2008**, **TROEDEC *et al* . ; 2008**, **TERPAKOVA *et al* . ; 2012**].

Arnaud et Gourlay [**ARNAUD and GOURLAY 2012**] ont étudié l'influence de la masse volumique, de l'humidité relative et du temps de cure sur la résistance en compression de bétons de chanvre/chaux. La figure **1-13** présente les résultats obtenus qui montrent une variation de la résistance en compression par rapport à la masse volumique sèche de manière dispersée et non linéaire. Ces résultats mettent en évidence que la masse volumique n'est pas le seul facteur influençant la résistance du béton de chanvre. Les conditions de cure, l'âge du béton et les caractéristiques du chanvre utilisé peuvent jouer

un rôle très important. La variation de la masse volumique due à la mise en place de la matière dans le moule, la quantité de chaque composant ainsi que la qualité de chanvre utilisé.

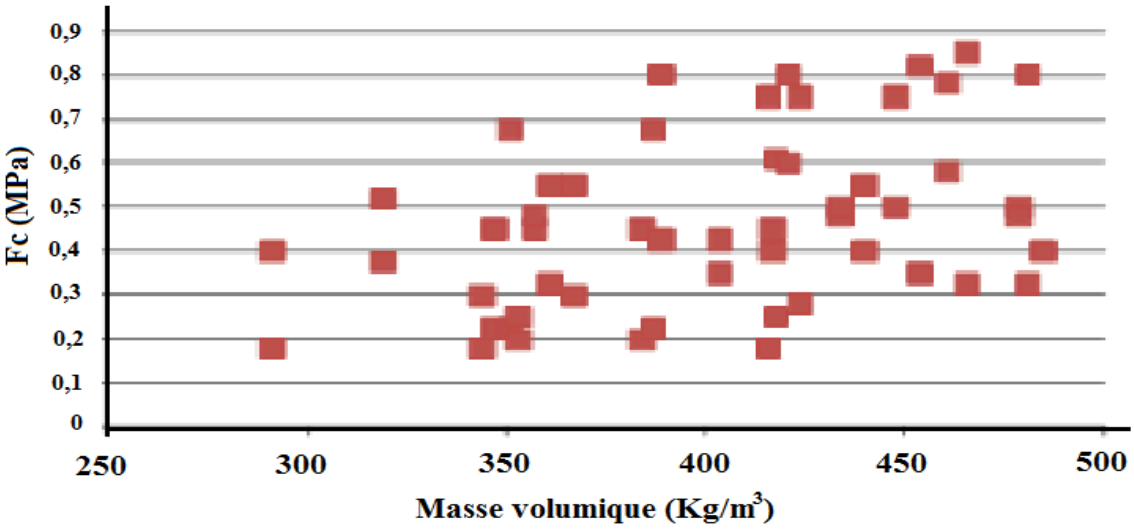


FIGURE 1-13 – La relation entre la masse volumique et la résistance en compression, [ARNAUD and GOURLAY 2012] dans la thèse de [LE 2015].

1.3.2 La terre : un écomatériau de construction

La terre crue est le matériau de construction le plus abondant sur la planète. Elle a été utilisée dans le secteur de la construction depuis des millénaires. Le patrimoine mondial de construction en terre est très riche. Avrami estime que plus de la moitié de la population mondiale vit dans des habitats construits entièrement ou partiellement en terre [**AVRAMI *et al.* ; 2008**]. La figure **1-14** montre la répartition géographique de la construction en terre dans le monde entier et la figure **1-15** présente la répartition géographique de la construction en terre en France selon la technique utilisée. Un grand nombre de constructions en terre peut être trouvé en France, en Allemagne, en Espagne, en Afrique du Nord et de l'Ouest, en Australie, en Amérique du Nord et du Sud et en Asie (Chine, Japon, ...) [**CRAterre**].

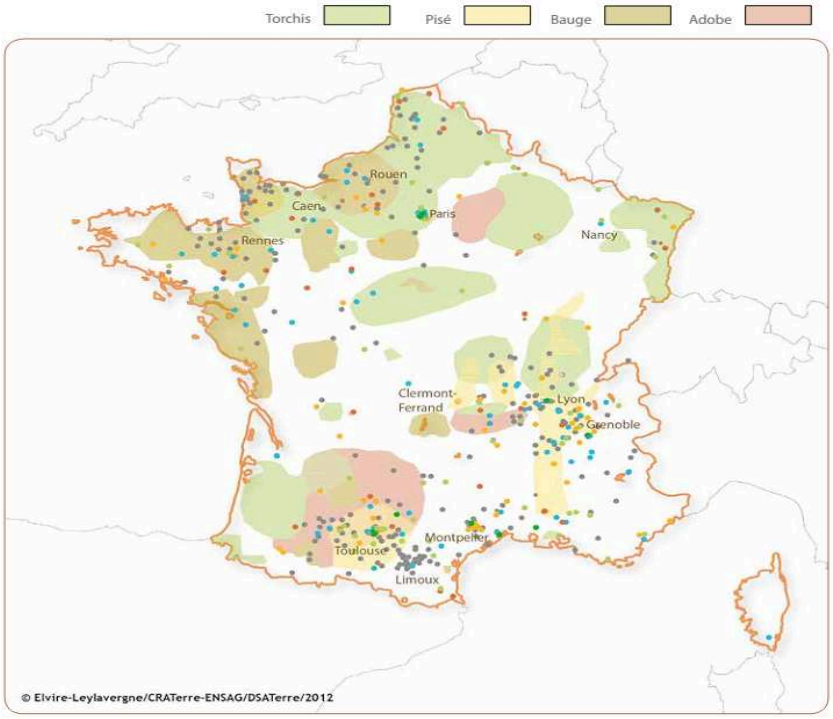


Figure 1-14 – Répartition des techniques de la construction en terre dans le monde [CRAterre].

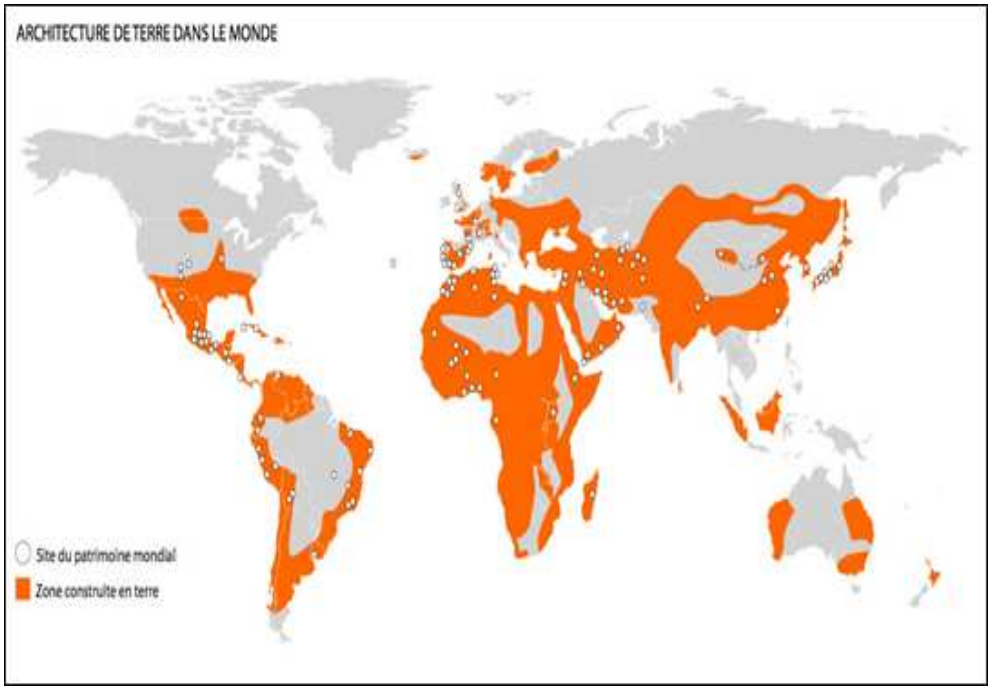


Figure 1-15 – Répartition des techniques de la construction en terre en France [CRAterre].

Selon [**ALLINSON and HALL 2010**] l'habitat construit en terre crue a besoin de peu d'énergie pour réguler sa température et peut donner une bonne qualité d'air intérieur pour les habitants sans impliquer de coûts supplémentaires d'énergie [**PACHECO-TORGAL and JALALI 2012**]. Dans ce contexte, l'utilisation de la terre pour développer de nouveaux matériaux de construction permet de trouver des solutions à la plupart des problèmes actuels dans le secteur du bâtiment. Malgré ces avantages, sa faible résistance mécanique est un vrai obstacle pour que la construction en terre puisse être placée, aujourd'hui, au même niveau que le béton à base de ciment. Une solution pour améliorer les performances mécaniques est de stabiliser la terre en ajoutant un liant hydraulique à base de ciment ou de chaux [**WALKER 2000**, **JAYASINGHE and KAMALADASA 2007**]. Le problème avec de telles solutions est que cela augmente l'énergie grise nécessaire pour la fabrication et diminue la possibilité de recyclage en fin de vie.

1.3.2.1 Composition de la terre

La terre crue est un matériau minéral composé de trois phases solide, liquide et gazeuse :

- La phase solide est constituée de cailloux ($> 20\ mm$), de graviers (de taille entre 5 et 20 mm), de sables (0,06 et 5 mm), de silts (2 $\mu\ m$ et 0,06 mm), d'argiles et d'oxydes métalliques (de taille inférieure à 5 $\mu\ m$).
- La phase liquide est composée d'eau et de corps organiques et minéraux dissous dans l'eau ;
- La phase gazeuse est composée d'azote, d'air, d'oxygène, de gaz carbonique et de gaz issus de la vie présente dans la terre (hydrogène, méthane, etc.).

En plus de ces trois phases, la terre est composée de matières organiques.

1.3.2.1.1 Les argiles

Le terme argile désigne, un ensemble d'espèces minérales, une famille de roches ou encore une classe granulométrique. Une grande variété de matériaux se trouve donc sous cette appellation générique, dont le point commun est de contenir des minéraux argileux à base de silicates. La présence d'argile confère à la structure de ces matériaux des propriétés bien spécifiques quant à leur interaction avec l'eau.

1.3.2.1.2 Structure de base des argiles

L'argile est composée d'un ensemble de tétraèdres de silice SiO_4. Ces tétraèdres partagent trois sommets entre eux suivant un plan dit hexagonal. Le sommet restant est partagé avec un octaèdre AlO_6. Différentes combinaisons de tétraèdres et d'octaèdres peuvent être distinguées selon le type d'argile [CAILLERE *et al.* ; 1982]. L'argile est composée d'un ensemble de feuillets et d'espaces inter-foliaires. La figure 1-16 présente ces structures.

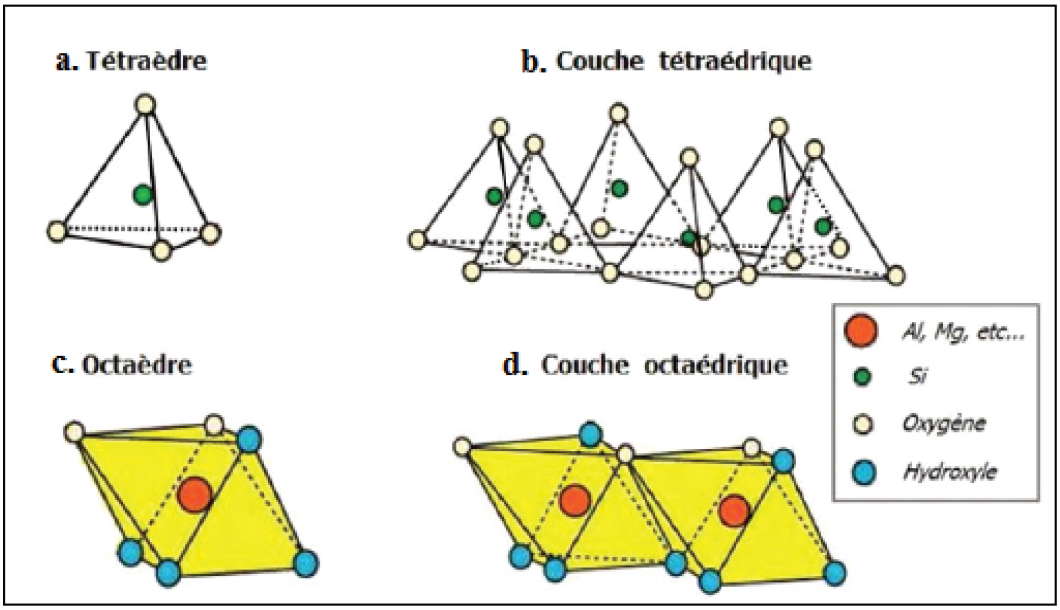


FIGURE 1-16 – Schéma de la structure de l'argile : a. Unité tétraédrique à cœur de silicium ; b. Schéma d'une couche de tétraèdre $(Si)_4O_{10}(OH)_2)_6$ - avec arrangement hexagonal, c. Unité octaédrique et d. Structure en couche à base d'octaèdre de Brucite $Mg(OH)_2$ ou de Gibbsite $Al(OH)_3$ [CAILLERE *et al.* ; 1982].

1.3.2.1.2.1 Kaolinite

La kaolinite est principalement formée par l'altération de feldspath et de muscovite suite à une exposition à des conditions acides. Sa composition chimique est $(AL_2Si_2O_5(OH)_4)$.

Elle est composée de deux couches, l'une est tétraèdrique (T) et l'autre est octaèdrique (O), et se trouve sous la forme de feuillets assemblés par des liaisons composées d'hydro-

gène. Une charge négative se présente sur la surface extérieure de ses feuillets. La distance inter-foliaire est de l'ordre de $7\dot{A}$.

1.3.2.1.2.2 Illite

L'illite ($KAl_2(OH)_2, (AlSi_3(O, OH)_{10})$) est une argile composée de trois couches dont deux couches tétraédriques (T) et une couche octaédrique (O). Elle est issue de la substitution d'une partie des ions de silice par des ions d'alumine ce qui cause une différence de charge ionique qui est compensée par un ion K^+. Cette substitution rend l'illite peu sensible à l'eau grâce à cette liaison forte qui empêche l'introduction de molécules d'eau entre les feuillets.

1.3.2.1.2.3 Smectites

Les smectites ($2Al_2O_3, 8SiO_2, 2H_2O, nH_2O$) sont issues, comme pour l'illite, de la substitution ionique des ions de silice par des ions de magnésium ou des ions de fer et cette substitution est compensée par des cations de sodium ou de calcium. Au contraire de l'illite, les smectites sont très sensibles à l'eau qui réagit avec les ions compensées et cause un gonflement du sol.

1.3.2.1.3 Forces de liaison

L'argile a toujours une charge électrique soit positive soit négative, elle ne se trouve jamais neutre. Les charges négatives sont les charges les plus présentes dans la nature et leurs origines sont liées :

- Aux substitutions des ions de silice dans l'illite et l'aluminium dans les smectites par des ions moins chargés comme l'alumine, le magnésium et l'aluminium. Cependant, un ion d'oxygène (O^-) non compensé apparaît sur la surface ;
- Aux valences non satisfaites en raison de la rupture d'un feuillet ou pour des feuillets de kaolinite, la dissociation d'un ion (H^+) issu d'un groupement d'(OH^-).

Tandis que les charges positives sont liées à la rupture d'un feuillet et la mise en évidence d'un atome d'aluminium ou de silice.

1.3.2.2 Les techniques de construction en terre

Depuis des millénaires, l'Homme a utilisé la terre pour construire son habitat en la travaillant selon différentes techniques de construction telles que le torchis, le pisé, les blocs de terre comprimée, l'adobe, les mélanges terre-paille, la bauge.

1.3.2.2.1 Torchis

Le torchis est utilisé dans les maisons à colombages où l'ossature bois est porteuse et où la terre constitue le garnissage. Il est réalisé en mélangeant une terre peu sableuse, de l'eau et des fibres végétales (type paille). Le mélange est ensuite empilé ou enroulé sur un lattis en bois. La figure **1-17** montre un musée construit en matériaux traditionnels avec des murs en torchis.

FIGURE 1-17 – Conches : musée des Arts et Traditions en cours de construction, les murs en torchis (Source : patrimoine-normand).

1.3.2.2.2 Pisé

Dans cette technique, la terre est mise en place couche par couche en utilisant des coffrages temporaires en bois ou acier. Chaque couche a une épaisseur de 12 à 20 cm, qui est compactée à l'aide d'un pisoir manuel ou pneumatique. La terre utilisée est une terre graveleuse, voire caillouteuse, à peine argileuse, suffisamment sèche pour permettre le compactage et juste assez humide pour lubrifier les grains. La Figure **1-18** présente un exemple d'une maison en galets et en pisé à Haute Rives (Rhône).

Grâce à sa faible énergie grise, la construction en pisé est devenue très compétitive par rapport aux matériaux conventionnels [**MOREL *et al* . ; 2001**].

FIGURE 1-18 – Immeuble en pisé à Lyon, le décollement de l'enduit révèle le pisé (Photo Sébastien Moriset, CRAterre).

1.3.2.2.3 Blocs de terre comprimée (BTC)

La fabrication des blocs de terre comprimée est liée à l'application d'une force de compression sur la terre crue en utilisant une presse mécanique. La terre est compressée entre deux plateaux qui se rapprochent lentement. Le but de cette fabrication est de réduire la porosité dans le bloc afin de le rendre peu perméable et d'augmenter sa résistance mécanique.

Il est possible d'ajouter des additifs dans le mélange tels que le ciment ou la chaux afin de stabiliser la terre. Une maison construite en brique de terre comprimée est présentée en figure **1-19**.

FIGURE 1-19 – Une maison construite en brique de terre comprimée (Source : EspacePme).

1.3.2.2.4 Adobes

Cette technique consiste à fabriquer des briques prismatiques à base d'une terre argileuse humide. A l'origine, ces briques sont fabriquées à la main puis, avec le développement des outils, avec des moules prismatiques souvent en bois ou métal variant en taille (Fig. 1-20). Les briques sont ensuite séchées au soleil.

FIGURE 1-20 – Fabrication des briques de terre (Source : Rootsimple).

1.3.2.2.5 Terre-paille

La terre utilisée dans cette technique doit avoir une bonne consistance et être cohésive. Elle est mélangée avec de l'eau pour obtenir une barbotine bien homogène. Puis cette

barbotine sera versée au-dessus de la paille et séchée pour obtenir un matériau dont sa texture est celle de la paille.

Flament [**FLAMENT 2013**] a étudié l'association terre/chènevotte afin de développer un produit de construction écologique et plus respectueux de l'environnement. Dans sa composition, la terre a été utilisée toute seule ou avec de la chaux en tant que liant et la chènevotte a été utilisée comme granulat. A la fin de ses travaux de recherche il a proposé un produit type carreau en terre/chènevotte ayant une masse volumique autour de 850 kg/m_3 comportant un rapport en masse liant/granulat égal à 5,5 (Fig. **1-21**).

FIGURE 1-21 – Carreaux de terre-paille à base de terre crue et de chènevotte [FLAMENT 2013].

1.3.2.2.6 Bauge

La bauge est une technique ancienne de façonnage qui nécessite une terre un peu plus argileuse que la terre à pisé et davantage humidifiée. Cette technique consiste à superposer des boules de terres et de fibres végétales les unes sur les autres et à les tasser légèrement à l'aide des mains ou des pieds jusqu'à confectionner des murs monolithiques. L'ajout de fibres végétales permet d'améliorer la résistance en traction et de réduire le retrait et les risques de fissuration de la terre argileuse.

Cette technique est répandue dans toute l'Europe ainsi qu'en Asie, Afrique et Amérique. En France, l'utilisation de cette technique a été majoritairement édifiée au cours

de la période du XVIIIe jusqu'au milieu du XXe siècle. La figure 1-22 montre que l'usage de la terre latéritique pour construire des murs en bauge est encore très répandu autour d'Abomey.

FIGURE 1-22 – Construire des murs en bauge à Abomey, (Photo Thierry Joffroy, CRAterre).

1.3.2.3 Exemples de dispositifs réglementaires

La terre utilisée dans la construction peut être stabilisée ou non selon l'objectif visé. Par exemple pour augmenter sa résistance et limiter sa sensibilité à l'eau, la terre doit être stabilisée soit par le ciment ou par la chaux.

L'une des bases de l'utilisation de ce matériau est la création d'un bâtiment respectueux de l'environnement. La construction en terre s'appuie sur des ressources locales qui amènent un développement social par l'emploi local.

La terre s'utilise comme matériau de construction, car elle est disponible largement sur notre planète, réutilisable en fin de vie de l'ouvrage si elle n'a pas été stabilisée et présente un comportement hygro-thermique intéressant.

Cependant, le manque de normes est un frein à la construction en terre. Certains pays ont mis au point des normes mais qui sont souvent fondées sur le formalisme des matériaux classiques conventionnels comme le béton. L'aspect normatif est un point important

à améliorer pour que la construction en terre puisse regagner largement le marché de la construction.

L'Australie, la Nouvelle-Zélande et le nouveau Mexique ont des règlements spécifiques sur la construction en terre [**EL NABOUCH *et al.* ; 2015**]. Walker a publié le guide de construction en terre en Australie (Australian Earth Building Handbook) [**WALKER 2002**]. Ce guide énonce les principes de bonnes pratiques et des lignes directrices de conception recommandées, y compris les valeurs structurelles ou la conception des murs en terre.

La Nouvelle-Zélande a l'un des règlements juridiques les plus avancés sur la construction en terre. Son règlement est structuré en trois parties distinctes :

- La première partie nommée "Conception technique et habitat en terre" qui établit des critères de performance pour la résistance mécanique, le retrait, la durabilité et l'isolation thermique et la résistance au feu [**NZS 4297 1998**] ;
- La deuxième partie nommée "Matériaux et l'exécution pour les bâtiments en terre" qui définit les exigences pour les matériaux et leur mise en place [**NZS 4298 1998**] ;
- La troisième partie nommée "L'habitat en terre ne nécessitant pas une conception spécifique" ; cette partie est appliquée pour les superficies de moins de 600 m^2 (ou 300 m^2 par étage) [**NZS 4299 1998**].

Le code NZS 4297 a prévu une épaisseur minimale de paroi de 25 cm tandis que le code du Nouveau-Mexique a défini deux épaisseurs différentes : 45 cm pour les murs extérieurs et 30 cm pour une paroi intérieure [**TIBBETS 2001**].

Les valeurs de conception, recommandées pour la construction en terre pisé et proposées par les codes des trois pays, sont résumées dans le Tableau **1-2**.

Référence du code	Résistance en compression	Résistance à la flexion	Module d'Young
Nouvelle-Zélande	0,5	0,035	150
Nouveau Mexique	2,07	-	-
Australie	0,4 - 0,6	0	500

Tableau 1-2 – Valeurs recommandées (en MPa) pour la construction en pisé [EL NABOUCH *et al.* ; 2015].

Au niveau européen, l'Allemagne était proactif dans la mise en place des codes et des règles constructives. Plusieurs codes et directives techniques ont été développés pour la préfabrication de produits à base de terre et les techniques de construction en terre tels que :

— Din 18945 :2013-08, blocs de terre ;
— Din 18946 :2013-08, mortier de terre pour les maçonneries ;
— Din 18947 :2013-08, mortier de terre pour les enduits.

1.3.2.4 Avantages et inconvénients de la construction en terre crue

L'utilisation d'un matériau durable réduit l'énergie grise provenant de l'extraction, le transport ou la fabrication d'un produit.
En effet, les matériaux locaux sont généralement biosourcés et peuvent donc être utilisés sans effet négatif sur l'environnement. Ces matières sont extraites directement sur le site de la construction (ou près du site), comme le sol, les pierres, puis ils sont transformés en matériaux de construction avec une très faible consommation d'énergie de fabrication.

Les intérêts environnementaux de l'utilisation de la terre crue dans la construction peuvent se constater durant le cycle de vie d'un bâtiment à partir de la fabrication et la construction puis à travers l'exploitation (l'entretien et la rénovation) et enfin la démolition.

La conception d'un bâtiment "vert" induit des critères plus larges que la conception

d'un bâtiment classique tels que l'utilité, la durabilité, le confort et la socio-économie.

La terre est une ressource locale et peut être complètement recyclable donc elle n'induit pas de déchets de démolition. De plus, l'utilisation de la terre comme produit de construction permet, grâce à ses propriétés hygrothermiques, de réguler l'humidité dans le bâtiment et d'amener de l'inertie thermique permettant le stockage de chaleur.

Les avantages de l'utilisation de la terre dans la construction peuvent être résumés comme suit :

- Privilégier les ressources locales ;
- Limiter la consommation d'énergie et l'émission de GES ;
- Avoir un faible impact environnemental de la production à la fin de vie ;
- Faciliter le recyclage en fin de vie et diminuer les déchets ;
- Apporter des bienfaits pour le développement socio-économique.
- *etc.*

Néanmoins, l'utilisation de la terre crue induit plusieurs problèmes tels que la faible résistance mécanique, un long temps de séchage de par la quantité d'eau à introduire pour manipuler la terre ainsi qu'un grand retrait volumique en fin de séchage donc l'apparition potentielle de fissures ou de déformations.

1.3.3 Synthèse

Orienter la recherche vers des ressources renouvelables et biosourcées a pour but de réduire les impacts environnementaux des matériaux de construction, ce qui favorise le développement des éco-matériaux de construction. Ainsi le génie civil est, aujourd'hui, en lien avec le domaine de la chimie verte, qui développe des adjuvants biosourcés. Les adjuvants biosourcés issus de la chimie verte sont d'origine végétale tels que la famille de polysaccharides. Récemment, l'amidon qui vient de la famille des polysaccharides a fait l'objet de plusieurs études notamment sur le comportement rhéologique de matériaux de construction à l'état frais.

1.4 L'amidon : un adjuvant potentiel issu de la chimie verte pour le domaine de la construction

Différents types de polysaccharides sont utilisés dans l'industrie alimentaire et non-alimentaire. Dans l'agroalimentaire, l'amidon est utilisé à des fins nutritionnelles mais aussi pour améliorer ou modifier les propriétés rhéologiques des produits finis. Dans le domaine non-alimentaire, on le retrouve par exemple dans la composition des fluides de forage afin de contrôler les caractéristiques de filtration. Dans le domaine de la construction, son utilisation en tant qu'agent stabilisant pour modifier les propriétés rhéologiques des matériaux comme le béton ou les mortiers représente un grand potentiel dans les mélanges de liants minéraux [**SCHMIDT *et al.* ; 2013**].

Deux types de polysaccharides peuvent être distingués en fonction de leurs propriétés :

— Stabilisantes et épaississantes comme : l'amidon, les hémicelluloses, la cellulose et le xanthane ;

— Gélifiantes telles que : les carraghénanes, les pectines et les alginates.

L'amidon peut se distinguer nettement des autres polysaccharides de par son effet sur la rhéologie, qui est lié directement à la forte influence de l'amylopectine sur la dispersion et la stabilisation des particules [**SCHMIDT *et al.* ; 2013**].

1.4.1 Qu'est-ce que l'amidon ?

L'amidon est un polysaccharide d'origine végétale qui présente la principale réserve glucidique des plantes supérieures. Il représente une fraction pondérale importante dans un grand nombre de matières premières agricoles telles que les tubercules (60 à 90%), les céréales (30 à 70%) et les légumineuses (25 à 50%).

De par son origine botanique, l'amidon est un composé nutritionnel abondant, renouvelable, peu coûteux, qui trouve dans les aliments de multiples fonctions comme épaississant, gélifiant, liant sous sa forme d'empois d'amidon granulaire et comme matières sucrantes, liantes, support lorsqu'il est employé sous forme hydrolysé. Il se trouve dans les graines de

céréales (le blé, le maïs, le maïs cireux, le riz, *etc.*) et de légumineuses (le pois, *etc.*) ainsi que dans les tubercules (la pomme de terre, le manioc), les racines (de radis, de dahlia, d'astragale, *etc.*), les bulbes (d'ail, d'oignon, *etc.*) et les fruits (la banane). En général, le terme amidon est gardé pour les céréales (maïs, blé, *etc.*) et le terme fécule est plutôt réservé pour les amidons des tubercules et rhizomes (pomme de terre, *etc.*) ou de racine.

A l'échelle internationale, on constate que la moitié de la production mondiale en amidon provient des Etats Unis, pays où le principal produit de base est le maïs (Tab. **1-3**). La Communauté européenne fabrique moins de la moitié de son amidon à partir du maïs, mais est quant à elle le premier producteur mondial d'amidon de blé et de fécule de pomme de terre. La demande mondiale d'amidon est passée de 15 à 15,3% entre 1995 et 2000, et le taux de croissance annuel a été légèrement supérieur à 4 %.

La France est le troisième producteur mondial d'amidon et le premier producteur européen (environ un tiers de la production européenne) suivie par l'Allemagne et les Pays-Bas. En moyenne en France, plus de 3 millions de tonnes de blé tendre et plus de 2 millions de tonnes de maïs sont utilisées par l'amidonnerie française chaque année. 3,35 millions de tonnes d'amidon de céréales et de fécule de pomme de terre ont été produites en France en 2012 et 2013.

Etats Unis (source CRA)	24
Chine (source LMC)	24
Union Européenne (à 27) (source AAF)	10
dont France (source USIPA)	3
Asie (dont Japon, Thaïlande, Indonésie, Corée etcifnextchar...) (source LMC)	8
Autres (dont Amérique latine, Afrique, Océanie, Russie etcifnextchar...) (source LMC)	8
Total	**74**

Corn Refiners Association (CRA) - Association des Amidonniers et Féculiers (AAF)

Union des Syndicats des Industries des Produits Amylacés et de leurs dérivés (USIPA) - LMC INTERNATIONAL

Tableau 1-3 – Les principaux pays producteurs en 2012 (volumes exprimés en millions de tonnes d'équivalent-amidon).

La figure 1-23 montre que la production française d'amidon est en croissance régulière mais fortement impactée par le contexte économique.

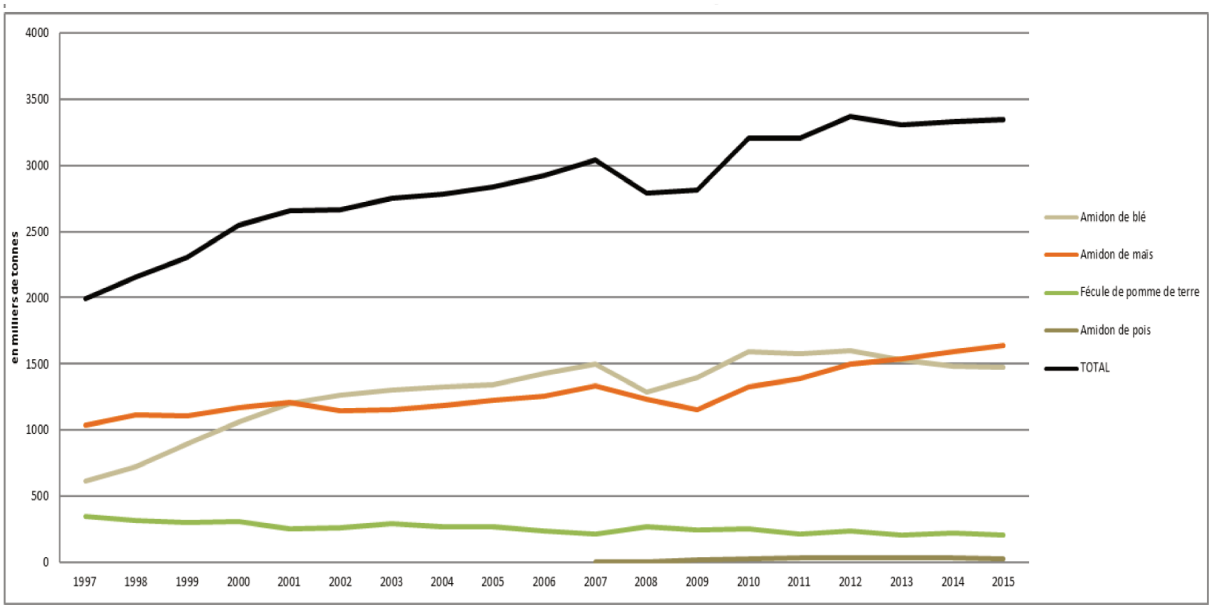


FIGURE 1-23 – Évolution de la production française d'amidon (Source : USIPA).

La figure 1-24 présente les principales matières premières végétales pour la production française d'amidon.

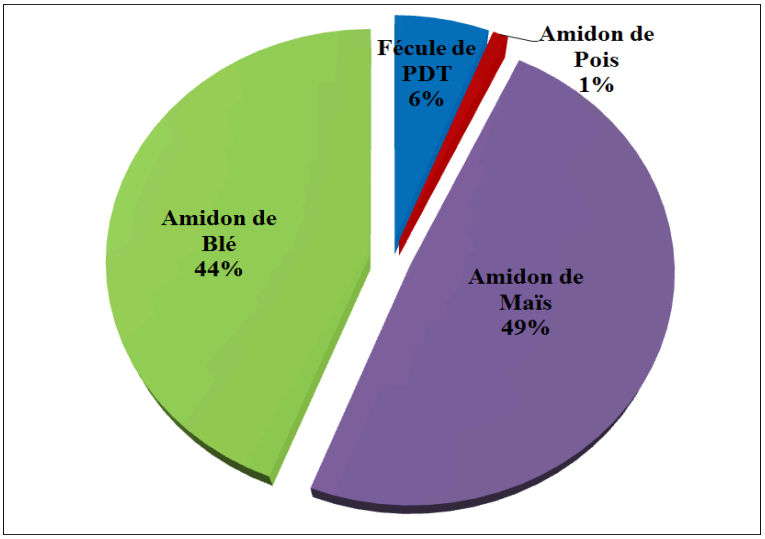


FIGURE 1-24 – Production française d'amidons et de fécule (2015) (Source : USIPA).

1.4.2 Composition, morphologie et structure moléculaire

L'amidon est un homopolymère de D-glucose et se trouve sous la forme d'une poudre blanche très fine constituée de grains micrométriques de 1 à 100 μm. Sa taille et sa forme varient selon son origine botanique (Fig. **1-25**).

L'amidon natif $(C_6H_{10}O_5)_n$, est un produit brut, extrait sans modification de la molécule. Il a des propriétés alimentaires et technologiques.

L'amidon est composé principalement de deux polymères de structures primaires différentes : l'amylose et l'amylopectine. L'amylose est une molécule linéaire alors que l'amylopectine est ramifiée. De plus, des composants mineurs sont présents tels que des minéraux, des lipides et des protéines dont les teneurs varient avec l'origine botanique et la technologie d'extraction (Tab. **1-4**).

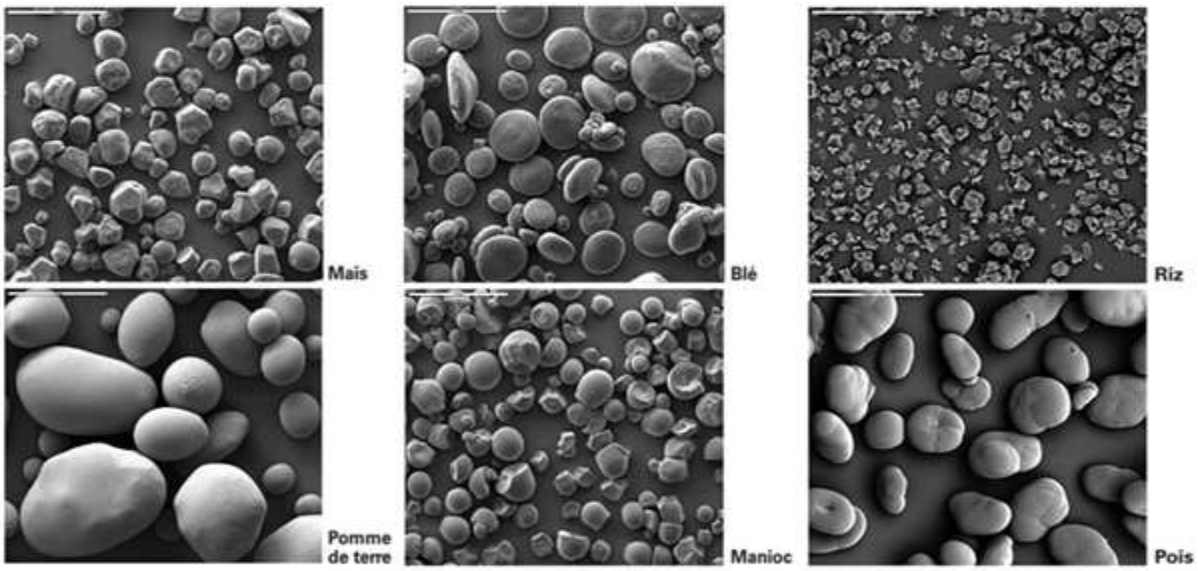


FIGURE 1-25 – Principales matières premières de l'industrie amidonnière (MEB grossissement × 280) [BOURSIER 2005].

Origine botanique	Forme	Diamètre (μm)	Humidité à 20 °C, 66% HR	Amylose (%)	Amylopectine (%)	Type
Céréales						
Blé	lenticulaire, rond	2 à 38	13	24 à 26	76 à 74	A
Maïs	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	24 à 28	76 à 72	A
Maïs cireux	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	<1	> 99	A
Amylomaïs	sphérique déformé	4 à 22	13	70	30	B
Riz	polyédrique	3 à 8	13	17	73	A
Légumineuses						
Pois	réniforme	5 à 10	13	35	65	A
Tubercules						
Pomme de terre	ellipsoïdale	15 à 100	18	23	77	B
Manioc	rond, tronqué	5 à 35	13	17	83	A

Tableau 1-4 – Caractéristiques principales des amidons et fécules, [BULEON *et al.* ; 1998].

1.4.2.1 Composition de l'amidon

1.4.2.1.1 Amylose

L'amylose est un polymère de structure linéaire constituée par un enchaînement de résidus de D-glucose liés par les liaisons de type $\alpha(1,4)$ (Fig. 1-26). L'amylose, dans un

amidon, se compose de chaînes présentant des degrés de polymérisation compris entre 500 et 6000 unités de glucose. La masse moléculaire de l'amylose est comprise entre 10^5 et 10^6 g/mol. Les molécules d'amylose peuvent être faiblement ramifiées et ces ramifications sont d'autant plus nombreuses que la masse molaire est grande.

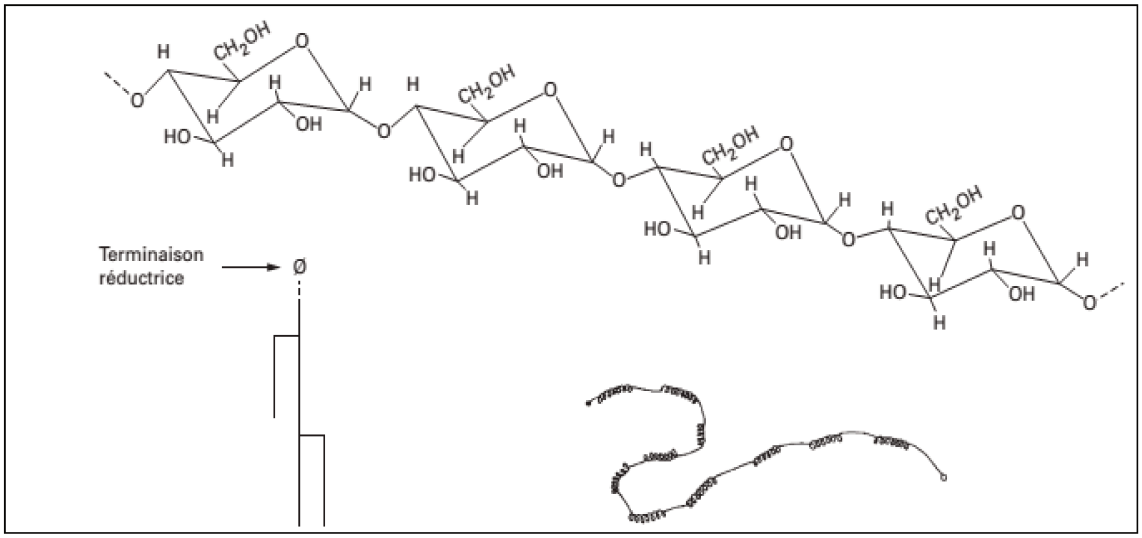


FIGURE 1-26 – Structure de l'amylose [BULEON 2001].

L'amylose représente généralement 15 à 30% de la masse en amidon selon son origine botanique, sauf, pour l'amylomaïs (maïs riche en amylose) qui peut atteindre jusqu'à 70 % et l'amidon de maïs cireux pour lequel la teneur en amylose est inférieure à 1%.

Les molécules d'amylose ont une capacité à lier 20 % de leurs masses en iode (figure 1-27) ce qui permet sa caractérisation analytique (dosage) et facilite l'identification au microscope des amidons comportant de l'amylose, le complexe amylose iode présentant une coloration bleu caractéristique (absorption maximale à 640 nm).

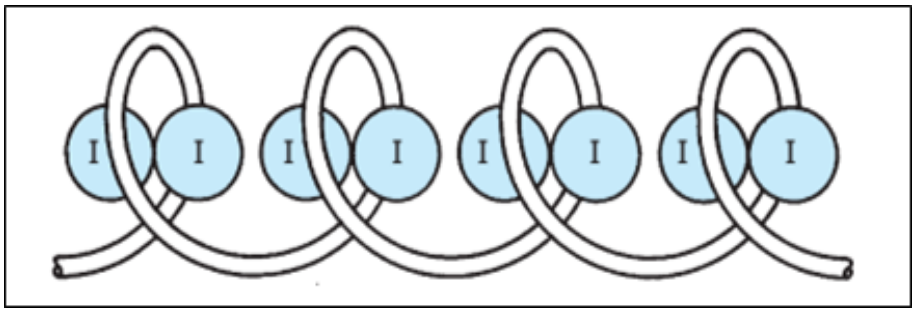


FIGURE 1-27 – Structure en hélice formée par le complexe amylose iode, [BULEON 2001].

1.4.2.1.2 Amylopectine

L'amylopectine est une molécule comportant une structure ramifiée plus abondante que l'amylose. En général, elle représente de 70 à 100% de la masse en amidon. Contrairement à la longue chaîne linéaire d'amylose, l'amylopectine est composée de multiples courtes chaînes d'unités glucose, reliées entre elles par des liaisons $\alpha(1,4)$ et $\alpha(1,6)$ pour former une molécule arborescente (Fig. 1-28). Les liaisons $\alpha(1,6)$ sont l'origine de ces ramifications.

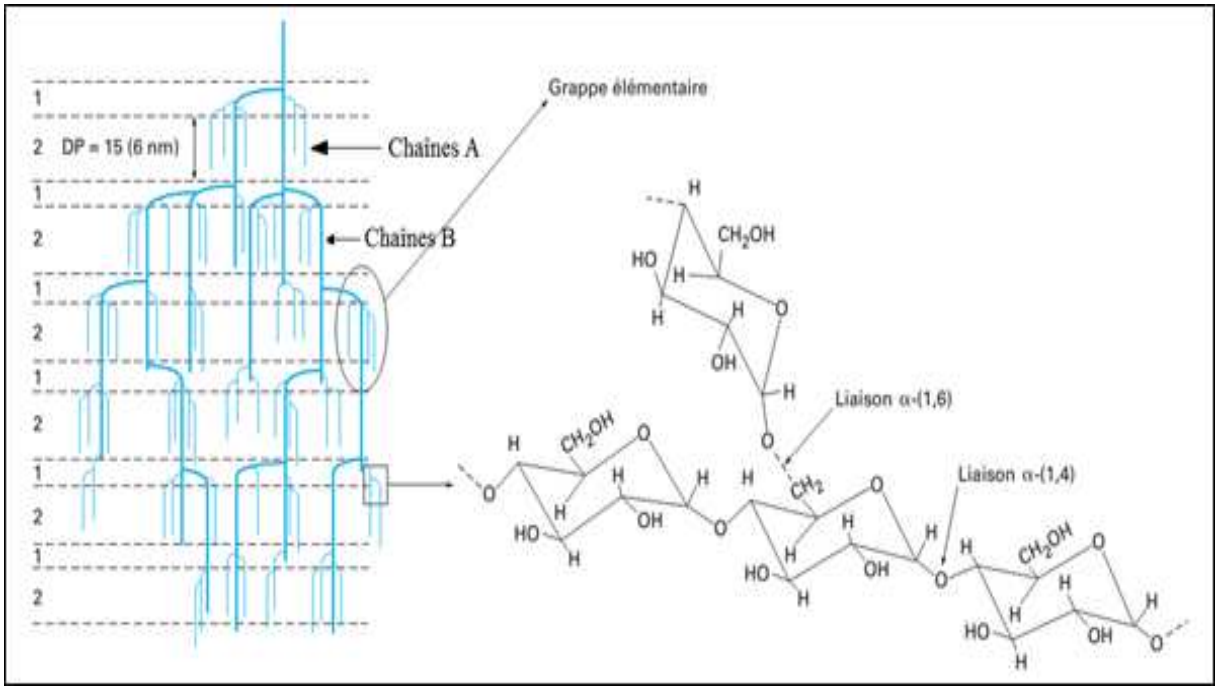


FIGURE 1-28 – Structure chimique de l'amylopectine (droite). Classification des chaînes et organisation en grappes de l'amylopectine (1) régions amorphes (2) régions cristallines (gauche), d'après [ROBIN *et al.* ; 1974, BULEON 2001, BOURSIER 2005, PEREIRA *et al.* ; 2012].

Les masses moléculaires de l'amylopectine se situent entre 10^7 et 10^8 g/mol.

L'amylopectine est composée de trois types de chaînes :

— Chaînes courtes (A) : avec un degré de polymérisation moyen (DP compris entre 12 et 20) ;

— Chaînes longues (B) : avec un degré de polymérisation moyen compris entre 30 et 45. La chaîne B porte des grappes composées de 2 chaînes A en moyenne et est considérée comme l'ossature de la molécule d'amylopectine [ROBIN *et al.* ; 1974] ;

— Chaînes (C) : avec un degré de polymérisation supérieur à 60.

Les différences structurales des amidons, liées à l'origine botanique, portent sur le rapport chaînes B / chaînes A qui est d'environ 5 pour les amylopectines de tubercules et compris entre 8 et 10 pour les amylopectines de légumineuses et de céréales, ainsi que sur

la longueur moyenne des chaînes plus courtes dans les amylopectines de céréales.

L'amylopectine possède une faible capacité à lier l'iode (moins de 1% en masse) ; le complexe formé de couleur brune est identifié à une longueur d'ondes de 540 nm.
Les degrés de polymérisation pour certains amidons sont repris dans le tableau 1-5.

Céréales ou tubercules	Amylose	Amylopectine
Riz	1 100	13 000
Maïs	990	7 200
Pomme de terre	4 920	9 800
Blé	1 180	–
Amylomaïs	690	–

Tableau 1-5 – Degré moyen de polymérisation (DP) des fractions amylose, amylopectine de différents amidons, d'après [HIZUKURI 1993].

Les molécules d'amylopectine organisées en lamelles cristallines donnent aux grains d'amidon leur cristallinité (Fig. 1-29).

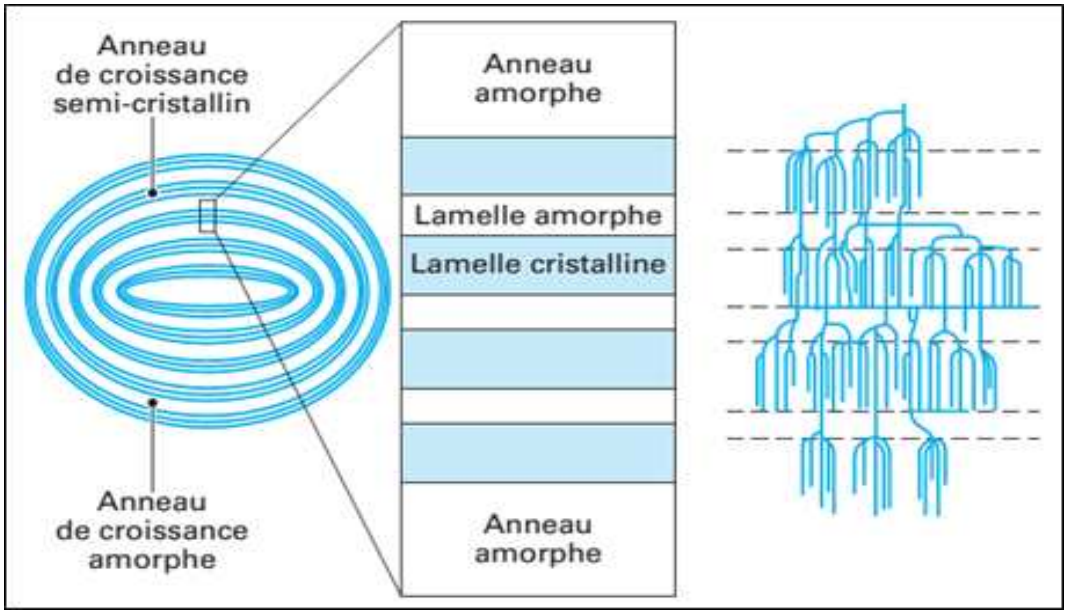


Figure 1-29 – Représentation schématique de la structure d'un granule d'amidon, [JENKINS and DONALD 1996].

1.4.2.1.3 Chaînes intermédiaires

Dans certains types d'amidon, surtout riches en amylose, se retrouvent des chaînes de structure intermédiaire entre les molécules d'amylose et les molécules d'amylopectine. Elles correspondent à des formes imparfaites d'amylopectine. Dans l'amidon de blé, par exemple, ces molécules représentent environ 5 à 7%.

1.4.2.1.4 Composants mineurs

A côté de l'amylose et l'amylopectine qui représentent la plupart de la masse d'amidon, il y a des composants mineurs comme les protéines, les lipides et les minéraux se trouvant tant à l'intérieur des granules qu'à la surface.

Leurs concentrations, dans un amidon donné, varient en fonction de l'origine botanique et de la méthode d'extraction. Le tableau **1-6** donne les compositions moyennes non glucidiques des principaux amidons.

Amidon	Lipides (%)			Protéines	Éléments minéraux	Phosphore
	totaux	dont acides gras libres	dont lysophospholipides	(%)	(%)	(%)
Céréales						
Maïs standard	0,61 à 0,65	0,30 à 0,53	0,16 à 0,35	0,35	0,10	0,02
Maïs cireux	0,23	0,03 à 0,04	0,12 à 0,75	0,25	0,10	0,01
Amylomaïs	1,11	0,38 à 0,67	0,26 à 0,61	0,5	0,20	0,03
Blé	1,12	0,03 à 0,05	0,86 à 1,36	0,25	0,30	0,06
Riz	1,04	0,22 à 0,50	0,41 à 0,86	0,44	0,30	0,03
Légumineuses						
Pois	0,19	-	-	0,18	0,5	0,04
Tubercules						
Pommes de terre	0,09	-	-	0,25	0,30 jusque 0,1	
Manioc	0,1	-	-	0,10	0,2	0,01

Tableau 1-6 – Composition des amidons, d'après, [DUPRAT *et al.* ; 1980, BULEON *et al.* ; 1998].

1.4.2.2 Structure semi-cristalline des grains d'amidon

Les grains d'amidon présentent la forme, en lumière polarisée, d'une croix noire nommée "croix de Malte".

[**GALLANT *et al.* ; 1997**] décrivent un niveau d'organisation primaire, basé sur des unités cristallines dénommées "blocklets" (ou microcristallites) et présentes de façon plus dense dans les couches cristallines (Fig. **1-30**). Des travaux, menées par Buléon et al. [**BULEON *et al.* ; 1998**] montrent ensuite la présence de pores sur la surface des grains, le diamètre de ces pores variant entre 0,05 et 0,1 micromètre.

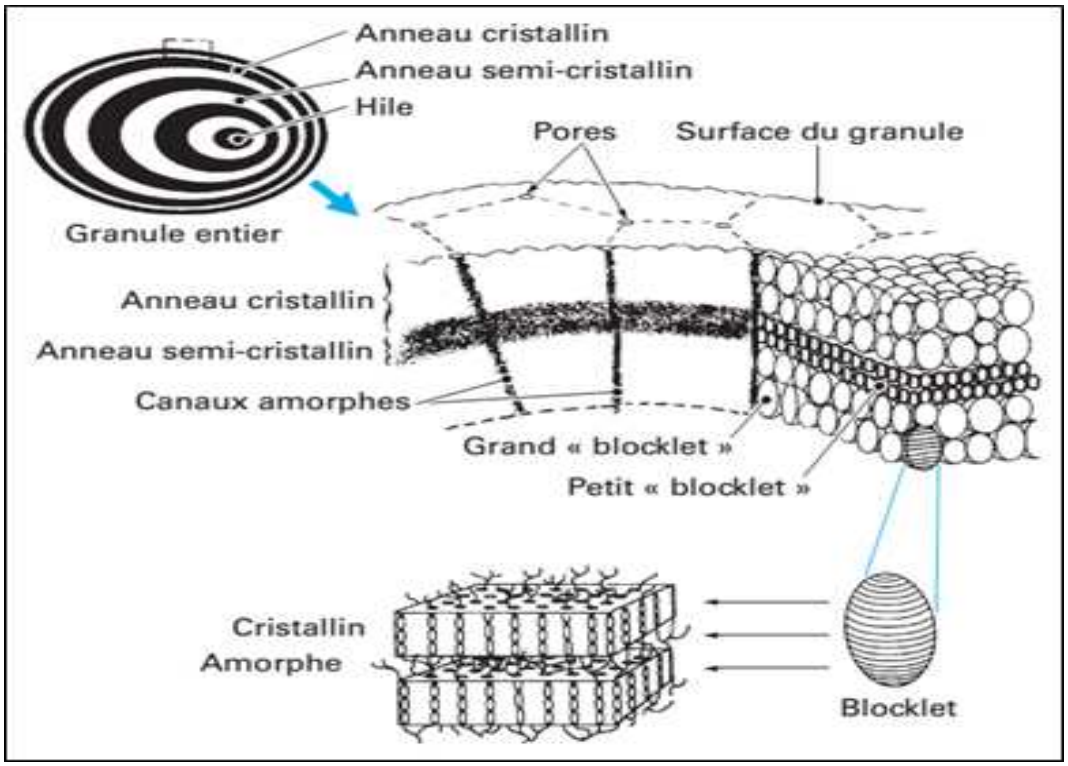


FIGURE 1-30 – Schéma de la structure du granule d'amidon, d'après [GALLANT *et al.* ; 1997].

Le niveau de cristallinité des grains d'amidon à l'état natif varie entre 15 et 45% et est considéré comme une cristallinité faible.

Deux types de diagrammes de diffraction peuvent apparaître selon l'origine botanique de l'amidon et le traitement technologique :

— Type A : pour les amidons de céréales ayant une teneur en amylose inférieure à 40% ;

— Type B : pour les fécules de pomme de terre et les amidons riches en amylose,

supérieur à 40%, ainsi que pour les amidons rétrogradés.

Les deux types de diagrammes A et B ont été observés dans les grains d'amidon de légumineuses, et un type C avait donc été proposé pour décrire la superposition des deux diagrammes.

Des traitements thermiques sous des conditions d'hydratation peuvent convertir le type B en type A.

La structure moléculaire des deux types A et B est composée de doubles hélices gauches à 6 unités de glucose par tour. Des cristaux A ou B peuvent naître à partir de deux chaînes d'amylose ou de deux chaînes courtes d'amylopectine. L'empilement des doubles hélices dans la maille cristalline en une structure peu hydratée (4 molécules d'eau) constitue le type A, et dans le cas d'une structure hydratée (36 molécules d'eau), constitue le type B. Les doubles hélices sont orientées parallèlement.

1.4.2.3 Comportement des granules à des températures inférieures à la température de gélatinisation

Les teneurs en eau des amidons de céréales, de pois ou des fécules de tapioca commercialisés varient de 12 à 13%, tandis que les teneurs en eau des fécules de pomme de terre varient de 18 à 19% [**PARKER and RING 1996**, **COLONNA 1998**, **ATKIN *et al.* ; 1999**].

Atkin [**ATKIN *et al.* ; 1999**] a étudié la localisation de l'amylose dans les grains d'amidon et a proposé le modèle présenté dans la figure **1-31** où le gonflement de la fraction amorphe est simulé pour des amidons à teneur croissante en amylose.

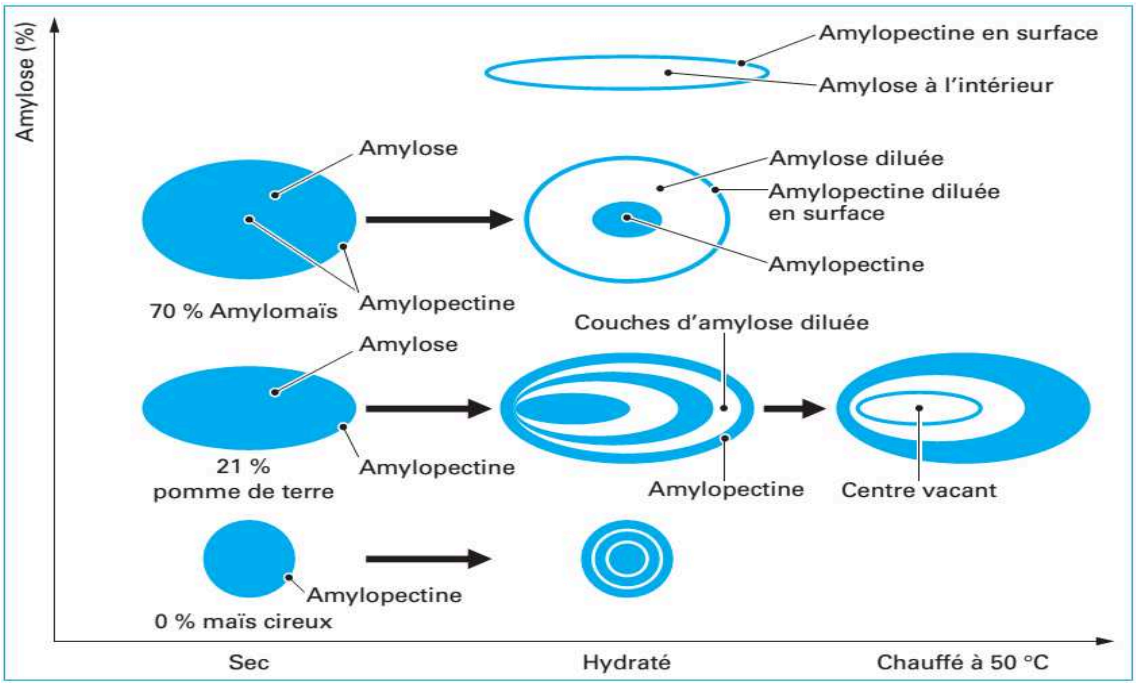


FIGURE 1-31 – Modèle de localisation des fractions amylose, amylopectine dans des granules plus ou moins hydratés, d'après [ATKIN *et al.* ; 1999].

1.4.3 Modifications de l'amidon

Plusieurs types de modification peuvent être appliqués sur l'amidon afin d'obtenir divers produits amidonniers selon l'utilisation prévue. La figure **1-32** schématise les différents types de modifications et les produits issus de ces modifications.

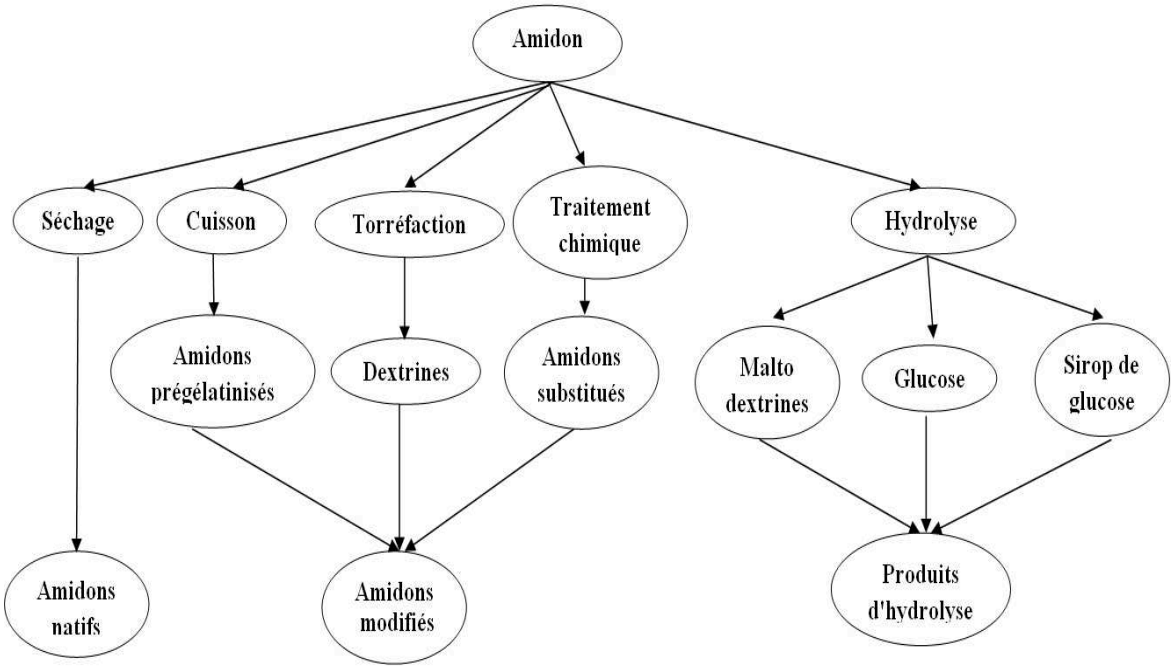


FIGURE 1-32 – Schéma des différents types de modification pouvant être appliqués sur l'amidon [BERTOLINI 2010].

L'amidon natif produit par séchage de l'amidon brut est généralement non soluble dans l'eau, tandis que l'amidon prégélatinisé est un amidon modifié physiquement par un processus de cuisson dans l'eau à haute température selon la température de gélatinisation nécessaire pour le rendre soluble.

1.4.4 Transformation hydrothermique des amidons

1.4.4.1 En milieu fortement hydraté

1.4.4.1.1 Comportement de l'amidon lors de la gélatinisation

Pour rendre l'amidon soluble, il faut le chauffer dans une suspension aqueuse à une température supérieure à 60°C avec une agitation suffisante pour éviter la décantation ce qui provoque un gonflement des grains d'amidon. Ce processus est irréversible [BOURSIER 2005].

Les grains d'amidon perdent leur structure semi-cristalline, quand ils atteignent la température de gélatinisation, et gonflent très rapidement sur une plage de température

de 10 à 15°C.

Pendant le gonflement des granules d'amidon, l'amylose amorphe se solubilise dans le milieu. L'empois d'amidon obtenu est composé de grains gonflés qui constituent la phase dispersée et, dans certains cas, de macromolécules solubilisées (principalement amylose) qui épaississent la phase continue. Ces deux phases et le volume de gonflement des granules jouent un rôle important dans les propriétés rhéologiques de l'empois.

En poursuivant le chauffage d'empois, les granules résiduels éclatent et se dispersent. Néanmoins, la solubilisation totale n'arrive qu'au-delà de 100°C (figure. **1-33**). La fusion des complexes amylose-lipides, pour les amidons de céréales, se produit à ces hautes températures.

FIGURE 1-33 – Granules crus en lumière polarisée, gonflés et éclatés de fécule de pomme de terre (grossissement × 120) [BOURSIER 2005].

La viscosité maximale peut être atteinte quand l'empois d'amidon possède un grand nombre de granules très gonflés. La solubilisation totale des macromolécules et la disparition des granules peuvent être justifiées par la perte de viscosité. Après cuisson, l'empois d'amidon deviendra au refroidissement plus visqueux et opaque ; si la proportion d'amylose est suffisante, il gélifiera, la fermeté du gel et la quantité d'eau relarguée "synérèse" augmenteront au cours du temps (Fig. **1-34**)

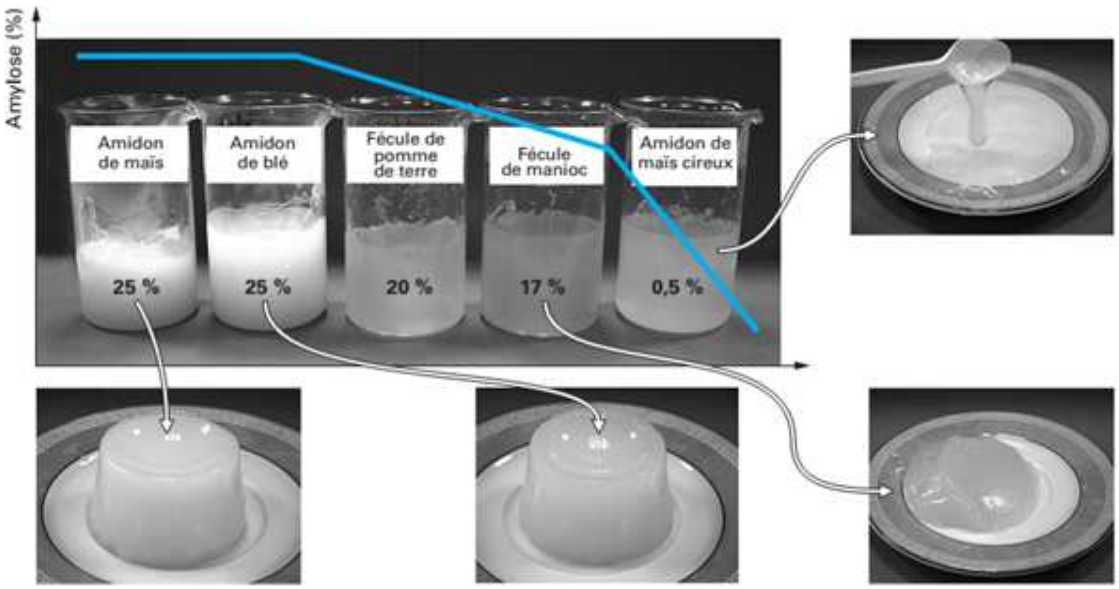


FIGURE 1-34 – Empois d'amidons et de fécules à 5,7% de matières sèches après cuisson et après refroidissement, [BOURSIER 2005].

1.4.4.1.2 Rétrogradation

La rétrogradation est un phénomène qui est liée au refroidissement de l'empois d'amidon. Cette descente de température cause une insolubilisation des macromolécules et une séparation de phases liée à l'incompatibilité des deux polymères amylose et amylopectine, puis leur recristallisation.

Dans les phases riches en amylose, les doubles hélices se développent rapidement (chaînes de DP environ 60) puis se réunissent pour former des cristaux de type B (figure. **1-35**) qui se combinent entre eux par les parties lisses des chaînes pour former un réseau tridimensionnel (figure **1-36**) résistant à la température (température de fusion supérieure à 120°C), aux hydrolyses chimiques ou enzymatiques. Ces phénomènes se produisent dans les heures qui suivent la préparation de l'empois.

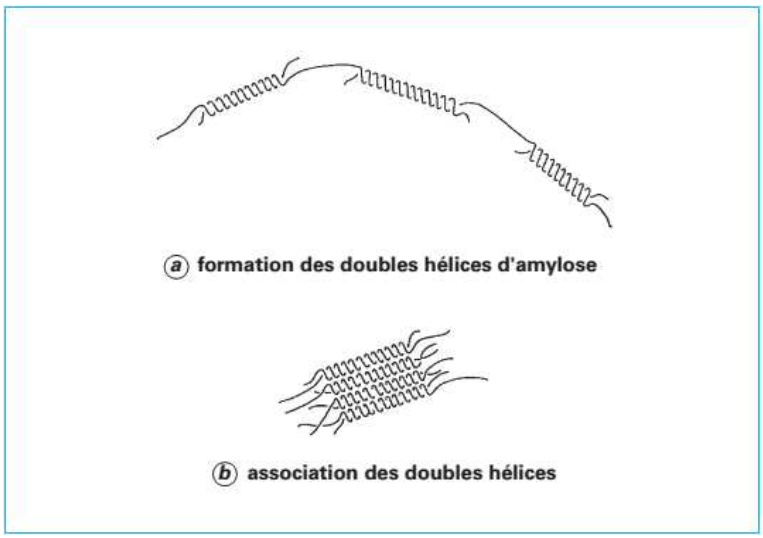


FIGURE 1-35 – Formation des doubles hélices et des "cristaux" d'amylose, d'après [MORRIS 1990].

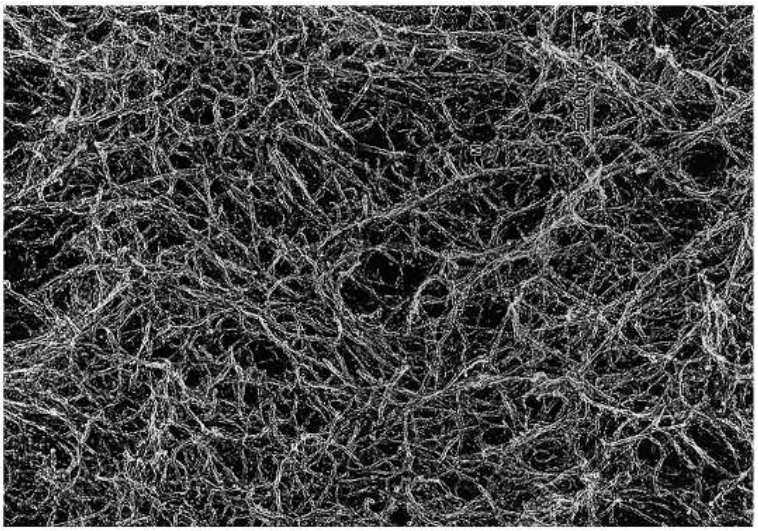


FIGURE 1-36 – Structure du gel d'amylose, d'après [LELOUP 1989].

Les complexes amyloses-lipides non décomposés pendant le chauffage cristallisent durant le refroidissement à des températures de l'ordre de 95 à 90°C pour former des cristaux de type V. Des nouveaux complexes amyloses-lipides se forment entre 80 et 60°C.

Dans les phases riches en amylopectine, la cristallisation de type B est causée par le développement de la recristallisation des chaînes terminales (chaînes de DP environ 15)

au niveau des clusters. Les zones de ramification vont contre la formation de zones de jonction étendues. Cette organisation est lente par rapport à l'amylose et peut prendre plusieurs jours. Ce phénomène peut être accéléré par la diminution de la température. La température de fusion de l'amylopectine rétrogradée est autour de 45℃.

De la synérèse est souvent apparue avec les gels obtenus. Des cristallisations de type B et V peuvent être observées lors de l'analyse de diffraction des rayons X.

Boursier a comparé l'amylose et l'amylopectine d'un empois d'amidon de maïs durant les transformations hydrothermiques. La figure **1-37** illustre la gélification rapide de la phase continue riche en amylose pour former la fermeté du gel et la recristallisation lente de l'amylopectine à l'intérieur des grains accompagnée de l'augmentation progressive de la fermeté et synérèse.

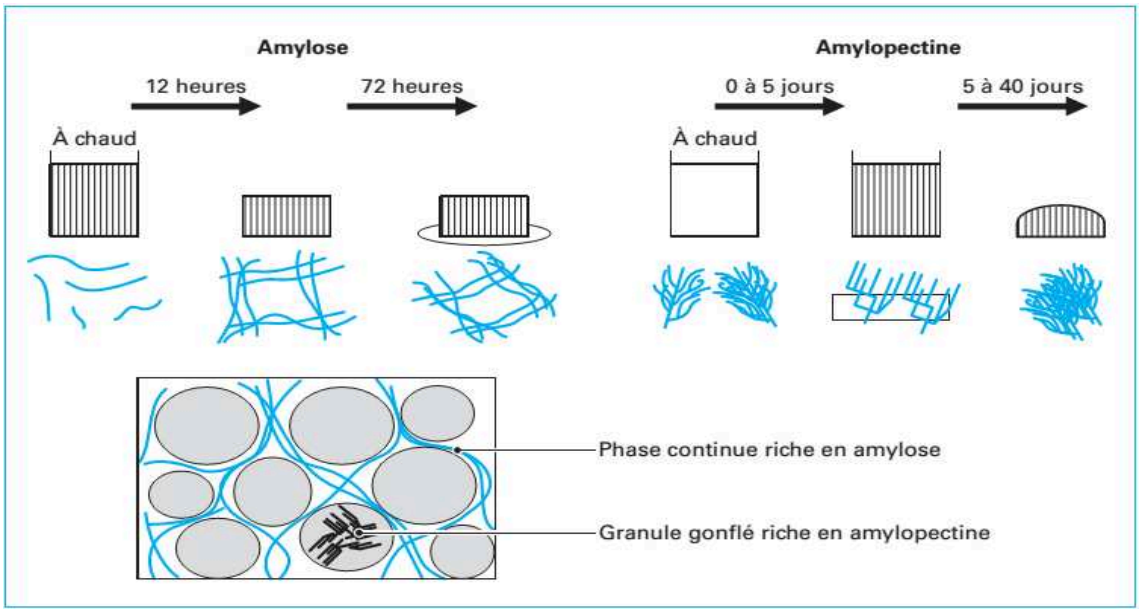


FIGURE 1-37 – Transformations hydrothermique des amidons. Comparaison entre amylose et amylopectine, d'après [BOURSIER 2005].

1.4.4.1.3 Comportement à la cuisson et rétrogradation des différents amidons

Différents comportements peuvent être observés lors de la cuisson et de la rétrogradation des amidons. Cette variation est liée directement à la différence de composition, de

taille et de structure.

Les courbes de viscosité Brabender présentent une comparaison entre les viscosités de différents amidons lors de la cuisson et du refroidissement. Les comportement des empois d'amidons sont présentés dans la figure **1-38**.

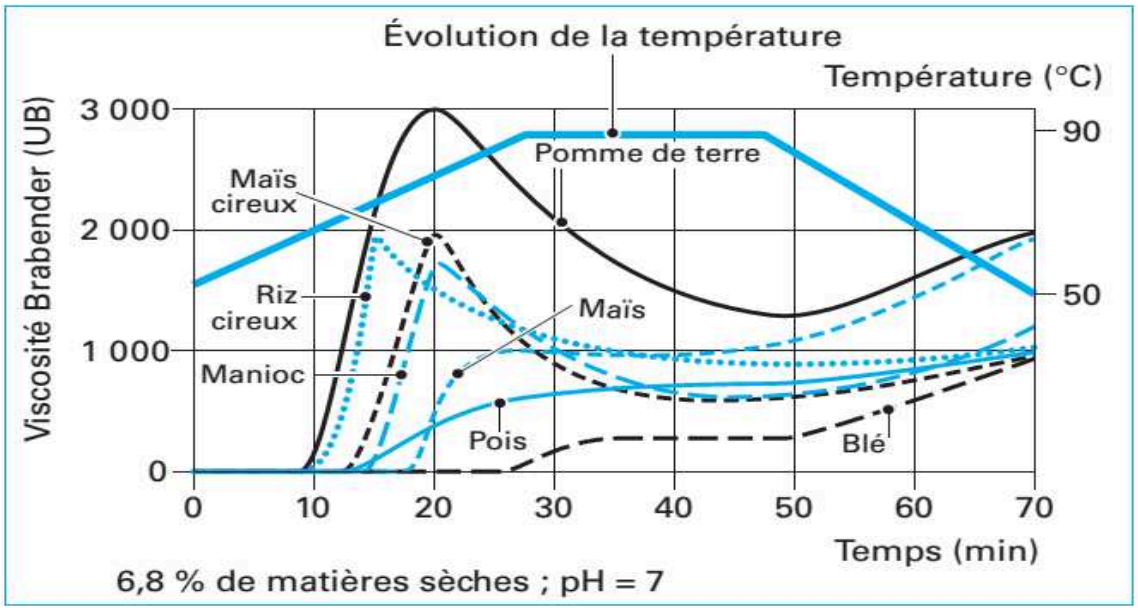


FIGURE 1-38 – Courbes de viscosité Brabender des amidons natifs, [BOURSIER 2005].

Selon Boursier [**BOURSIER 2005**], les propriétés des empois sont liées aux concentrations en amylose/amylopectine. Deux groupes d'amidons ont été distingués selon leurs teneurs en amylose supérieures ou inférieures à 20% :

- Premier groupe : amidons composés de plus de 20% d'amylose, qui suivent le comportement de l'amylose, tel que les amidons de blé, de maïs, de légumineuses et d'amylomaïs ;
  - à chaud : empois opaque de texture courte ;
  - à froid : gel ferme après 4 à 12 h, opaque, brillant à coupe franche ; apparition rapide de la synérèse.
- Deuxième groupe : amidons composés de moins de 20% d'amylose, qui suivent le comportement de l'amylopectine, tel que la fécule de manioc, les amidons cireux

de riz ou de maïs.

— à chaud : empois translucide présentant une texture longue "élastique",

— à froid : pas de gel immédiatement, apparition très lente d'un gel ferme (10 à 30 jours) puis synérèse.

La fécule de pomme de terre présente un comportement amylopectine à chaud et un comportement d'amylose à froid.

La figure **1-39** montre les étapes de cuisson de l'amidon. L'objectif de la cuisson est d'exploser les particules d'amidon afin d'avoir un amidon pregélatinisé soluble dans l'eau.

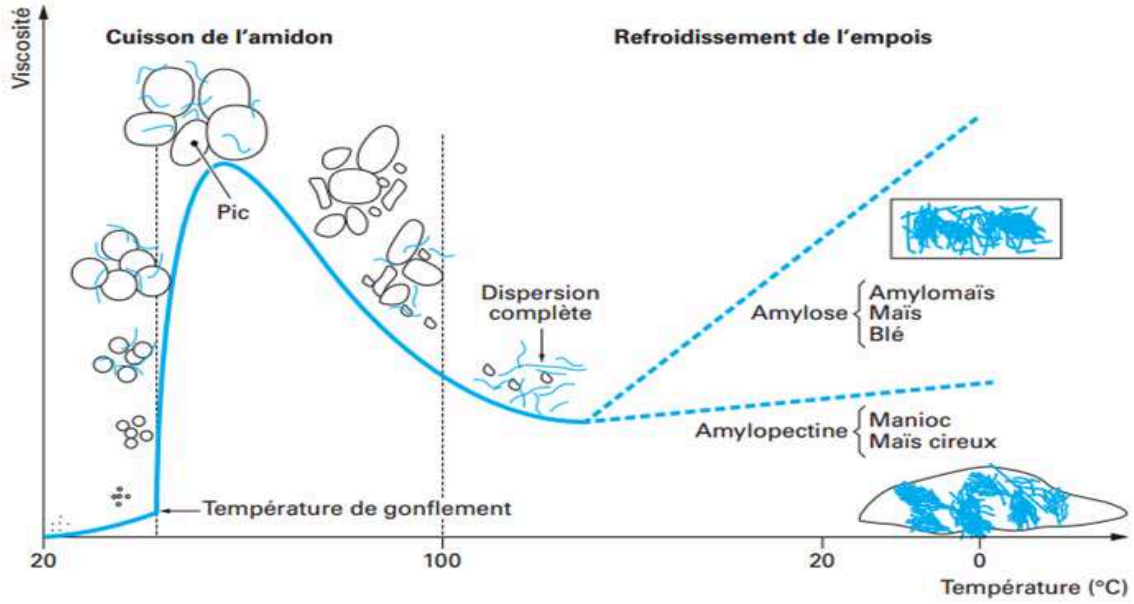


FIGURE 1-39 – Comportement général des amidons à la cuisson et au refroidissement, [BOURSIER 2005].

1.4.4.2 Cuisson en milieu peu hydraté (teneur en eau inférieure à 40%)

L'amidon fonctionne comme un polymère thermoplastique en milieu peu hydraté. L'eau joue le rôle de plastifiant pour l'amidon et cause un abaissement considérable des températures de transition vitreuse.

D'après [**SAVARY *et al.*; 1993**] les changement d'états apparaissent à une teneur en eau faible et à des températures élevées (Fig. **1-40**).

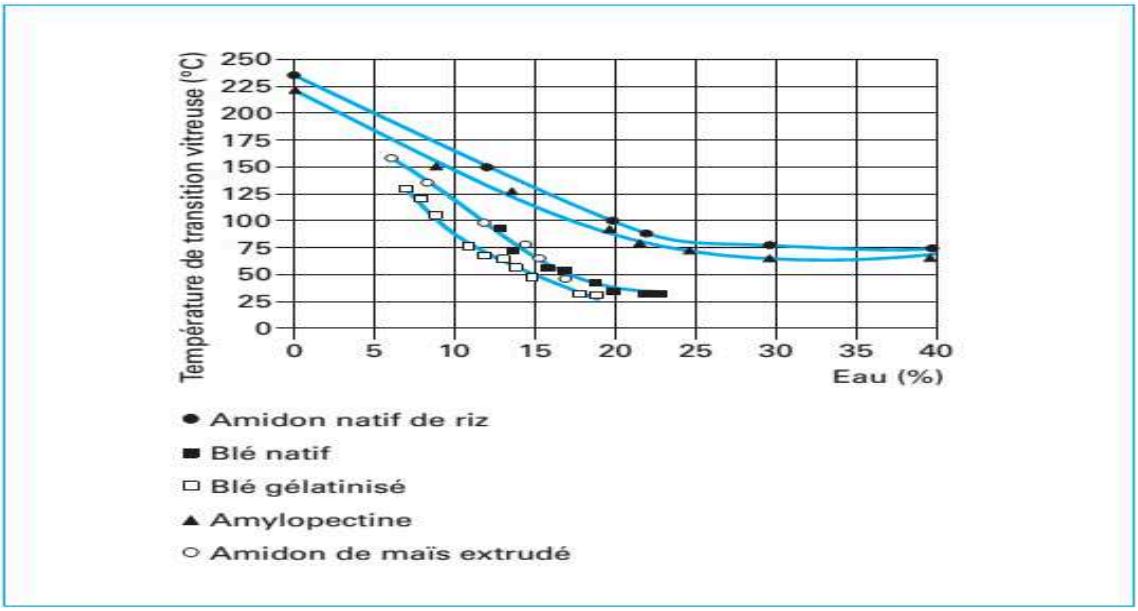


FIGURE 1-40 – Influence de la teneur en eau sur la température de transition vitreuse de divers amidon, d'après [SAVARY *et al.* ; 1993].

1.4.5 Les marchés de l'amidonnerie

La moitié de la production industrielle mondiale d'amidon est destinée à l'alimentation humaine et l'autre moitié est destinée à divers secteurs industriels [BOURSIER 2005].

La première utilisation d'amidon connue s'est déroulée il y a 3000 ans, chez les anciens Egyptiens pour l'élaboration du papyrus ainsi que chez les Chinois pour le couchage du papier.

La filière d'amidonnerie est très vaste et variée :

— L'industrie alimentaire : l'amidon est un ingrédient indispensable notamment dans la confiserie, les boissons, la boulangerie-pâtisserie, les crèmes glacées, la charcuterie, les aliments pour bébés, *etc.* La Figure 1-41 présente les marchés français alimentaires de l'amidon et de ses produits dérivés pour l'année 2015.

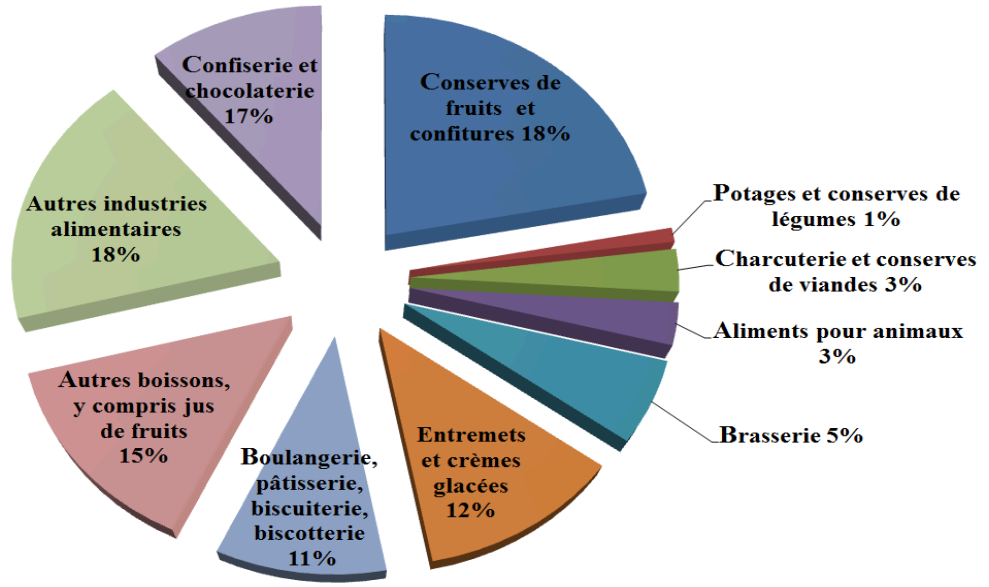


FIGURE 1-41 – Les destinations sur le secteur alimentaire (Source : USIPA).

— L'industrie non-alimentaire : l'amidon est un ingrédient essentiel notamment dans les industries pharmaceutiques et cosmétiques, la papeterie-cartonnerie, la biochimie, les détergents, le textile, les adhésifs, les matériaux de construction, *etc.* La Figure **1-42** présente les marchés français non-alimentaires de l'amidon et de ses produits dérivés pour l'année 2015.

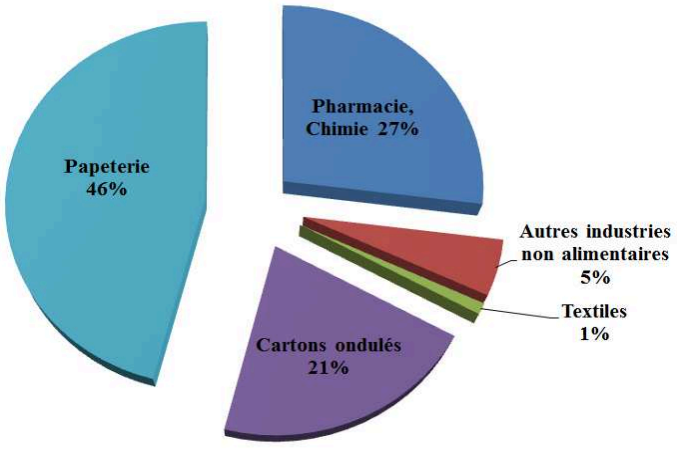


FIGURE 1-42 – Les destinations sur le secteur non alimentaire (Source : USIPA).

1.4.6 Valorisation de l'amidon dans la construction

Dans le domaine de la construction, différentes voies d'utilisation de l'amidon ont fait l'objet de travaux de recherche.

A.T. Le et al [**LE *et al.* ; 2014**] ont substitué, dans la composition du béton de chanvre, la chaux par de l'amidon pour obtenir une masse volumique sèche plus légère comprise entre 170,8 et 158,9 kg/m^3, avec une résistance à la compression satisfaisante entre 0,4 et 0,5 MPa sachant que pour le béton de chanvre, la résistance à la compression moyenne varie de 0,1 à 0,8 MPa pour une masse volumique comprise entre 330 et 470 kg/m^3. Malgré ces bons résultats, le béton d'amidon-chanvre avait un module d'Young très faible (entre 1,47 et 2,16 MPa pour une masse volumique entre 154 et 157 kg/m^3), ce qui ne permet pas d'utiliser cette composition comme matériau de construction. L'étude de A.T. Le et al [**LE 2015**] a été réalisée avec une chènevotte de deux dimensions (de 0 à 15 mm et de 0 à 20 mm) et cinq rapports de chènevotte/amidon (6, 8, 10, 12 et 14). Les masses volumiques sèches obtenues étaient plus légères et variaient entre 163,6 et 174,3 kg/m^3 selon les dimensions de la chènevotte. La masse volumique sèche augmente avec l'augmentation de la taille des particules de chènevotte.

De leur côté, AKINDEHINDE et al [**AKINDEHINDE *et al.* ; 2015**] ont étudié l'influence de deux types d'amidon (maïs et manioc) sur certaines propriétés du béton. Les résultats des essais mécaniques jusqu'à 180 jours de cure, ont montré que les deux amidons ont un impact positif sur le béton surtout à court terme (jusqu'à 28 jours) : par exemple, il y avait 5,3% d'augmentation de résistance à la compression due à une addition de 1% d'amidon de maïs en masse de ciment alors que l'amidon de manioc au même pourcentage a donné une augmentation de 4,9% de la résistance. L'augmentation du pourcentage d'amidon de 1% à 1,5% voire à 2% avait, en revanche, un effet moins important voire négatif à partir de 28 jours de cure.

D'autres études montrent que l'ajout d'amidon améliore l'ouvrabilité des pâtes cimentaires et peut être utilisé en remplacement des adjuvants pétrochimiques réduisant l'eau [**CREPY *et al.* ; 2013**]. Crépy et al [**CREPY *et al.* ; 2013**] ont montré qu'un greffage de chaînes latérales de sulfopropyle ou de sulfobutyle sur un polymère d'amidon peut

conduire à des affaissements sur les coulis comparables à ceux obtenus sur les coulis à base de sulfonate de polyNaphtalène (PNS).

L'interface particules-solution a des influences sur la rhéologie des bétons, notamment sur l'hydratation, l'adsorption des polymères, la chimie et les charges de surface, le rapport eau-poudre et la morphologie des particules [**SCHMIDT *et al.* ; 2016**]. Des travaux ont été réalisés sur l'interface particules/solution et ont montré que les amidons peuvent modifier le comportement rhéologique du béton en augmentant la viscosité plastique. La contrainte de cisaillement peut être augmentée avec l'augmentation de la fraction volumique des particules solides [**SCHMIDT *et al.* ; 2016a**] et les amidons influencent également les caractéristiques d'hydratation du ciment et les performances des superplastifiants. L'amidon peut modifier le temps de prise en présence d'un superplastifiant ce qui peut se justifier par l'interaction entre l'amidon et le superplastifiant [**SCHMIDT *et al.* ; 2013a**].

1.5 Synthèse

Dans ce chapitre, nous avons cité les problèmes environnementaux et énergétiques actuels existant dans le secteur de la construction. Puis nous avons parlé de la terre en tant que matériau de construction, notamment ses inconvénients et ses avantages.

La terre est un matériau de construction abondant, utilisée depuis des millénaires, seule ou associée avec d'autres produits. Ces dernières années, de nombreuses études ont porté sur l'association terre/coproduits végétaux tels que le chanvre et le lin [**QUOC-BAO 2008**, **NGUYEN 2010**, **FLAMENT 2013**, **DUBOIS *et al.* ; 2016**] afin d'améliorer ses caractéristiques (mécanique, thermique, phonique, *etc.*).

Par ailleurs, depuis une quinzaine d'années, les adjuvants biosourcés comme l'amidon ou la cellulose intègrent le marché de la construction, surtout après avoir prouvé leur capacité à modifier et améliorer les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires [**?**, **SCHMIDT *et al.* ; 2013a**, **LE *et al.* ; 2014**].

Basé sur les travaux présentés dans cette bibliographie, nous proposons dans cette thèse une association terre/amidon avec coproduits végétaux (chènevotte ou anas de lin) afin de fabriquer des produits non-porteurs, dans le domaine de la construction écologique, ayant de bonnes performances mécaniques, thermiques et acoustiques.

CHAPITRE 2

OBJECTIFS ET MÉTHODOLOGIES

2.1 Objectifs de la thèse

Dans le chapitre précédent, nous avons exposé les problématiques environnementales liées au domaine de la construction ainsi que les nouveaux écomatériaux de construction à base de liant hydraulique ou de terre. L'utilisation de la plupart de ces matériaux reste limitée à cause du manque de connaissances, des règles et des normes pour la fabrication et la mise en place dans la construction.

Aujourd'hui pour répondre aux exigences de la construction en termes de résistance ou de performances thermo-acoustiques, il faut que la terre soit associée avec d'autres produits tels que la chaux, le ciment ou un adjuvant de la chimie verte pour améliorer ses caractéristiques mécaniques et/ou des coproduits végétaux pour ses performances de confort.

L'objectif de cette thèse est de développer une méthodologie pour formuler un matériau à base de terre crue, amidon et coproduits végétaux, respectueux de l'environnement et stable dans le temps, qui se rapproche au plus d'un écomatériau. Pour atteindre cet objectif, nous devons tout d'abord mieux comprendre les interactions entre la terre et l'amidon, notamment l'influence de l'origine botanique et du type de traitement ou modification de plusieurs amidons sur le comportement de la terre. Ensuite à partir des meilleures combinaisons terre/amidon, d'y ajouter des coproduits végétaux (chènevotte et/ou anas de lin) afin de réduire la masse volumique et d'apporter un caractère isolant. Dans le marché des produits conventionnels non porteurs de construction, issus de la préfabrication, trois grandes catégories de produits se retrouvent : les briques, les carreaux et les panneaux. Pour cette étude, le choix s'est porté sur la deuxième catégorie. A travers ce choix, le mélange de terre, amidon et coproduits végétaux sera étudié à l'état frais et à l'état durci afin d'obtenir des formulations nous permettant de fabriquer un carreau similaire aux carreaux de plâtre. Deux types de formulation seront développés et conçus pour offrir des performances mécaniques nécessaires pour une paroi verticale non porteuse, ainsi que des performances thermiques et acoustiques intéressantes la première formulation dite "lourde" et l'autre formulation dite "légère".

Les formulations ont été développées à partir de fines argilo-calcaires issues du lavage des granulats en carrière en combinaison avec des additifs respectueux de l'environnement issus de la chimie verte (l'amidon) et deux types de paille (chènevotte, anas de lin).

Ces travaux sont la suite de la thèse de Cédric FLAMENT. Ils se distinguent de cette thèse par l'ajout d'amidon et l'utilisation des anas de lin en plus de la chènevotte.

2.2 Méthodologie

Afin d'atteindre l'objectif désiré, la méthodologie de travail a été développée en deux parties :

1 Étude de la combinaison terre-amidon ;

2 Étude de l'association terre-amidon et coproduits végétaux.

2.2.1 Étude de la combinaison terre-amidon

La première partie sera consacrée à étudier les différents types d'amidon et leurs influences sur le comportement d'une pâte argileuse à base de fines argilo-calcaire à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Pour réaliser cette partie, il faut choisir les essais ainsi que les dispositifs et les adapter afin de caractériser nos mélanges. L'étude commencera par la mise en place des protocoles de malaxage. A l'état frais, la consistance de nos mélanges sera évaluée afin d'identifier la teneur en eau optimale selon les valeurs d'étalement fixées. La viscosité, le seuil de cisaillement et la thixotropie seront déterminés par un viscosimètre. L'étude continuera à l'état durci avec la fabrication des éprouvettes à partir des formulations ayant la consistance visée. Les éprouvettes seront stockées sous différentes conditions de stockage jusqu'aux essais mécaniques. L'état des éprouvettes sera suivi. La masse et les dimensions seront prises pendant la période de stockage.

La méthodologie utilisée dans cette première partie est schématisée dans la figure **2-1**.

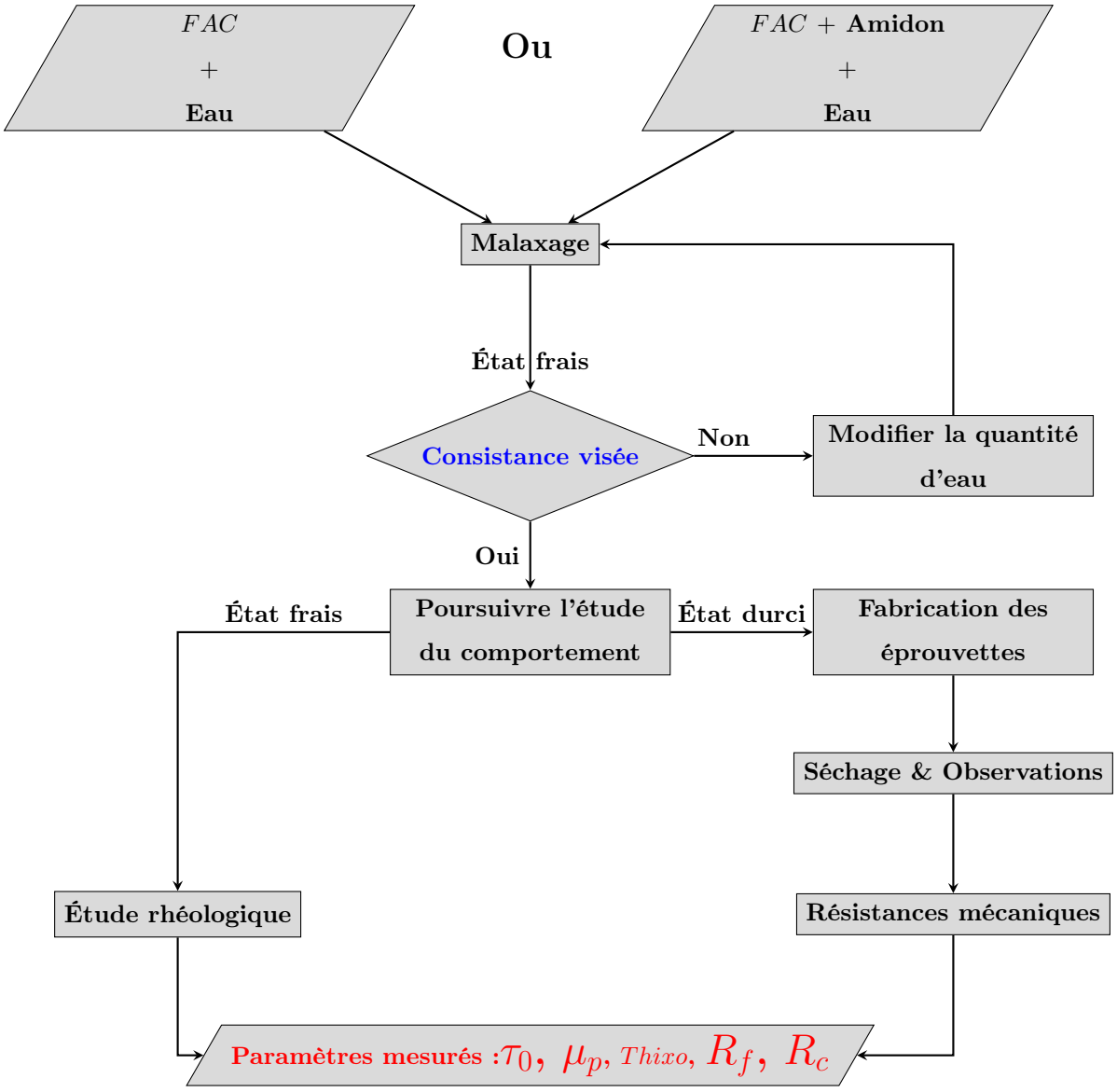


FIGURE 2-1 – La méthodologie utilisée dans la première partie de cette thèse.

Les caractéristiques des matériaux utilisées dans cette partie sont présentées ci-après.

2.2.1.1 Fines argilo-calcaires

Les fines argilo-calcaires utilisées dans ce travail de recherche ont été fournies par l'entreprise Carrières du Boulonnais (Fig. **2-2**). Ces matériaux sont les résidus du lavage des granulats dans les carrières selon la norme EN 12620 [**AFNOR NF EN 12620**].

FIGURE 2-2 – **Particules de fines argilo-calcaires sous forme de poudre sèche.**

La boue récupérée après le lavage des granulats est composée de particules fines. Cette boue est stockée dans des bassins de stockage sur le site d'exploitation. Chaque année, le lavage des granulats entraîne la production de 300 000 tonnes de fines de lavage. Après une trentaine d'années d'exploitation, la quantité stockée représente plusieurs millions de tonnes.

2.2.1.1.1 Origine des Fines argilo-calcaires (FAC)

Les granulats utilisés dans le secteur de construction sont strictement contrôlés pour satisfaire aux règles qui exigent la propreté de ces granulats avant qu'ils soient utilisés. Ainsi, après avoir cassé la roche dans le concasseur primaire, les granulats doivent passer sous un jet d'eau afin de séparer les fines accrochées aux granulats, ces fines étant en partie de nature argileuse. La présence de ces fines dans l'eau la rend impropre : elle ne peut pas être rejetée dans la nature ni être renvoyée dans les eaux usées. La concentration de ces fines dans l'eau a été estimée entre 150 et 750 $\frac{g}{l}$ [DE LOS COBOS 1994], ce qui rend le traitement de l'eau inévitable. Pour le traitement, l'eau de lavage sera récupérée et puis acheminée par canalisations vers des bassins de décantation pour les stocker. La concentration des boues sera augmentée jusqu'à 1800 $\frac{kg}{m^3}$ par décantation des eaux de lavage. Des floculants sont ajoutés pour augmenter la sédimentation des boues.

Ces dernières années, la demande en granulats a été augmentée en parallèle d'une augmentation de l'urbanisation. Par conséquent, la quantité produite et stockée de fines

de lavage a augmenté.

En France, la quantité de boues de lavage a été estimée à 5% de la production totale de granulats [**BRUN *et al.* ; 1998**]. 90% des boues de lavage proviennent de matériaux alluvionnaires et 10% de roches massives.

Selon [**UNPG 2006**], la quantité des boues de lavage stockées en France en 2006 est d'environ 4,4 millions de tonnes pour une production de granulats de 88 millions de tonnes. Et selon [**BRUN *et al.* ; 1998**], ce problème s'impose plus clairement dans les carrières de roches massives. Car ces derniers ont besoin de concassage afin d'obtenir les granulats.

Au fur et à mesure de l'exploitation des carrières, la quantité de boues produite augmente ce qui entraîne un rehaussement des digues de bassins. Par conséquent, l'espace de stockage croît ce qui pose un problème pour l'exploitation de carrières.

2.2.1.1.2 Caractérisation des FAC

Les analyses montrent que les fines de lavage stockées contiennent une grande quantité de calcaire (62%) et une partie argileuse à hauteur de 19%.

Les tableaux **2-1** et **2-2** présentent les compositions minéralogiques et les propriétés des FAC mesurées par l'entreprise Carrières du Boulonnais.

Composition		Pourcentage
Calcite	$(CaCO_3)$	62 %
Kaolinite	$(Al_2O_3)_2(SiO_2)$	12 %
Quartz	(SiO_2)	11 %
Illite	$(Al_2O_3)_3(SiO_2)_6(K_2O)_2(H_2O)$	7 %
Dolomite	$CaMg(CO_3)_2$	5 %
Goethite	$FeO(OH)$	3 %

Tableau 2-1 – Composition minéralogique moyenne des FAC mesurée par DRX, [AFNOR NF EN 13925-2] (Source : Carrières du Boulonnais).

Composition	Valeurs	Unité
Essai Proctor		
Humidité	14	%
Masse volumique	1860	kg/m^3
Limites d'Atterberg		
Limite de liquidité (W_L)	33	%
Limite de plasticité (W_P)	21	%
Indice de plasticité (I_P)	12	%
Répartition granulométrique		
Sable (2 - 0,063 mm)	1,5	%
Limon (0,075 - 0,002 mm)	81,3	%
Argile ($<$ 0,002 mm)	17,2	%
Matières organiques	2,17	%

Tableau 2-2 – Propriétés des FAC (Source : Carrières du Boulonnais).

Selon la classification $USCS$, ces fines argilo-calcaires sont définies comme argile de faible plasticité.

Pour connaitre la texture du sol, le triangle des textures est utilisé. Le tracé des trois

pourcentages argile (17,2%), limons (81,3%) et sables (1,5%), sur les trois axes (Fig. **2-3**) montre que les FAC sont de type limoneux fin-argileux.

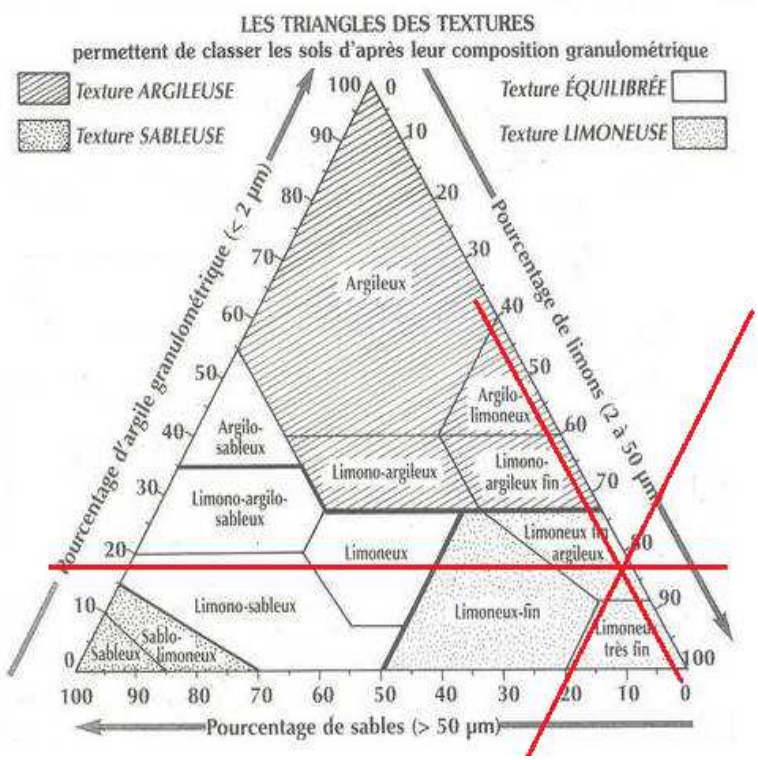


FIGURE 2-3 – Triangle des textures du sol.

Malgré une proportion relativement faible d'argile dans le matériau, la matière présente des caractéristiques proches d'une argile. La partie argileuse est décomposée en kaolinite (12%) et illite (7%), peu sensibles aux phénomènes de gonflement en raison de leur stabilité.

Une granulométrie laser a été utilisée par l'entreprise Carrières du Boulonnais pour identifier la distribution granulométrique des particules de FAC sèches et désagglomérées. Le tracé de la courbe granulométrique montre la finesse des particules dont la taille est comprise entre 0 et 100 μm (Fig. **2-4**).

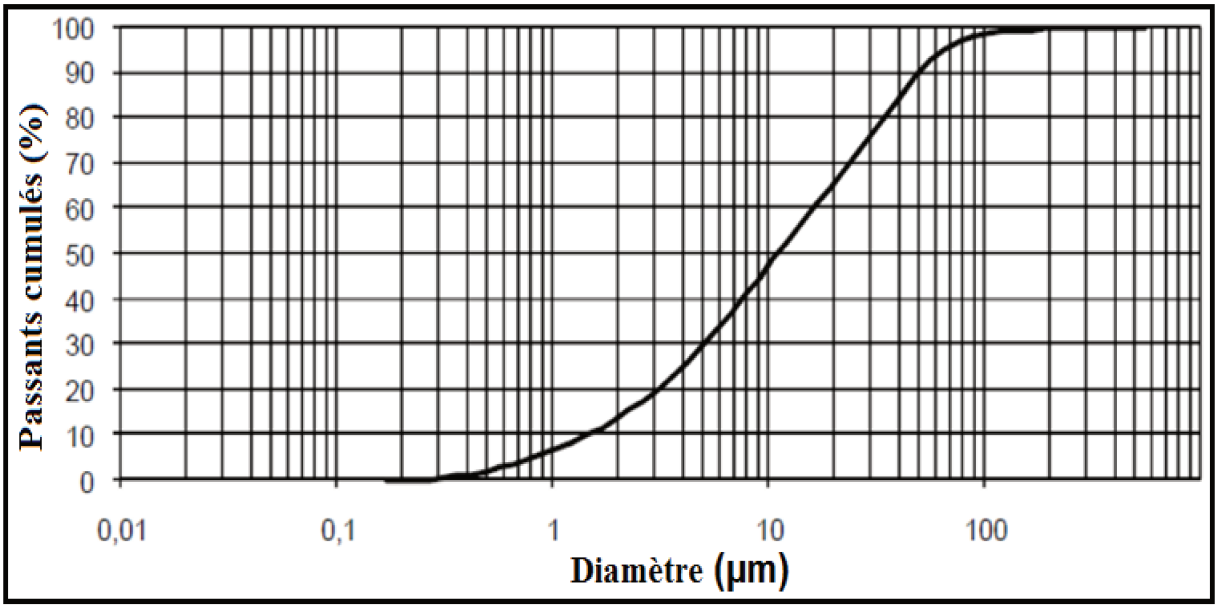


FIGURE 2-4 – **Courbe granulométrique des FAC (Source : Carrière du Boulonnais).**

2.2.1.2 Amidon

En s'appuyant sur les résultats des études faites sur l'association amidon/coproduits végétaux ou amidon/ciment, nous proposons dans ce travail de recherche de tester l'association de différents types d'amidon avec la terre afin d'évaluer leurs influences sur le comportement de cette terre.

Les amidons utilisés ont été préparés et fournis par l'entreprise Roquette, entreprise spécialisée dans la production d'amidonnerie. Ces amidons se présentent sous forme d'une poudre blanche de tailles de grains variant de 1 à 100 μm. La taille et la forme des grains varient selon l'origine botanique de l'amidon et le type de traitement ou de modification (Fig. 2-5).

FIGURE 2-5 – Particules d'amidon sous forme de poudre sèche.

Onze types d'amidon ont été mis à disposition par l'entreprise Roquette. Ces amidons étaient issus de différentes origines botaniques : pomme de terre, pois, maïs, maïs cireux, blé.

Parmi les 11 amidons, se trouvaient 5 amidons natifs nommés (A, B, C, D, E) et 6 amidons modifiés dont un amidon hydrolysé et acétylé (F), un amidon prégélatinisé, hydrolysé et acétylé (G) et 4 amidons prégélatinisés nommés (H, I, J, K). L'amidon natif est non soluble dans l'eau. Par conséquent, pour qu'on puisse introduire nos amidons natifs dans les mélanges, il faut qu'ils soient mélangés préalablement à de l'eau chaude afin de les prégélatiniser et de les rendre solubles.

Pour comparer l'effet de chaque type d'amidon sur les propriétés des FAC, le pourcentage d'amidon dans le mélange a été fixé à 1% de la masse des FAC.

2.2.2 Étude de l'association terre-amidon et coproduits végétaux

Cette deuxième partie de l'étude est basée sur les résultats obtenus dans la première partie de cette thèse. La méthodologie développée pour cette partie consiste à intégrer deux types de coproduits végétaux (chènevotte et/ou anas de lin) dans les meilleures compositions FAC/amidon afin de fabriquer un carreau autoporteur avec de bonnes performances de confort pour une paroi non porteuse.

Pour atteindre l'objectif, il fallait choisir des essais et les adapter afin de caractériser nos formulations. L'étude commence par la mise en place des protocoles de malaxage. A l'état frais, la consistance de nos mélanges sera mesurée à différentes teneurs en eau afin

d'identifier la teneur en eau optimale. L'étude continuera à l'état durci avec la fabrication des éprouvettes à partir des formulations ayant la consistance visée. Les éprouvettes seront stockées dans une pièce dans le laboratoire sous conditions ambiantes (à savoir 20 ± 2℃ et 50 ± 5% HR) jusqu'aux essais mécaniques à 28 jours. Le démoulage sera fait immédiatement après la mise en place. L'état des éprouvettes sera suivi. La masse et les dimensions seront prises pendant la période de stockage. Il a déjà été observé dans la thèse de Flament [**FLAMENT 2013**] que des moisissures pouvaient apparaître dans ce type de formulation terre-coproduits végétaux. Des ajouts (superplastifiant ou/et chaux) pourraient être utilisés dans nos formulations afin d'obtenir des produits viables et d'améliorer la tenue mécanique. Ensuite, l'étude continuera à l'échelle réelle d'un carreau de terre de dimensions ($65 \times 50 \times 7\ cm^3$). Enfin, les performances de confort seront évaluées.

La méthodologie développée dans la deuxième partie de cette étude est présentée dans la diagramme **2-6**.

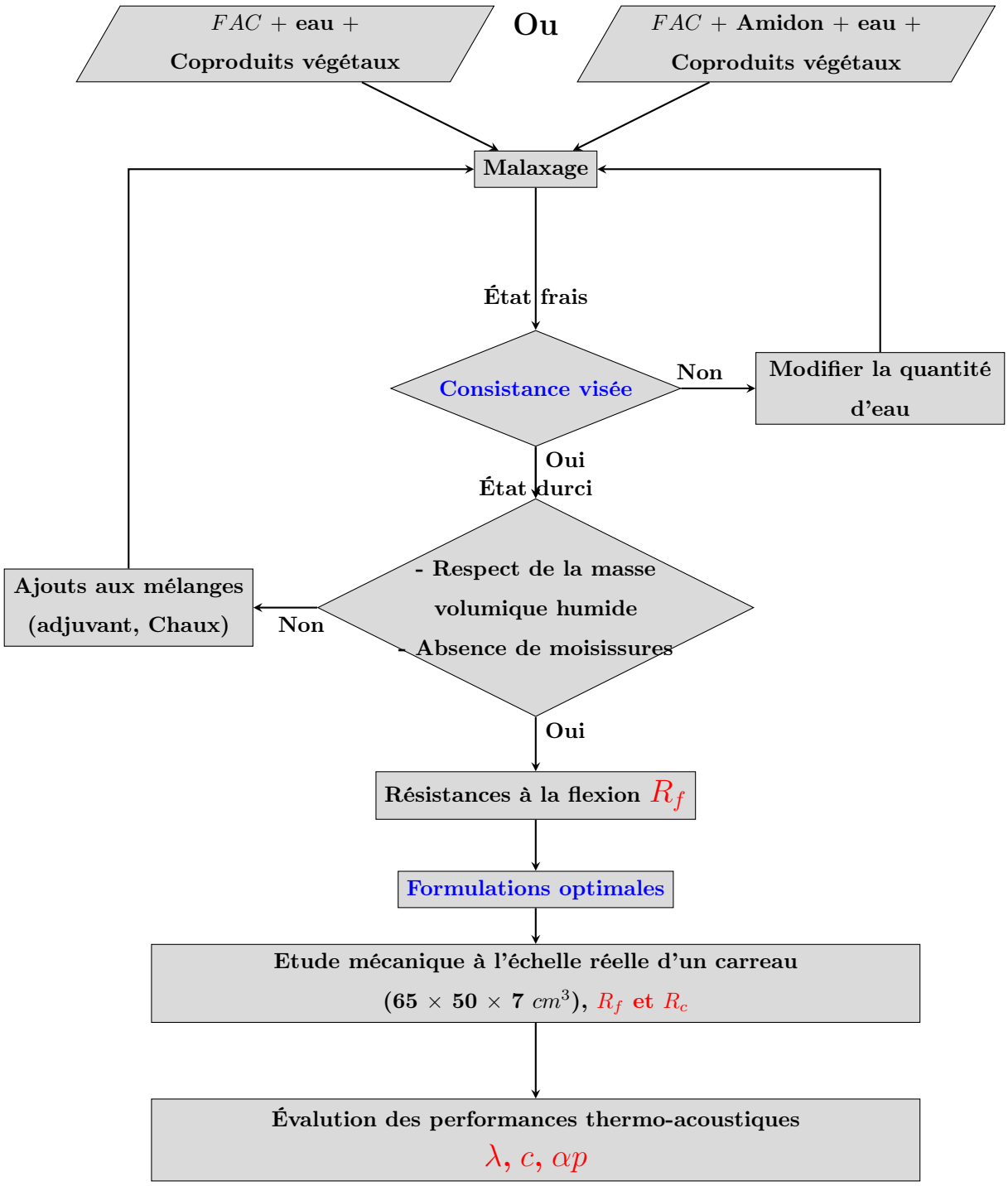


FIGURE 2-6 – Méthodologie utilisée dans la deuxième partie de cette étude.

Les caractéristiques et les propriétés des deux coproduits végétaux utilisées dans ce travail de recherche sont présentées ci-après.

2.2.2.1 Chènevotte

2.2.2.1.1 Morphologie

La chènevotte est un coproduit de la production de chanvre. D'un point de vue macroscopique, la chènevotte s'apparente à des copeaux de bois rigides de 2 à 4 cm de longueur. La chènevotte possède une bonne résistance thermique et une faible conductivité thermique qui lui confèrent de bonnes capacités isolantes. Sa conductivité thermique est comprise entre 0,04 et 0,06 W/ (m.K), son coefficient d'absorption acoustique est de 0,3, pour une densité moyenne en vrac proche de 100 kg/m^3.
La chènevotte utilisée vient de l'Aube France. La figure 2-7 en montre une vue macroscopique. La longueur des particules varie entre 1 et 4 cm.

FIGURE 2-7 – Vue macroscopique de la chènevotte étudiée.

2.2.2.1.2 Microstructure

Le réseau de capillaires est présenté en figures 2-8 et 2-9. Le diamètre de ces capillaires varie entre 10 et 50 μm et s'oriente dans le sens de la tige. A l'état sec, ces capillaires sont vides (figure. 2-8) [NGUYEN 2010].

Les observations réalisées sur les coupes longitudinales montrent que la structure de la chènevotte est composée de capillaires vides séparés par des parois orientées perpendiculairement au sens de la tige, ce qui explique sa faible densité et sa grande capacité

d'absorption d'eau (Fig. 2-9).

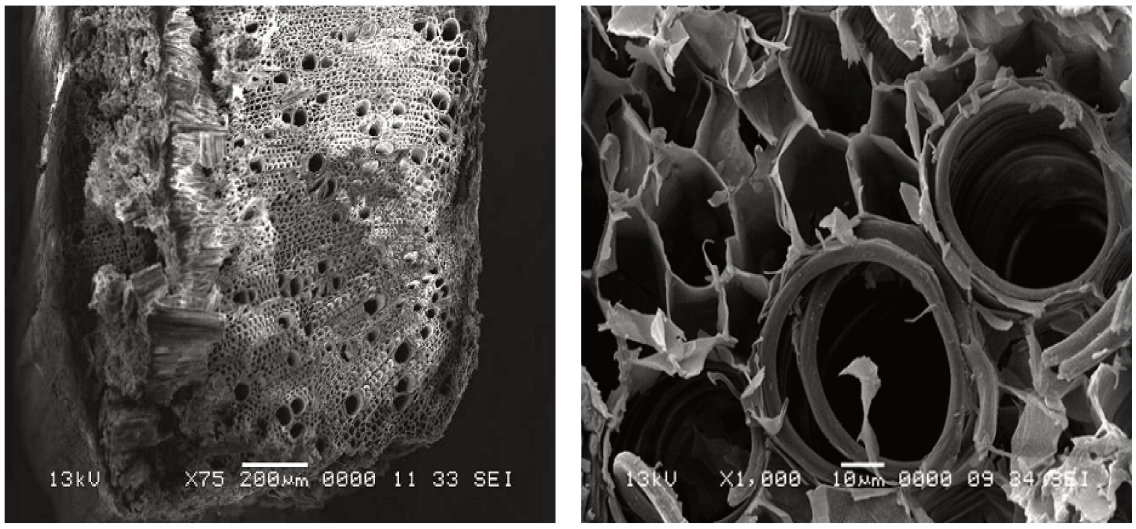


Figure 2-8 – Vue microscopique d'une coupe transversale de la tige du chanvre, [NGUYEN 2010].

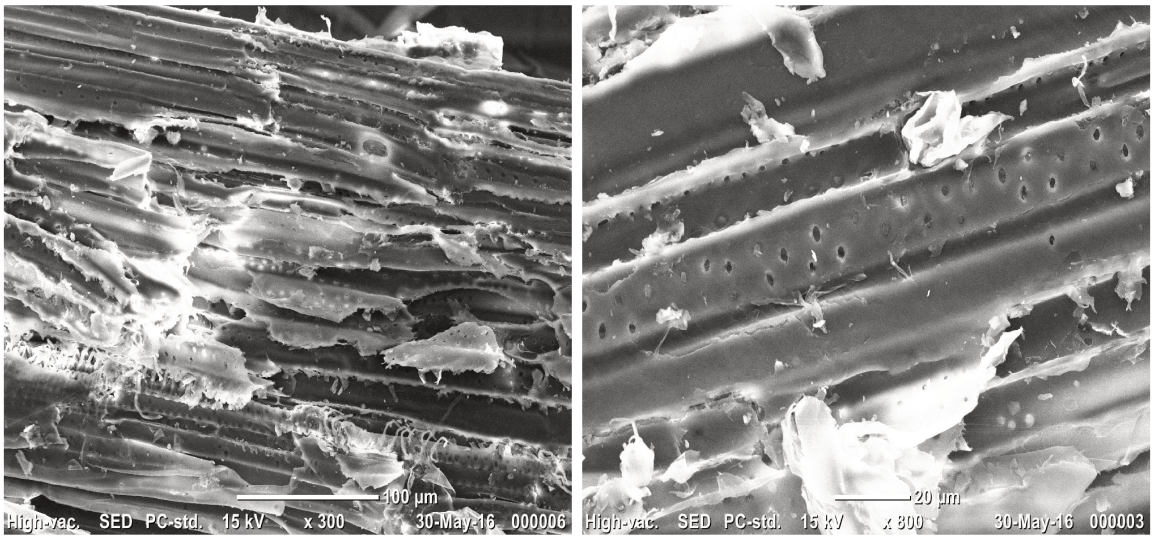


Figure 2-9 – Vue microscopique d'une coupe longitudinale de la chènevotte étudiée.

2.2.2.1.3 Masse volumique apparente

Il est important de connaître cette caractéristique du granulat, afin d'établir correctement les formulations à l'état frais pour l'élaboration des composites, et parce qu'elle

interviendra dans le comportement au remplissage des matériaux dans les moules.

Quatre pesées ont été effectuées pour la chènevotte en utilisant un pot de 5 litres puis une moyenne de masse est prise pour calculer la masse volumique apparente.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant (Tab. 2-3).

Chènevotte		
N° d'échantillon	**Masse**	**Unité**
1	0,603	kg
2	0,615	kg
3	0,604	kg
4	0,602	kg
Masse moyenne	0,606	kg
Écart-type	0,01	kg
Volume	0,005	m^3
Masse volumique apparente	121,2 ± 1,2	kg/m^3

Tableau 2-3 – Masse volumique apparente de la chènevotte.

La très faible masse volumique apparente de la chènevotte est liée à la structure alvéolaire de la tige dont elle est issue.

2.2.2.1.4 Absorption d'eau

L'absorption d'eau est un paramètre très important à déterminer pour les coproduits végétaux. Ce paramètre permet d'identifier le caractère hydrophile chez la chènevotte ce qui nous aide à envisager la quantité d'eau nécessaire pour le mélange et la quantité absorbée durant la fabrication. Le pouvoir d'absorption de la chènevotte est très important et est lié directement à son réseau de pores. La chènevotte utilisée dans ce test a été séchée pendant deux jours à l'étuve à une température de 60 °C, pour éviter tout dommage du réseau de capillarité. Il est très important de noter que la chènevotte utilisée dans cette étude a déjà une teneur en eau à l'air ambiant de 16,3%. Cette mesure a été faite avant

et après deux jours de séchage à 60 °C.

Le temps de mesure pour essai d'absorption d'eau a été défini de quelques secondes jusqu'à plusieurs heures pour la saturation. Pour chaque échéance d'immersion, cinq tests ont été effectués pour s'assurer que les résultats soient représentatifs. Un échantillon de un gramme de chènevotte est plongé totalement dans l'eau pendant le temps d'essai. Après le temps d'immersion visé, la chènevotte est séchée sur un papier absorbant afin d'enlever l'eau de surface puis l'échantillon est pesé pour déterminer sa masse. Enfin, la quantité d'eau absorbée est exprimée en pourcentage par rapport à la masse sèche.

Les résultats de ce test sont présentés dans la figure (Fig. **2-10**).

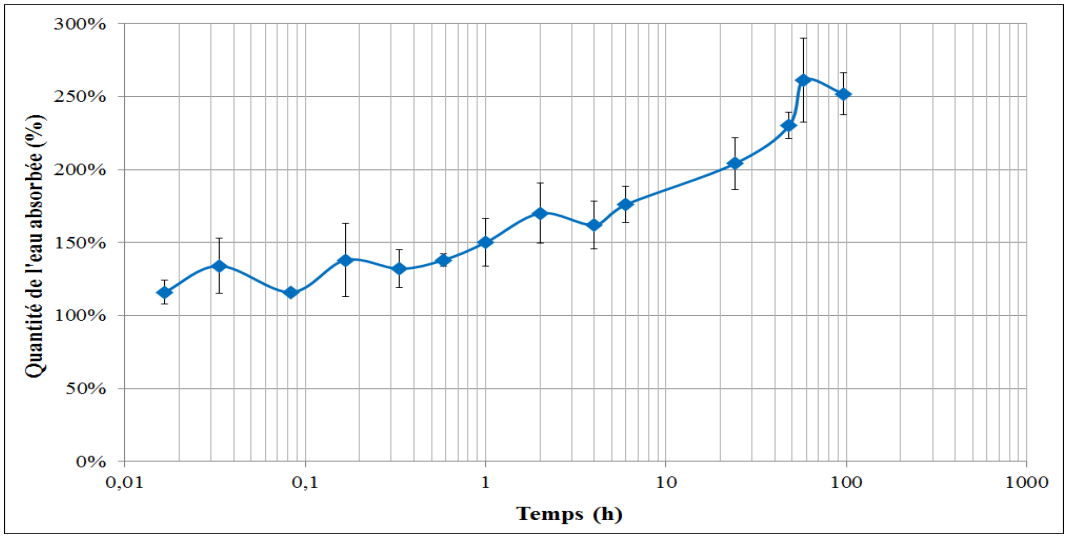


FIGURE 2-10 – Quantité d'eau absorbée par la chènevotte.

Le tracé de la courbe d'absorption montre que la chènevotte atteint la moitié de sa capacité d'absorption au bout de 2 minutes et cette capacité continue à augmenter jusqu'à ce que la chènevotte soit saturée (stabilité de la mesure).

2.2.2.1.5 Granulométrie

La granulométrie de la chènevotte a été réalisée par tamisage à sec avec des mailles de taille comprises entre 0 et 10 mm. Le tracé de la courbe de granulométrie est présenté en figure **2-11** et montre la présence de toutes les tailles sans rupture avec une majorité

(90%) de particules entre 1,25 et 5 mm.

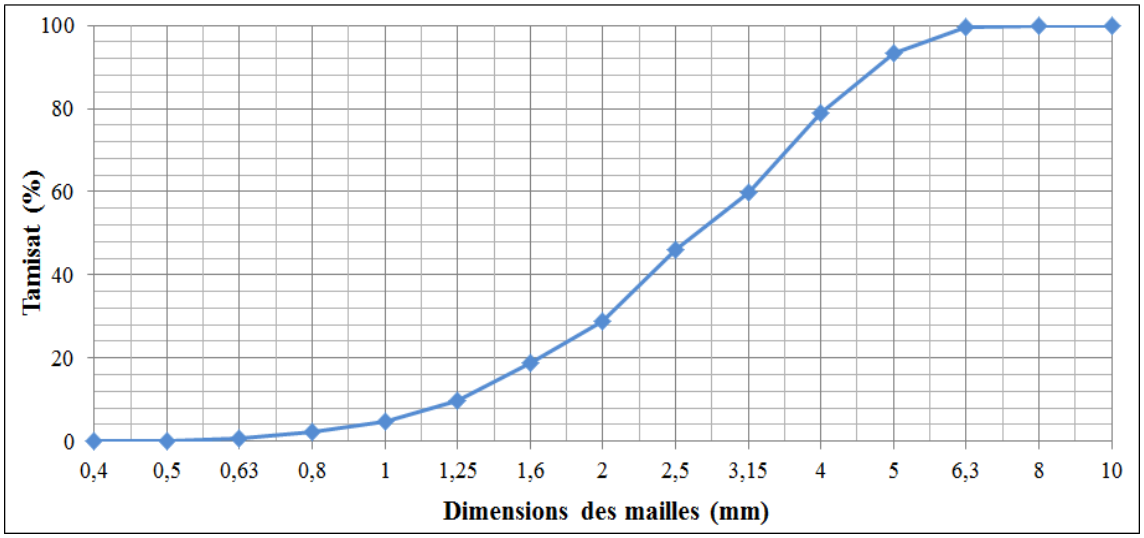


FIGURE 2-11 – Courbe granulométrique de la chènevotte obtenue par tamisage à sec.

2.2.2.2 Anas de lin

2.2.2.2.1 Morphologie

Le lin est une fibre naturelle provenant de la plante de lin qui est cultivée en Europe occidentale, essentiellement en France, en Belgique et aux Pays-Bas. Les anas de lin de l'étude proviennent de l'entreprise Texélis (Dunkerque, France). Ce sont des anas de lin dépoussiérés.

La longueur moyenne des particules de ces anas de lin est de 1 cm et leur conductivité thermique en vrac est comprise entre 0,06 et 0,08 ($W/m \times K$). La figure **2-12** présente une vue macroscopique de l'anas de lin étudié.

Figure 2-12 – Vue macroscopique de l'anas de lin étudié.

2.2.2.2.2 Microstructure

La figure 2-13 présente les observations microscopiques d'anas de lin au microscope électronique à balayage. Ces clichés montrent la présence, dans les stries superficielles, de matières réparties de façon hétérogène et un aspect alvéolaire qui est responsable de la faible masse volumique apparente de la fraction ligneuse et qui présente un intérêt considérable pour les performances thermiques et acoustiques.

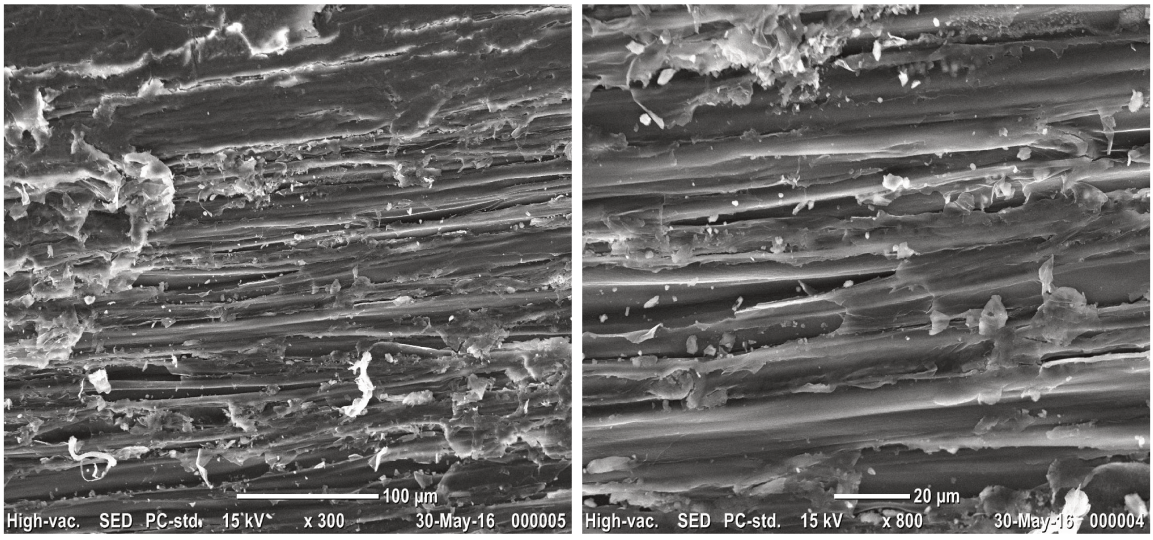


Figure 2-13 – Vue microscopique d'une coupe longitudinale d'anas de lin étudié.

La figure 2-14 présente les observations sur une coupe transversale de particule d'anas

de lin qui montre cette structure alvéolaire

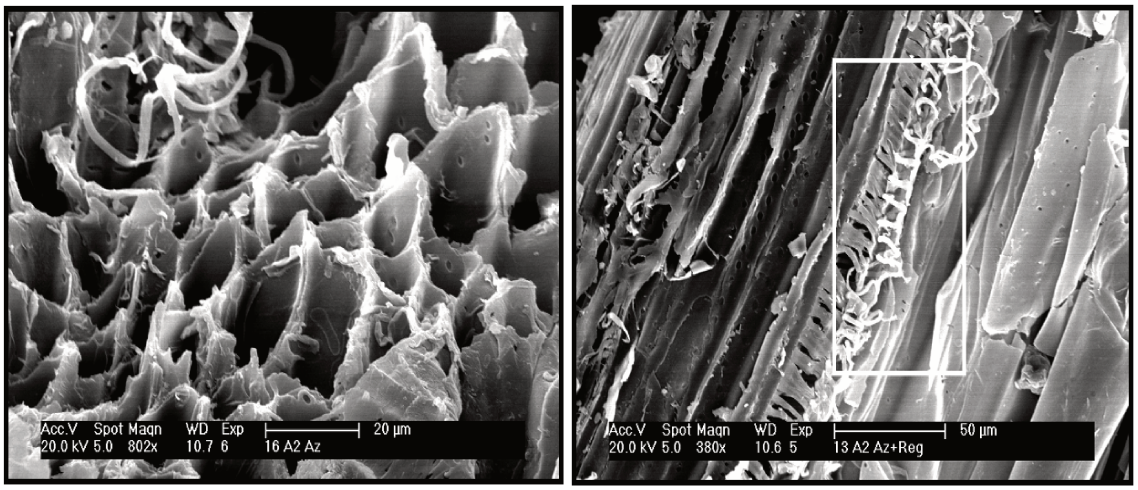


FIGURE 2-14 – **Vue microscopique d'une coupe transversale d'anas de lin ([DUPRE *et al.* ; 2005]).**

2.2.2.2.3 Masses volumiques

Le protocole de mesure de la masse volumique apparente pour les anas de lin est le même que celui de la chènevotte (Fig. 2-15). Les résultats sont présentés dans le tableau (Tab. 2-4).

FIGURE 2-15 – **Récipient normalisé de 5 litres contenant l'anas de lin.**

Anas de lin		
N° d'échantillon	**Masse**	**Unité**
1	0,509	kg
2	0,532	kg
3	0,531	kg
4	0,544	kg
Masse moyenne	0,529	kg
Écart-type	0,01	kg
Volume	0,005	m^3
Masse volumique apparente	105,76 ± 2,9	kg/m^3

Tableau 2-4 – Masse volumique apparente des anas de lin.

Les tableaux (**2-3** et **2-4**) montrent que la masse volumique apparente de la chènevotte est plus importante que celle des anas de lin. Cette différence va induire, à proportion constante de co-produits végétaux, des variations au niveau de la masse volumique humide des éprouvettes au moment de la fabrication (chapitre 4).

2.2.2.2.4 Absorption d'eau

La capacité d'absorption d'eau des anas de lin a été évaluée de manière similaire à la chènevotte. Les anas de lin utilisés dans cette thèse ont une teneur en eau de 7,5 % après deux jours de séchage à 60 °C.

Le tracé de la courbe d'absorption montre que les anas de lin atteignent la moitié de leur capacité d'absorption au bout de 30 secondes et cette capacité continue à augmenter jusqu'à saturation. Les résultats de cet essai sont présentés dans la figure (Fig. **2-16**) :

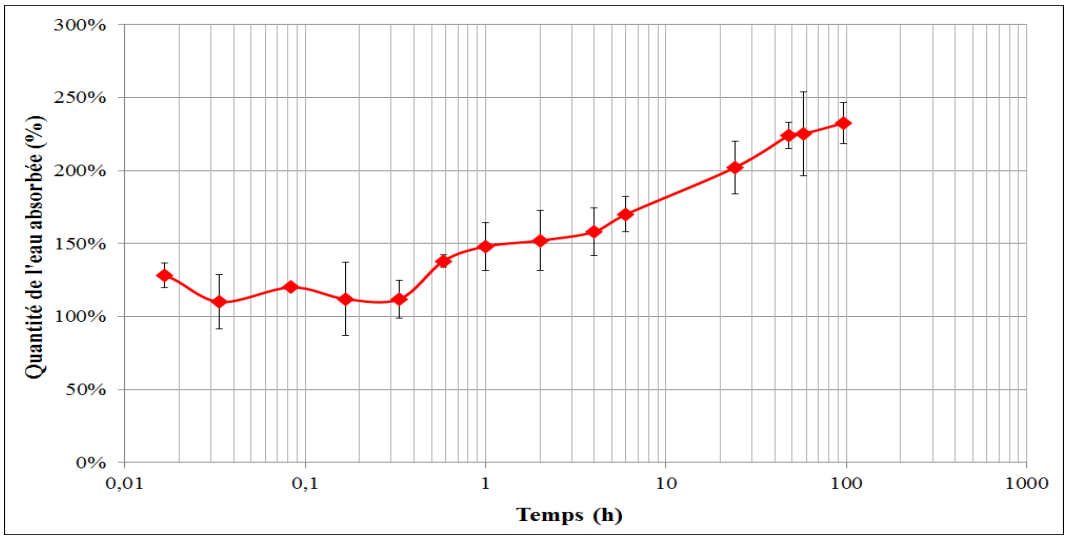


FIGURE 2-16 – Quantité d'eau absorbée par les anas de lin.

2.2.2.2.5 Granulométrie

La granulométrie des anas de lin a également été réalisée par tamisage à sec dans les mêmes conditions que la chènevotte. La courbe de granulométrie est présentée en figure 2-17.

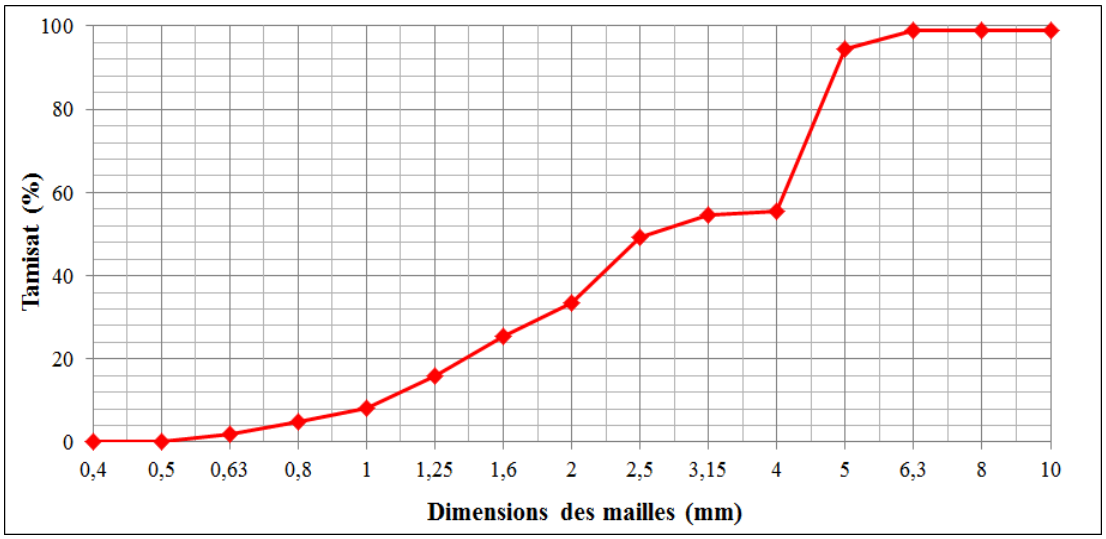


FIGURE 2-17 – Courbe granulométrique des anas de lin obtenue par tamisage à sec.

La comparaison entre les deux courbes (Fig. 2-17 et 2-11) montre que 60% des granulats d'anas de lin ont des dimensions inférieures à 4 *mm* contre 80% des granulats de

chènevotte et il n'y avait quasiment pas de refus cumulé des anas de lin sur le tamis 3,15 mm. 48% des particules d'anas de lin et de chènevotte passent le tamis de 2,5 mm.

CHAPITRE 3

INFLUENCE DE L'AMIDON SUR LE COMPORTEMENT À L'ÉTAT FRAIS ET À L'ÉTAT DURCI D'UNE PÂTE DE TERRE

Ce chapitre présente les travaux réalisés pour étudier l'association entre un type de terre (FAC ou kaolinite) et plusieurs types d'amidons, en particulier au niveau macro et microstructure. Les différents mélanges sont testés à l'état frais et à l'état durci.

3.1 Présentation de la campagne expérimentale FAC + amidon

La campagne expérimentale porte sur la pâte (barbotine) à base de terre et d'amidons et a comme objectif :

1. L'étude du comportement physico-mécanique à l'état frais ;
2. L'étude du comportement mécanique à l'état durci.

Pour comparer les différents amidons et étudier leurs effets sur la terre, un même pourcentage d'amidon a été choisi. Comme expliqué dans le paragraphe 2.2.1.2, le pourcentage choisi est de 1% en masse par rapport à la masse de matières minérales.

3.1.1 Protocoles de malaxage

Le malaxeur automatique Perrier haute performance pour mortier et ciment normalisés doté d'un bol de 5 litres a été utilisé dans cette étude afin de bien homogénéiser les matériaux. Ce malaxeur se compose d'une goulotte d'introduction du sable et d'une alimentation automatique en eau. L'avantage de l'utilisation de ce malaxeur est la possibilité de programmer la vitesse (au tour par minute près) et le temps de malaxage.

Protocoles de malaxage :

Deux protocoles de malaxage ont été mis au point à partir de la norme NF EN 196-1 [**AFNOR NF EN 196-1**] pour la fabrication des mortiers à base de liants hydrauliques : l'un pour un mélange à froid avec les amidons prégélatinisés et l'autre à chaud avec les amidons natifs.

Le premier protocole de malaxage à froid (en fait à température ambiante) se compose des étapes suivantes :

— Mélange à sec amidon + FAC ; (30 sec - 100 t/min)
— Ajout de l'eau ; (30 sec - 100 t/min)
— Malaxage de l'ensemble ; (30 sec - 100 t/min)

— Malaxage à grande vitesse ; (60 sec - 200 t/min)
— Raclage du bol ; (30 sec - arrêt)
— Malaxage à grande vitesse. (30 sec - 200 t/min)

Le temps total de malaxage est de 210 secondes.

Le deuxième protocole de malaxage, à chaud, suit les étapes suivantes :

— Séparation de la quantité d'eau en deux parties ;
— Chauffage d'une partie de l'eau jusqu'à 90°C ;
— Mélange de l'eau froide à l'amidon jusqu'à homogénéisation ;
— Mélange du lait d'amidon avec l'eau chaude à la main ;
— Introduction du mélange (eau + amidon) dans les FAC ; (30 sec - 100 t/min)
— Malaxage de l'ensemble ; (30 sec - 100 t/min)
— Malaxage à grande vitesse ; (60 sec - 200 t/min)
— Raclage du bol ; (30 sec - arrêt)
— Malaxage à grande vitesse. (30 sec - 200 t/min)

Le temps total de malaxage est de 180 secondes.

Pour les deux protocoles de malaxage, les FAC sont à température ambiante. Des essais ont également été réalisés avec des FAC à 120°C (préchauffées en étuve) pour le mélange à chaud afin de maintenir, en fin de malaxage, une température plus élevée du mélange, favorisant une phase de gélatinification plus complète des amidons natifs.

A la fin du malaxage, les deux types de mélanges obtenus avec les FAC à température ambiante et les FAC à 120°C étaient à des températures assez proches : 50°C pour les mélanges incluant les FAC à température ambiante et entre 54 et 58°C pour les mélanges avec les FAC à 120°C. La figure **3-1** montre un mélange de FAC + amidon en fin de malaxage.

FIGURE 3-1 – Mélange de FAC + amidon en fin de malaxage.

3.1.2 Étude du comportement à l'état frais

3.1.2.1 Table à secousses

En se référant à la norme NF EN 1015-3 [**AFNOR NF EN 1015-3**] sur l'évaluation de la consistance des mortiers frais, la table à secousses présentée dans la figure **3-2** a été utilisée pour vérifier la consistance de nos pâtes. Le principe de cet essai est de déposer de la pâte dans une embase tronconique, en 2 couches. Pour assurer l'homogénéité dans le moule tronconique chacune des deux couches est compactée par au moins 10 coups brefs avec une dame en bois. Après avoir retiré le moule, une série de 15 secousses à une cadence d'une par seconde est appliquée au mélange.

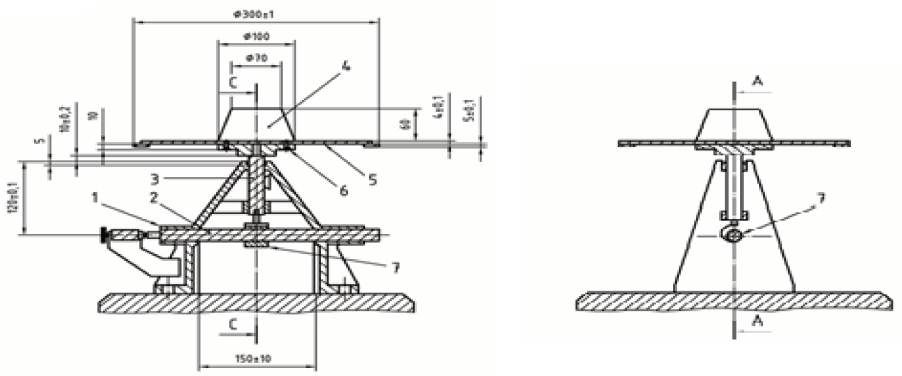


FIGURE 3-2 – Table à secousses : 1) Socle. 2) Axe horizontal. 3) Tige de levage. 4) Moule tronconique. 5) Disque. 6) Plateau rigide. 7) Came de levage.

L'étalement est mesuré avec une règle selon trois diagonales (Fig. **3-3**). La moyenne

de ces valeurs représente l'étalement arrondi. L'étalement de référence a été choisi suivant l'étalement des mortiers de maçonnerie NF EN 1015-3 [AFNOR NF EN 1015-3] qui est de 155 ± 10 mm. Cet étalement permet d'avoir une matériau qui se met bien en place dans les moules sans que la quantité d'eau ne soit trop importante afin d'éviter un séchage trop long et du retrait. La teneur en eau des mélanges est alors adaptée pour obtenir cet étalement. La figure 3-4 montre les étapes d'essai d'étalement d'un mélange de FAC + amidon.

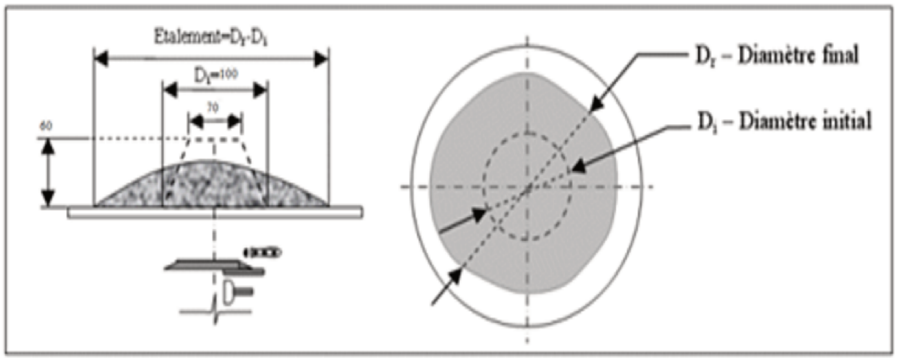


FIGURE 3-3 – Principe d'essai de la consistance du mortier de terre.

FIGURE 3-4 – Les étapes d'essai d'étalement d'un mélange de FAC + amidon.

Les tableaux 3-1 et 3-2 présentent la quantité d'eau nécessaire pour obtenir le bon étalement selon la norme NF EN 1015-3 [AFNOR NF EN 1015-3]. E est la masse de l'eau et L est la masse des FAC dans le mélange.

L'ajout d'amidon dans cette pâte argileuse, malgré son faible pourcentage, provoque

une augmentation importante de la demande en eau. Les résultats montrent que le rapport $\frac{E}{L}$ varie en fonction de l'origine botanique et du type de modifications chimiques ou physiques de chaque amidon.

Mélanges	FAC à 20 (°C)	
	Rapport E/L	Étalement (mm)
FAC	0,44	155
FAC + amidon G	0,59	158
FAC + amidon H	0,75	155
FAC + amidon I	0,59	157
FAC + amidon J	0,46	155
FAC + amidon K	0,50	155

Tableau 3-1 – Quantité d'eau nécessaire pour une pâte de FAC seules et de FAC + amidon prégélatinisé à étalement constant.

Mélanges	Température des FAC (°C)			
	20 (°C)		120 (°C)	
	E/L	Étalement (mm)	E/L	Étalement (mm)
FAC + amidon A	0,61	160	0,61	150
FAC + amidon B	0,75	156	0,76	149
FAC + amidon C	0,59	150	0,62	150
FAC + amidon D	0,72	152	0,72	152
FAC + amidon E	0,65	160	0,65	155
FAC + amidon F	0,43	151	0,43	153

Tableau 3-2 – Quantité d'eau nécessaire pour une pâte de FAC + amidon non-prégélatinisé à étalement constant.

L'augmentation de la température initiale des FAC du 20 à 120°C n'a aucune influence sur la quantité d'eau nécessaire pour avoir le même étalement de pâte.

3.1.2.2 Étude rhéologique

Après évaluation de la teneur en eau nécessaire à l'obtention d'un même niveau d'étalement des pâtes de terre et de terre/amidon, l'étude à l'état frais se poursuit avec l'aspect rhéologique.

La rhéologie est l'étude de l'écoulement et des déformations des pâtes et liquides. Les formulations étudiées sont à l'état frais, sous forme de pâtes qui permettent donc la caractérisation sur le plan rhéologique. Le mouvement d'un fluide suite à l'application d'une force s'accompagne de déformations de celui-ci, liées à la vitesse ou au taux de déformation (dérivée par rapport au temps de la déformation) qui lui est appliqué. Cela a pour conséquence un changement de la forme et de la dimension de la matière. Ces déformations donnent naissance à un système de contraintes normales et tangentielles. Les contraintes normales correspondent aux efforts de pression tendant à comprimer la matière et les contraintes tangentielles au travail dissipé en chaleur comme le frottement.

La rhéologie permet principalement de représenter les relations entre les contraintes, les déformations et les vitesses (ou taux de déformation) d'un élément de volume. L'étude permet de connaître les conditions d'écoulement de la matière. Les propriétés rhéologiques, évaluant ces conditions d'écoulement, sont le seuil de cisaillement, la viscosité et la thixotropie. De ces termes, on en déduit un modèle de comportement parmi les modèles connus dans la littérature.

3.1.2.2.1 Seuil de cisaillement

Le seuil de cisaillement est la contrainte minimale pour initier ou stopper l'écoulement. En dessous du seuil de cisaillement, les matériaux se comportent comme un solide élastique et ne s'écoulent pas. Il existe deux seuils de cisaillement : le seuil de cisaillement statique (τ_s) et le seuil de cisaillement dynamique (τ_0) qui est la contrainte minimale pour mettre le fluide en écoulement. Le seuil de cisaillement dynamique est obtenu par interpolation de la courbe d'écoulement à une vitesse de cisaillement nulle.

3.1.2.2.2 Viscosité

La viscosité est la résistance d'un fluide à sa mise en mouvement. Il existe deux types de viscosité : la viscosité dynamique (viscosité apparente) (μ) et la viscosité plastique (μ_P) qui correspond à la pente de la courbe d'écoulement du matériau en chaque point.

3.1.2.2.3 Thixotropie

Pour certains matériaux, après un long temps de repos, une sollicitation mécanique peut leur être appliquée et maintenue dans le temps, ce qui occasionnera une diminution de la viscosité apparente en fonction du temps d'application de la sollicitation. Après un repos plus ou moins long, suite à la suppression de la sollicitation mécanique, le matériau retrouve son état initial. Ces matériaux sont dits thixotropes.

La thixotropie est estimée par l'indice de thixotropie (Fig. 3-5) correspondant à l'aire entre les courbes $\tau_{max} = f(\dot{\gamma})$ et $\tau_{eq} = f(\dot{\gamma})$. τ_{max} est la contrainte maximale supportée par le fluide à un gradient de vitesse donné. τ_{eq} est la contrainte à l'équilibre, lorsque la contrainte ne varie plus, en fin d'essai à gradient de vitesse imposé.

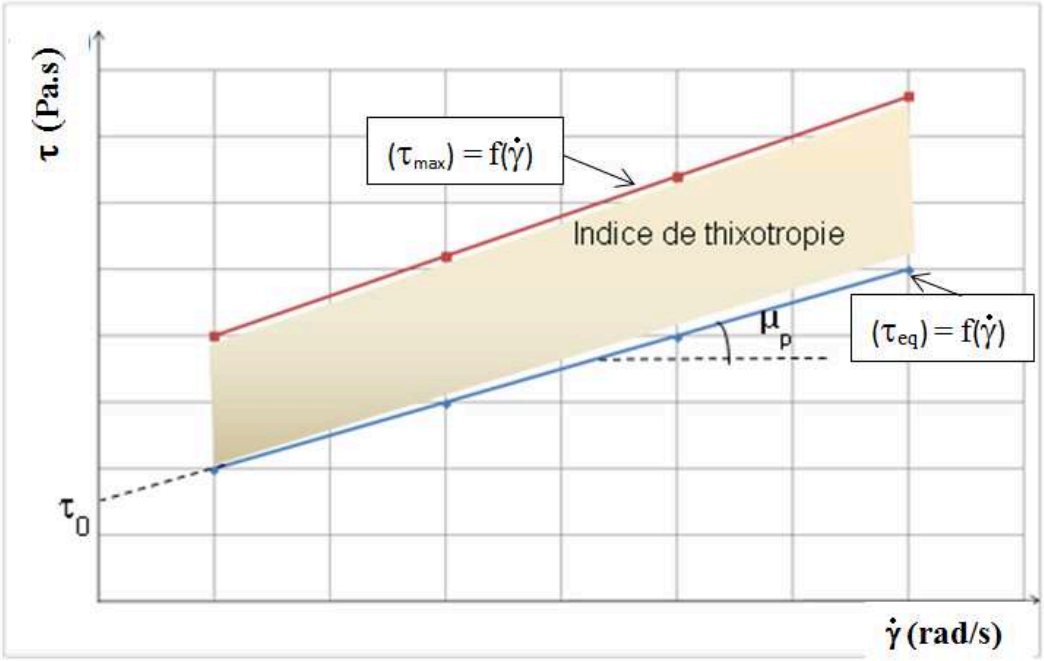


FIGURE 3-5 – Indice de thixotropie, seuil de cisaillement et viscosité plastique.

3.1.2.2.4 Modèles rhéologiques principaux

Dans la littérature, il existe plusieurs modèles pour décrire le comportement des matériaux cimentaires en régime permanent.

a) Modèle de Bingham

La contrainte de cisaillement, dans le modèle de Bingham, suit l'équation ci-dessous :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \times \dot{\gamma} \qquad (3\text{-}1)$$

Où τ est la contrainte de cisaillement qui s'exprime en Pascal (Pa), τ_0 le seuil de cisaillement dynamique (Pa), la viscosité plastique μ_p appelée également la viscosité plastique de Bingham, $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement (s^{-1}).

Le modèle de Bingham a été largement utilisé pour décrire le comportement rhéologique des matériaux à base de ciment [**TATTERSHALL and BANFILL 1983**]. Il est relativement facile à intégrer dans des solutions analytiques et peut être adapté à une grande variété de données sur une gamme limitée de taux de cisaillement.

b) Modèle de Herschel-Bulkley

Ce modèle est similaire au modèle de Bingham mise à part la présence d'une puissance pour le taux de cisaillement. Il peut être représenté par la relation suivante :

$$\tau = \tau_0 + K \times \dot{\gamma}^n \qquad (3\text{-}2)$$

Où : K est la consistance et n est l'indice de puissance qui représente la déviation d'un comportement de Bingham.

Ce modèle a été adapté pour représenter le comportement rhéologique de coulis de ciment pur avec un rapport W/C de 0,3 à 0,4 [**VOM BERG 1979**].

Le modèle de Herschel-Bulkley mène au modèle de Bingham quand n est égal à 1. Dans ce cas, la consistance représente la viscosité plastique.

c) Modèle de Bingham modifié

Ce modèle peut être considéré comme une extension du modèle de Bingham de deuxième ordre, mais aussi en tant que second ordre de l'équation de Herschel-

Bulkley, ce qui est justifiée puisque le paramètre n dans son équation dépasse rarement la valeur de 2.

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \times \dot{\gamma} + c \times \dot{\gamma}^2 \qquad (3\text{-}3)$$

Où : c : est une constante exprimée en $(Pa.s^2)$.

Le coefficient "c" représente la non-linéarité du modèle de Bingham, quand "c" est négatif le comportement est pseudo-plastique (rhéofluidifiant) et lorsque "c" est positif, le comportement est rhéoépaississant.

d) Modèle de Casson

Le modèle de Casson est donné par l'équation suivante :

$$\tau = \tau_0 + \mu_\infty \times \dot{\gamma} + 2 \times \sqrt{\tau_0 \times \mu_\infty} \times \sqrt{\dot{\gamma}} \qquad (3\text{-}4)$$

Où : μ_∞ est la viscosité apparente pour un taux de cisaillement très élevé.

Ce modèle est utilisé pour exprimer le comportement non newtonien des boues activées. Ce modèle a été jugé insatisfaisant pour décrire le comportement rhéologique de coulis de ciment pur avec un rapport W/C compris entre 0,4 et 0,8. Ceci a été attribué à la concentration en phase solide dans les coulis étudiés qui est considérablement plus élevée que celle visée par la mise au point théorique du modèle [**ATZENI *et al.* ; 1985**].

e) Modèle de De Kee

Ce modèle est représenté par l'équation suivante :

$$\tau = \tau_0 + \mu_P \times \dot{\gamma}^{e^{-\alpha \times \dot{\gamma}}} \qquad (3\text{-}5)$$

Où : α est un paramètre dépendant du temps.

Ce modèle n'a pas été employé pour décrire le comportement rhéologique du coulis de ciment, mais plutôt le comportement rhéologique des solutions de polyacrylamide hydrolysées contenant 20 g/L de NaCl [**DE KEE and CHAN MAN FONG 1994**].

f) Modèle de Yahia et Khayat

Ce modèle a été proposé par [**YAHIA and KHAYAT 2003**] et a été obtenu par

la fusion du modèle De Kee avec le modèle de Casson. Son équation est :

$$\tau = \tau_0 + 2 \times \sqrt{\tau_0 \times \mu_\infty} \times \sqrt{\dot{\gamma} e^{-\alpha \times \dot{\gamma}}} \quad (3\text{-}6)$$

Ce modèle mène à une meilleure prédiction des profils rhéologiques de coulis de ciment à hautes performances.

3.1.2.2.5 Campagne expérimentale

L'étude rhéologique dans ce travail a pour but de comparer l'influence des différents amidons sur la terre crue en déterminant la viscosité, le seuil de cisaillement et la thixotropie de chaque mélange.

Le dispositif "Thermo Scientific HAAKE Viscotester 550", présenté dans la figure 3-6 à gauche, a été utilisé pour les essais de rhéologie. Le mobile choisi pour appliquer les contraintes est le rotor en étoile FL 1000 présenté dans la figure 3-6 (à droite).

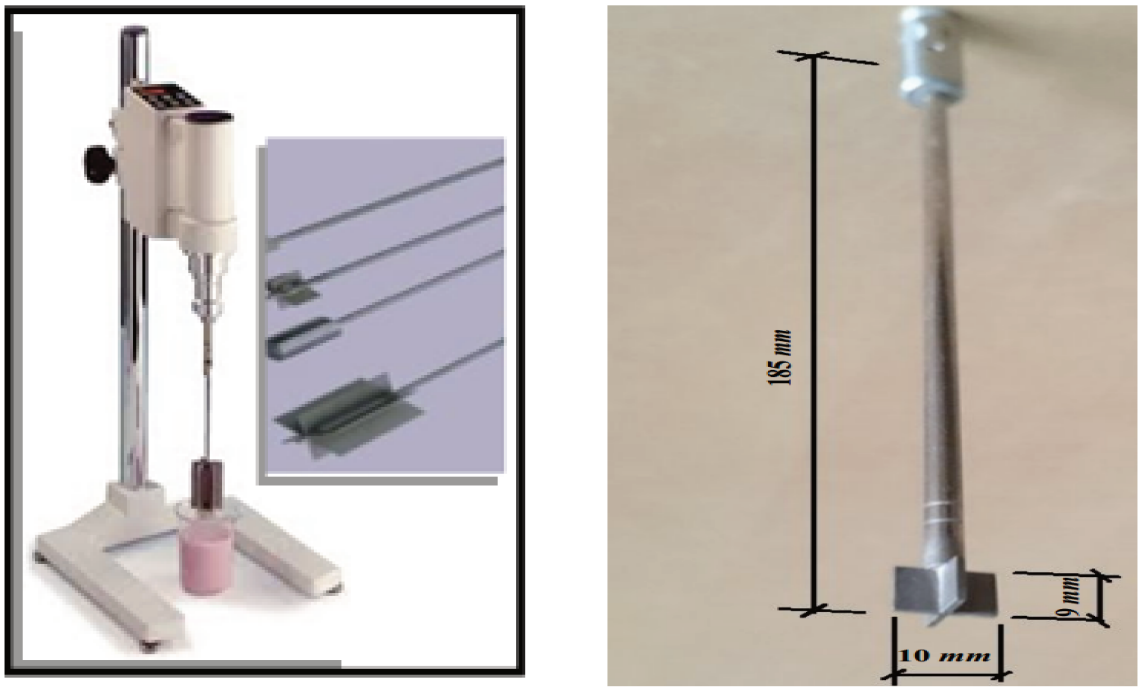


FIGURE 3-6 – Thermo Scientific HAAKE Viscotester 550 avec un rotor en étoile.

La quantité de mélange pour chaque essai a été calculée pour avoir un volume minimal d'un litre de matériau permettant d'éviter les effets de bords pendant l'essai. Pour cela,

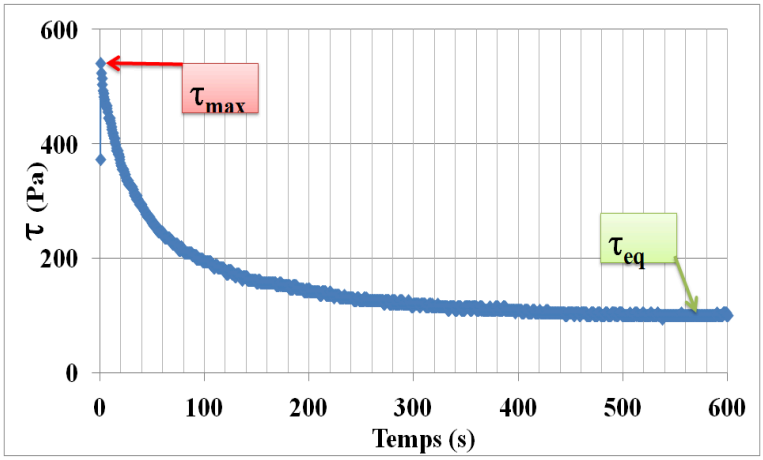


FIGURE 3-7 – Évolution de $\tau = f(temps)$.

le mélange a été placé dans un récipient cylindre de 110 mm de diamètre et de 110 mm de hauteur. Pour chaque formulation, un essai a été réalisé à quatre vitesses angulaires fixes (10, 50, 100, 150 s^{-1}). La contrainte de cisaillement max (τ_{max}) et la contrainte de cisaillement en fin d'essai à la stabilisation (τ_{eq}) ont été mesurées.

Le dispositif a été programmé pour enregistrer 500 valeurs dans les 30 premières secondes afin d'identifier la contrainte de cisaillement maximale (τ_{max}) ensuite une valeur est enregistrée toutes les 0,5 seconde jusqu'à la stabilisation de la contrainte de cisaillement (τ_{eq}) (Fig. **3-7**).

Un bain thermostaté a été utilisé en laboratoire pour maintenir la température autour de 55°C pendant l'essai rhéologique des mélanges à chaud, tandis que le mélange froid a été caractérisé à température ambiante.

Les tracés des courbes $\tau = f(\dot{\gamma})$ montrent que les mélanges à base de FAC et de FAC + amidon ont généralement un comportement rhéofluidifiant. Ces mélanges suivent le modèle de Bingham modifié :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \times \dot{\gamma} + c \times \dot{\gamma}^2 \qquad (3\text{-}7)$$

La figure **3-8** présente les courbes des contraintes de cisaillement maximales et à l'équilibre pour un mélange de FAC seule et un autre mélange de FAC + amidon H. La thixotropie est représentée par la surface de l'intervalle entre les deux courbes. Les indices

de thixotropie ont été déterminés par la méthode du trapèze entre les deux courbes. La figure 3-8 met en évidence que l'ajout de l'amidon H augmente jusqu'à 4 fois la thixotropie des FAC.

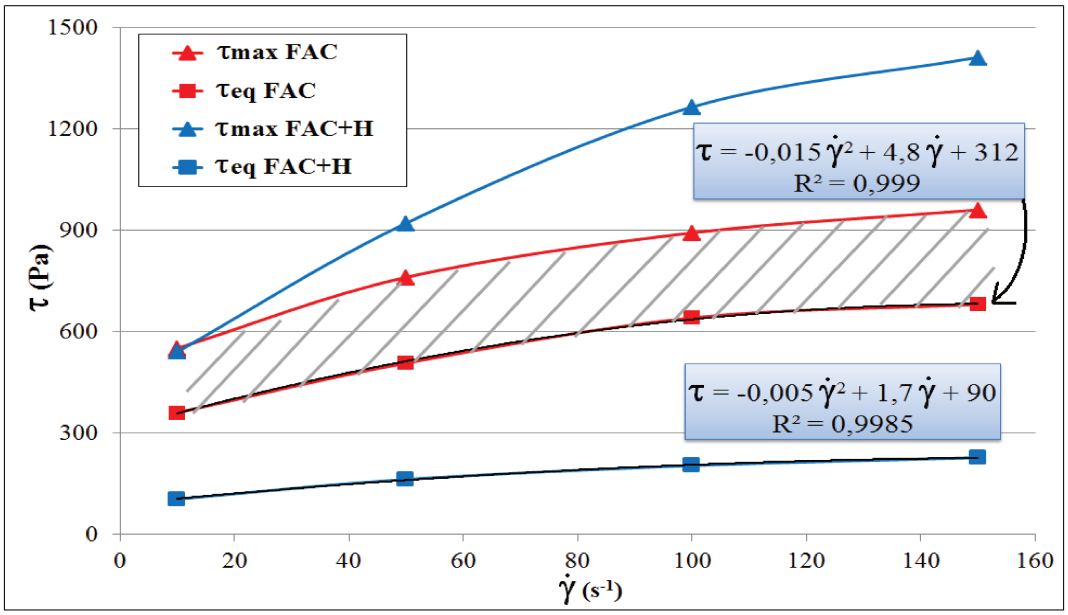


FIGURE 3-8 – Exemples d'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse des mélanges de FAC seules et de FAC + amidon H.

La figure 3-9 présente les indices de thixotropie des différents mélanges étudiés avec des FAC à 20°C. Tandis que la figure 3-10 montre des exemples de comparaison entre des mélanges de FAC à 20°C + amidon natif et de FAC à 120 °C + amidon natif.

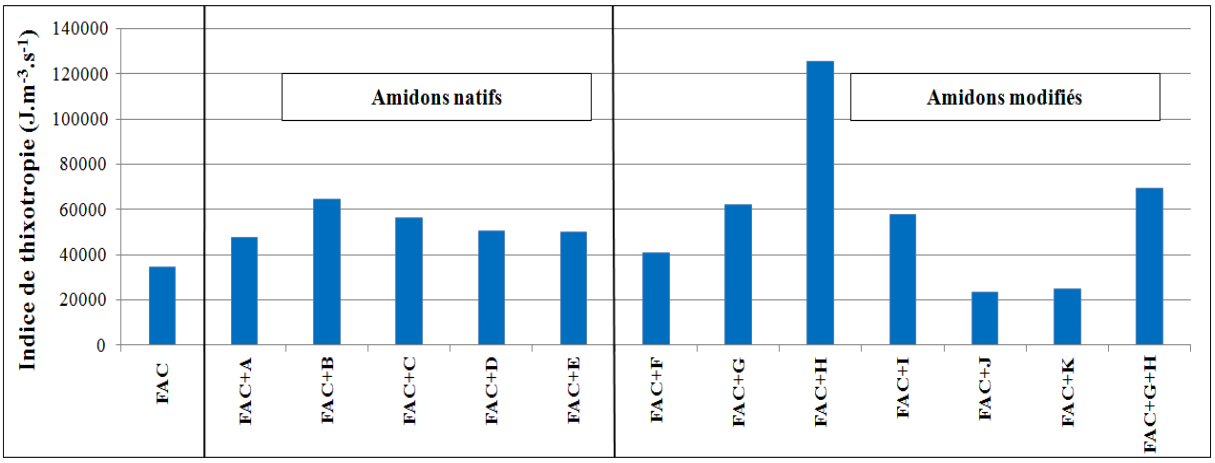


FIGURE 3-9 – Indice de thixotropie pour les mélanges de FAC seules et de FAC + amidon à 20°C.

Les figures **3-9** et **3-10** montrent que :

- Pour la plupart des formulations FAC + amidon, une augmentation significative de la thixotropie est observée en comparaison de celle des FAC seules ;
- L'ajout d'amidon J ou K aux FAC baisse la thixotropie des FAC ;
- L'ajout de l'amidon H donne la plus grande thixotropie par rapport aux autres types d'amidon ;
- Une amélioration de la thixotropie a été observée en augmentant la température des FAC de 20 à 120°C Ṗar exemple pour le mélange FAC + amidon natif A, sa thixotropie a été augmentée de 47782 jusqu'à 59480 ($J \times m^{-3} \times s^{-1}$) ;
- Une grande différence peut être observée entre deux amidons de même origine botanique. L'origine botanique n'est donc pas le seul paramètre influent. Le type de traitement (prégélatinisation, estérification, etc...) est un autre paramètre influent ;
- En mélangeant deux types d'amidons modifiés G et H (0,5% de chaque) avec les FAC à 20°C, la thixotropie est plus proche de celle du mélange FAC + amidon G et ne correspond pas à la moyenne des thixotropies obtenues avec chaque amidon seul. Cette dernière observation coïncide également avec la teneur en eau obtenue pour atteindre le même niveau d'étalement : 63% pour le mélange G + H, 60% pour le mélange G et 75% pour le mélange H.

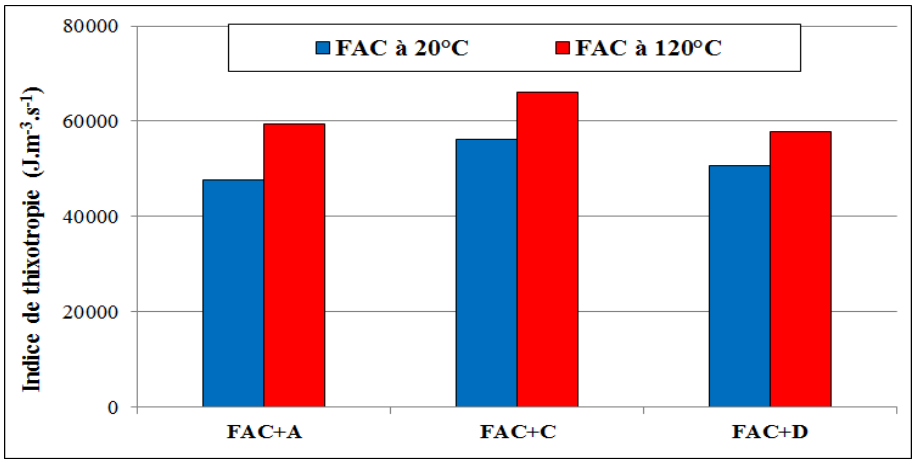


FIGURE 3-10 – Exemples de comparaison d'indice de thixotropie pour des mélanges incluant des FAC à 20 et à 120°C + amidons natifs.

Cette augmentation de l'indice de thixotropie pourrait être justifiée par l'adhérence de particules d'argile sur les grains d'amidon conduisant à un regroupement de particules ainsi qu'à la capacité d'absorption de l'amidon qui peut réduire l'eau disponible dans le mélange. Grâce à ce phénomène, la pâte de FAC/amidon résiste à la vitesse de cisaillement ce qui donne une contrainte de cisaillement élevée, puis la résistance redescend jusqu'à atteindre la contrainte de cisaillement à l'équilibre.

Le tableau **3-3** présente les paramètres de l'équation de Bingham modifié : le seuil de cisaillement dynamique τ_0 (Pa), la viscosité plastique μ_P ($Pa \times s$) et la constante c ($Pa \times s^2$) ainsi que l'écart type pour les mélanges étudiés.

Formulations	**T des FAC (°C)**	**Bingham modifié**			
		c $(Pa.s^2)$	μ_P $(Pa.s)$	τ_0 (Pa)	R^2
FAC	20	-0,015	4,8	312	1
FAC + Amidon A	20	-0,003	1,7	199	0,97
FAC + Amidon A	120	0	0,4	316	1
FAC + Amidon B	20	-0,002	0,5	90	0,89
FAC + Amidon C	20	-0,013	3,4	117	0,92
FAC + Amidon C	120	-0,023	5	120	0,99
FAC + Amidon D	20	-0,011	2,3	73	0,99
FAC + Amidon D	120	-0,005	1,8	77	0,97
FAC + Amidon E	20	-0,008	2,5	146	0,97
FAC + Amidon F	20	-0,02	5,3	305	0,96
FAC + Amidon G	20	-0,003	1,1	55	0,92
FAC + Amidon H	20	-0,005	1,7	90	1
FAC + Amidon I	20	-0,008	2,5	242	1
FAC + Amidon J	20	-0,025	5,6	371	1
FAC + Amidon K	20	-0,013	4,3	422	1
FAC + Amidon G+H	20	-0,01	4,8	366	1

Tableau 3-3 – Valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié.

Les valeurs présentées dans le tableau ci-dessus montrent :

— Que la viscosité dynamique et le seuil de cisaillement varient pour un même amidon entre les deux températures différentes des FAC cependant, l'évolution des valeurs n'est pas la même selon l'amidon ce qui ne permet pas de définir une corrélation. Les températures des mélanges sont proches. Une étude spécifique serait à mener pour vérifier ces résultats et confirmer l'influence de la température de la partie minérale ;

— Que la plus petite viscosité a été obtenue avec un mélange de FAC à 120°C + amidon A ;

— Qu'une augmentation du seuil de cisaillement dynamique τ_0 a été observée pour le mélanges FAC à 120℃ + amidon A. Avec les amidons C et D, il n'y a quasiment pas de différence ;
— Que le plus petit seuil de cisaillement a été obtenu avec un mélange de FAC + amidon G ;
— Que le mélange de FAC + amidon G + H a eu des valeurs de viscosité et de seuil de cisaillement plus importantes que celles obtenues avec les mélanges de FAC + amidon G ou de FAC + amidon H. Ces valeurs sont proches des valeurs obtenues avec le mélange de FAC seules. Il ne semble donc pas y avoir d'interpolation possible lorsque des mélanges d'amidons sont faits.

Un test sur le mélange FAC + amidon H a consisté à refaire l'essai au viscosimètre à différents temps de repos ($t = 0$ s puis après 10, 20 et 30 $minutes$) avec la même vitesse angulaire. Les résultats de ce test montrent un comportement rhéologique identique avec des contraintes de cisaillement maximales quasi-similaires qui confirme la capacité de l'amidon H à changer la thixotropie de la terre et à maintenir ce niveau de thixotropie dans le temps.

3.1.3 Étude du comportement à l'état durci

3.1.3.1 Fabrication des éprouvettes

Après l'étude de la demande en eau et du comportement rhéologique des mélanges, l'étude à l'état durci est détaillée. Le but de cette partie est de suivre l'évolution des formulations au séchage et de mesurer les résistances mécaniques.

Pour cette étude, trois éprouvettes prismatiques ($4 \times 4 \times 16$ cm^3) ont été fabriquées par formulation (Fig. **3-11**). Les éprouvettes ont été fabriquées par moulage sans compactage mécanique. Les moules ont ensuite été placés sur une table vibrante pendant 10 secondes afin de mettre en place le mélange. La consistance quasi-similaire, de type pâte, de tous les mélanges permet une bonne mise en place. La même masse de matière humide a été utilisée pour fabriquer chaque éprouvette de même formulation.

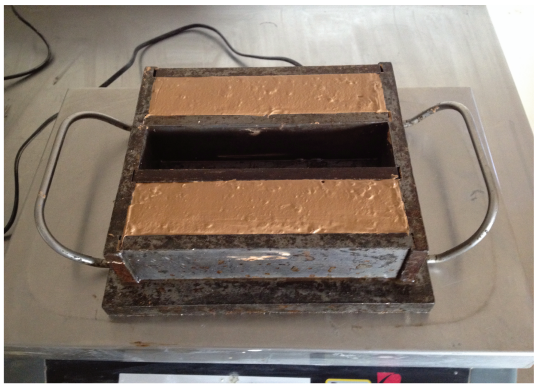


FIGURE 3-11 – Éprouvettes dans le moule au moment de la fabrication.

3.1.3.2 Suivi du séchage

Après fabrication, les éprouvettes ont été placées et conservées dans une enceinte climatique à une température de 20°C et une humidité relative de 40% pendant 21 jours (Fig. 3-12). Pendant la durée du séchage, l'évolution de la teneur en eau et l'état des éprouvettes ont été suivis jusqu'aux essais mécaniques.

FIGURE 3-12 – Éprouvettes conservées dans l'enceinte climatique.

Le démoulage se fait deux jours après fabrication. La figure 3-13 montre des éprouvettes des formules FAC + amidon D (à droite) et FAC + amidon J (à gauche) deux jours après la fabrication.

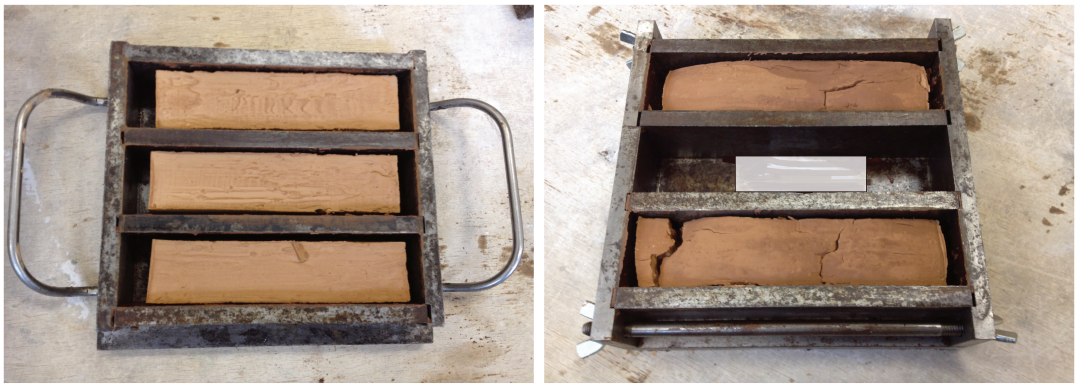


Figure 3-13 – Éprouvettes dans les moules deux jours après fabrication.

Il faut approximativement 7 jours pour arriver à la stabilisation de masse. La figure **3-14** présente un exemple de suivi de la teneur en eau pendant les seize premiers jours après la fabrication pour des éprouvettes de FAC, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H. Un comportement similaire est observée pour les autres formulations, quelle que soit la teneur en eau initiale, avec les mêmes conditions de séchage.

A 21 jours de stockage et après essais mécaniques, les éprouvettes ont été séchées dans une étuve à 105°C pendant 48 heures. Les masses des éprouvettes ont été prises avant et après mise à l'étuve. Les teneurs en eau ont ensuite été calculées. Leurs valeurs étaient comprises entre 0,5 et 1% de la masse apparente.

Les retraits volumiques des éprouvettes sont importants comme le montre la figure **3-13** et semblent directement liés à la quantité d'eau présente au départ. Les valeurs de retraits volumiques sont comprises entre 28 et 45%. Les masses volumiques apparentes des éprouvettes d'une même formulation, à 21 jours (au moment de faire les essais mécaniques) étaient quasi-similaires (1-2% de variation entre les masses volumiques).

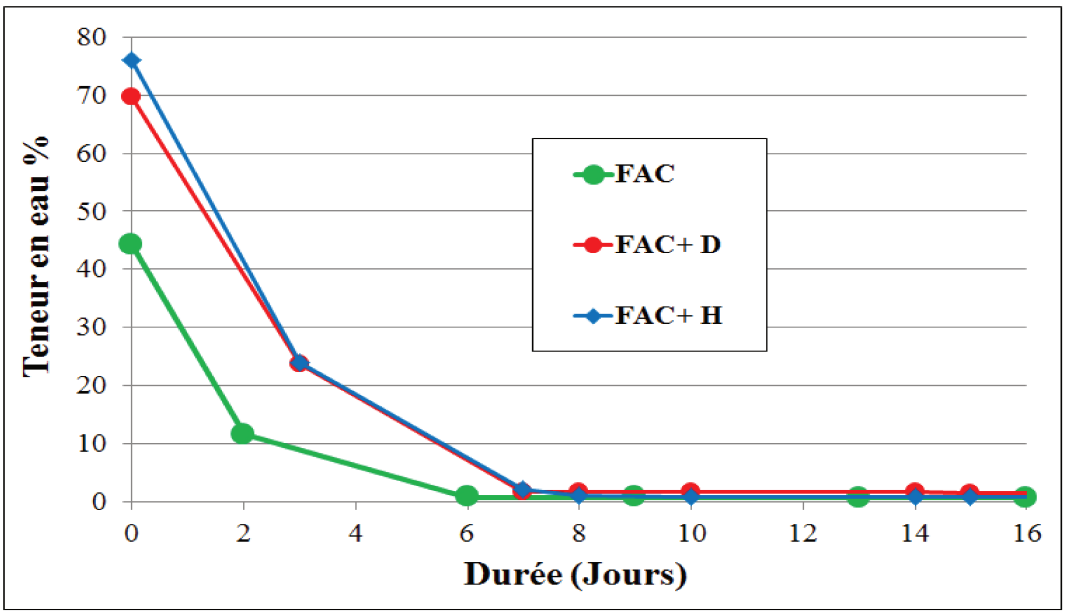


FIGURE 3-14 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H.

Pendant la durée du séchage, l'apparition de fissures, la déformation de l'éprouvette, des éclats, un bullage ou/et une variation de couleur pouvaient être observés pour certaines formulations (Fig. 3-15). Les éprouvettes présentant des fissures ou des déformations invalidaient la formulation. Les formules FAC + J et FAC + K ont ainsi été écartées de la suite de l'étude (Fig. 3-15). Le bullage et la variation de couleur ont été considérés comme des défauts d'aspect et non des défauts structurels.

FIGURE 3-15 – Éprouvettes déformées et fissurées de FAC + amidon J (gauche)et de FAC + amidon K (droite).

La figure 3-16 montre les masses volumiques apparentes des éprouvettes 21 jours après

fabrication. Les différences de masses volumiques apparentes sont justifiées par la teneur en eau initiale des mélanges étudiés.

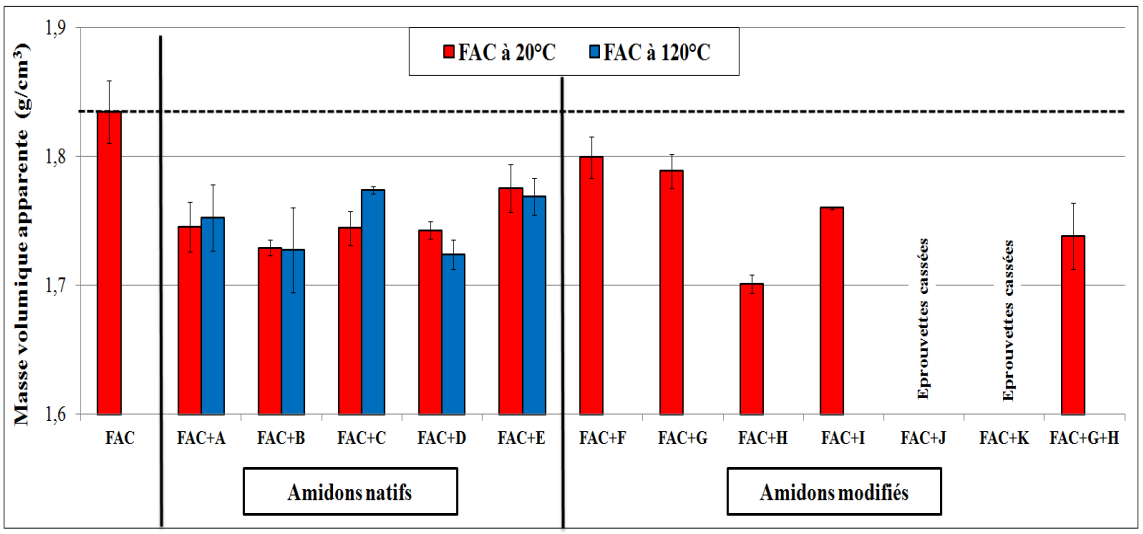


FIGURE 3-16 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées après 21 jours.

3.1.3.3 Essais mécaniques

Après la période de séchage de 21 jours, l'étude du comportement à l'état durci a été réalisée sur toutes les éprouvettes qui n'ont pas présentées de fissures ou de déformations. Toutes les formulations, sauf celles avec l'amidon J et l'amidon K, ont été testées à la flexion et en compression.

Une presse électromécanique Shimadzu de capacité 50 kN munis de dispositifs de compression et flexion pour éprouvettes ($4 \times 4 \times 16$ cm^3) a été utilisée pour les essais (Fig. **3-17**). Les essais mécaniques ont été réalisés selon la norme EN 1015-11 [**AFNOR NF EN 1015-11**].

FIGURE 3-17 – Presse électromécanique Shimadzu 50 kN (centre) avec dispositifs de compression (gauche) et de flexion (droite).

3.1.3.3.1 Résistance à la flexion trois points

La vitesse de chargement est de 4 N/s afin d'appliquer une charge adaptée à des matériaux faiblement résistants tout en respectant la norme EN 1015-11 [**AFNOR NF EN 1015-11**].

3.1.3.3.2 Résistance en compression

La résistance en compression des mélanges est obtenue en suivant la norme NF EN 1015-11 [**AFNOR NF EN 1015-11**]. Les résistances en compression sont effectuées avec la même presse que l'essai de flexion et avec un dispositif pour essai de compression sur éprouvettes ($4 \times 4 \times 16\ cm^3$). La charge de compression a été appliquée à une vitesse de chargement de 48 N/s adaptée à nos mélanges et respectant la norme NF EN 1015-11 [**AFNOR NF EN 1015-11**].

Le principe de cet essai est de charger une demi-éprouvette obtenue après l'essai de flexion afin de pouvoir déterminer la résistance en compression des éprouvettes. Deux essais de compression sont ainsi réalisés par éprouvette fabriquée.

3.1.3.3.3 Résultats et discussions

Les figures 3-18 et 3-19 présentent les résultats des résistances à la flexion et en compression pour les éprouvettes de FAC seules et de FAC à 120 °C associées aux amidons natifs ainsi que pour les éprouvettes de FAC à 20 °C + amidon natifs et modifiés.

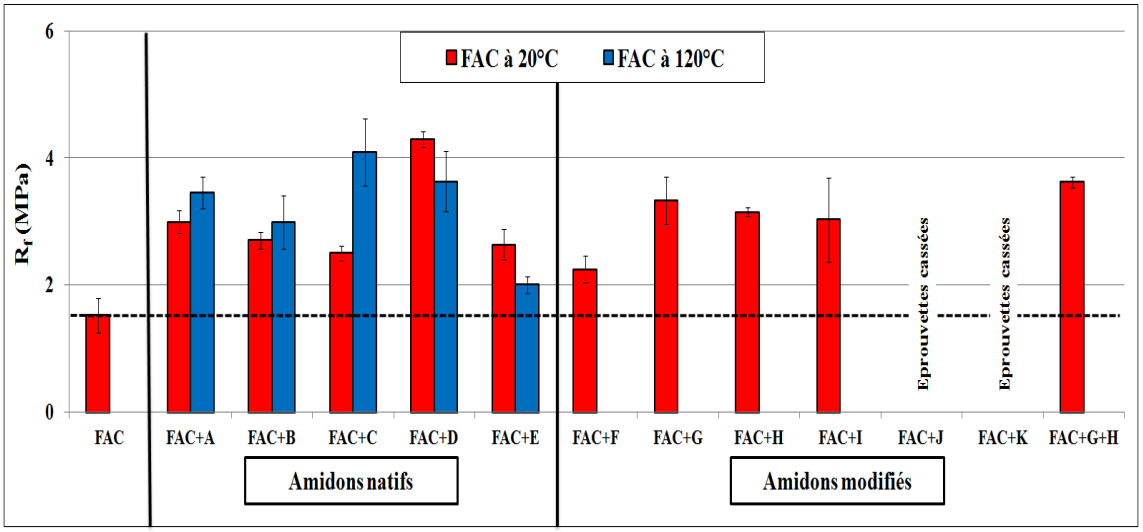


FIGURE 3-18 – Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC et de FAC + chaque amidon après 21 jours.

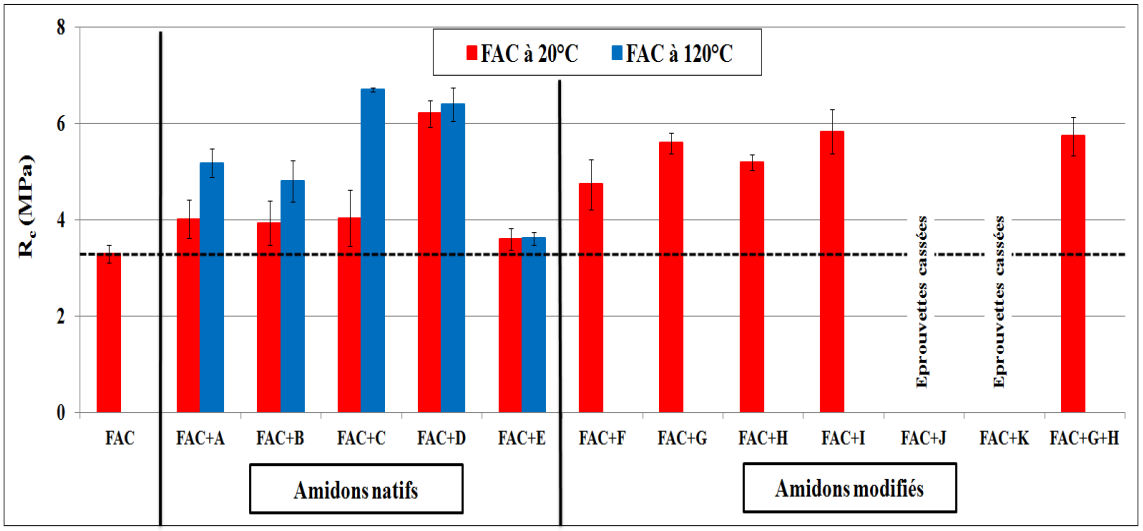


FIGURE 3-19 – Résistances en compression des éprouvettes de FAC et de FAC + chaque amidon après 21 jours.

Les résultats obtenus montrent que :

— Pour la plupart des formulations, une augmentation significative des résistances mécaniques pour les mélanges de FAC + amidon en comparaison avec les éprouvettes de FAC seules. L'amidon ajouté aux FAC améliore donc la résistance des éprouvettes par rapport aux éprouvettes de FAC seules, quel que soit son origine botanique ou le type de modification. Le traitement appliqué aux amidons modifiés rend difficile un comparatif entre amidon natif et amidon modifié de même origine botanique ;

— L'augmentation de la température initiale des FAC de 20 à 120℃ a très peu d'effet sur les résistances mécaniques des mélanges avec les amidons natifs sauf pour l'amidon C ;

— Le mélange FAC à 20℃ + amidon D a eu la meilleure résistance à la flexion par rapport aux autres mélanges ;

— L'évolution des résistances mécaniques n'est pas corrélable avec les demandes en eau à l'état frais pour obtenir le même niveau d'étalement.

3.1.3.4 Effet du changement des conditions de stockage sur les éprouvettes

Les résistances mécaniques des matériaux argileux dépendent largement de leurs teneurs en eau et de leurs conditions de stockage. Pour vérifier nos résultats et bien comprendre le comportement de chaque type d'amidon, des études complémentaires ont été réalisées permettant d'étudier l'influence d'un changement des conditions de température et/ou d'humidité pendant la période de séchage.

De par les résultats obtenus précédemment, deux types d'amidon ont été choisis pour cette étude : l'amidon natif D qui avait la meilleure résistance à la flexion ainsi que l'une des meilleures résistances à la compression, et l'amidon prégélatinisé H pour sa capacité d'augmenter la thixotropie des FAC.

La même méthode de fabrication des éprouvettes ($4 \times 4 \times 16\ cm^3$) a été utilisée. La conservation des éprouvettes est réalisée soit à l'air ambiant, soit dans une enceinte climatique (trois éprouvettes par formulation et par mode de conservation). Pendant la phase de conservation, l'état des éprouvettes a été observé et la masse comme les dimensions ont été relevées jusqu'à réalisation des essais mécaniques.

L'étude sous différentes conditions de stockage dans l'enceinte climatisée porte sur l'effet du changement de température et humidité sur les performances physico-mécaniques. A l'air ambiant, la température et l'humidité étaient stables avec des valeurs de 20 ± 2°C et 55 ± 5% respectivement.

Pour atteindre cet objectif, sept protocoles de durcissement (PD) ont été suivis sur des éprouvettes à base de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H :

- PD 1 : éprouvettes conservées à 20°C et 40% HR pendant 21 jours ;
- PD 2 : éprouvettes conservées à 20°C et 70% HR jusqu'à stabilisation de masse puis à 20°C et 40% HR jusqu'à 21 jours ;
- PD 3 : éprouvettes conservées à 40°C jusqu'à stabilisation de masse puis à 20°C et 40% HR jusqu'à 21 jours ;
- PD 4 : éprouvettes conservées à 60°C jusqu'à stabilisation de masse puis à 20°C et 40% HR jusqu'à 21 jours ;

— PD 5 : éprouvettes conservées à 100°C jusqu'à stabilisation de masse puis à 20°C et 40% HR jusqu'à 21 jours ;

— PD 6 : éprouvettes conservées à 20°C et 40% HR pendant 14 jours. Ces éprouvettes ont ensuite été exposées à une humidité relative de 100% pendant 7 jours ;

— PD 7 : éprouvettes conservées à l'air ambiant pendant 21 jours. Un capteur de température et d'humidité a été placé dans la pièce. La température moyenne relevée est de 20 ± 2°C et l'humidité relative moyenne est de 55 ± 5%.

3.1.3.4.1 Fabrication et suivi de séchage des éprouvettes

Les éprouvettes de FAC + amidon D conservées à 40 et 60°C (PD 3 et PD 4) ont subi des déformations et des fissurations. Elles ont pu tout de même être testées en compression. Les éprouvettes de FAC + amidon D et FAC + amidon H conservées à 100°C (PD 5) ont également subi des fissurations et des déformations. Elles n'ont pas été testées mécaniquement (Fig. **3-20**).

FIGURE 3-20 – Éprouvettes de FAC + amidon D conservées à 40, 60 et 100°C.

Le changement des conditions de stockage influence la durée nécessaire pour atteindre une stabilisation de la masse. Les figures **3-21** et **3-22** montrent l'évolution quasi-similaire dans le temps de la teneur en eau pour les éprouvettes à base de FAC + amidon D et de FAC + amidon H, selon le type de protocole de durcissement.

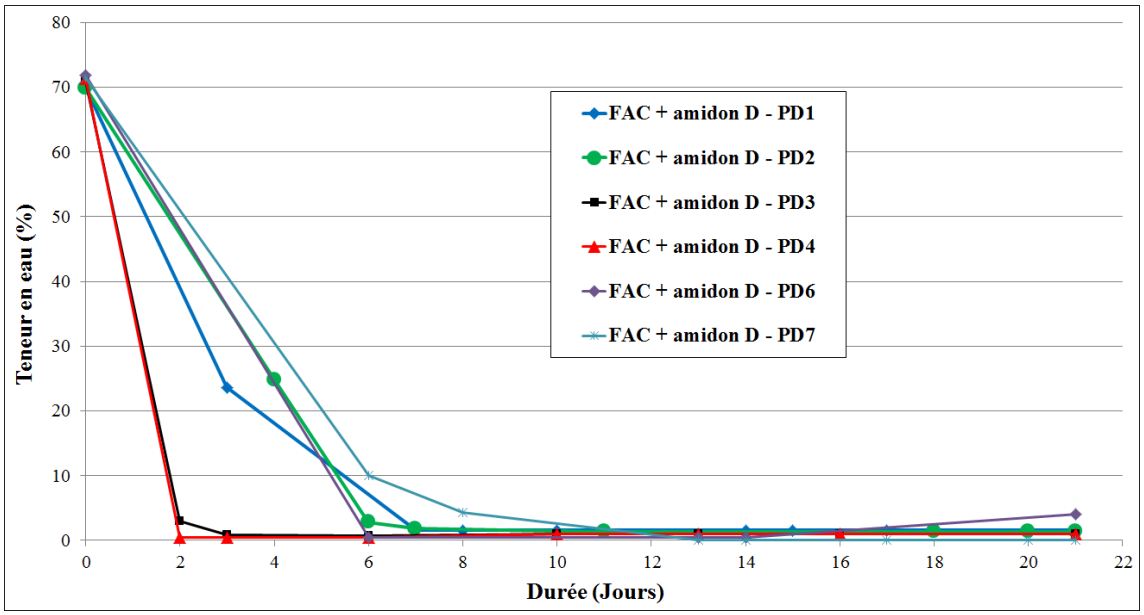


FIGURE 3-21 – Suivi de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + amidon D selon le protocole de durcissement.

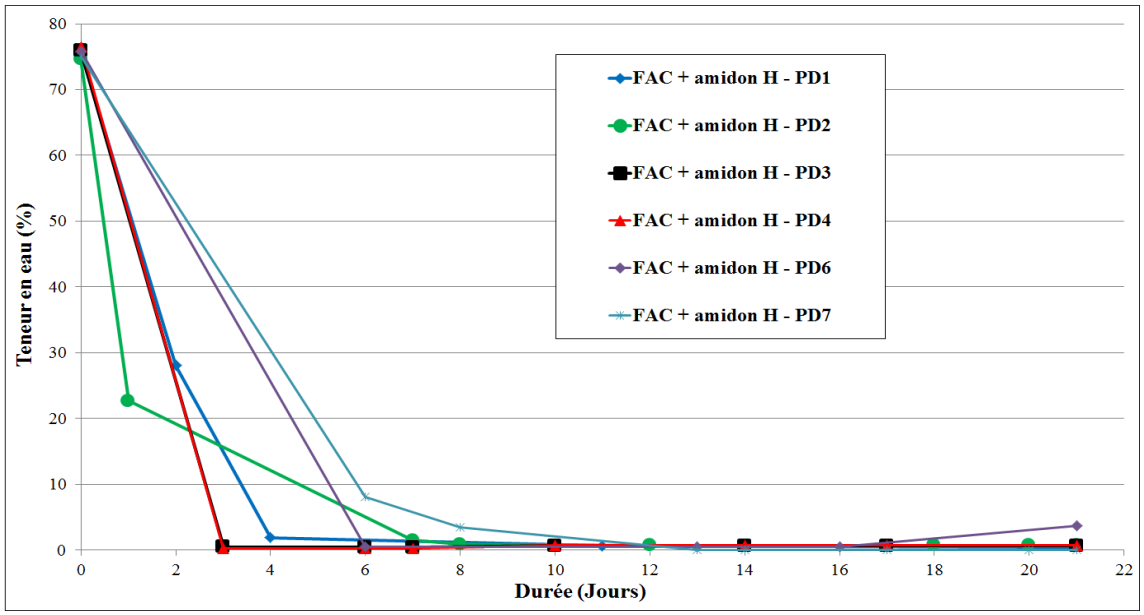


FIGURE 3-22 – Suivi de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + amidon H selon le protocole de durcissement.

Les masses des éprouvettes étaient stables après 2 à 3 jours à des températures de 40, 60 ou 100°C, après une semaine pour les éprouvettes conservées à 20°C et 40 ou 70% HR, et 10 jours pour les éprouvettes conservées à l'air ambiant.

Les figures **3-23** et **3-24** présentent les masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées selon les différents protocoles de durcissement à 21 jours de stockage. La quantité initiale d'eau présente dans les éprouvettes influence fortement leur masse volumique apparente en fin du séchage.

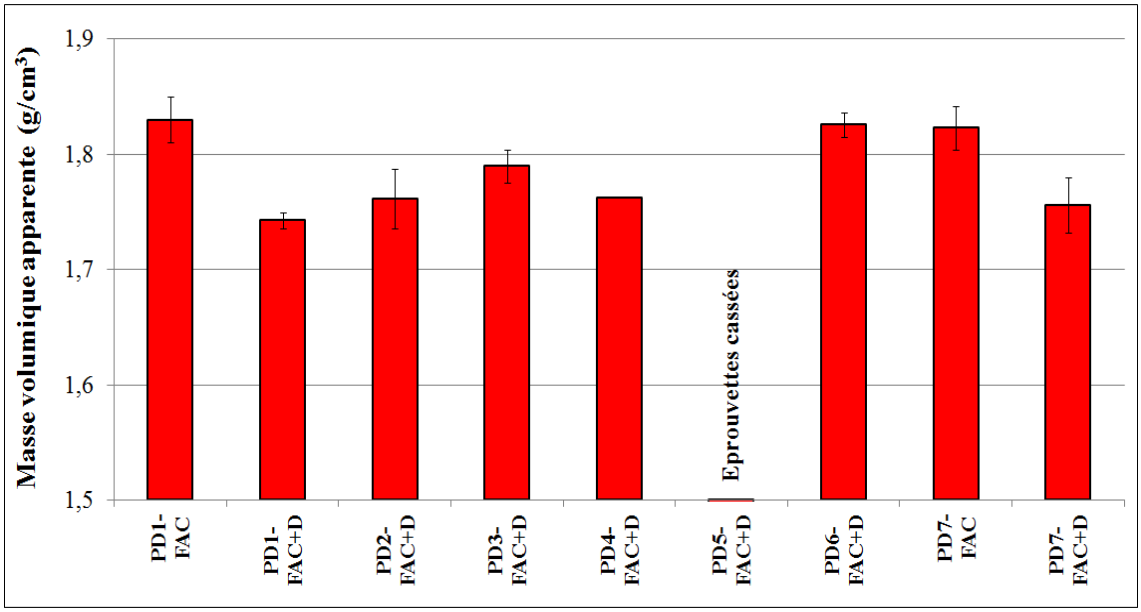


FIGURE 3-23 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

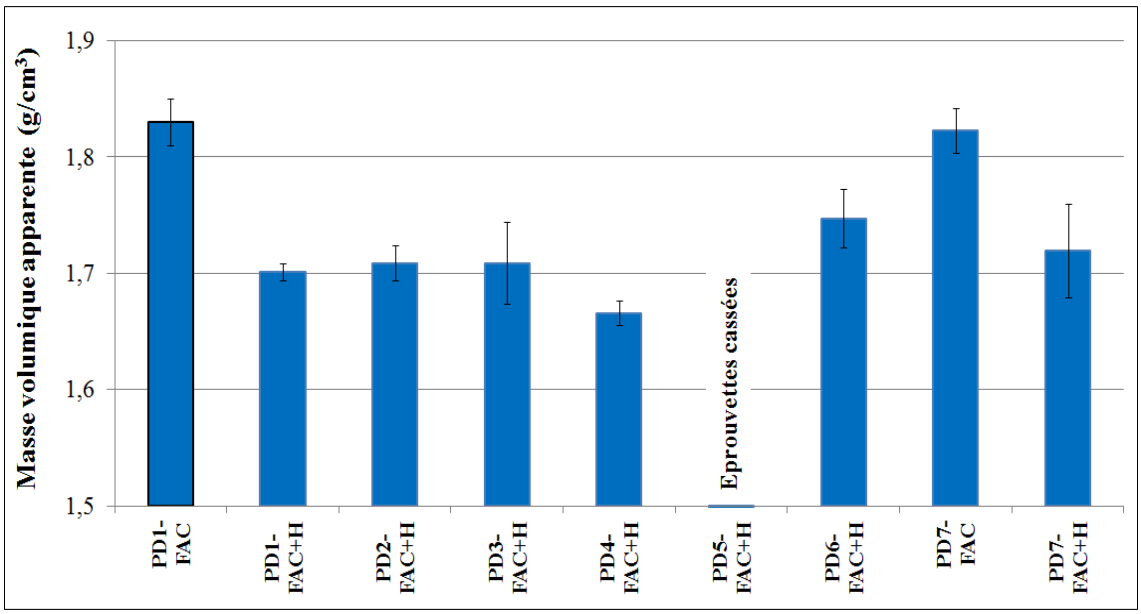


FIGURE 3-24 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

3.1.3.4.2 Résultats mécaniques

Les figures **3-25** et **3-26** présentent les résistances à la flexion, et les figures **3-27** et **3-28** les résistances en compression des éprouvettes étudiées.

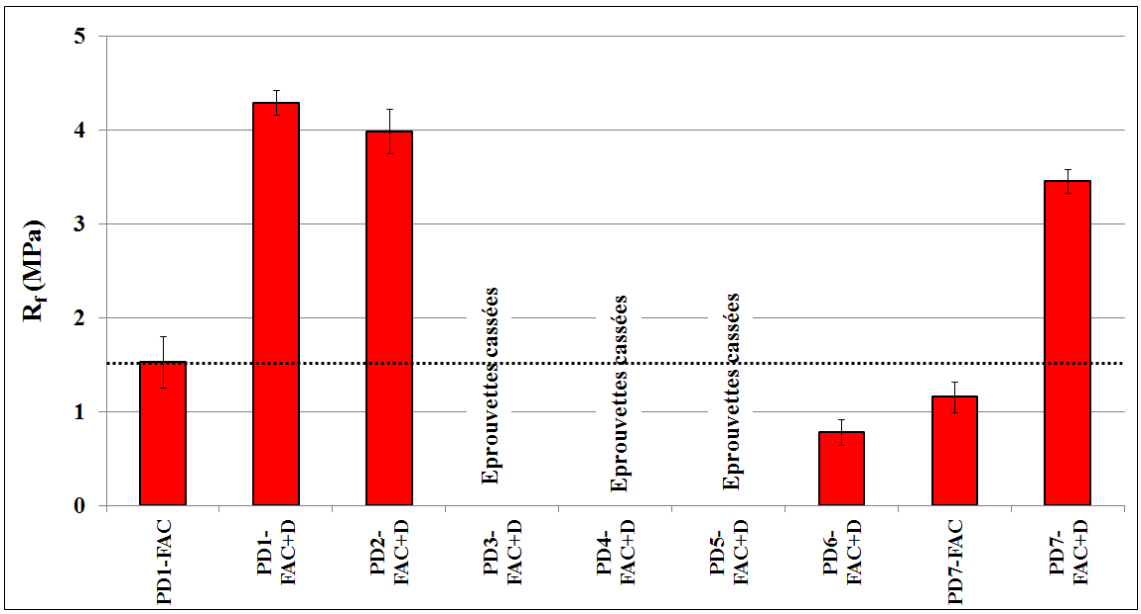


FIGURE 3-25 – Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

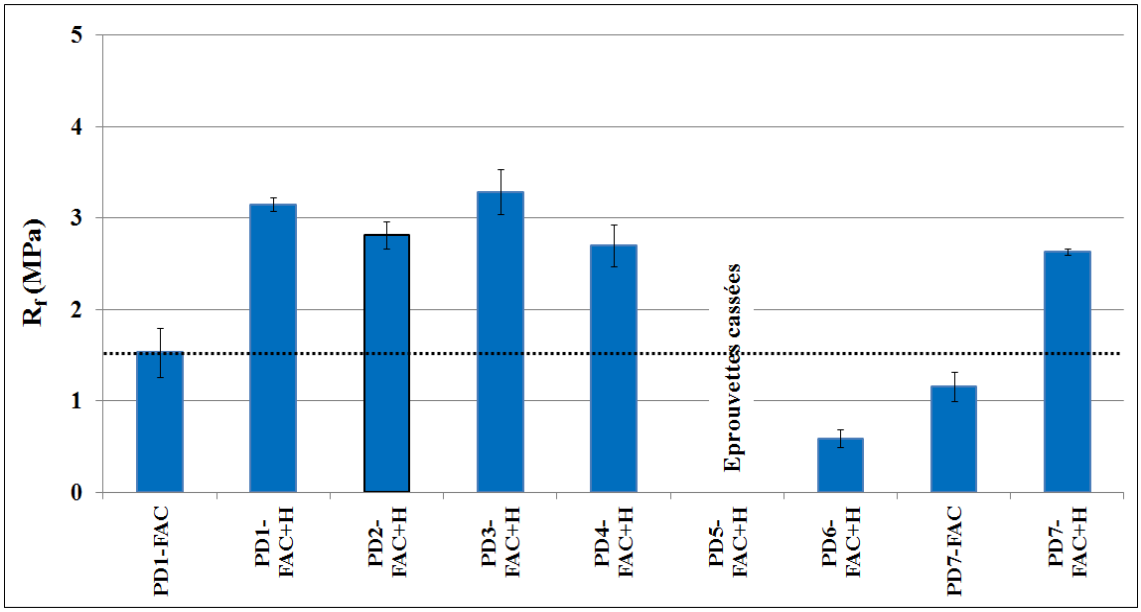


FIGURE 3-26 – Résistances à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

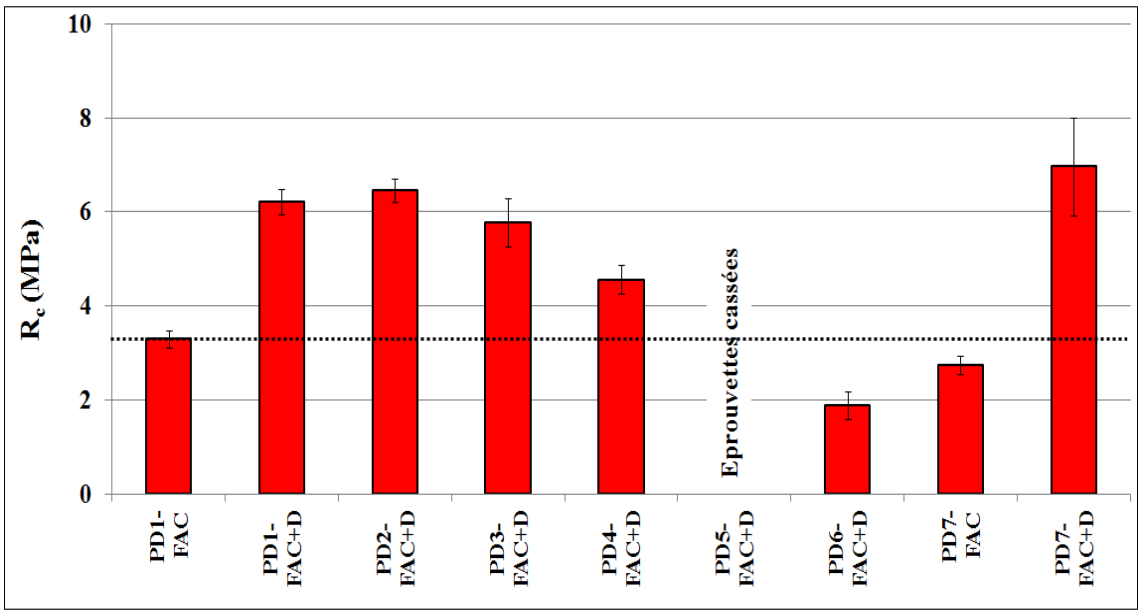


FIGURE 3-27 – Résistances en compression des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

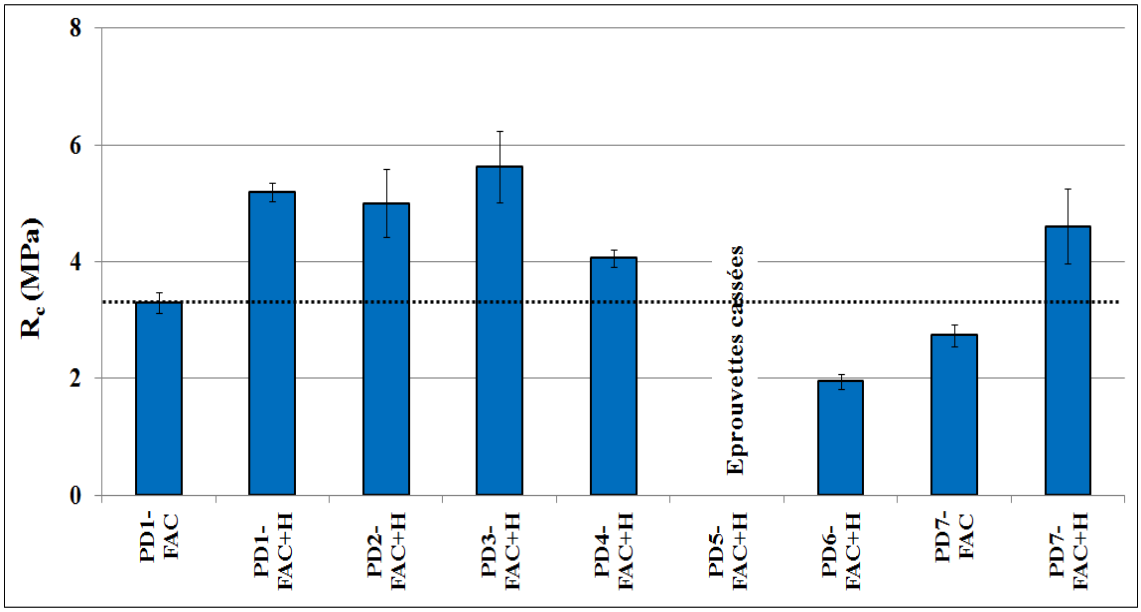


FIGURE 3-28 – Résistances en compression des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différents protocoles de conservation à 21 jours.

Les résultats obtenus montrent une forte corrélation entre les conditions de stockage et les résistances mécaniques :

— Pour les éprouvettes de FAC + amidon D, la meilleure résistance mécanique à la

flexion a été obtenue avec le premier, deuxième et septième protocoles donc à une température de 20°C et à une humidité relative comprise entre 40 et 70% et à l'air ambiant. Les mêmes protocoles ont permis d'avoir les plus grandes résistances en compression. La différence entre les trois résistances obtenues est d'environ 0,5 MPa ;

— Pour les éprouvettes FAC + amidon H, les meilleures résistances mécaniques ont été obtenues avec le premier et le troisième protocole donc à une température de 20°C et à une humidité relative de 40% ainsi qu'à 40°C ;

— Pour une humidité relative très importante (près de 100%), la résistance mécanique baisse considérablement car les éprouvettes reprennent de l'humidité ;

— Une température de stockage supérieure à 40°C n'est pas recommandée.

Un complément d'étude a été réalisé en augmentant la durée de cure de 7 jours selon les conditions suivantes :

+ PD 1 : après 21 jours selon le protocole de durcissement (PD 1), la cure supplémentaire de 7 jours a été réalisée selon trois modes différents :

PD 1-a Les éprouvettes sont maintenues à 20°C et 40% HR ;

PD 1-b Les éprouvettes sont soumises à des cycles de variation de température et d'humidité selon le cycle type présenté en figure **3-29**. Ce cycle est répété 28 fois sur une période de 7 jours.

PD 1-c Les éprouvettes sont placées dans l'enceinte climatique à 20 ± 2°C et 100% HR.

+ PD 7 : les éprouvettes ont été conservées à l'air ambiant pendant 28 jours.

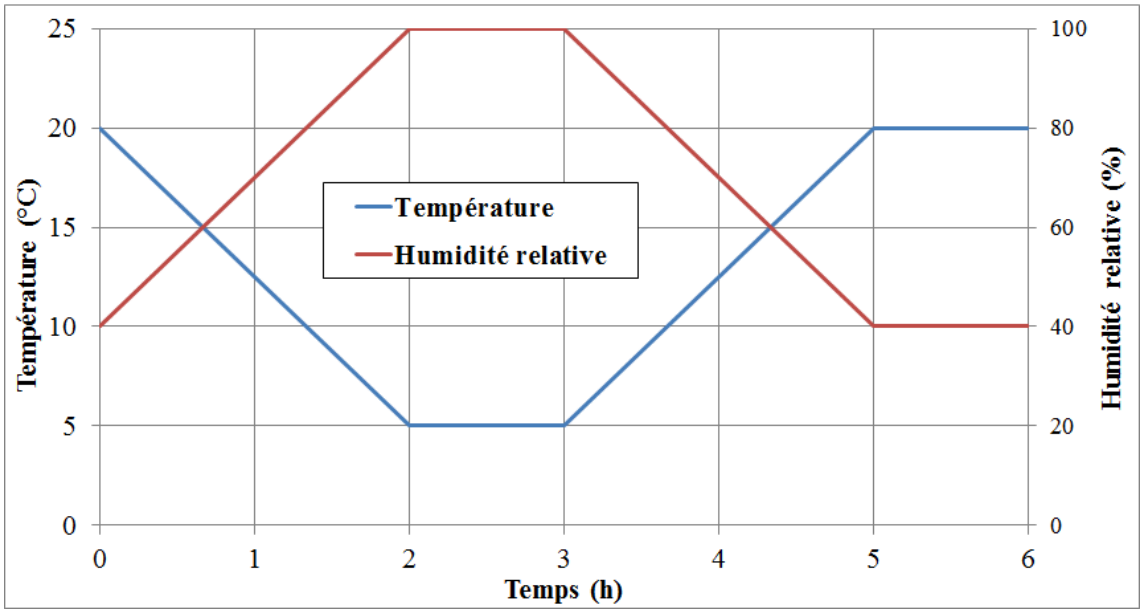


FIGURE 3-29 – Cycle type de variation de températures et d'humidités.

Les figures **3-30** et **3-31** présentent les masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées selon les différentes conditions de prolongation de stockage. Ces figures montrent que les masses volumiques apparentes des éprouvettes fabriquées pour l'étude à 28 jours étaient similaires à celles testées à 21 jours.

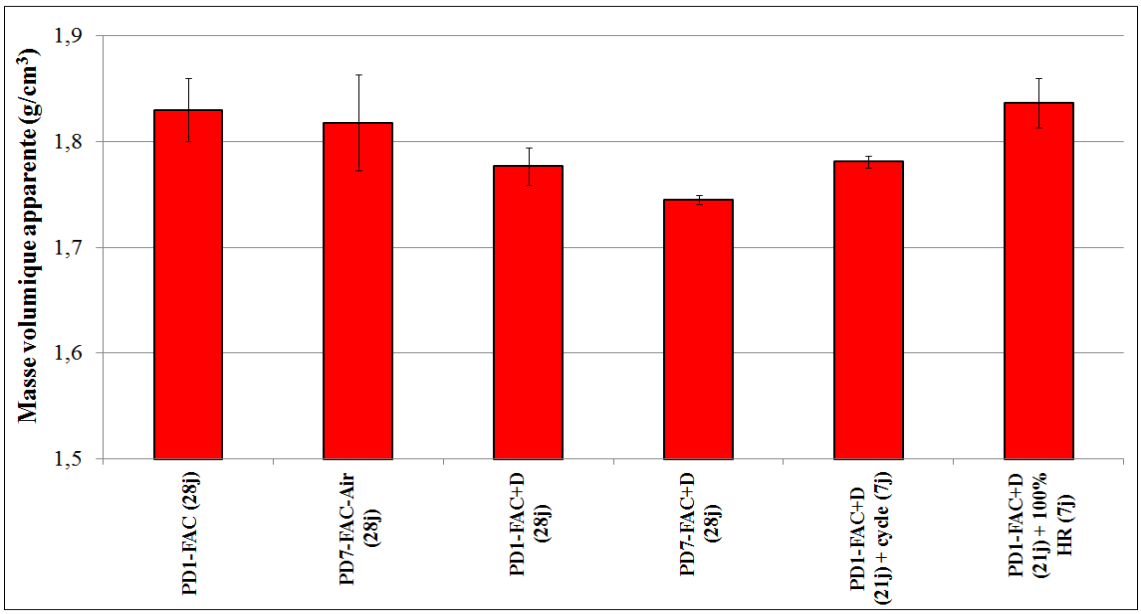


FIGURE 3-30 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

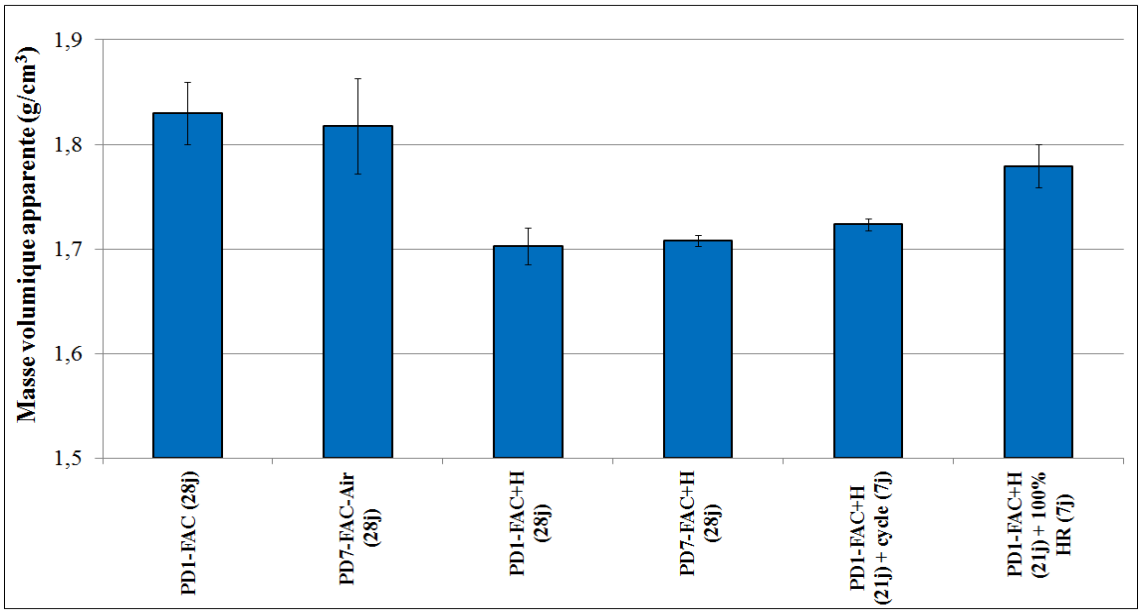


FIGURE 3-31 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

Les figures **3-32** et **3-33** présentent les résistances mécaniques à la flexion, et les fi-

gures 3-34 et 3-35, les résistances mécaniques en compression des éprouvettes ayant subi la prolongation de cure d'une semaine.

Les résistances mécaniques des éprouvettes à base de FAC seules et de FAC + amidon H stockées dans l'enceinte à 20 ℃ et 40% HR ainsi qu'à base de FAC seules stockées à l'air ambiant sont quasi-similaires à 21 jours et à 28 jours. Une baisse de résistance a été observée à 28 jours pour les éprouvettes à base de FAC + amidon D et de FAC + amidon H stockées à l'air ambiant. Tandis qu'une amélioration des résistances mécaniques entre 21 et 28 jours peut être remarquée pour les éprouvettes à base de FAC + amidon D ayant subi la cure de PD 1 (28 jours à 20℃ et 40% HR) avec une augmentation de 1 MPa à la flexion et de 2 MPa en compression.

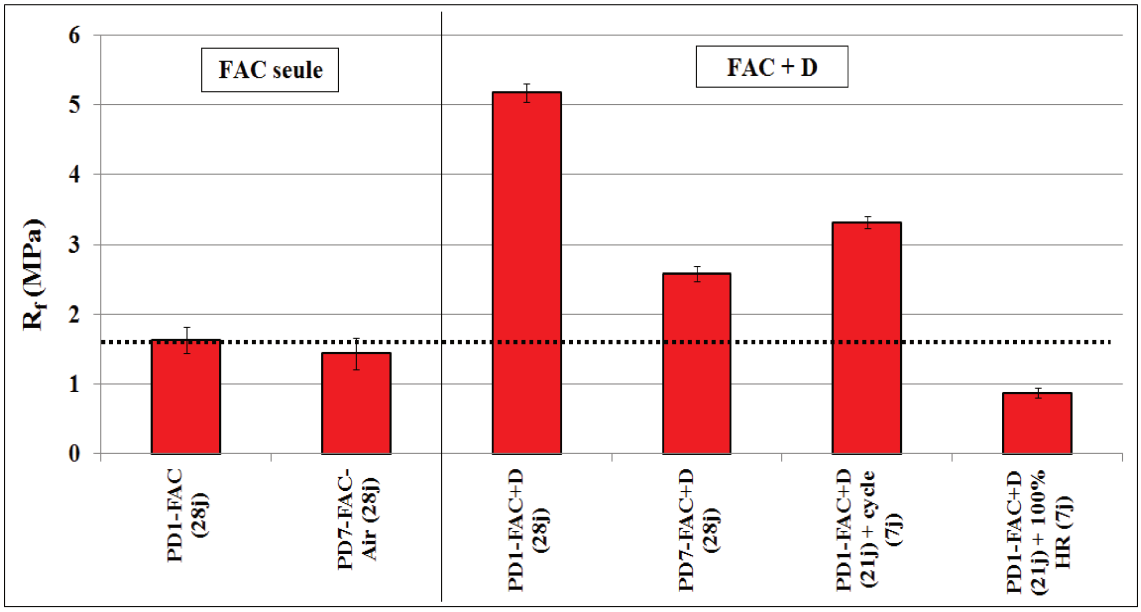


Figure 3-32 – Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

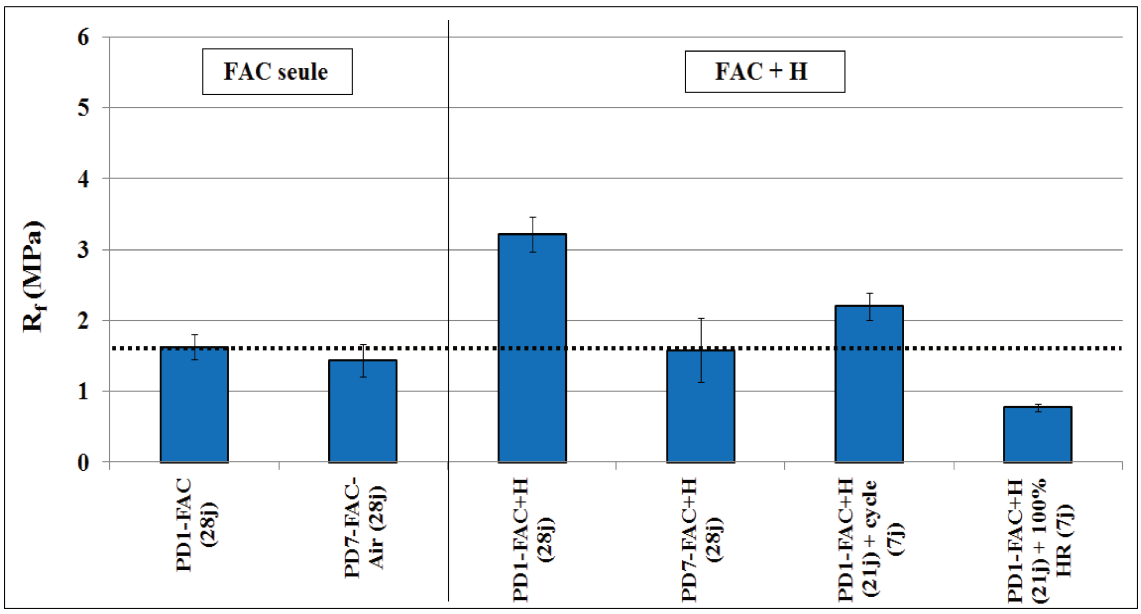


FIGURE 3-33 – Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

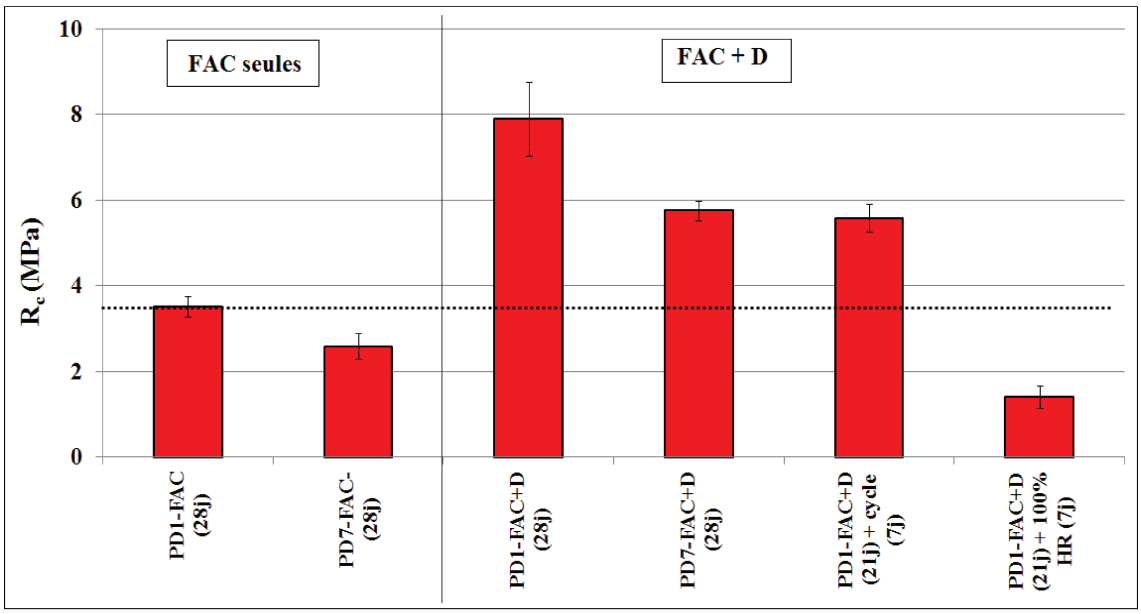


FIGURE 3-34 – Résistances mécaniques en compression des éprouvettes de FAC + amidon D selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

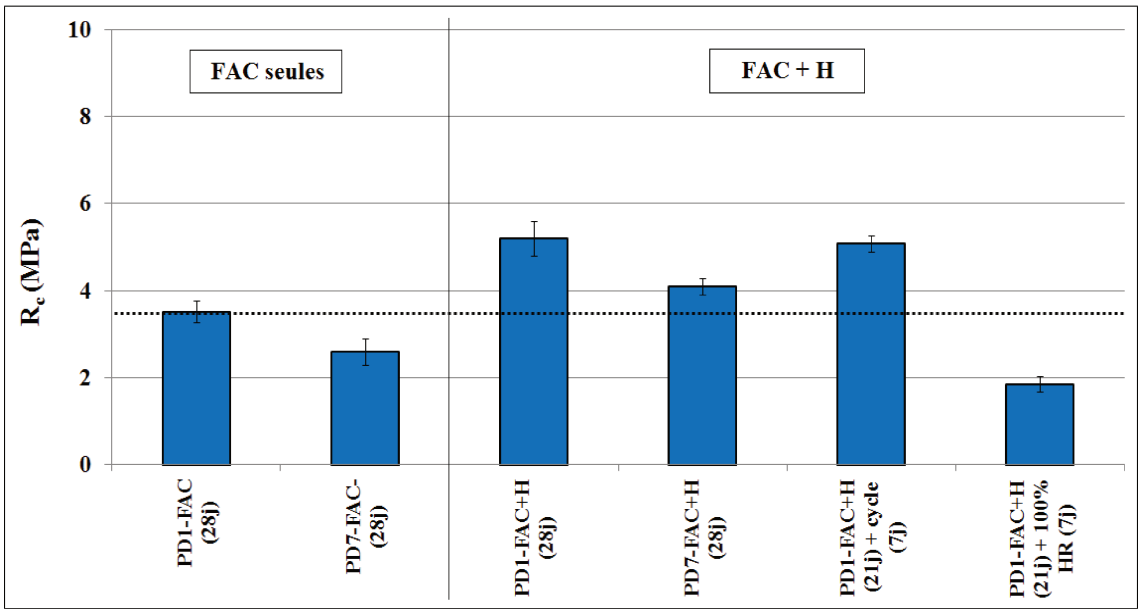


FIGURE 3-35 – Résistances mécaniques en compression des éprouvettes de FAC + amidon H selon les différentes conditions de prolongation de stockage à 28 jours.

Une comparaison entre les résultats obtenus avec les deux protocoles (PD 1 et PD 7) est présentée dans les figures **3-36**, **3-37** et **3-38** afin de montrer l'influence de conditions de stockage sur les résistances mécaniques des éprouvettes de même formulation.

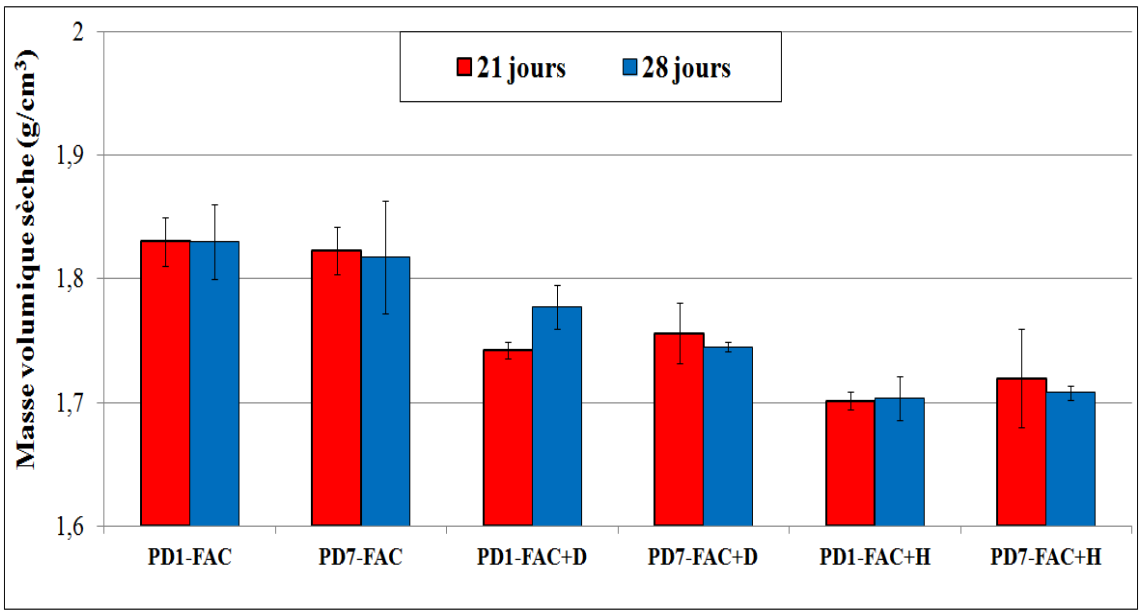


FIGURE 3-36 – Comparaison entre les masses volumiques apparentes des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours.

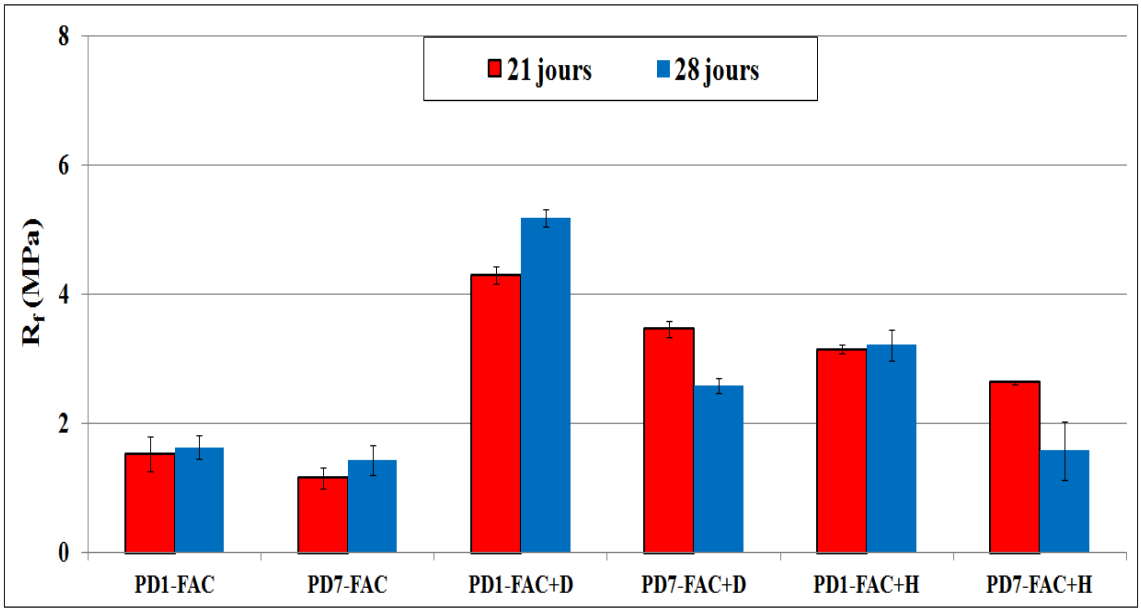


FIGURE 3-37 – Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours.

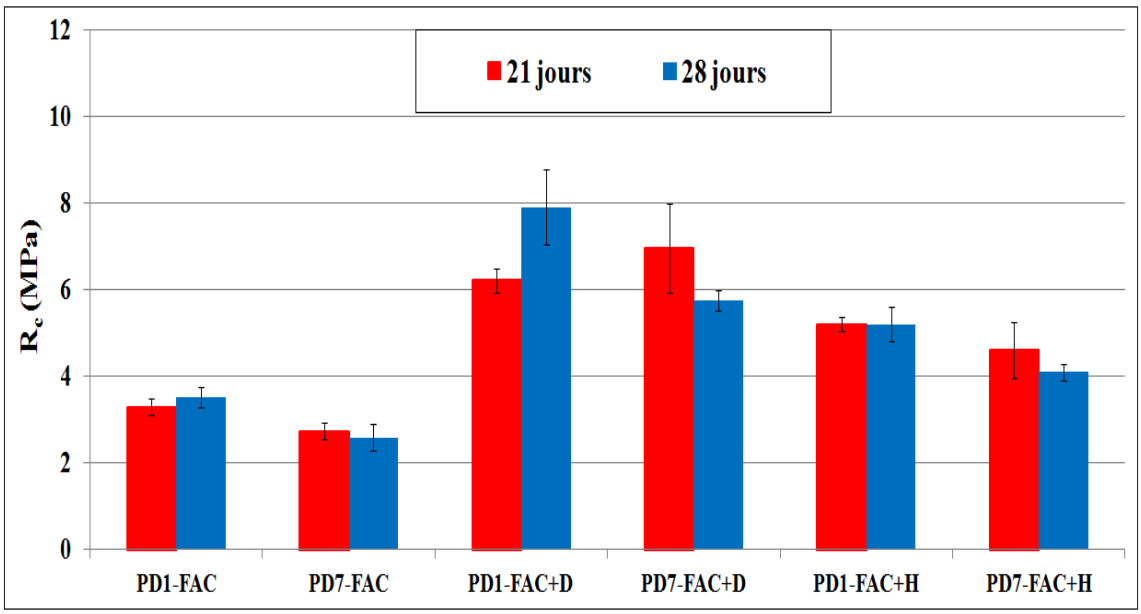


FIGURE 3-38 – Comparaison entre les résistances mécaniques en compression des éprouvettes selon le type de stockage à 21 et 28 jours.

Les résultats obtenus montrent que :

— Avec le premier protocole (PD 1), une amélioration de la résistance mécanique à la flexion et en compression observée avec le temps pour les éprouvettes à base de FAC + amidon D et une stabilisation de la résistance pour les éprouvettes à base de FAC et de FAC + amidon H ;

— Les résistances mécaniques diminuent pour les éprouvettes stockées à l'air ambiant. Cette baisse de résistance à l'air ambiant peut être liée à la dégradation de l'amidon dans le temps.

3.2 Remplacement des FAC par de la kaolinite

Cette étude a pour but d'étudier l'influence du type de terre sur le comportement des mélanges terre + amidon en comparant des mélanges réalisés à base de FAC et des mélanges à base de kaolinite qui est une argile pure et peut être considérée comme un matériau modèle. Le tableau 3-4 montre une comparaison entre les propriétés des FAC et de la kaolinite.

	FAC	**Kaolinite**
W_L (%)	33	53
W_P (%)	21	32
IP (%)	12	21
Taille (μm)	$1 \sim 100$	< 40

Tableau 3-4 – Comparaison des propriétés des FAC et de la kaolinite.

Six amidons ont été choisis pour cette étude, au vu de leurs comportements et des résultats obtenus avec les FAC, dont cinq amidons natifs (A, B, C, D et E) et un amidon modifié (prégélatinisé) (H).

Le comportement à l'état frais et à l'état durci sur des mélanges à base de kaolinite et de kaolinite + amidon a été étudié.

3.2.1 Protocoles de malaxage

Pour que la comparaison entre les deux mélanges à base de FAC + amidon et kaolinite + amidon soit acceptable, plusieurs approches ont été adoptées :

- Le même pourcentage d'amidon a été respecté, soit 1% en masse par rapport à la masse de kaolinite ;
- Les comportements des mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon à l'état frais et à l'état durci ont été déterminés en utilisant les mêmes essais et sous les mêmes conditions que ce qui a été mis en place pour les FAC.

Comme avec les FAC, le malaxeur automatique Perrier haute performance a été utilisé dans cette étude.

Les deux protocoles de malaxage des mélanges à base de FAC et d'amidon ont été utilisés dans cette partie : l'un à température ambiante pour un mélange à base de kaolinite et d'amidon prégélatinisé (amidon H) et l'autre à chaud pour un mélange de kaolinite et de divers amidons natifs (A, B, C, D, E). Pour le protocole à chaud, la kaolinite était

toujours à température ambiante (20 ± 2°C). La figure **3-39** présente un mélange de kaolinite + amidon D après malaxage.

FIGURE 3-39 – Mélange de kaolinite + amidon D en fin de malaxage.

3.2.2 Étude du comportement à l'état frais

3.2.2.1 Table à secousses

Les essais ont été réalisés selon le protocole décrit dans le paragraphe 3.1.2.1 La figure **3-40** présente un mélange de kaolinite pendant l'essai.

La teneur en eau est déterminée pour le même étalement qu'avec les FAC, selon la norme NF EN 1015-3 [**AFNOR NF EN 1015-3**].

Figure 3-40 – Les étapes d'essai d'étalement de mélange de kaolinite + amidon.

Le tableau **3-5** présente la quantité d'eau nécessaire pour obtenir une consistance acceptable selon la norme NF EN 1015-3, à savoir 155 ± 10 *mm*.

Mélanges	Kaolinite à 20 (°C)	
	Rapport E/L	Étalement (*mm*)
Kaolinite	0,85	156
Kaolinite + amidon A	1,03	155
Kaolinite + amidon B	1,17	150
Kaolinite + amidon C	0,98	153
Kaolinite + amidon D	1,14	160
Kaolinite + amidon E	1,11	159
Kaolinite + amidon H	1,18	155

Tableau 3-5 – Quantité d'eau nécessaire pour un mélange de kaolinite seule et de kaolinite + amidon.

Les résultats présentés dans le tableau **3-5** montrent que :

— La kaolinite a besoin de deux fois plus d'eau que les FAC pour avoir une consistance respectant la norme NF 1015-3 [**AFNOR NF EN 1015-3**]. Cela est justifié par sa limite de liquidité (53%) plus élevée que celle des FAC (33%) ;

— L'ajout de l'amidon à la kaolinite provoque toujours une grande augmentation de la demande en eau. La quantité d'eau rajoutée pour obtenir une consistance similaire avec présence d'amidon est du même ordre que celle rajoutée pour les FAC ;
— L'amidon H induit toujours la plus grande demande en eau par rapport aux autres amidons.

La comparaison entre les valeurs obtenues dans les tableaux **3-1**, **3-2** et **3-5** montre que la quantité d'eau absorbée par chaque amidon est quasi-similaire qu'il soit associé aux FAC ou à la kaolinite.

3.2.2.2 Étude rhéologique

Après évaluation de la teneur en eau nécessaire à l'obtention du même niveau de consistance des pâtes de kaolinite et de kaolinite + amidon, l'étude à l'état frais a porté sur l'aspect rhéologique.

Pour chaque formulation, les quatre vitesses angulaires choisies avec les formulations à base de FAC ont été utilisées pour cet essai. A la fin de chaque essai, la contrainte de cisaillement maximum τ_{max} et la contrainte de cisaillement à stabilisation τ_{eq} ont été déduites.

Le tracé des courbes de $\tau_{max} = f(\dot{\gamma})$ et $\tau_{eq} = f(\dot{\gamma})$ permet de déterminer l'indice de thixotropie de chaque mélange. La figure **??** présente ces courbes pour la kaolinite et le mélange de kaolinite + amidon H, ainsi que le niveau de thixotropie de ces deux formules.

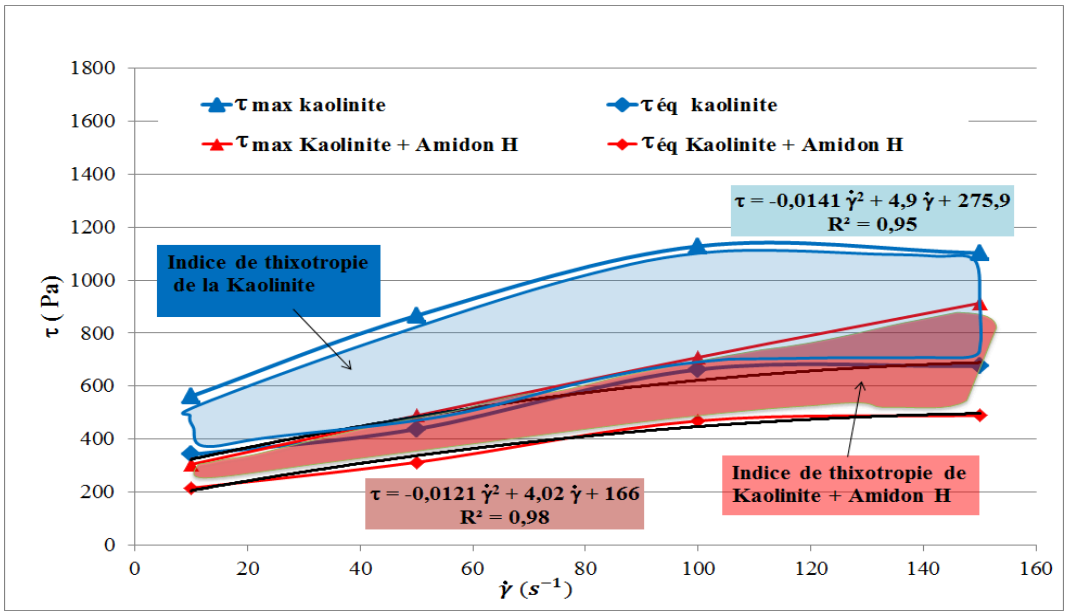


FIGURE 3-41 – Évolution de la contrainte de cisaillement maximum en fonction du gradient de la vitesse des mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon H.

La figure **3-42** montre les indices de thixotropie obtenus pour les mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon.

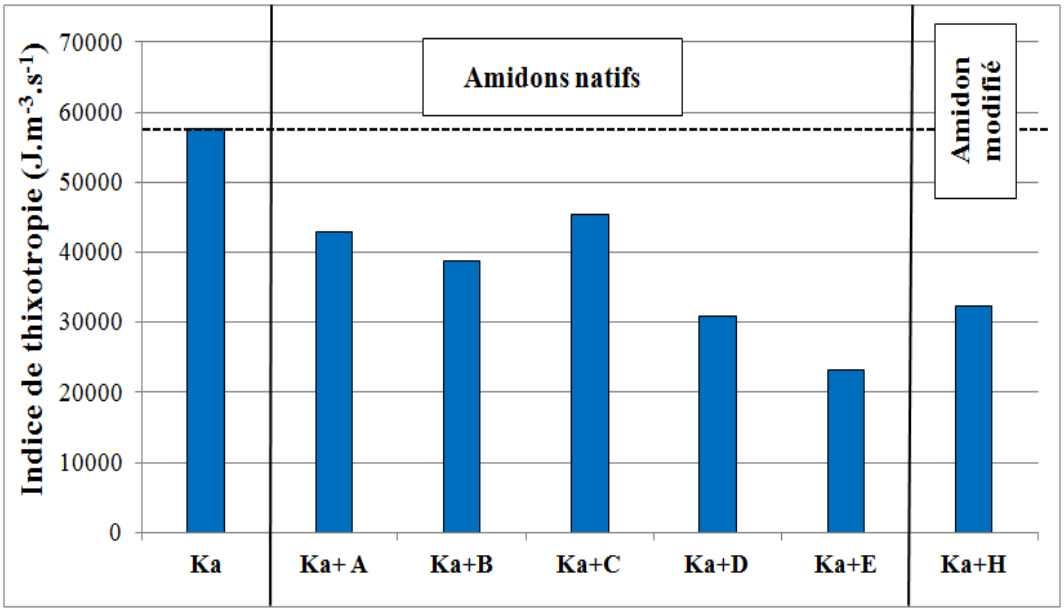


FIGURE 3-42 – Indice de thixotropie pour les mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon.

Les figures **3-41** et **3-42** montrent que :

— La kaolinite seule a la plus grande thixotropie vis-à-vis des autres mélanges avec une valeur similaire à celle de plusieurs mélanges FAC + amidon ;

— Le tracé des courbes montre la forte thixotropie de la kaolinite et la diminution de ce paramètre lors de l'ajout d'amidon, ce qui contraste avec les résultats obtenus avec les FAC ;

— Une grande différence de comportement peut être observée entre deux amidons de même origine botanique (B et H). L'origine botanique n'est donc pas le seul paramètre influent comme cela l'avait déjà été évoqué pour les FAC ;

— La comparaison entre les valeurs obtenues avec les FAC et la kaolinite montre un comportement différent pour le même amidon avec les deux types de terre. La nature du matériau terre semble induire un comportement rhéologique différent, en particulier sur la thixotropie des mélanges.

La baisse des indices de thixotropie des mélanges de kaolinite/amidon peut être justifiée par la plus grande quantité d'eau initiale en comparaison avec les mélanges de FAC/amidon.

Le tracé des courbes des mélanges à base de kaolinite et de kaolinite + amidon montre, en général, un comportement rhéofluidifiant similaire aux mélanges à base des FAC (Fig. **3-41**). Ces mélanges suivent le modèle de Bingham modifié.

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \times \dot{\gamma} + c \times \dot{\gamma}^2 \qquad (\mathbf{3\text{-}8})$$

Le tableau **3-6** présente les valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié obtenues à partir des courbes des mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon.

Formulations	Bingham Modifié			
	c $(Pa.s^2)$	μ_P $(Pa.s)$	τ_0 (Pa)	R^2
Kaolinite	-0,014	4,9	276	0,95
Kaolinite + amidon A	-0,01	3,3	251	1
Kaolinite + amidon B	0	1,4	203	0,97
Kaolinite + amidon C	0,004	1,5	322	0,99
Kaolinite + amidon D	-0,011	2,6	198	0,94
Kaolinite + amidon E	-0,015	3,5	173	1
Kaolinite + amidon H	-0,012	4	166	0,98

Tableau 3-6 – Valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié pour les mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon.

Une comparaison des résultats obtenus sur le comportement à l'état frais entre les matériaux argileux est présentée dans le tableau **3-7**.

Formulations	Bingham Modifié				Indice de thixotropie
	c $(Pa.s^2)$	μ_P $(Pa.s)$	τ_0 (Pa)	R^2	$J.m^{-3}.s^{-1}$
FAC	-0,015	4,8	312	1	33043
Kaolinite	-0,014	4,9	276	0,95	57609
FAC + amidon D	-0,011	2,3	73	0,99	50769
Kaolinite + amidon D	-0,011	2,6	198	0,94	30931
FAC + amidon H	-0,005	1,7	90	1	143237
Kaolinite + amidon H	-0,012	4	166	0,98	32280

Tableau 3-7 – Comparaison des valeurs des paramètres du modèle de Bingham modifié pour les mélanges à base de FAC ou kaolinite + amidon.

Les résultats présentés dans le tableau ci-dessus montrent que :

— Les mélanges de FAC seules et de kaolinite seule ont eu les plus hautes viscosités et seuils de cisaillement en comparaison avec les mélanges incluant de l'amidon ;

— La thixotropie de la kaolinite est deux fois plus grande que celle des FAC seules.

3.2.3 Étude du comportement à l'état durci

3.2.3.1 Fabrication et suivi du séchage des éprouvettes

Après l'étude de la demande en eau et du comportement rhéologique des mélanges, l'étude à l'état durci est présentée. Pour cette étude, la même méthodologie de fabrication et les mêmes conditions de stockage qu'avec les FAC ont été respectées. Trois éprouvettes de même masse, par formulation, ont été placées et conservées dans l'enceinte climatique à 20°C et 40% d'humidité relative pendant 21 jours. Le but de cette étude à l'état durci est d'évaluer les performances à la flexion et en compression pour des mélanges de kaolinite et de kaolinite + amidon après 21 jours, puis de comparer les valeurs avec celles obtenues avec les FAC + amidon.

Le démoulage se fait après deux jours. La figure **3-43** montre des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon H après une semaine de fabrication.

FIGURE 3-43 – Éprouvettes de kaolinite (gauche) et éprouvettes de kaolinite + amidon H (droite).

L'état des éprouvettes et l'évolution de la teneur en eau ont été suivis pendant la durée de séchage jusqu'aux essais mécaniques.

Les masses des éprouvettes étaient quasiment stables au bout de cinq jours après la fabrication. Le retrait volumique des éprouvettes à base de Kaolinite était très important (entre 42 et 53 %) et semble directement lié à la grande quantité d'eau présente au départ par rapport aux éprouvettes à base de FAC (Tab. **3-8**).

Formulations	**Volume initial** (cm^3)	**Volume final** (cm^3)	**Perte de volume** (cm^3)	**Retrait volumique** (%)	**Type d'amidon**
Kaolinite	256	148,05	107,95	42,17	-
Kaolinite + amidon A	256	134,1	121,9	47,62	Natif
Kaolinite + amidon B	256	122,93	133,07	51,98	
Kaolinite + amidon C	256	137,13	118,87	46,43	
Kaolinite + amidon D	256	133,95	122,05	47,68	
Kaolinite + amidon E	256	132,94	123,06	48,07	
Kaolinite + amidon H	256	120,84	135,16	52,80	Prégélatinisé

Tableau 3-8 – Retrait des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + quelques amidons.

La figure **3-44** présente les masses volumiques apparentes des éprouvettes à base de kaolinite et de kaolinite + amidon. Au bout de 21 jours, les masses volumiques apparentes des éprouvettes d'une même formulation étaient quasi-similaires. La faible masse volumique apparente des éprouvettes à base de kaolinite en comparaison avec les masses volumiques apparentes des éprouvettes à base de FAC est justifié par la quantité initiale d'eau présente au départ et le grand retrait volumique (Fig. **3-45**).

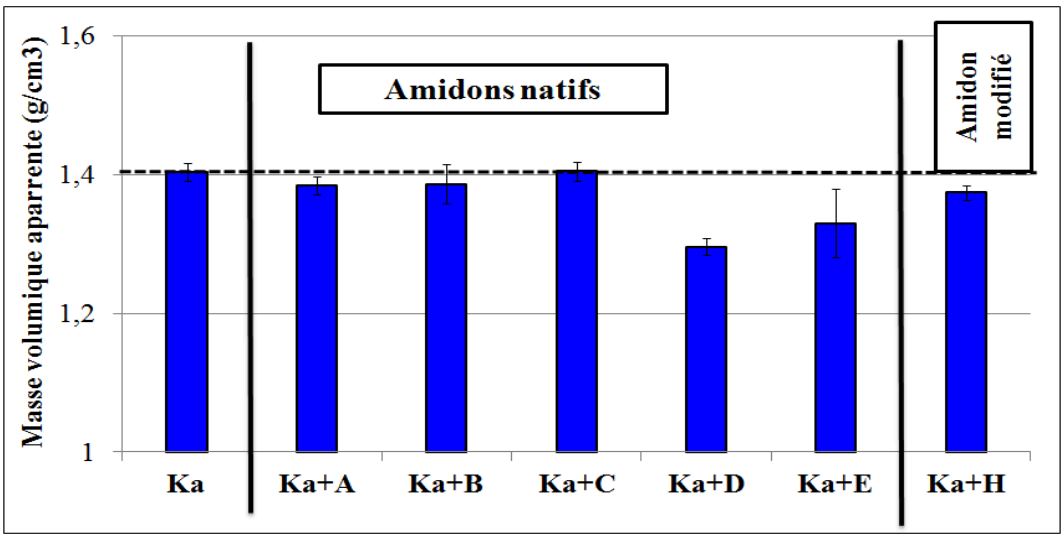


FIGURE 3-44 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon.

La figure **3-45** présente une comparaison entre les masses volumiques apparentes des éprouvettes à base de FAC ou kaolinite seules et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H. Une différence non négligeable est observée entre les masses volumiques apparentes des deux types de terre seules ou mélangées avec l'amidon D ou H. Ces différences sont liées à la quantité d'eau initiale dans chaque mélange.

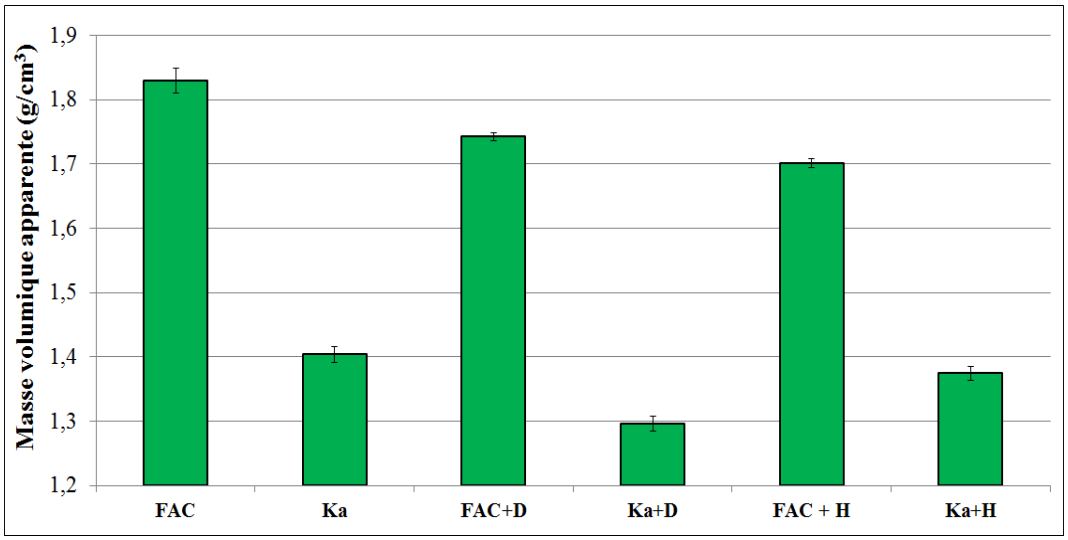


FIGURE 3-45 – Comparaison entre les masses volumiques apparentes des éprouvettes à base de FAC seules ou kaolinite seule et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H.

3.2.3.2 Étude mécanique

Les essais mécaniques ont été réalisés avec la presse électromécanique Shimadzu de capacité de 50 KN (Fig. **3-17**), selon la norme NF EN 1015-11 [**AFNOR NF EN 1015-11**].

3.2.3.2.1 Résistance à la flexion

Vu le grand retrait volumique des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon (Tab. **3-8**), les petites dimensions des éprouvettes n'ont pas permis de faire les essais à la flexion.

3.2.3.2.2 Résistance à la compression

Les éprouvettes ont été cassées en deux morceaux en plaçant les éprouvettes dans le dispositif de flexion et en appliquant manuellement une force. Elles ont été testées en compression en utilisant la vitesse de chargement de 48 N/s.

Les essais en compression ont été réalisés sur six demi éprouvettes de chaque formulation et les résultats obtenus sont présentés dans la figure **3-46**.

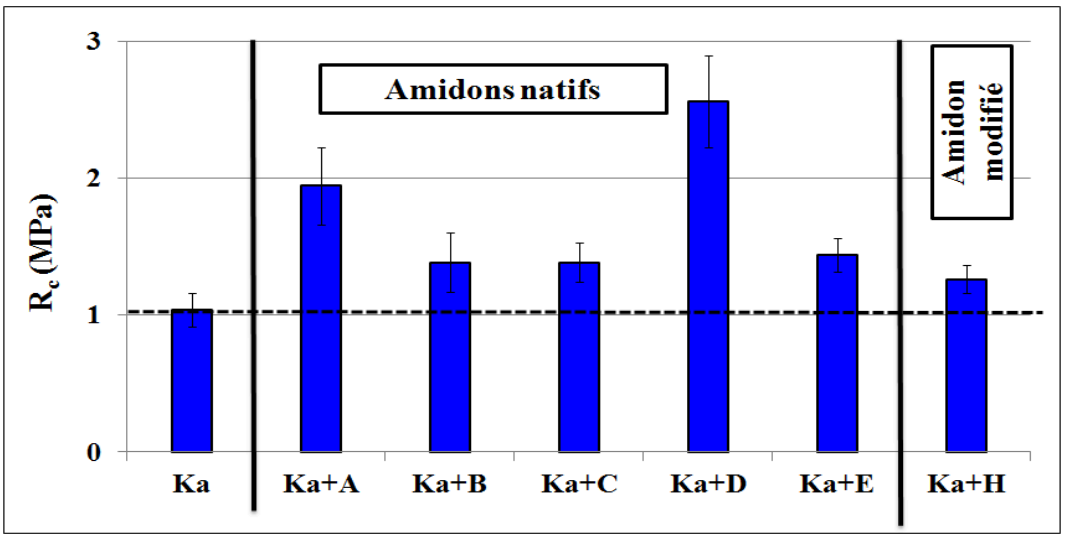


FIGURE 3-46 – Résistance mécanique en compression des éprouvettes de kaolinite et de kaolinite + amidon.

Les résultats présentés dans la figure **3-46** montrent que :

— La kaolinite a une faible résistance en compression de l'ordre de 1 MPa par rapport aux FAC (près de 3,5 MPa).

— Les éprouvettes à base de kaolinite + amidon ont eu une résistance en compression meilleure que les éprouvettes à base de kaolinite seule. L'ajout d'amidon augmente donc la résistance en compression ;

— Les éprouvettes de kaolinite + amidon D ont eu la meilleure résistance en compression par rapport aux autres amidons.

La figure **3-47** présente une comparaison entre les résistances mécaniques en compression des éprouvettes à base de FAC seules ou kaolinite seule et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H. Les plus grandes résistances mécaniques en compression ont été obtenues pour les éprouvettes composées de FAC par rapport à celles composées de kaolinite.

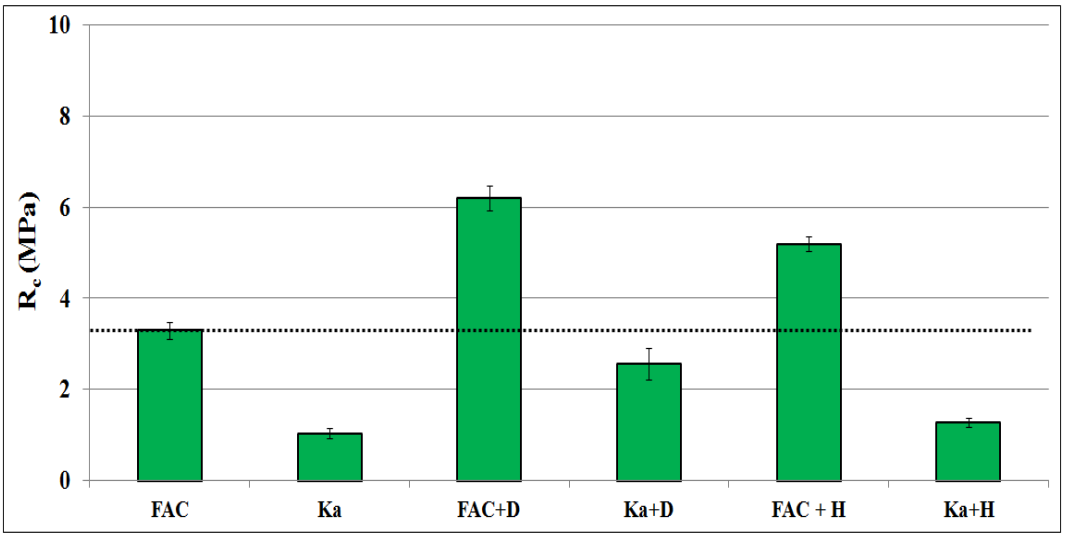


FIGURE 3-47 – Comparaison entre les résistances mécaniques en compression des éprouvettes à base de FAC seules ou kaolinite seule et de FAC ou kaolinite + amidons D ou H.

3.3 Études complémentaires

Des études complémentaires ont été réalisées sur les trois mélanges à base de FAC, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H pour bien comprendre l'influence de l'amidon sur le comportement de la terre ou pour optimiser l'interaction entre les deux.

3.3.1 Modifications chimiques

Des modifications chimiques ont été réalisées afin d'améliorer les propriétés physiques des deux types d'amidon D et H. En effet dans les résultats précédents, ces deux amidons ont amélioré respectivement la résistance mécanique et la thixotropie des FAC. Les modifications chimiques envisagées ont pour but de permettre de réduire l'eau ajoutée à la matière brute ce qui serait d'un grand intérêt afin d'obtenir un temps de séchage plus court et un retrait volumique moins important pour le produit final. Dans ce contexte, l'étude est basée sur les travaux de [**CREPY *et al.* ; 2013**]. Les modifications de l'amidon avec des groupes sulfobutyle ont été sélectionnées.

Une solution d'hydroxyde de sodium (30%. 2 éq. NaOH) a été ajoutée goutte par goutte sous agitation énergique, à une suspension d'amidon (17,1 g ;. 1 éq basé sur l'unité de glucose) dans de l'isopropanol (8 ml / g d'amidon) et de l'eau (0,9 ml / g d'amidon). Le mélange réactionnel a été agité à 45℃ pendant 1 h et 1,4-butane sultone (1 éq.) dissous dans de l'acétone (1 ml / g sultone) a ensuite été ajouté. La suspension a été agitée pendant 6 h à 45 ℃ puis laissée reposé à température ambiante. Après 12 heures d'agitation, le mélange réactionnel a été versé dans du méthanol (15 ml / g d'amidon) et neutralisé avec de l'acide acétique. Le produit a été filtré, lavé avec du méthanol puis séché à température ambiante (isolé à 97%).

Ce protocole a été appliqué sur les amidons D et H. Les amidons obtenus sont référencés D' et H'.

Le degré de substitution de l'amidon H' est égal à 0,31 et il a été déterminé par spectroscopie RMN 1H. En terme pratique, cela signifie que 0,31 groupes hydroxyles par unité d'anhydroglucose (qui contient trois groupes hydroxyle disponibles) ont été substitués par un groupe éther sulfobutyl anionique. Tandis que le degré de substitution de l'amidon D' n'a pas pu être mesuré par cette technique car la matière brute était partiellement soluble dans les solvants de RMN classiques.

Des essais d'étalement ont été réalisés avec des mélanges de FAC + amidon D' ou H'.

Les résultats obtenus confirment la capacité de ces modifications à réduire la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un étalement correspondant à la norme NF EN 1015-3 [**AFNOR NF EN 1015-3**]. Le tableau **3-9** présente une comparaison entre les deux types d'amidons D et H avant et après ces modifications.

Matière minérale	**Rapport $\frac{E}{L}$**			
	D	D'	H	H'
FAC à 20 °C	0,72	0,44	0,75	0,43

Tableau 3-9 – Comparaison entre la quantité d'eau pour les amidons (D, D', H et H') à étalement constant sur la table à secousses.

Des éprouvettes ($4 \times 4 \times 16\ cm^3$) ont été fabriquées pour réaliser des tests mécaniques. Après fabrication, les éprouvettes ont été placées et stockées dans l'enceinte climatique à 20°C et 40% HR. Pendant la durée de séchage, les éprouvettes ont subi des déformations et des fissurations (Fig. **3-48**).

Figure 3-48 – Éprouvettes de FAC + amidon D' fissurées et déformées.

La maitrise des conditions de réaction lors de la modification chimique de l'amidon pourrait avoir un grand intérêt afin d'obtenir des degrés de substitution inférieurs ou supérieurs. En effet, la variation de ce degré de substitution pourrait avoir une forte influence sur les résistances mécaniques.

La modification chimique avec des groupes sulfobutyle a eu un effet négatif sur les formes et aussi sur les résistances mécaniques des éprouvettes. Elle a pourtant diminué la demande en eau des matériaux argileux.

3.3.2 Porosimètrie au mercure

La porosimètrie au mercure a été utilisée pour étudier les microstructures poreuses des éprouvettes. Cette méthode consiste en l'injection de mercure sous pression dans l'échantillon. Le mercure introduit permet selon la loi de Laplace de déterminer le volume introduit pour chaque taille d'accès aux pores.

Trois échantillons de chaque formulation ont été testés à base de FAC, FAC + amidon D et FAC + amidon H.

Le tableau **3-10** présente une comparaison des valeurs obtenues par porosimètrie au mercure pour trois mélanges à base de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H. Ce tableau montre que le mélange de FAC + amidon H a la plus petite surface totale de pores, le plus grand diamètre moyen des pores et une porosité moindre que les deux autres mélanges malgré sa haute teneur en eau de départ (75%) en comparaison avec les FAC seules (43%) et les FAC + amidon D (72%). Malgré ces différents paramètres ont des valeurs proches entre les mélanges et ne se corrélent pas avec le retrait.

Propriétés	**Unité**	**FAC**	**FAC + amidon D**	**FAC + amidon H**
Surface totale de pore	$\frac{m^2}{g}$	5,59	5,91	4,16
Diamètre moyen des pores	μm	0,113	0,119	0,146
Masse volumique apparente	$\frac{g}{mL}$	2,7	2,6	2,6
Porosité	%	29,94	30,89	28,37
Retrait	%	34,28	45,63	46,01

Tableau 3-10 – Comparaison des résultats obtenus en porosimètrie au mercure pour trois mélanges à base de FAC seules, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H.

3.3.3 Diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge

Un diffractomètre à rayons X / pour poudre D2 PHASER - Bruker AXS a été utilisé dans cette étude pour connaître l'organisation de nos mélanges.

Trois éprouvettes de FAC seuls, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H ont été fabriquées, séchées à l'air ambiant (à savoir : 20 ± 2°C et 50 ± 5% HR) et broyées. Deux échantillons en poudre de 5 g de chaque formulation ont été prélevés pour faire chaque test, en plus de deux échantillons en poudre de chaque amidon. Les résultats obtenus sont présentés dans les figures **3-49** et A.1.

La figure **3-49** montre que l'amidon prégélatinisé H a une structure amorphe tandis que l'amidon natif D a une structure cristallisée.

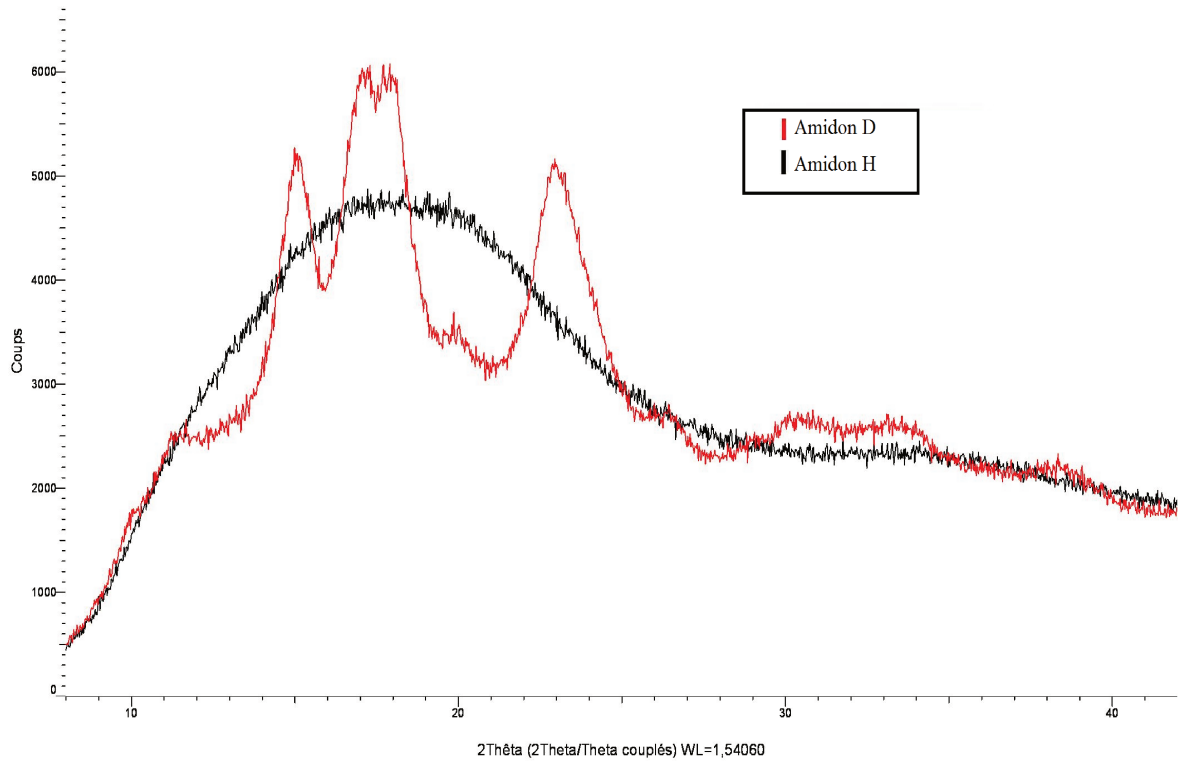


FIGURE 3-49 – Comparaison entre les structures de deux types d'amidon D et H.

La figure A.1 présentée en annexe montre que les trois mélanges ont une organisation identique ce qui est lié à l'échantillonnage et à la faible quantité d'amidon présente dans l'échantillon testé.

3.4 Conclusion de chapitre

Ce chapitre a mis en évidence le rôle de l'amidon dans l'association terre / amidon et son effet très important sur le comportement de la terre à l'état frais ainsi qu'à l'état durci, à travers sa capacité à changer la thixotropie des matériaux argileux et son pouvoir d'augmenter les résistances mécaniques.

Les résultats obtenus dans cette étude réalisée avec onze amidons et deux types de terre montrent que :

- L'ajout d'amidon à la terre provoque une augmentation non négligeable de la quantité d'eau nécessaire pour avoir une bonne consistance en accord avec la norme NF 1015-3. Cette quantité d'eau additionnelle est liée directement à l'origine botanique et bien sûr au type de modification subie par l'amidon ;
- A l'état frais, le comportement rhéologique des matériaux terre / amidon suit le modèle de Bingham modifié ;
- L'ajout d'amidon augmente l'indice de thixotropie des FAC alors que la thixotropie est diminuée pour la kaolinite, ce qui peut être justifiée par la morphologie différente de deux types de terre ;
- Le mélange FAC + amidon H donne un matériau très thixotrope. L'augmentation est de 4,5 fois la thixotropie des FAC seules alors que la thixotropie baisse de 27% pour la kaolinite avec l'amidon H. La baisse peut aller jusqu'à 60% avec d'autres association amidons + kaolinite.
- L'ajout d'amidon améliore les résistances mécaniques des deux matériaux argileux étudiés. Les meilleures résistances mécaniques ont été obtenues avec le mélange de FAC + amidon D qui est un amidon natif ;
- Les éprouvettes à base de FAC + amidon J et de FAC + amidon K ont montré des dégradations et des fissurations pendant la période de séchage. Ces amidons ont été écartés. Ces amidons sont les seuls amidons qui avaient diminué l'indice de thixotropie des FAC ;
- Une forte corrélation entre les résistances mécaniques et les différentes conditions de stockage a été observée. Cependant, pour les conditions de 20℃ + 40 à 70% d'humidité relative, les valeurs de résistance sont relativement constantes, mais

avec une humidité relative plus importante les résistances mécaniques diminuent considérablement ;

— La conservation des éprouvettes à des températures supérieure à 60℃ a un effet négatif sur les résistances mécaniques. De plus, cela cause des déformations et des fissurations.

CHAPITRE 4

ÉTUDE PHYSICO-MÉCANIQUE DES MÉLANGES À BASE DE FAC, AMIDON ET COPRODUITS VÉGÉTAUX À L'ÉTAT FRAIS ET À L'ÉTAT DURCI

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que l'amidon a amélioré les caractéristiques de la terre à l'état frais et à l'état durci. Ainsi, deux amidons ont été choisis pour la suite : un amidon natif (amidon D) pour sa capacité à doubler voire tripler la résistance mécanique des FAC et un amidon modifié (amidon H) qui augmente de quatre fois la thixotropie des FAC.

Dans ce chapitre, les travaux expérimentaux portent sur l'incorporation de coproduits végétaux dans les formulations à base de terre crue et d'amidon.

Dans la partie bibliographique et le deuxième chapitre, nous avons exposé, de manière détaillée, les coproduits végétaux utilisés dans ce travail et leurs capacités à apporter des performances de confort (thermiques et acoustiques) dans les produits de construction.

Le but de cette partie est de présenter les résultats d'essais sur plusieurs formulations à base de FAC, d'amidon et de coproduits végétaux et d'étudier l'influence réciproque des amidons et des coproduits végétaux sur le comportement mécanique, thermique et acoustique des FAC.

Dans un premier temps, ce travail commence avec la mise au point de la méthodologie de fabrication et le calcul des dosages des matériaux dans le mélange. Ensuite une étude à l'état frais sera menée avec le consistomètre VEBE. Puis la fabrication des éprouvettes permettra de poursuivre l'étude à l'état durci. Les résultats mécaniques obtenus seront vérifiés à l'échelle d'un carreau. Ces carreaux seront fabriqués au laboratoire, ce qui nous permet de les comparer avec des carreaux déjà commercialisés comme les carreaux de plâtre et les carreaux de béton cellulaire. Enfin, une étude permettra d'évaluer les performances thermique et acoustique.

4.1 Paramètres de formulation des mélanges

Le travail mené s'appuie sur les résultats de la thèse de M. FLAMENT [**FLAMENT 2013**]. Dans cette thèse, la proportion des FAC par rapport aux coproduits végétaux avait

été fixé à 5,5. Nous nous sommes donc basés sur cette valeur pour conduire nos essais, dans un premier temps.

Le rapport entre le liant et les granulats ($\frac{L}{G}$) est le rapport de la masse des FAC sur la masse de coproduits végétaux. Ce rapport est calculé en matière sèche.

Le pourcentage d'eau par rapport aux FAC a été optimisé pour obtenir le meilleur comportement à l'état frais, voire à l'état durci. Le rapport entre l'eau et le liant ($\frac{E}{L}$) est le rapport de la masse d'eau sur la masse sèche des FAC.

Pour pouvoir avoir un produit final manipulable avec une masse maximale de 25 kg que peut porter un ouvrier, la masse volumique sèche finale envisagée (MVS_f), a été fixée à 800 $\frac{kg}{m^3}$. Pour l'élaboration des formulations, les paramètres suivants sont considérés :

- $MVS_f = 800\ \frac{kg}{m^3}$;
- $\frac{E}{L}$ et $\frac{L}{G}$;
- M_{FAC} : la masse sèche des FAC nécessaire pour un volume de produit final d'un mètre cube ;
- M_A : la masse sèche d'amidon nécessaire pour un m^3, (M_A reste toujours égale à 1% de la M_{FAC}) ;
- M_{CPV} : la masse sèche des coproduits végétaux nécessaire pour un m^3 ;
- V : le volume d'un m^3.

La masse volumique sèche finale pour un mélange à base de FAC, d'amidon et de coproduits végétaux s'obtient par la formule :

$$MVS_f = \frac{M_{CPV} + M_{FAC} + M_A}{V} \tag{4-1}$$

Avec :

$M_{FAC} = \frac{L}{G} \times M_{CPV}$ & $M_A = \frac{M_{FAC}}{100}$

Les masses sèches des composants se calculent par les formules suivantes :

$$MVS_f = \frac{M_{CPV} \times (1 + 1,01 \times \frac{L}{G})}{V} \tag{4-2}$$

$$M_{CPV} = \frac{MVS_f \times V}{(1 + 1,01 \times \frac{L}{G})} \quad (4\text{-}3)$$

$$1,01 \times M_{FAC} = MVS_f \times V - M_{CPV} \quad (4\text{-}4)$$

Pour un mélange sans amidon, $M_A = 0$:

$$M_{FAC} = MVS_f \times V - M_{CPV} \quad (4\text{-}5)$$

4.2 Protocoles expérimentaux

4.2.1 Protocoles de malaxage

Pour obtenir un mélange homogène, un malaxeur à béton de 50 litres a été choisi. Ce malaxeur ne permet pas un changement de vitesse de malaxage. La figure 4-1 montre un mélange homogène en fin de malaxage à base de FAC et chènevotte.

FIGURE 4-1 – Un mélange à base de terre crue et de chènevotte dans le malaxeur.

Plusieurs protocoles de malaxage ont été établis selon le type de formulations :

1. Protocole de malaxage pour un mélange de FAC + coproduits végétaux :
   a) Mise en place de l'eau dans le bol du malaxeur et mise en marche du malaxeur ;
   b) Introduction en pluie fine progressive des FAC dans le malaxeur ; (60 s)
   c) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)
   d) Malaxage de l'ensemble ; (60 sec)

e) Ajout progressif de la chènevotte dans le malaxeur ; (60 s)

f) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)

g) Malaxage de la matière pour bien homogénéiser ; (60 s)

h) Arrêt du malaxage.

2. Protocole pour un mélange de FAC + amidon modifié + coproduits végétaux :

a) Mélange manuel des FAC et amidon H sous forme de poudre ; (30 s)

b) Mise en place de l'eau dans le bol du malaxeur et mise en marche du malaxeur ;

c) Introduction en pluie fine progressive des FAC/amidon dans le malaxeur ; (60 s)

d) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)

e) Malaxage de l'ensemble ; (60 sec)

f) Ajout progressif des coproduits végétaux dans le malaxeur ; (60 s)

g) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)

h) Malaxage de la matière pour bien homogénéiser ; (60 s)

i) Arrêt du malaxage.

3. Protocole pour un mélange de FAC + amidon natif + coproduits végétaux :

a) Diviser la quantité d'eau en deux parties ;

b) Verser l'amidon dans la petite partie d'eau froide et mélanger jusqu'à obtenir un lait d'amidon ; (30 s)

c) Préchauffer la deuxième partie de l'eau jusqu'à 90℃ ;

d) Verser le lait d'amidon dans l'eau chaude et mélanger jusqu'à homogénéisation ;

e) Mise en place de l'eau/amidon dans le bol malaxeur et mise en marche du malaxeur ;

f) Introduction en pluie fine progressive des FAC dans le malaxeur ; (60 s)

g) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)

h) Malaxage de l'ensemble ; (60 s)

i) Ajout progressif des coproduits végétaux dans le malaxeur ; (60 s)

j) Arrêt du malaxage et raclage des bords du malaxeur ; (30 s)

k) Malaxage de la matière pour bien homogénéiser ; (60 s)

l) Arrêt du malaxage.

La durée maximale du malaxage atteint 5 à 5 min 30 s minutes selon le protocole.

4.2.2 Étude du comportement à l'état frais

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que la table à secousses était utilisée pour évaluer la consistance des mélanges à base de FAC et de FAC + amidon (barbotine). Néanmoins, l'ajout de coproduits végétaux à notre barbotine rend ce test inadapté pour évaluer la consistance à cause des dimensions importantes des particules des coproduits végétaux utilisés dans cette étude. L'ajout de la chènevotte ou des anas de lin donne au mélange une consistance plus importante (le mélange est plus "serré") et les chocs provoqués par la table à secousses ne permettent pas à la matière de s'étaler (Fig. 4-2).

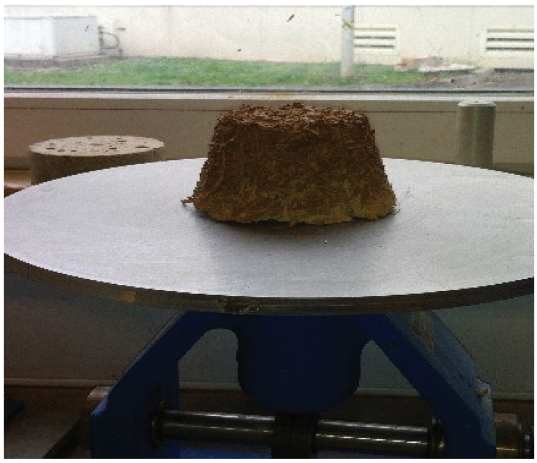


FIGURE 4-2 – Mélange FAC et chènevotte sur la table à secousses.

Le consistomètre VEBE a été choisi pour remplacer la table à secousses dans l'étude du comportement des mélanges à l'état frais. Cet essai est habituellement utilisé pour tester les bétons de faible ouvrabilité. La consistance, dans cet essai, est définie par le temps que met un cône de matériaux à remplir un volume connu de cylindre sous l'effet d'une vibration donnée en plus de la charge d'un disque en partie supérieure du cône. Plus ce temps est court et plus le mélange sera considéré comme "fluide".

L'ajout de coproduits végétaux dans notre pâte argileuse crée un réseau complexe difficile à caractériser. Cette méthode d'évaluation de la consistance inclut la combinaison des vibrations et d'une mise en charge de l'échantillon par l'intermédiaire d'un disque en partie supérieure. Cette association de vibration et de compression se retrouve dans un process semi-industriel pour la fabrication de carreaux [**FLAMENT 2013**], ce qui est

intéressant en vue du transfert de l'échelle laboratoire à l'échelle industrielle. La dimension maximale des granulats ne doit pas dépasser 40 mm pour que l'essai se réalise dans de bonnes conditions.

L'appareillage est entièrement décrit dans la norme ISO 4110. Il est constitué d'un consistomètre schématisé sur la figure **4-3** et comporte les éléments suivants :

- Un récipient cylindrique de 24 cm de diamètre et de 20 cm de hauteur ;
- Un cône d'Abrams ;
- Un disque horizontal transparent de 23 cm de diamètre ;
- Une table vibrante équipée d'un vibrateur fonctionnant à la fréquence de 3000 vibrations par minute et conférant à la table des mouvements d'une amplitude verticale de 0,5 mm environ ;
- Une tige de piquage.

Le mode opératoire de cet essai est détaillé ci-dessous [**AFNOR NF EN 12350-3**] (Fig. **4-3**) :

- Introduction en trois couches successives de la matière dans un cône d'Abrams préalablement installé dans le bol du consistomètre. Chaque couche de matière introduite est piquée 25 fois avec une tige ;
- Le cône d'Abrams est ôté verticalement et un affaissement est mesuré ;
- Mise en place du disque translucide sur le cône de matière ;
- Mise en vibration de l'ensemble du dispositif jusqu'à remplissage total du moule (le remplissage du moule est considéré comme total lorsque le disque translucide est couvert en totalité de matière.

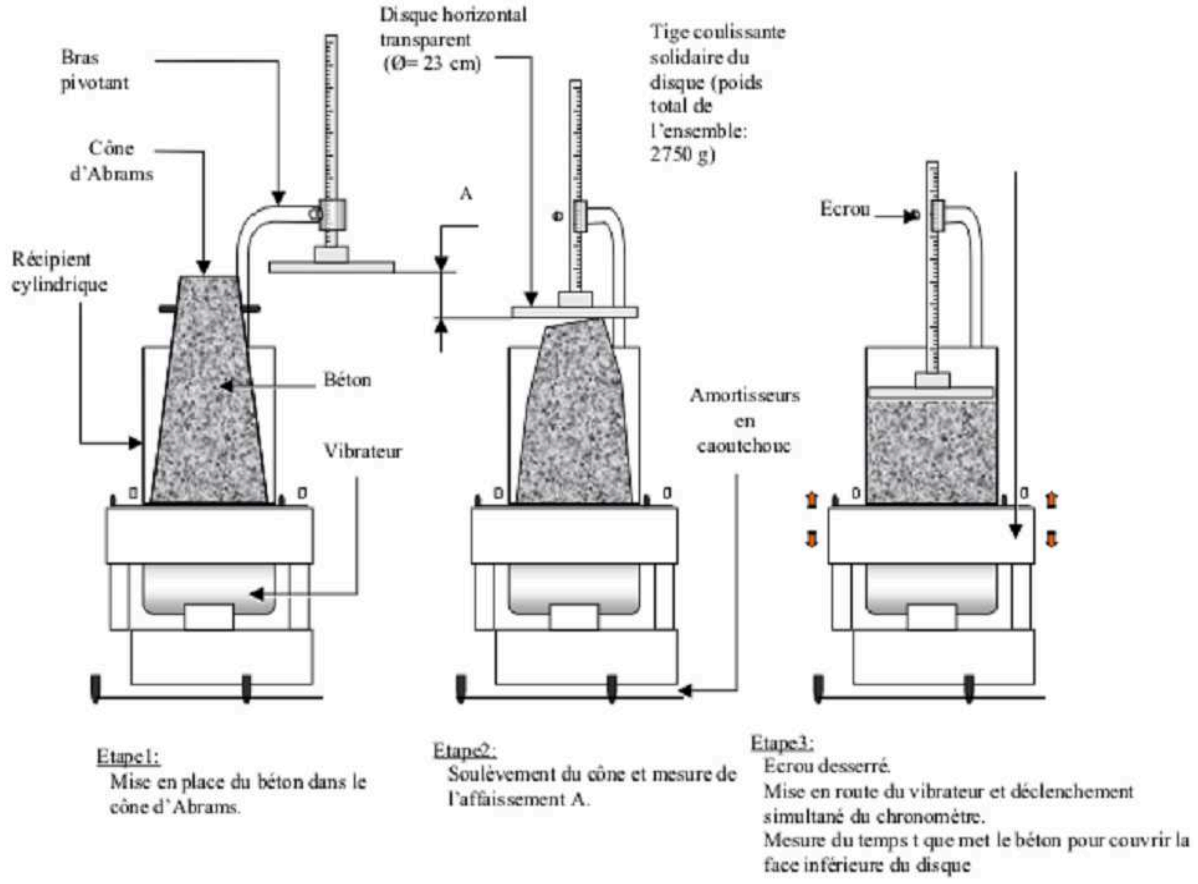


FIGURE 4-3 – Schéma de principe de l'essai au consistomètre VEBE [AFNOR NF EN 12350-3].

Le temps de remplissage est pris en compte pour déterminer la consistance de notre matière. D'après la norme NF EN 12350-3 [**AFNOR NF EN 12350-3**], la consistance du béton est déterminée par le temps de remplissage du moule. Le tableau **4-1** indique les classes de béton.

Classe VEBE	Temps à l'essai VEBE
V0	$\geq$ 31 sec
V1	30 à 21 ses
V2	20 à 11 ses
V3	10 à 5 sec
V4	$\leq$ 5 sec

Tableau 4-1 – Classes de consistance de l'essai VEBE pour un béton.

De toute évidence, les temps de remplissage de moule utilisés sur béton (Tab. 4-1) ne sont pas adaptés pour évaluer une consistance d'un mélange à base de terre et co-produits végétaux. Cependant, pour différencier l'influence des différentes proportions de matériau sur la consistance des mélanges, plusieurs adaptations ont été faites. Comme la plupart des mélanges étudiés ne présente aucun affaissement à ($t = 0$ *sec*), ni même avec l'ajout du disque de chargement avant la mise en vibration, une première adaptation pour différencier les affaissements entre les formulations est de prendre l'affaissement après 30 secondes de chargement et de mise en vibration de la matière. Dans la suite de ce chapitre, l'affaissement à 30 secondes sera mentionné A_{30}.

Dans les formulations à base de terre, le travail avec un mélange assez fluide et avec un temps de remplissage similaire au béton n'est pas évident. Ainsi, la seconde adaptation concerne le temps de remplissage du moule. Le temps de remplissage a été adapté pour nos formulations car l'ajout excessif d'eau permettrait de rendre le mélange suffisamment fluide pour respecter le temps de la norme mais serait en contradiction avec la cinétique de séchage souhaitée la plus rapide possible pour que le matériau durcisse. Les figures 4-4 et 4-5 montrent la manière de remplir le moule de consistomètre VEBE et le déroulement de l'essai.

a. b.

c. d.

FIGURE 4-4 – Remplissage du moule du consistomètre VEBE.

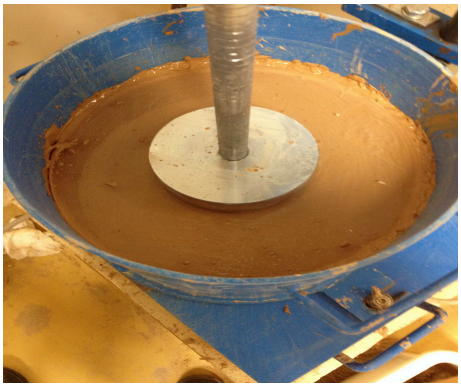


FIGURE 4-5 – L'essai au consistomètre VEBE.

Après une pré-étude, et sur la base des travaux de [**FLAMENT 2013**], les mesures de temps sont réalisées jusqu'à 600 secondes. Au-delà, le mélange est figé et ne remplira plus le moule. En conséquence, nous pouvons distinguer deux types de mélanges, le premier avec un temps de remplissage au-dessus de 600 secondes nommé "ferme" et l'autre en-dessous des 600 secondes nommé "fluide ou semi-fluide". Dans la suite de cette thèse, le temps de remplissage sera noté t_{remp}.

Dans la suite de ce chapitre, les formulations seront notées par des chiffres et des lettres. Par exemple, la formulation nommée 5506 signifie que $\frac{L}{G} = 5,5$ et $\frac{E}{L} = 0,6$. La formulation nommée $5510H$ quant à elle signifie que $\frac{L}{G} = 5,5$, $\frac{E}{L} = 1$ et la lettre H ou D veut dire qu'il y a de l'amidon H ou l'amidon D dans ce mélange.

Le but de cet essai est de mettre en évidence l'influence de différents paramètres sur la consistance des mélanges :

- L'influence de la proportion d'eau par rapport au liant sur la consistance du mélange pour un rapport $\frac{L}{G}$ fixe ;
- L'influence de l'ajout d'amidon sur la consistance du mélange FAC + coproduits végétaux ;
- La différence entre les deux types d'amidon sur le même mélange FAC + coproduits végétaux ;
- La différence entre les deux types de coproduits végétaux (chènevotte et anas de lin) sur le comportement des FAC ;
- L'influence de la proportion de coproduits végétaux par rapport au liant sur la consistance du mélange.

4.2.3 Étude du comportement à l'état durci

4.2.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi de séchage

Les dimensions très importantes des coproduits végétaux rendent l'utilisation des moules pour éprouvettes $4 \times 4 \times 16\ cm^3$ inappropriés. Le choix s'est donc orienté vers des éprouvettes prismatiques de type ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) afin de limiter l'influence de la taille de la chènevotte ou des anas de lin dans le moule. Ces éprouvettes seront testées en flexion.

La mise en place de la matière dans les moules se fait par moulage et compactage manuel grâce une dame en bois. L'introduction de la matière dans le moule s'effectue en deux couches successives et 10 coups de dame par couche.

Le démoulage est effectué immédiatement après fabrication. Ensuite, les éprouvettes

sont conservées dans le laboratoire à l'air ambiant à température moyenne de 20 ± 2°C et 50 ± 5% d'humidité relative.

4.2.3.2 Essais mécaniques

4.2.3.2.1 Mode opératoire

La presse électromécanique Shimadzu 50 (kN) a été utilisée pour la réalisation des essais de flexion sur les éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$), avec un dispositif approprié selon la norme NF EN 12390-5 [**AFNOR NF EN 12390-5**]. La charge appliquée est de 4 (N/s), adaptée à nos matériaux. La figure **4-6** montre le dispositif avec une éprouvette pendant le test à la flexion.

FIGURE 4-6 – Essai de flexion sur une éprouvette ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$).

Les masses ont été mesurées et les dimensions prises pour toutes les éprouvettes pendant la période de stockage et jusqu'à la réalisation des tests de flexion.

4.3 Étude du mélange de référence (FAC + amidon + CPV)

4.3.1 Étude du comportement à l'état frais

4.3.1.1 Influence de la présence de chènevotte

Plusieurs formulations ont été choisies avec des mélanges à base de FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon D ou H . Le tableau **4-2** montre quelques exemples demélanges étudiés.

Formulations étudiées en présence de chènevotte							
E/L	0,6	0,7	0,8	0,9	1	0,9	1
Désignation	5506	5507	5508	5509D	5510D	5509H	5510H
La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H							

Tableau 4-2 – Exemple des formulations étudiées avec L/G = 5,5 à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon.

Ces formulations permettent de mettre en évidence :

— L'influence de la proportion d'eau sur la consistance du mélange pour un rapport ($\frac{L}{G}$) fixe ;

— L'influence de l'ajout d'amidon sur la consistance du mélange de FAC + chènevotte ;

— La différence entre les deux types d'amidon sur le même mélange FAC + chènevotte.

La figure 4-7 présente les résultats obtenus avec les formulations composées de FAC + chènevotte, de FAC + chènevotte + amidon D et de FAC + chènevotte + amidon H.

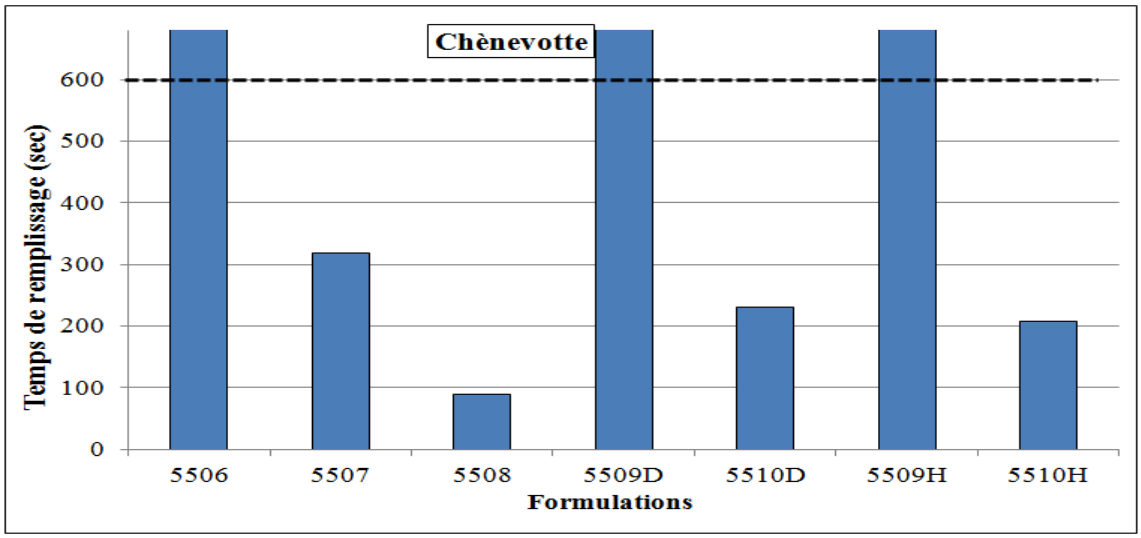


Figure 4-7 – Temps de remplissage des mélanges à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon.

Les résultats présentés dans la figure 4-7 montrent que :

— L'augmentation du rapport $\frac{E}{L}$ de 0,6 à 0,8 permet de diminuer considérablement le temps de remplissage du moule VEBE. Pour preuve, les temps de remplissage passent alors de plus de 600 secondes à 90 secondes pour le même rapport $\frac{L}{G}$ égal à 5,5 ;

— L'ajout d'amidon D ou H dans le mélange de FAC/chènevotte provoque une augmentation de la teneur en eau. Il fallait alors, pour avoir un temps de remplissage inférieur à 600 secondes, augmenter le rapport $\frac{E}{L}$ de 0,7 à 1. Cette augmentation est tout à fait normale comme cela a été montré dans le chapitre 3.

La figure 4-8 présente les résultats de l'affaissement des mélanges de FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon D ou H après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

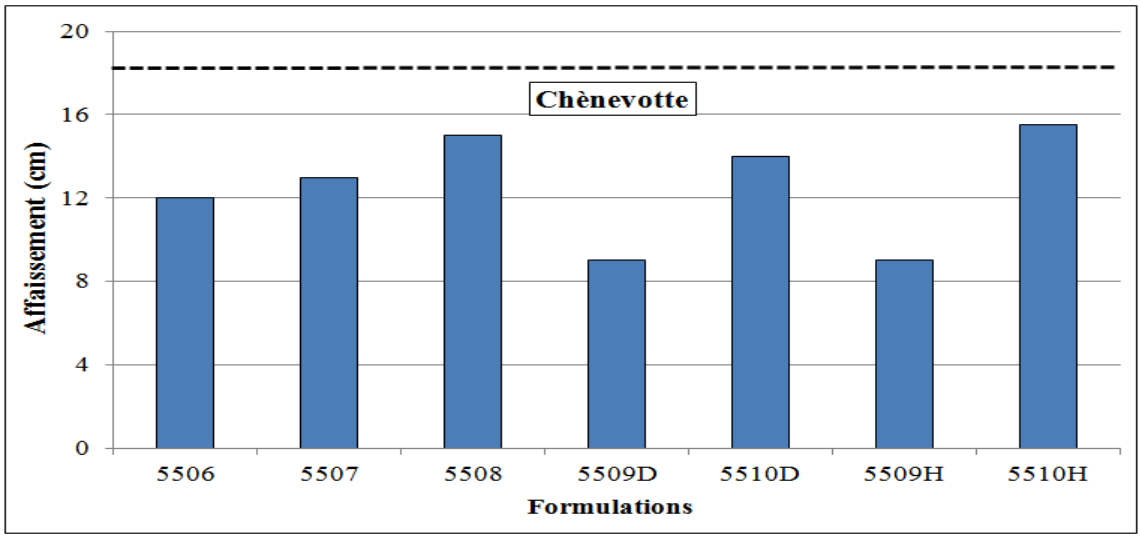


FIGURE 4-8 – Affaissement des mélanges à base de FAC + chènevotte sans et avec amidon après 30 secondes de mise en marche de l'essai VEBE.

Ces résultats mettent en évidence que l'augmentation de 0,1 du rapport $\frac{E}{L}$ dans le mélange FAC + chènevotte permet d'augmenter l'affaissement à 30 secondes de 1 cm et passer d'un mélange ferme à un mélange plastique. Tandis qu'une augmentation de 0,1 permet d'augmenter l'affaissement à 30 secondes de 5 et de 6 cm pour les mélanges FAC + chènevotte + amidon D et FAC + chènevotte + amidon H, respectivement.

4.3.1.2 Influence de la présence d'anas de lin

Plusieurs formulations ont été choisies à base de FAC + anas de lin sans et avec l'amidon D ou H. Le tableau 4-3 montre quelques exemples des mélanges étudiés.

Formulations étudiées en présence d'anas de lin							
E/L	0,6	0,7	0,8	1	1,1	1	1,1
Désignations	5506-A	5507-A	5508-A	5510D-A	5511D-A	5510H-A	5511H-A
La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H							

Tableau 4-3 – Exemple des formulations étudiées avec $L/G = 5{,}5$ à base de FAC + anas de lin sans et avec amidon.

Le choix de ces formulations permet de mettre en évidence :

— L'influence de la proportion d'eau par rapport au liant sur la consistance du mélange pour un rapport L/G fixe ;

— L'influence de l'ajout d'amidon sur la consistance du mélange de FAC + anas de lin ;

— La différence entre les deux types d'amidon sur le même mélange de FAC + anas de lin ;

— La comparaison de l'influence de deux coproduits végétaux sur le comportement de FAC avec et sans la présence de l'amidon.

La figure 4-9 présente quelques exemples de temps de remplissage pour des formulations étudiées.

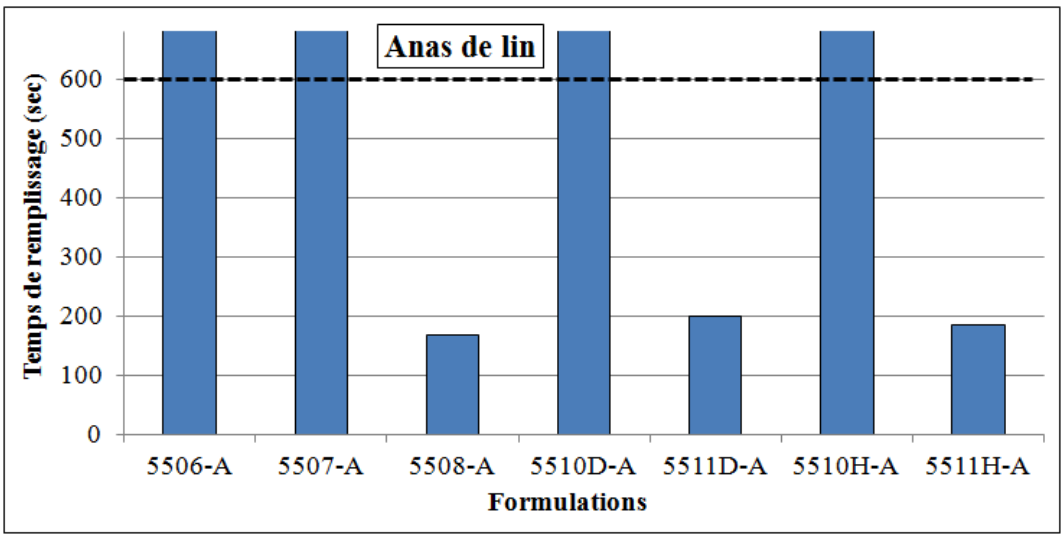


FIGURE 4-9 – Temps de remplissage des mélanges de FAC + anas de lin sans et avec amidon.

Les résultats présentés dans la figure **4-9** montrent, pour un mélange de FAC et anas de lin, que :

- La petite taille des particules d'anas de lin par rapport à la chènevotte induit une demande en eau un peu plus importante pour avoir la même consistance. Pour pouvoir mesurer un temps de remplissage, il faut un rapport $\frac{E}{L}$ égal à 0,8 pour un mélange incluant des anas de lin contre un rapport $\frac{E}{L}$ égal à 0,7 pour le mélange incluant de la chènevotte ;
- L'augmentation du rapport $\frac{E}{L}$ de 0,7 à 0,8 permet de diminuer considérablement le temps de remplissage avec un temps de plus de 600 secondes à 167 secondes pour le même rapport $\frac{L}{G}$ égal à 5,5.

L'ajout d'amidon dans ce mélange provoque une augmentation de la demande en eau. Pour avoir un temps de remplissage inférieur à 600 secondes, il faut augmenter le rapport E/L de 0,8 jusqu'à 1,1 pour les deux types d'amidon.

La figure **4-10** présente les mesures d'affaissement des mélanges à base de FAC + anas de lin sans et avec l'amidon après 30 secondes d'essai VEBE.

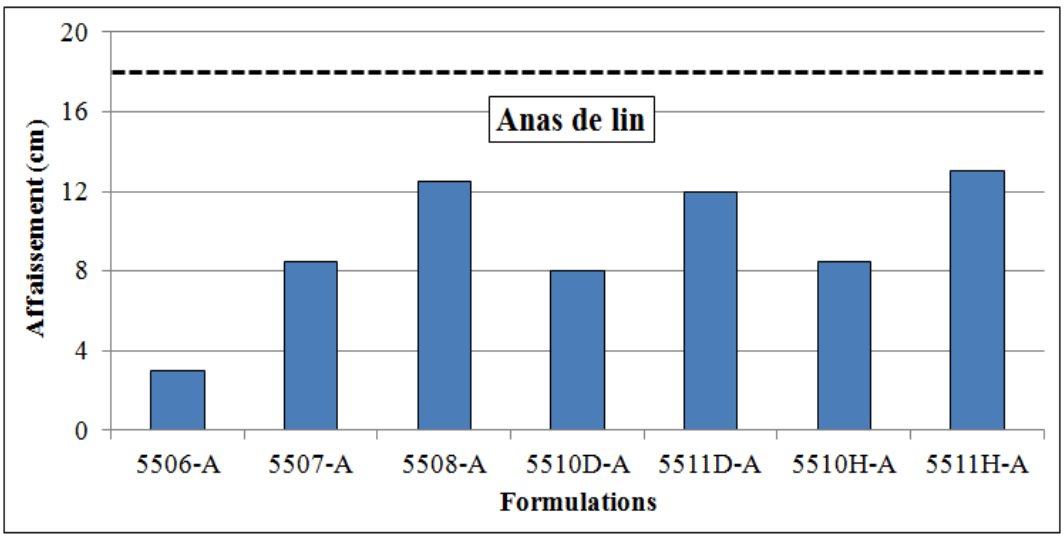


FIGURE 4-10 – Affaissement à 30 secondes des mélanges de FAC + anas de lin sans et avec l'amidon.

Les résultats présentés dans la figure **4-10** mettent en évidence que l'augmentation du rapport $\frac{E}{L}$ de 0,1 dans le mélange FAC + anas de lin permet d'augmenter de 4 à 5 *cm* l'affaissement à 30 secondes et de passer d'un mélange ferme à un mélange fluide. Tandis qu'une augmentation de $\frac{E}{L}$ de 0,1 permet d'augmenter de 4 *cm* l'affaissement à 30 secondes pour les mélanges FAC + anas de lin + amidon D ou H.

4.3.2 Étude du comportement à l'état durci

4.3.2.1 Fabrication des éprouvettes et suivi de séchage

Différentes formulations ont été fabriquées pour étudier :

— L'influence de la proportion en chènevotte ou en anas de lin sur le comportement physico-mécanique des FAC ;

— L'influence de la teneur en eau sur le comportement physico-mécanique du mélange FAC + coproduits végétaux ;

— L'influence réciproque des différents composants.

Les formulations étudiées sont présentées dans le tableau **4-4**.

Formulations étudiées						
			Chènevotte			
E/L	0,6	0,7	0,9	1	0,9	1
Amidon	-	-	D	D	H	H
Désignations	5506	5507	5509D	5510D	5509H	5510H
			Anas de lin			
E/L	0,6	0,7	1	1,1	1	1,1
Amidon	-	-	D	D	H	H
Désignations	5506-A	5507-A	55010D-A	5511D-A	5510H-A	5511H-A

Tableau 4-4 – Exemple des formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux avec et sans amidon.

A la suite des premières fabrications, plusieurs problèmes sont apparus et ont nécessité plusieurs adaptations du protocole de préparation et des formulations :

— En général, avec un temps de remplissage inférieur à 600 secondes, les mélanges testés étaient de fluides à très fluides et cela nous permettait de bien mettre en place la matière dans le moule. Le problème avec ces mélanges est la quantité énorme d'eau qui induisait un durcissement lent du matériau. De plus, les fortes teneurs en eau dans les mélanges provoquent à la fois des pertes de matière en partie inférieure du moule de fabrication (fuite d'un mélange liquide eau + FAC), mais aussi un long temps de séchage et des problèmes très importants de dégradations des coproduits végétaux. Pour éviter ces problèmes, la fabrication des éprouvettes s'était orientée vers des mélanges dits fermes avec un temps de remplissage supérieur à 600 secondes.

— Vue la petite taille des particules d'anas de lin et afin d'assurer un protocole de fabrication similaire à celui utilisé pour la chènevotte, une augmentation d'environ 100 kg/m^3 de la masse volumique sèche finale a été choisie sur toutes les éprouvettes incluant des anas de lin ;

— Les mélanges avec amidon ont posé problème. Malgré la facilité de mise en place

dans le moule, il était impossible de respecter les dimensions des éprouvettes 7 × 7 × 28 cm^3 avec les masses volumiques sèches finales de 800 kg/m^3 (chènevotte) et 900 kg/m^3 (anas de lin) visées au départ. Fabriquer une éprouvette avec une telle formule, tout en respectant le même protocole de mise en place et de compactage, provoque une hauteur d'éprouvette d'environ 9 cm^3, qui induisait une porosité trop importante en fin de séchage, vu le pourcentage élevé d'eau. Pour résoudre ce problème, l'utilisation d'un fluidifiant pour réduire la quantité d'eau a semblé être la solution la plus adaptée.

4.4 Influence de l'ajout d'un superplastifiant sur le comportement des mélanges

4.4.1 Le superplastifiant étudié

L'utilisation d'un superplastifiant dans cette étude a pour but de réduire la quantité énorme d'eau dans les mélanges comportant de l'amidon, tout en assurant un comportement similaire à l'état frais, entre le même type de formulation avec et sans adjuvant.

Le superplastifiant choisi pour cette étude est le polycarboxylate Chryso Fluid Premia 205, cet adjuvant est utilisé classiquement dans des formulations de béton. Il était déjà utilisé dans les travaux de thèse de [**FLAMENT 2013**]. Dans une étude comparative entre plusieurs superplastifiants, il avait obtenu les meilleurs résultats sur des mélanges terre-paille avec ce produit. Ce superplastifiant est conditionné dans des bidons de 5 litres à l'état liquide. La concentration en extrait sec d'adjuvant est de 30,3%. Flament a montré que l'ajout de 1,3% d'extrait sec de Chryso fluid Premia 205 réduit la demande en eau des mortiers de FAC d'environ 35% [**FLAMENT 2013**].

La méthodologie de fabrication des mélanges adjuvantés reste identique à celle des mélanges sans adjuvant. Le superplastifiant a été mélangé avec l'eau de gâchage pour éviter une perte de tensioactif (superplastifiant visqueux).

Le rapport entre adjuvant et liants A/L est le rapport de l'extrait sec d'adjuvant sur

la masse de liants.

La quantité d'adjuvant ajoutée peut être calculée comme suit :

$$A_{\text{Extrait sec}} = L \times 1,3 \times 100 \tag{4-6}$$

$$A_{\text{Totale}} = \frac{A_{\text{extrait sec}} \times 100}{30,3} \tag{4-7}$$

4.4.2 Étude du comportement à l'état frais

Plusieurs formulations ont été testées afin d'étudier l'influence du superplastifiant sur le comportement des mélanges à base de FAC + coproduits végétaux + amidon à l'état frais. Le tableau 4-5 présente quelques formulations étudiées à base de FAC + coproduits végétaux + amidon D ou H.

Formulations étudiées				
E/L	0,6	0,7	0,6	0,7
Avec chènevotte	5506Dchr	5507Dchr	5506Hchr	5507Hchr
Avec ans de lin	5506Dchr-A	5507Dchr-A	5506Hchr-A	5507Hchr-A
La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H				
Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant				

Tableau 4-5 – Formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux, amidon et superplastifiant.

Les résultats obtenus sur le consistomètre VEBE sont présentés dans les figures 4-11, 4-12, 4-13 et 4-14. Ces résultats montrent que l'ajout de superplastifiant permet de réduire la quantité d'eau de gâchage tout en conservant la même consistance au mélange.

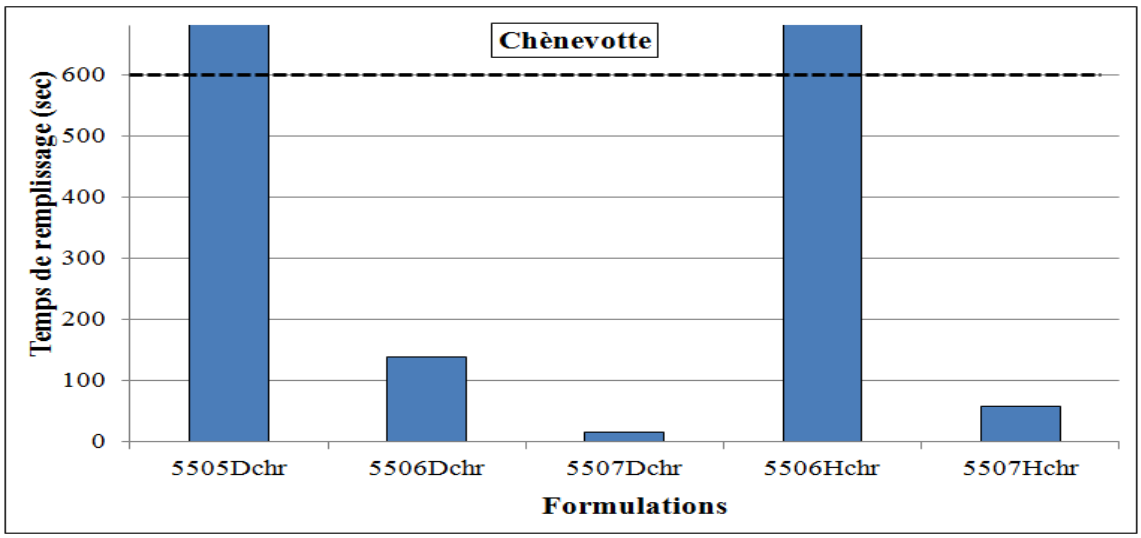


FIGURE 4-11 – Temps de remplissage des mélanges de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant.

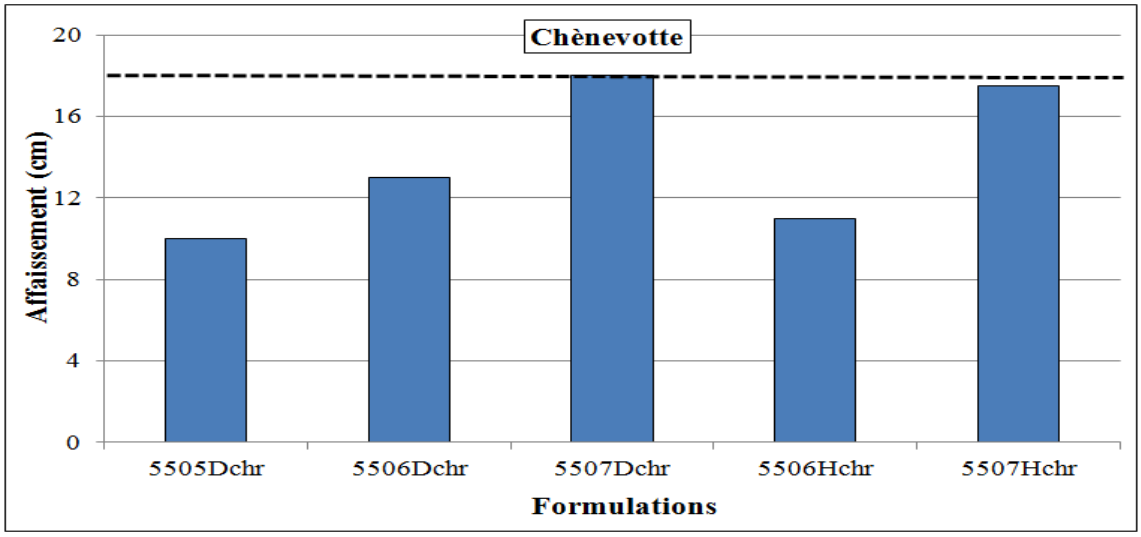


FIGURE 4-12 – Affaissement des mélanges de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

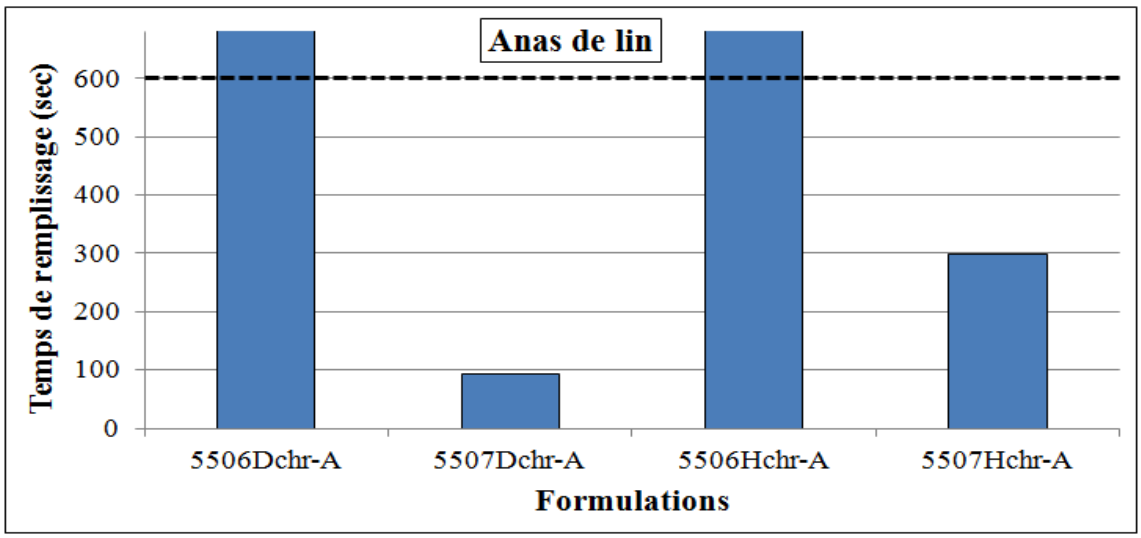


FIGURE 4-13 – Temps de remplissage des mélanges FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant.

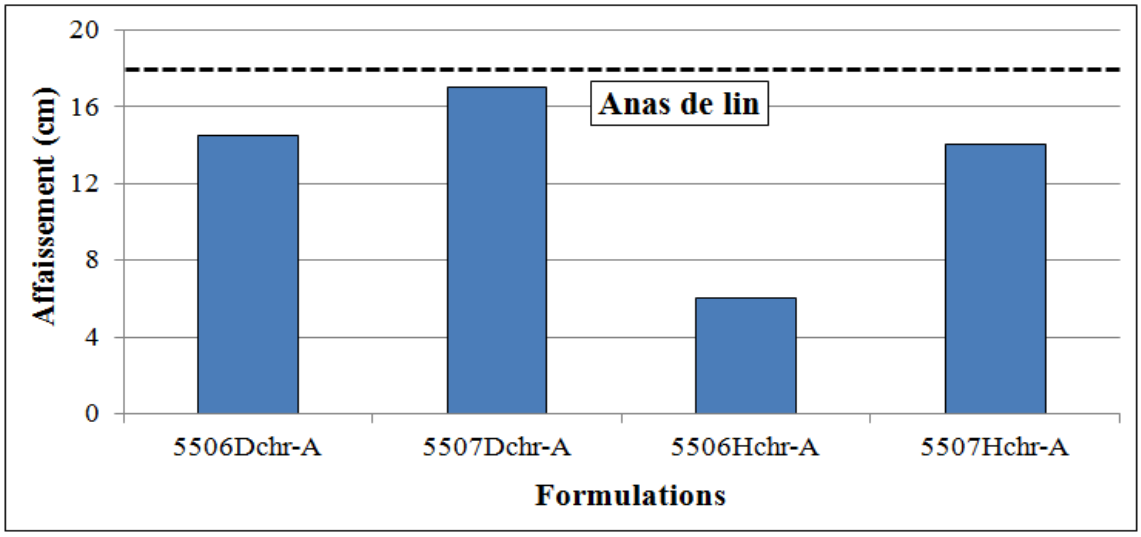


FIGURE 4-14 – Affaissement des mélanges FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

Pour bien comprendre ces résultats, les figures **4-15** et **4-16** présentent une comparaison des temps de remplissage des mélanges étudiés avec et sans adjuvant.

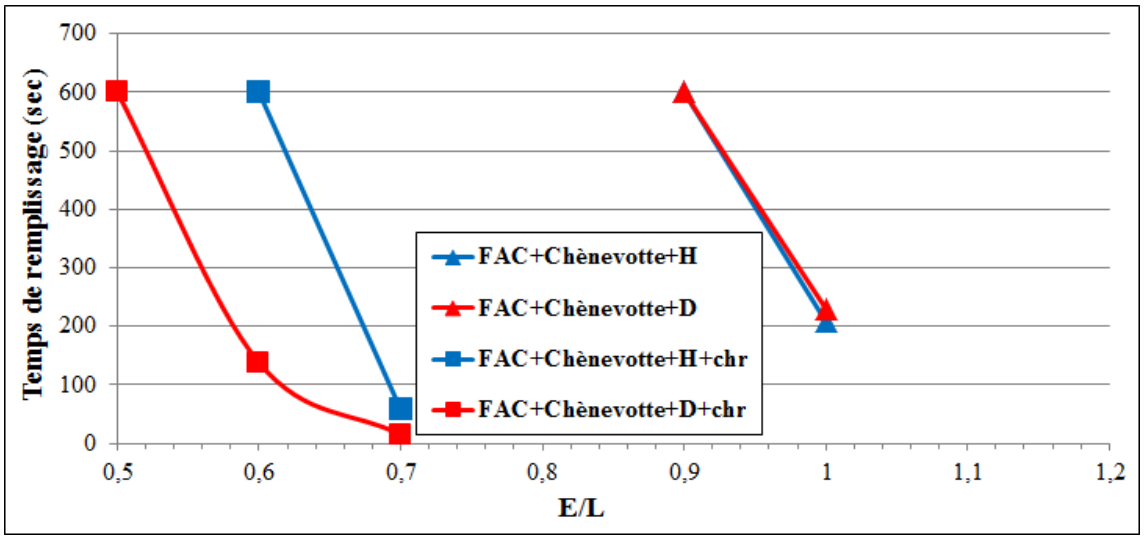


FIGURE 4-15 – Comparaison des temps de remplissage des mélanges FAC + chènevotte + amidon avec et sans superplastifiant.

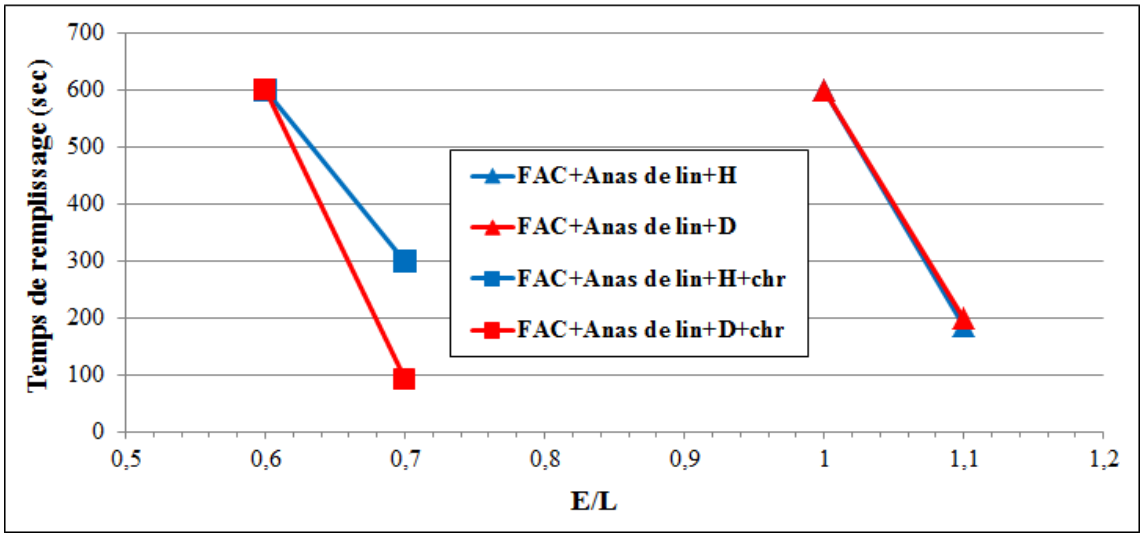


FIGURE 4-16 – Comparaison des temps de remplissage des mélanges FAC + anas de lin + amidon avec et sans superplastifiant.

Ces résultats montrent que l'ajout de superplastifiant permet de réduire de 30% la quantité d'eau de gâchage pour les mélanges avec chènevotte et d'environ 35% pour les mélanges avec anas de lin. Par exemple, pour avoir un temps de remplissage de 200 secondes pour un mélange avec chènevotte avec un rapport $\frac{L}{G}$ de 5,5, il fallait un rapport $\frac{E}{L}$ de 1 pour une formulation non adjuvantée contre 0,6 pour la même formulation en

présence d'adjuvant.

Les figures 4-17 et 4-18 présentent une comparaison de l'affaissement des mélanges étudiés avec et sans adjuvant.

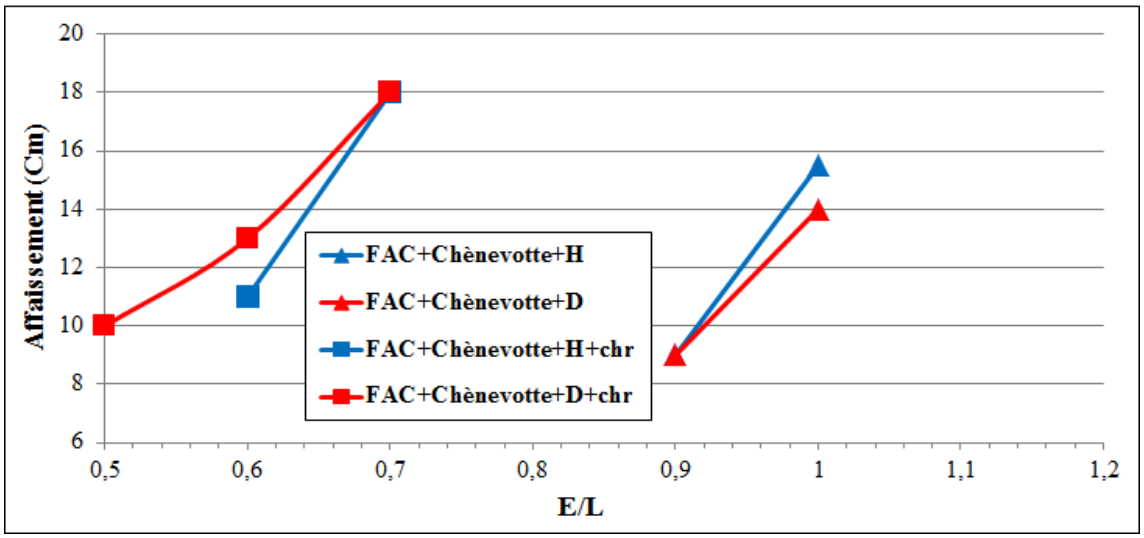


FIGURE 4-17 – Comparaison de l'affaissement des mélanges FAC + chènevotte + amidon avec et sans superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

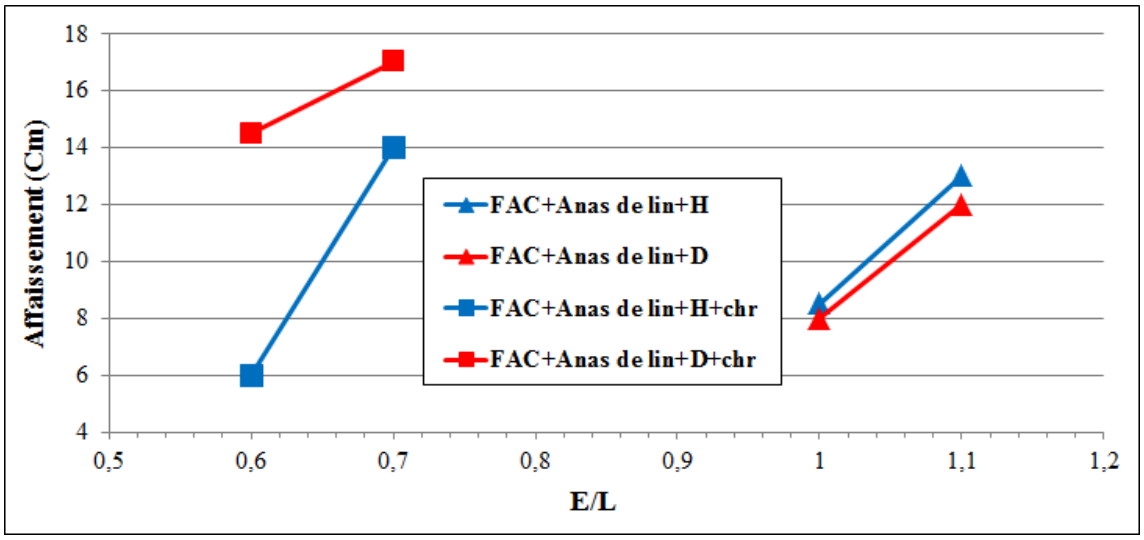


FIGURE 4-18 – Comparaison de l'affaissement des mélanges FAC + anas de lin + amidon avec et sans superplastifiant après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

Les résultats présentés dans les figures ci-dessus montrent la forte influence du superplastifiant sur l'affaissement des mélanges étudiés. Une baisse d'environ 40% du rapport E/L peut être observée pour les formulations adjuvantées afin d'atteindre le même affaissement. L'effet de l'adjuvant sur les formulations incluant des anas de lin et l'amidon D est plus marqué avec une baisse de plus de 50% du rapport E/L.

L'essai au consistomètre VEBE a été refait avec un mélange de FAC + coproduits végétaux + amidon + superplastifiant à différents temps de repos ($t = 0$ *sec* puis après 10 et 30 *minutes*). Les temps de remplissage obtenus étaient quasi-identiques. Cela confirme les résultats obtenus dans le chapitre 3 sur la capacité de l'amidon à donner l'aspect thixotrope au matériau terre à l'état frais.

4.4.3 Étude du comportement à l'état durci

4.4.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi du séchage

Les formulations présentées dans le tableau 4-5 ont été choisies dans le but de comprendre le comportement de la matière vis-à-vis de la proportion en eau qui fait varier la masse volumique sèche. La quantité de chaque composant a été calculée pour avoir une

masse volumique sèche finale de 800 kg/m^3 avec la chènevotte et 900 kg/m^3 avec l'anas de lin (Tab. B.1 B.2).

Après malaxage, la formule 5507Dchr a donné un mélange trop fluide et n'a pas pu être utilisée pour fabriquer des éprouvettes.

La figure **4-19** présente la mise en place des matières dans le moule. Au moins neuf éprouvettes ont été fabriquées pour chaque formulation avec la même masse volumique humide, permettant d'avoir trois éprouvettes pour des essais mécaniques à différentes échéances : 28 jours, 3 mois et 1 an.

FIGURE 4-19 – Mise en place de la matière dans le moule.

Le démoulage a été effectué immédiatement pour la plupart des formulations (Fig. **4-20**). Les éprouvettes sont donc ensuite déplacées et stockées en laboratoire en atmosphère quasi-stable à savoir 20 ± 2°C et 55 ± 5% HR.

FIGURE 4-20 – **Démoulage des éprouvettes prismatiques.**

L'évolution de la teneur en eau et de l'état des éprouvettes a été suivie et observée pendant la durée de stockage jusqu'aux essais mécaniques. Les courbes de suivi de séchage en fonction du temps sont présentées dans les figures 4-21 et 4-22.

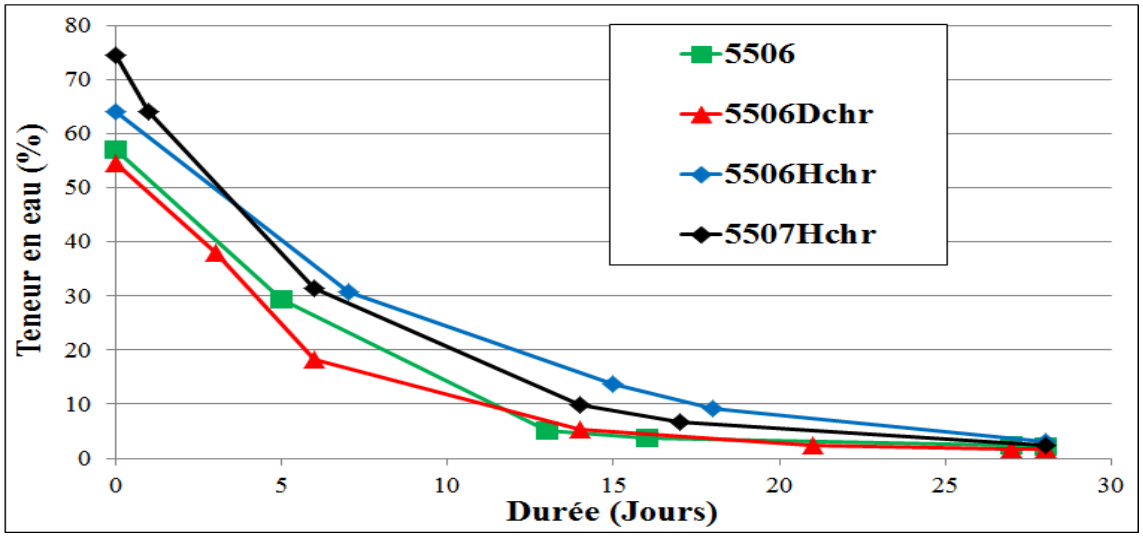


FIGURE 4-21 – **Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant.**

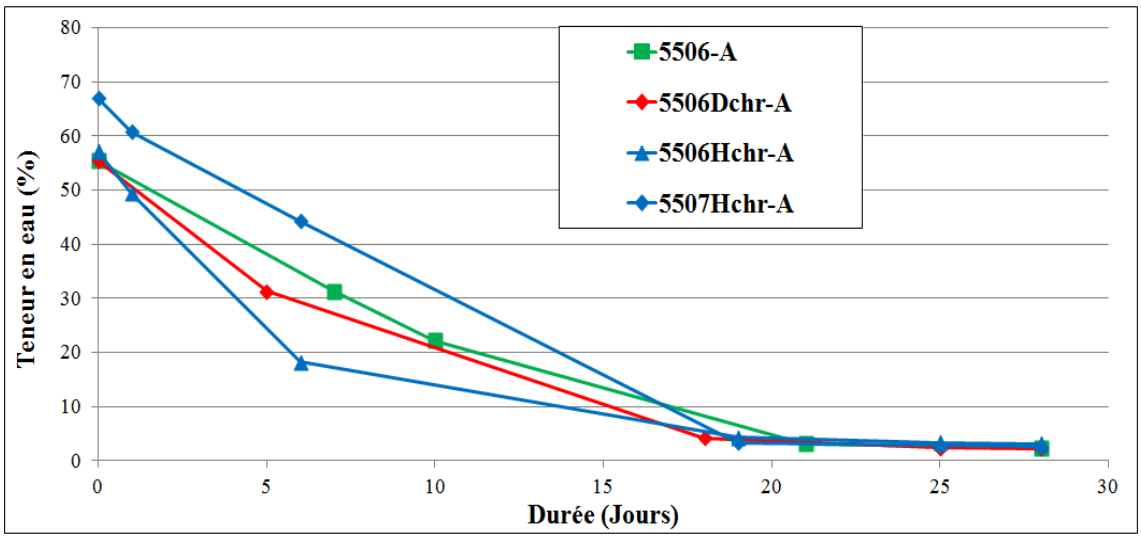


FIGURE 4-22 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes de FAC + anas de lin et de FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant.

Les courbes de suivi de séchage montrent qu'au bout de deux semaines les teneurs en eau des éprouvettes avec chènevotte sont stables. Pour les anas de lin, la stabilité des teneurs en eau est atteinte au bout de 18 jours dû au surplus d'eau. On remarque qu'il y avait un séchage rapide les 10 premiers jours suivi par un séchage plus lent jusqu'à stabilisation de masse. La teneur en eau finale varie entre 1,5 et 3%.
L'augmentation du rapport E/L de 0,6 à 0,7 n'a aucune influence sur le temps de séchage malgré la différence de quantité initiale d'eau.

Il est intéressant de noter que plusieurs autres formulations ont été testées et montraient une vitesse de séchage à peu près semblable, quelle que soit la valeur initiale de la teneur en eau.

L'introduction de coproduits végétaux dans les mélanges à base de FAC diminue le retrait de dessiccation déjà observé dans les éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm^3 à base de FAC seules et de FAC + amidon. Les coproduits végétaux (chènevotte et anas de lin) semblent jouer un rôle "d'armatures" dans le mélange. La figure **4-23** montre deux éprouvettes à base de FAC, anas de lin, amidon et superplastifiant après fabrication et en fin de séchage.

FIGURE 4-23 – Éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) à base de FAC, anas de lin et amidon après fabrication (en bas) et en fin de séchage (en haut).

Pendant la durée du séchage, l'apparition de moisissures a été observée à la surface des éprouvettes sous forme de fils blancs et de points noirs (Fig. 4-24). Ces moisissures ont été causées par la forte humidité au moment de la fabrication présente même avec l'adjuvant et par le manque de ventilation autour des éprouvettes pendant la phase de séchage.

FIGURE 4-24 – Moisissures observées sur une éprouvette à base de FAC, chènevotte et amidon .

La figure 4-25 présente les masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées mesurées à l'échéance des essais mécaniques. Une différence non négligeable entre les masses volumiques apparentes des différentes éprouvettes étudiées est relevée. Les mélanges sans amidon avec anas de lin ont une masse volumique sèche supérieure aux autres mélanges

de par la granulométrie des anas de lin qui donne des mélanges plus denses. Les mélanges avec chènevotte sont plus homogènes.

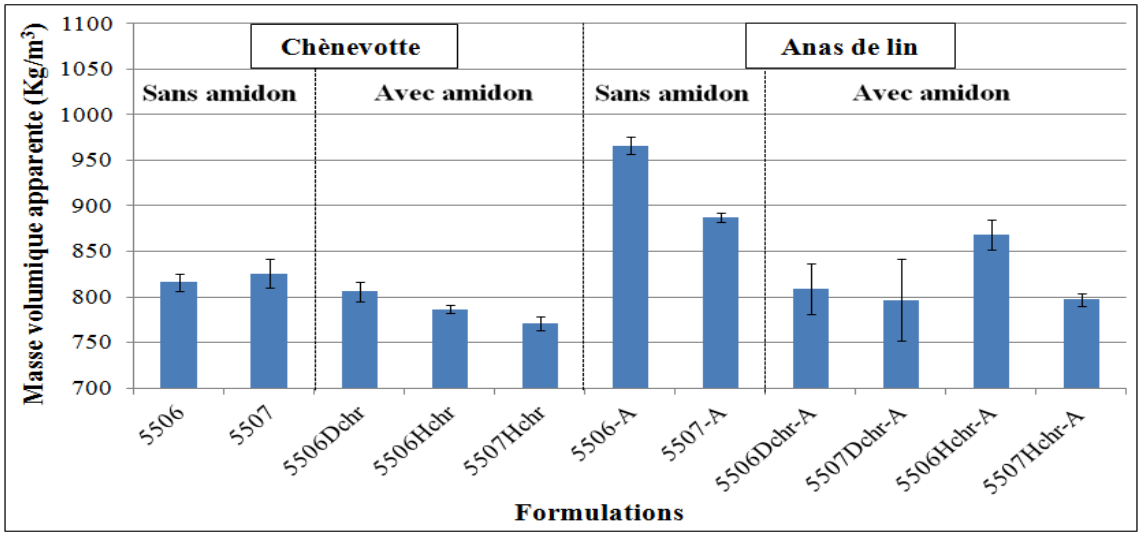


FIGURE 4-25 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) étudiées .

4.4.3.2 Résistance à la flexion

La figure **4-26** présente les résultats mécaniques à la flexion obtenus à 28 jours.

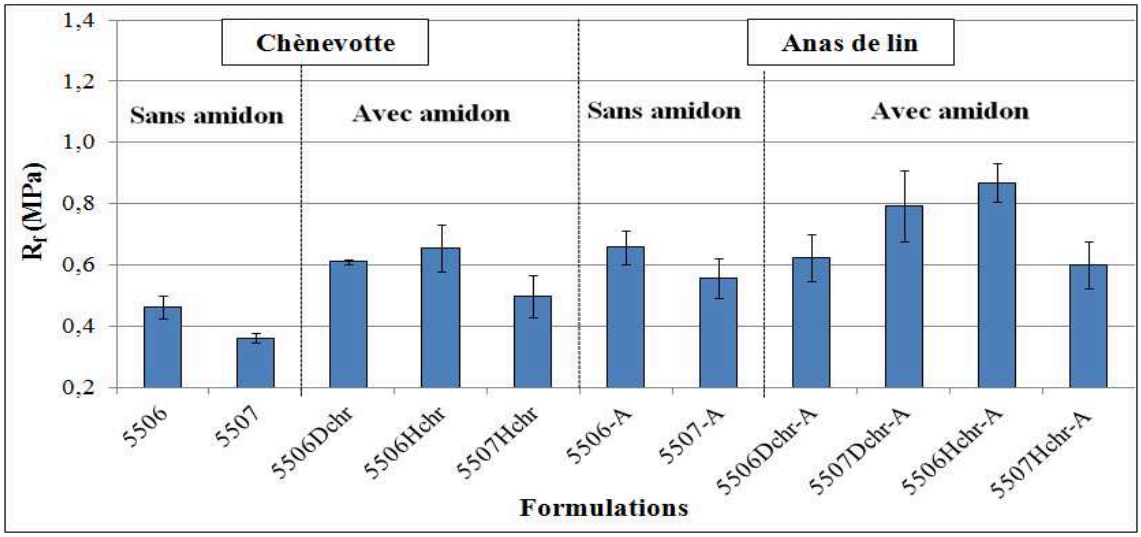


FIGURE 4-26 – Résistances mécaniques à la flexion des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) étudiées à 28 jours.

Ces résultats montrent :

— Une amélioration générale de la résistance à la flexion des éprouvettes étudiées en présence d'amidon quel que soit le coproduit végétal associé et la teneur en eau initiale.

— Une augmentation du rapport E/L de 0,6 à 0,7 a causé une baisse des résistances mécaniques à la flexion d'environ 1 MPa pour un mélange de FAC + chènevotte ou anas de lin, de 1,5 MPa pour un mélange de FAC + chènevotte + amidon H + superplastifiant et de 2,5 MPa pour un mélange de FAC + anas de lin + amidon H + superplastifiant. Cette baisse peut être attribuée au départ d'eau libre excédentaire qui peut laisser une proportion supplémentaire de vide dans l'éprouvette et la rendre plus fragile. Cependant il y a une exception : le mélange 5507Dchr-A qui a donné une résistance mécanique plus importante que le mélange 5506Dchr-A. Mais ce mélange ne sera plus utilisé pour la suite de cette étude car sa tenue au démoulage était mauvaise. Les éprouvettes se déformaient.

Dans l'ensemble, la présence des fibres évite une rupture brutale du matériau. Celui-ci passe donc d'un comportement fragile à un comportement quasi-ductile.

L'ajout de superplastifiant a permis de réduire la quantité d'eau tout en maintenant une œuvrabilité suffisante des mélanges. Cependant lors du séchage, des moisissures pouvaient encore être observées. Ainsi, le choix a été fait de rajouter de la chaux dans les mélanges. L'utilisation de la chaux dans cette étude a pour but d'empêcher l'apparition de moisissures pour des raisons de sécurité et de santé des habitants.

4.5 Influence de l'ajout de chaux sur le comportement des mélanges adjuvantés

L'introduction de la chaux dans les mélanges s'est effectuée par la substitution d'une partie des FAC par de la chaux.

4.5.1 La chaux utilisée

La chaux choisie dans cette étude est celle développée par la société AKTA pour le béton de chanvre projeté. Cette chaux grise est composée de 60% de chaux hydraulique, 15% de calcaire, 15% de filler calcaire, 7% pouzzolane naturelle et 3% adjuvant.

Le travail mené par Flament [**FLAMENT 2013**] a montré que l'utilisation de ce type de chaux a permis d'améliorer les performances mécaniques et d'empêcher l'apparition de moisissures lors de la fabrication de carreau à base de terre-chènevotte.

4.5.2 Étude du comportement à l'état frais

La chaux a été introduite dans des mélanges fermes et semi-fluides. Pour éviter la formation de boules lors du malaxage des constituants et pour homogénéiser au mieux la matière, la chaux est préalablement mélangée à sec avec les FAC seules ou avec les FAC + amidon.

La méthode de fabrication est restée la même que pour les mélanges sans chaux.
La substitution d'une partie des FAC par la chaux a été faite selon différents pourcentages :

- 1% chaux et 99% FAC ;
- 5% chaux et 95% FAC ;
- 10% chaux et 90% FAC ;
- 30% chaux et 70% FAC.

L'objectif de ces différents pourcentages est de déterminer le pourcentage optimal de chaux afin d'empêcher l'apparition de moisissures. Les formulations détaillées sont présentées dans le tableau **4-6**.

Formulations étudiées						
Adjuvant	Non	Non	Oui	Oui	Oui	Oui
Pourcentage de chaux	1%	5%	1%	5%	10%	30%
E/L	0,6	0,6	-	-	0,5	0,5
Désignations	5506C1(-A)	5506C5(-A)	-	-	5505chrC10(-A)	5505chrC30(-A)
E/L	-	-	0,6	0,6	0,6	0,6
Désignations	-	-	5506DchrC1(-A)	5506DchrC5(-A)	5506DchrC10(-A)	5506DchrC30(-A)
Désignations	-	-	5506HchrC1(-A)	5506HchrC5(-A)	5506HchrC10(-A)	5506HchrC30(-A)

La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H

Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant

La lettre C avec les chiffres qui suivent veut dire que le mélange inclut de la chaux à tel pourcentage

Tableau 4-6 – Formulations étudiées à base de FAC, coproduits végétaux, amidon, superplastifiant et chaux.

Les tableaux B.1 et B.2 annexe B présentent les quantités de chaque composant nécessaire pour un mètre cube de mélange.

La consistance des mélanges étudiés au consistomètre VEBE a pour but d'étudier l'influence de la substitution des FAC par la chaux sur le comportement de nos mélanges à l'état frais. La figure **4-27** compare le temps de remplissage des mélanges avant et après l'ajout de chaux. Ces essais ont été réalisés avec les formulations ayant le pourcentage de chaux le plus important 30%. La figure **4-28** compare l'affaissement après 30 secondes des mélanges étudiés avec et sans chaux.

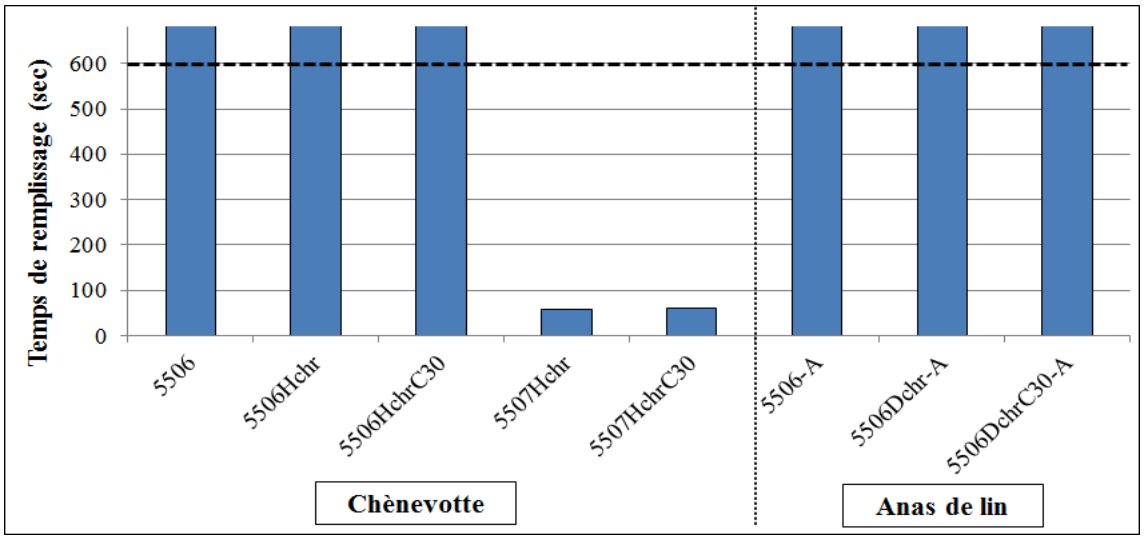


FIGURE 4-27 – Exemples de temps de remplissage des mélanges étudiés avec et sans chaux.

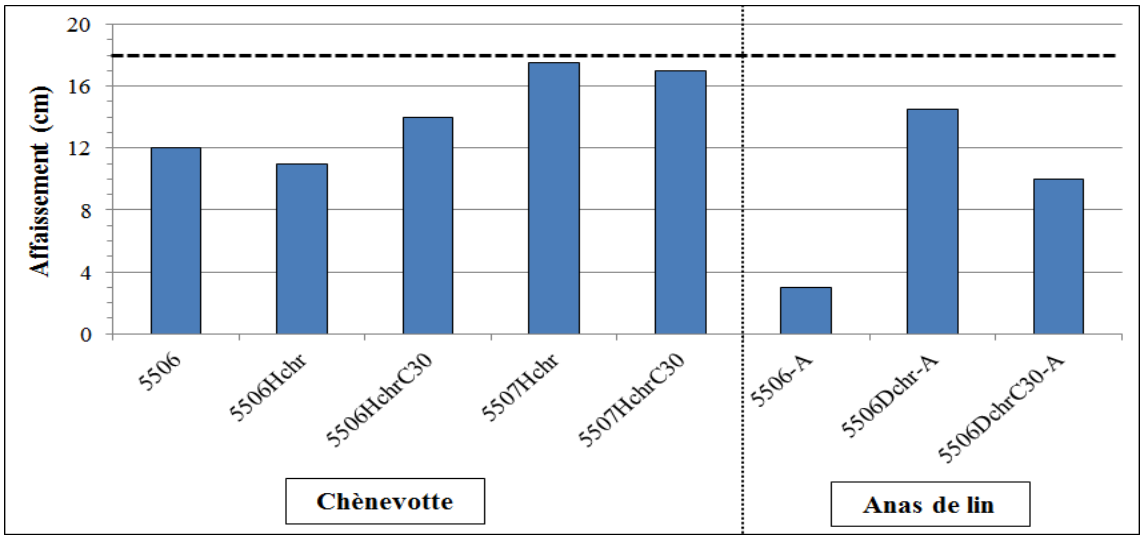


FIGURE 4-28 – Exemples des affaissement des mélanges étudiés avec et sans la chaux après 30 secondes de mise en marche du consistomètre VEBE.

Les résultats présentés dans les figures **4-27** et **4-28** montrent que :

— Le temps de remplissage d'un mélange ferme ($5506Hchr$ ou $5506Dchr-A$) reste non mesurable après l'ajout de chaux (temps supérieur à 600 secondes) ;

— La substitution d'une partie des FAC par de la chaux dans un mélange semi-fluide ($5507Hchr$) n'a induit aucun changement ni sur le temps de remplissage ni sur

l'affaissement.

4.5.3 Étude du comportement à l'état durci

4.5.3.1 Fabrication des éprouvettes et suivi du séchage

Des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) ont été fabriquées et conservées sous les mêmes conditions que les éprouvettes sans chaux à partir des formulations présentées dans le tableau **4-6**.

Tout comme les éprouvettes sans chaux, ces éprouvettes ont été suivies et observées pendant la période de stockage jusqu'aux essais mécaniques à 28 jours.

La substitution d'une partie des FAC par de la chaux améliore légèrement la cohésion entre la barbotine et les coproduits végétaux. L'ajout de la chaux à hauteur de 1 et 5% n'empêche pas l'apparition de moisissures.

Les figures C.1 et C.2 annexe C présentent les courbes de suivi de séchage pour les éprouvettes incluant 10 et 30% de chaux.

Le tracé des courbes de suivi de séchage montre que l'ajout de la chaux influence légèrement le séchage des éprouvettes. Les masses volumiques apparentes des éprouvettes incluant de la chènevotte est stable après 2 semaines. Tandis que pour les éprouvettes incluant des anas de lin, la stabilité de masses des éprouvettes est atteinte après 3 semaines. Nous remarquons aussi qu'il y a un séchage rapide dans les 10 premiers jours puis un séchage plus lent entre 10 et 20 jours, les teneurs en eau restant quasi-stables et variant entre 1,5 et 3,5% selon la formulation.

L'ajout de chaux à hauteur de 10 et 30% augmente le pH du mélange jusqu'à 12 contre un pH de 8,5 pour le mélange sans chaux (Fig. **4-29**). Aucune apparition de moisissures n'a d'ailleurs été observée pendant la période de stockage.

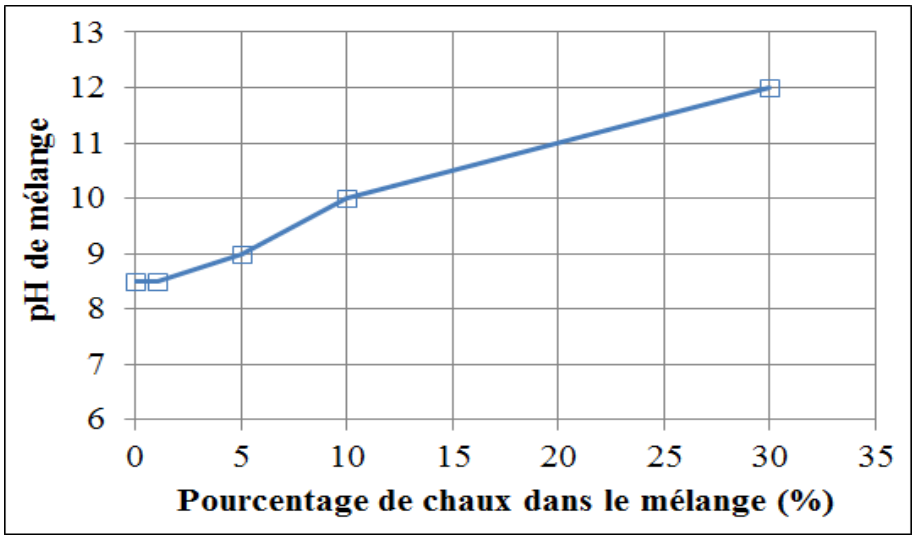


FIGURE 4-29 – Évolution du pH en fonction de pourcentage de chaux.

Les figures **4-30** et **4-31** présentent une comparaison entre les masses volumiques apparentes des mélanges étudiés à 28 jours avant les essais mécaniques.

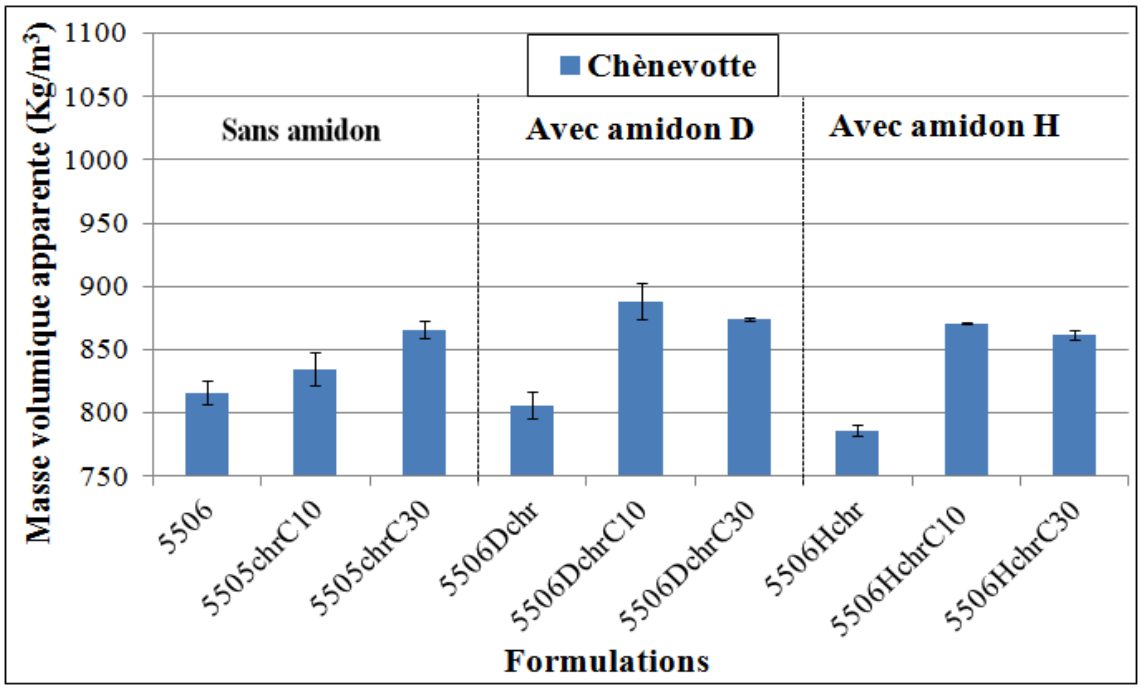


FIGURE 4-30 – Comparaison entre les masses volumiques apparentes des mélanges étudiés en présence de chènevotte.

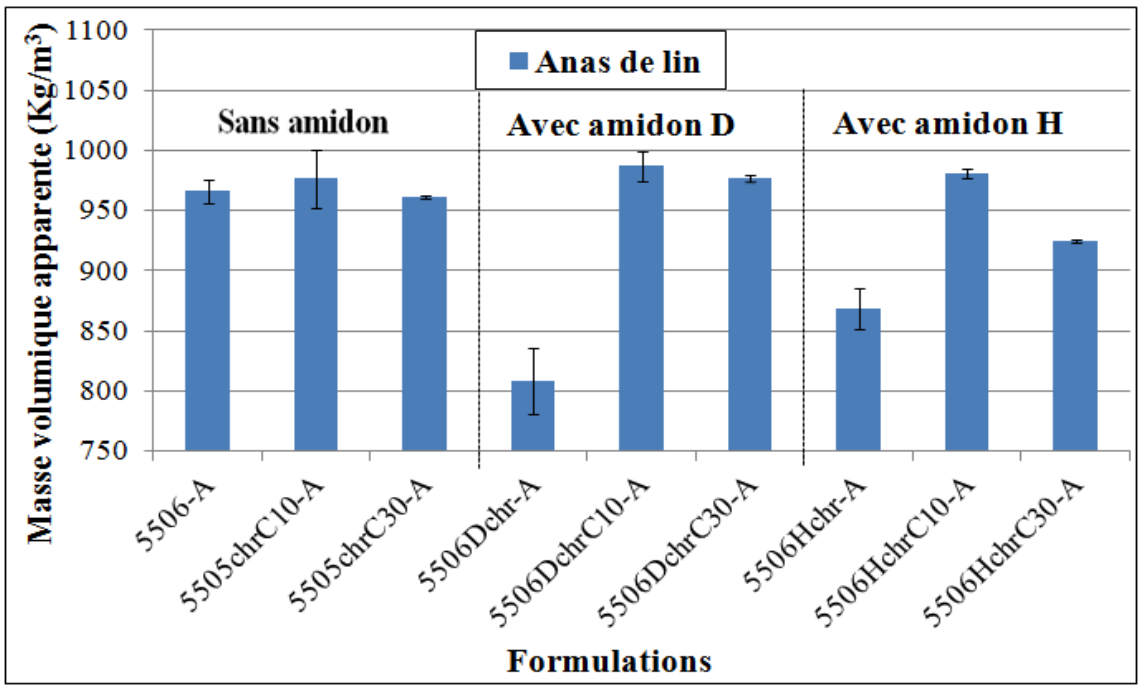


FIGURE 4-31 – Comparaison entre les masses volumiques apparentes des mélanges étudiés en présence d'anas de lin.

Les masses volumiques apparentes des éprouvettes stabilisées sont dans l'ensemble plus importantes que celles des éprouvettes non stabilisées.
De par la granulométrie des anas de lin, les masses volumiques apparentes des mélanges avec chènevotte restent autour de 850 kg/m^3 et celles des mélanges avec anas de lin autour de 950 kg/m^3.

4.5.3.2 Résistance à la flexion

Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes prismatiques ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) incluant 10 ou 30% de chaux.

Les figures **4-32** et **4-33** présentent les résistances à la flexion des mélanges étudiés à 28 jours.

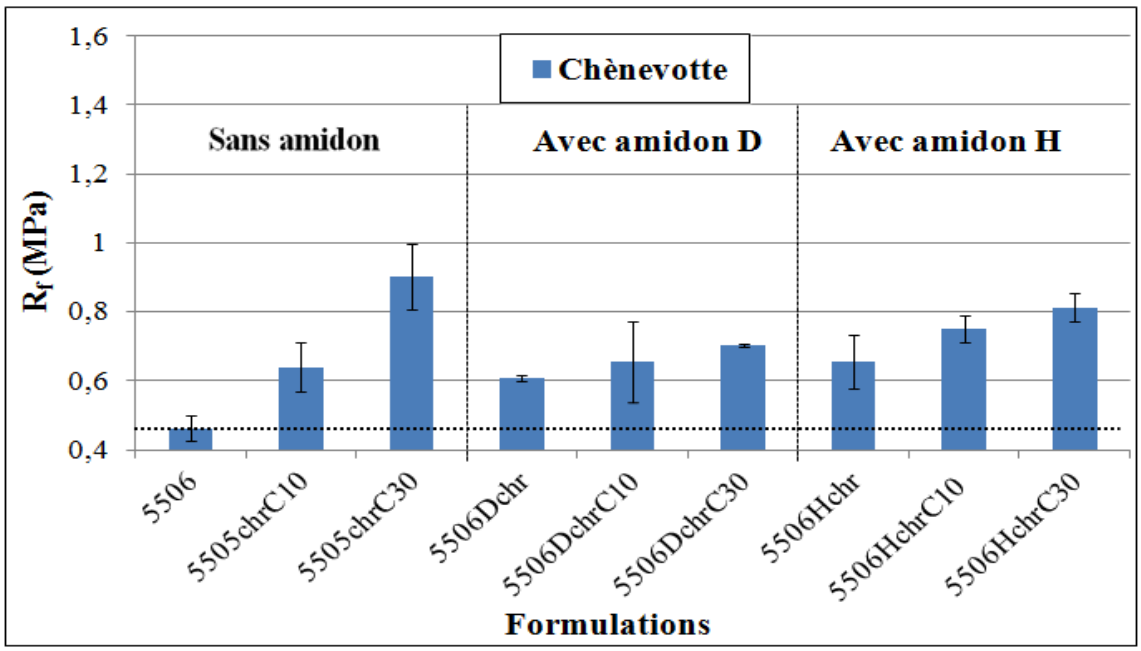


FIGURE 4-32 – Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des mélanges étudiés en présence de chènevotte.

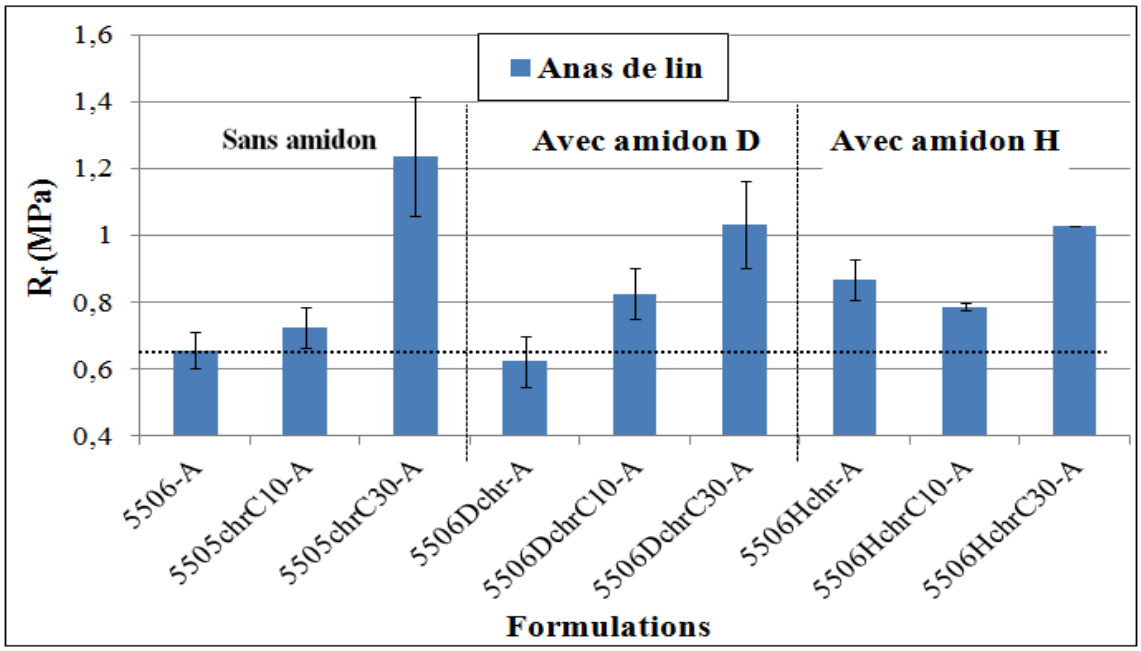


FIGURE 4-33 – Comparaison entre les résistances mécaniques à la flexion des mélanges étudiés en présence d'anas de lin.

Les résultats présentés dans ces figures montrent :

— Une amélioration de la résistance à la flexion des éprouvettes étudiées en présence

de chaux grâce à sa capacité à améliorer la cohésion entre la barbotine et les coproduits végétaux ;

— Une augmentation de la résistance à la flexion des éprouvettes étudiées lors du passage de 10 à 30% de chaux ;

— La meilleure résistance à la flexion obtenue avec un mélange à base de FAC + anas de lin + superplastifiant + chaux (5505chrC30-A) ;

— Avec un pourcentage de chaux de 10%, les formulations stabilisées incluant de l'amidon donnent les meilleures résistances à la flexion alors que c'est le contraire qui se passe avec un pourcentage plus important de chaux (30%), ce qui peut être justifié par le pH trop élevé qui diminue l'effet de l'amidon.

4.5.3.3 Influence de la durée de stockage sur la résistance à la flexion

Afin d'étudier la durabilité de nos formulations, neuf éprouvettes de chaque formulation ont été fabriquées avec la même masse volumique humide, ce qui permet d'avoir trois éprouvettes pour des essais à 28 jours, 3 mois et 1 an.

La figure **4-34** présente les masses volumiques apparentes des éprouvettes avec chènevotte selon les différents temps de stockage avec un rapport $L/G = 5,5$. La figure **4-35** présente les résistances à la flexion de ces éprouvettes.

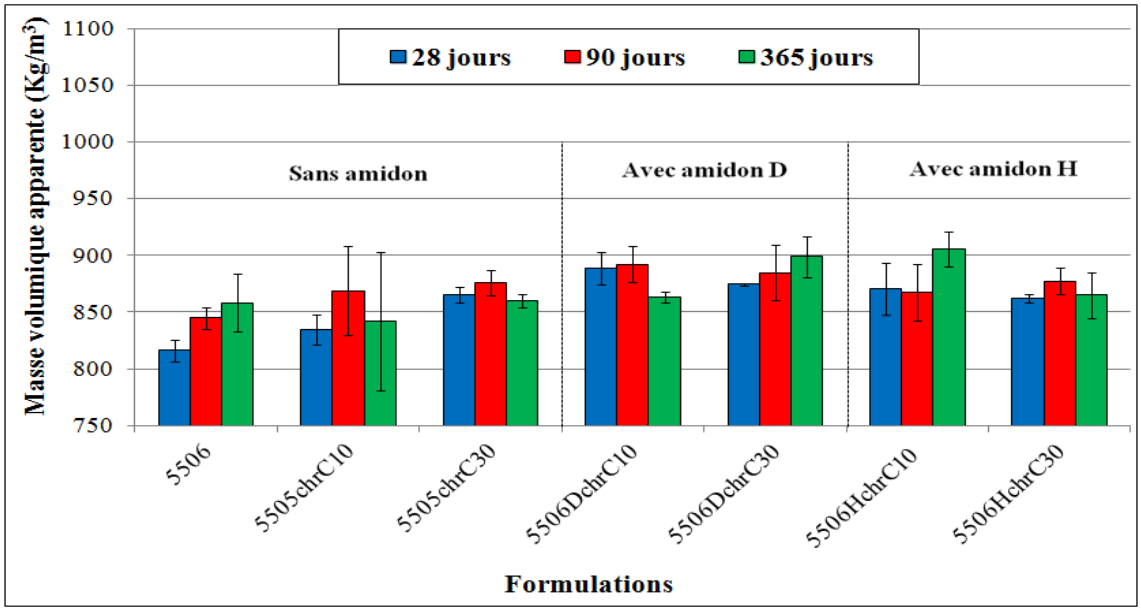


FIGURE 4-34 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées en présence de chènevotte selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$.

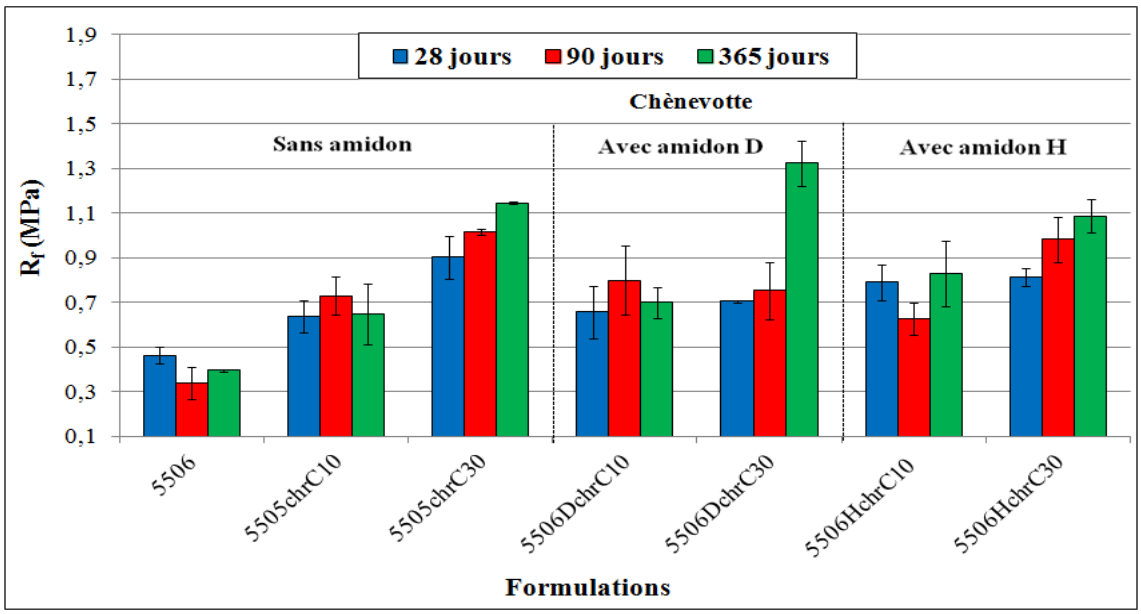


FIGURE 4-35 – Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées en présence de chènevotte selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$.

Les résultats présentés en figures **4-34** et **4-35** montrent que :

— Les masses volumiques apparentes des éprouvettes avec chènevotte sont homogènes avec des valeurs entre 800 et 900 kg/m^3 ;

— Une amélioration générale par rapport à 28 jours des résistances à la flexion à 3 mois puis à 1 an pour la plupart des formulations peut être observée ;

— Les deux formulations (5505chrC30 et 5506HchrC30) donnent les meilleures résistances à 3 mois ;

— Les éprouvettes (5506DchrC30) donnent de bonnes résistances à 28 et 90 jours et les meilleures résistances à 1 an (1,3 MPa) ;

— Les résistances mécaniques obtenues avec les formulations incluant 30% de chaux sont meilleures que celles avec 10%.

La figure **4-36** montre les masses volumiques apparentes des éprouvettes avec anas de lin selon les différents temps de stockage. La figure **4-37** montre les résistances à la flexion de ces éprouvettes.

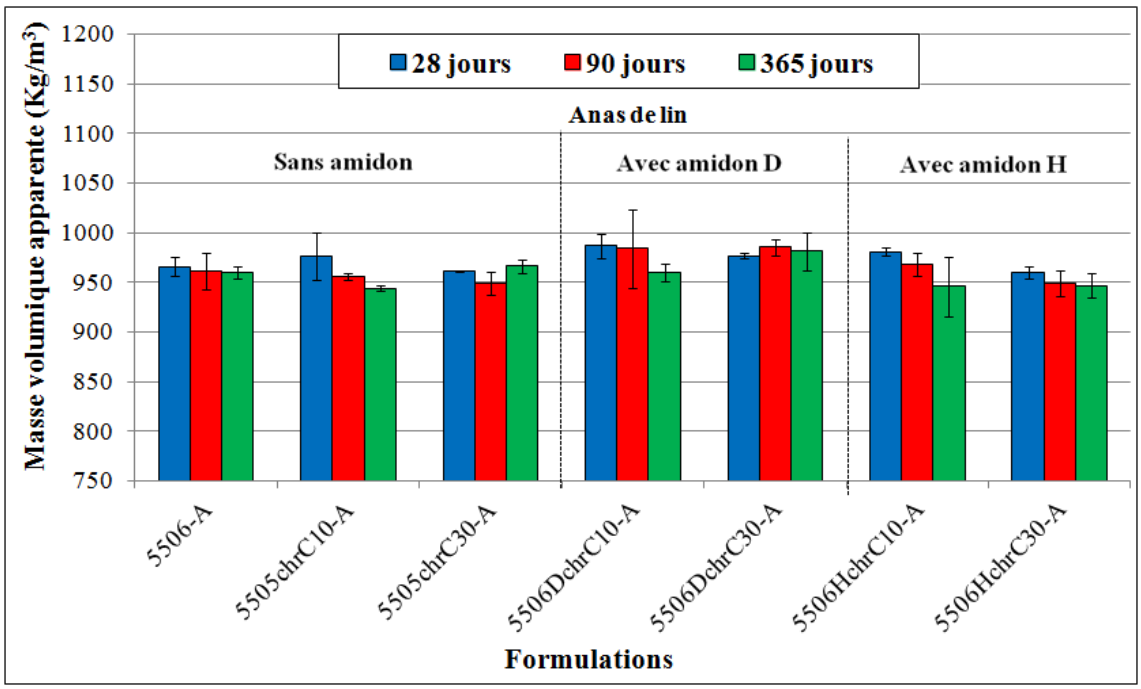


FIGURE 4-36 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées en présence d'anas de lin selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$.

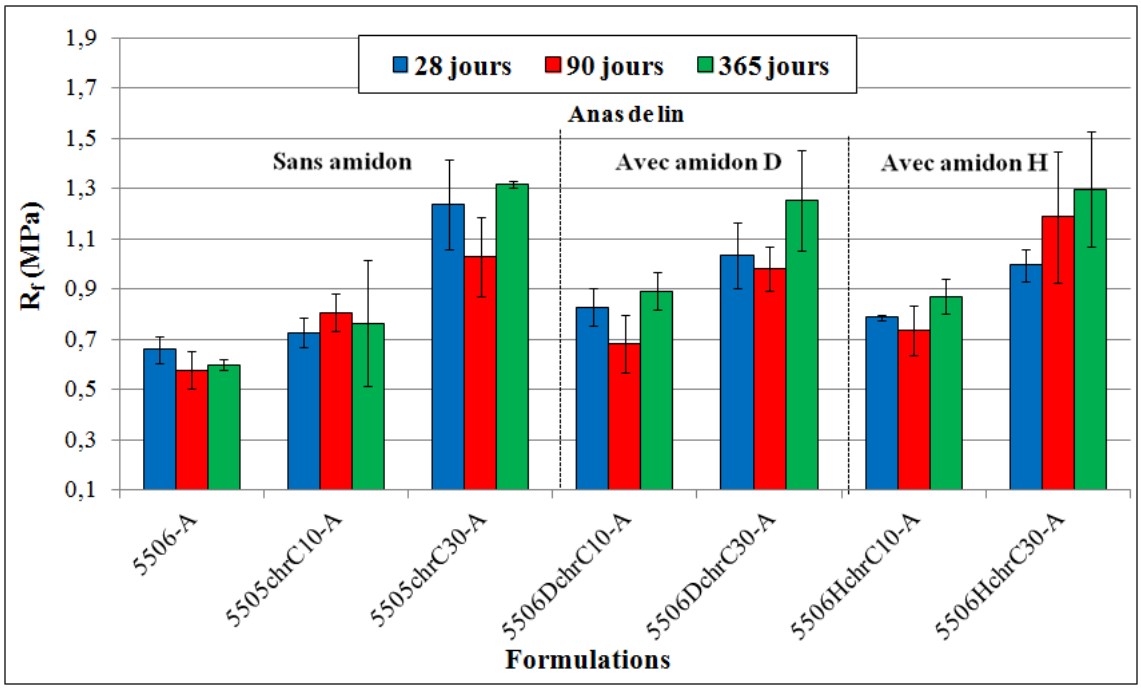


FIGURE 4-37 – Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées en présence d'anas de lin selon différents temps de stockage avec $L/G = 5,5$.

D'après les résultats présentés en figures **4-36** et **4-37**, on peut conclure que :

— Les masses volumiques apparentes des éprouvettes avec anas de lin sont homogènes avec des valeurs entre 900 et 1000 kg/m^3 ;

— Une amélioration générale de résistance mécanique à 1 an est observée pour la plupart des formulations ce qui peut être liée à la présence de chaux ;

— La meilleure résistance mécanique est obtenue avec trois formulations (5505chrC30-A, 5506DchrC30-A et 5506HchrC30-A) à 1 an (près de 1,3 MPa). Cette résistance est similaire à celle obtenue à 1 an avec la formulation (5506DchrC30) incluant de la chènevotte malgré la différence de masse volumique apparente entre les formulations ;

— Les éprouvettes (5506DchrC30) donnent de bonnes résistances à 28 et 90 jours et les meilleures résistances à 1 an ;

— Une augmentation du pourcentage de chaux dans les formulations de 10 à 30% a un effet positif sur les résistances mécaniques.

4.6 Augmentation de la proportion en coproduits végétaux

4.6.1 Présentation des formules étudiées

Il a été choisi de diminuer le rapport $\frac{L}{G}$ de 5,5 à 3,5 donc d'augmenter la proportion en coproduits végétaux dans les mélanges par rapport à la terre. Le but de cette augmentation est de créer un produit plus léger.
Des essais préliminaires ont montré que le consistomètre VEBE n'était pas adapté pour de tels mélanges. Le matériau "tombe" à cause de sa légèreté sous le poids du disque et des vibrations. Le manque de liant entraîne un manque de cohésion entre les particules.

Même si ce n'était pas possible d'évaluer la consistance de tels mélanges par le consistomètre VEBE, les premiers mélanges testés nous ont permis de choisir les formulations ayant une consistance suffisante pour une bonne mise en place.

4.6.2 Fabrication et suivi de séchage

Les formulations choisies sont présentées dans le tableau 4-7. Le pourcentage de chaux dans les mélanges a été fixé à 30% de la masse des FAC. Le rapport E/L a été choisi égal à 0,7 pour les formulations avec amidon et 0,6 sans amidon pour assurer une bonne mise en place dans le moule.

Formulations étudiées

E/L	0,7	0,6	0,7	0,7
Avec chènevotte	3507	3506chrC30	3507DchrC30	3507HchrC30
Avec anas de lin	3507-A	3506chrC30-A	3507DchrC30-A	3507HchrC30-A

La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H
Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant
Le C30 veut dire que le mélange inclut 30% de chaux

Tableau 4-7 – Formulations étudiées avec $L/G = 3,5$.

Les tableaux B.1 et B.2 annexe B présentent les quantités de chaque composant né-

cessaires pour un mètre cube de mélange.

Des éprouvettes $7 \times 7 \times 28\ cm^3$ ont été fabriquées à partir des formulations présentées dans le tableau 4-7 et en suivant le même protocole que pour les formulations avec un $L/G = 5{,}5$. Ces éprouvettes ont été démoulées immédiatement et conservées sous les mêmes conditions thermo-hydriques à savoir 20 ± 2°C et $55 \pm 5\%$ HR.

Ces formulations nous permettent de tester des matériaux plus légers avec une masse volumique finale de 600 kg/m^3 et de comparer les résultats avec les formulations ayant un $L/G = 5{,}5$.

Pendant la période de stockage, l'état des éprouvettes a été suivi jusqu'aux essais mécaniques. La figure 4-38 montre des éprouvettes à base de FAC et de chènevotte à gauche et de FAC et d'anas de lin à droite. Les éprouvettes ont gardé les dimensions fixées par le moule et des faces nettes sans défaut.

Figure 4-38 – Éprouvettes à base de FAC + chènevotte (gauche), et de FAC + anas de lin (droite) avec $L/G = 3,5$.

Les figues C.3 et C.4 annexe C présentent les courbes de suivi de séchage des éprouvettes étudiées.

Le tracé des courbes de suivi de séchage pour les éprouvettes avec chènevotte montre un comportement quasi-similaire aux éprouvettes avec un $L/G = 5{,}5$. Les masses des éprouvettes sont quasiment stables après deux semaines. Pour les éprouvettes avec anas de lin, le séchage semble plus rapide allant d'une à deux semaines selon la formulation.

La figure 4-39 présente les masses volumiques apparentes des éprouvettes testées après

28 jours de stockage. Les masses volumiques apparentes des éprouvettes varient entre 500 et 600 kg/m^3.

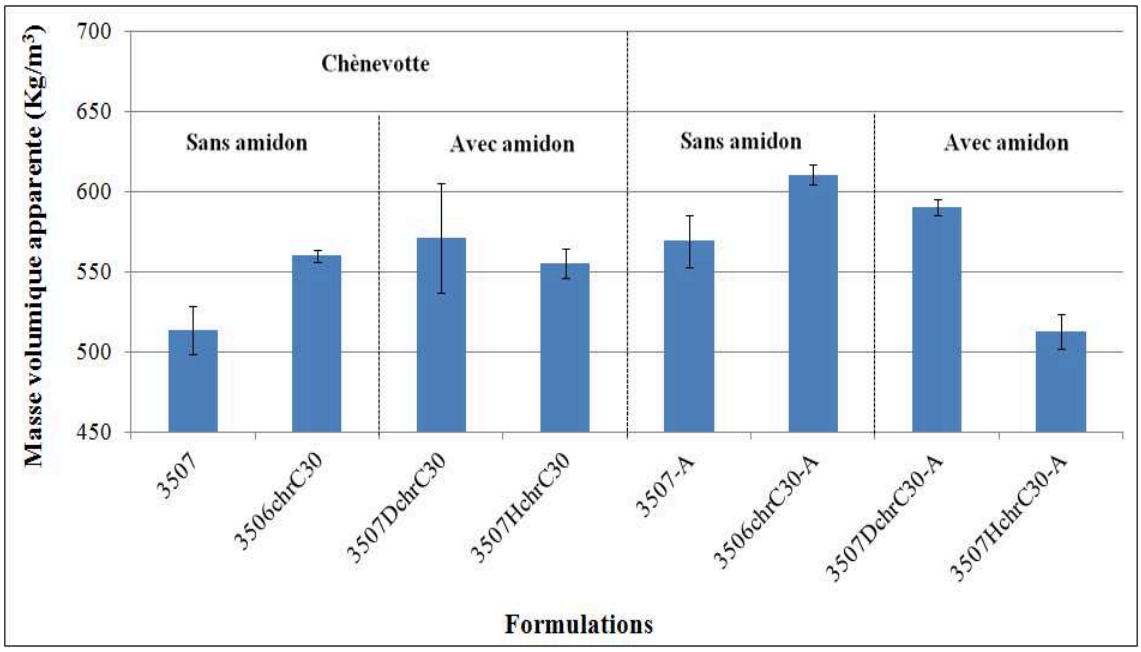


FIGURE 4-39 – Masses volumiques apparentes des éprouvettes étudiées avec $L/G = 3,5$ à 28 jours.

4.6.3 Résistance à la flexion

Les éprouvettes avec un L/G de 3,5 ont été testées à la flexion en utilisant le même dispositif utilisé pour les éprouvettes avec un L/G de 5,5 ainsi qu'avec la même vitesse de chargement de 4 N/s.

La figure 4-40 présente les résistances à la flexion.

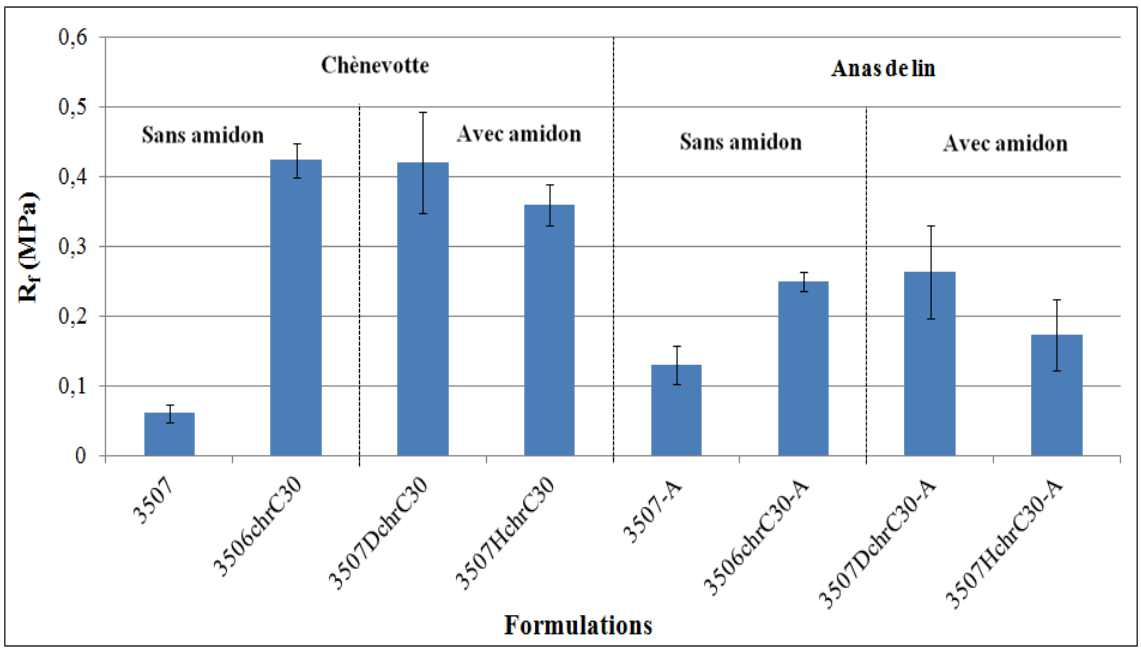


FIGURE 4-40 – Résistances à la flexion des éprouvettes étudiées avec $L/G = 3,5$ à 28 jours.

Les résultats mécaniques présentés dans la figure 4-40 montrent :

— Qu'une amélioration générale des résistances mécaniques peut être observée pour les formulations avec amidon, superplastifiant et chaux par rapport aux mélanges de base (3507 et 3507-A) ;

— Que la formulation à base d'anas de lin (3507-A) a une résistance mécanique plus importante que celle avec chènevotte (3507). Le contraire s'observe en présence d'amidon, de superplastifiant et de chaux ;

— Que les meilleures résistances à la flexion sont obtenues avec les deux formulations 3506chrC30 et 3507DchrC30 incluant de la chènevotte.

4.7 Relation entre les résistances à la flexion et les masses volumiques apparentes

Les différentes formulations étudiées, avec les deux rapports L/G de 3,5 et 5,5, permettent de suivre l'évolution des résistances à la flexion selon une gamme de masses volumiques comprises entre 500 et 1000 kg/m^3, ainsi que selon la présence ou non d'amidon, de superplastifiant ou de chaux.

Suite au traitement des essais mécaniques à 28 jours, la figure 4-41 montre que les formulations avec amidon, quels que soient le coproduit végétal et le type d'amidon, peuvent s'associer pour suivre une loi empirique de type polynomial de forme $R_f = a \times {\rho_{app}}^2 - b \times \rho_{app}$. De même, les résultats des essais sur la formulation FAC + CPV suit ce même type de loi avec le même coefficient a mais avec un coefficient b différent.

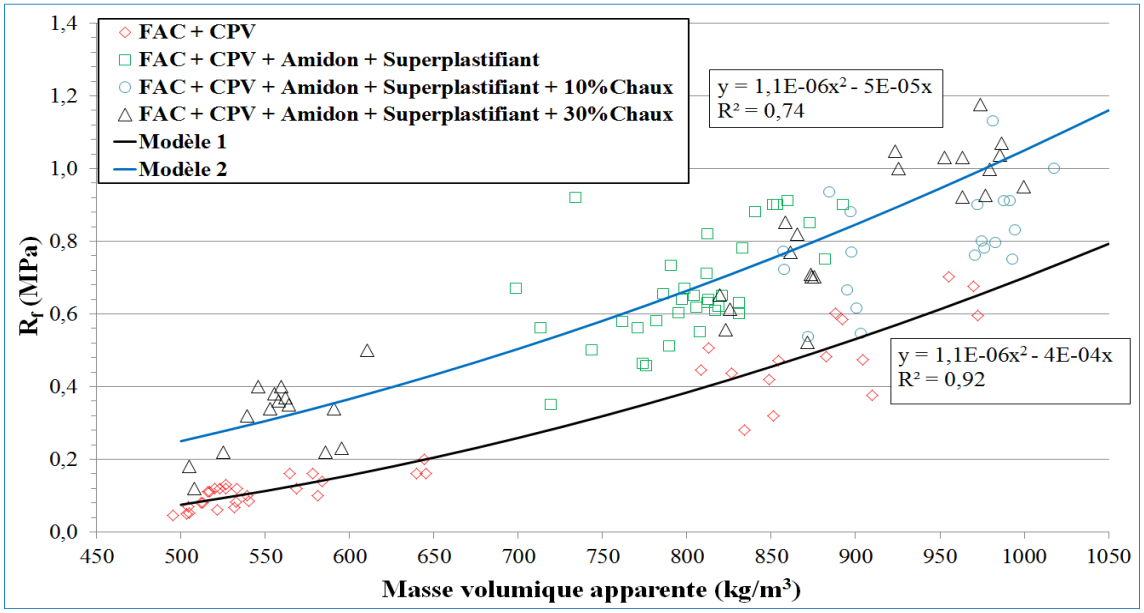


FIGURE 4-41 – Relation entre les résistances à la flexion et les masses volumiques apparentes.

La relation entre les résistances à la flexion et les masses volumiques apparentes pour les mélanges avec amidon suit l'équation suivante :

$$Y = 1,1E^{-6} \times X^2 - 5E^{-5} \times X \qquad (4\text{-}8)$$

Pour les mélanges sans amidon (FAC + CPV), l'équation est :

$$Y = 1,1E^{-6} \times X^2 - 4E^{-4} \times X \qquad (4\text{-}9)$$

Entre 800 et 900 kg/m^3, la comparaison des formulations FAC + CPV et FAC + CPV + Amidon + Superplastifiant montre une augmentation des résistances à la flexion due à la présence des ajouts. Le chapitre 3 avait montré que l'amidon permettait une augmentation des résistances ce qui, donc, se vérifie ici. A noter que le comparatif ne peut pas se faire avec la formulation FAC + CPV + Superplastifiant, car ce type de mélange de par la réduction d'eau, donnait des éprouvettes trop denses à consistance comparable.

L'ajout de la chaux entraîne une augmentation de masses volumiques des formulations à cause de sa densité sèche plus importante (2100 kg/m^3) que celle des FAC (1860 kg/m^3).

4.8 Conclusion partielle

L'ajout d'amidon améliore la maniabilité des mélanges FAC + coproduits végétaux et augmente la demande en eau de gâchage à cause de sa haute capacité d'absorption (près de 300%). L'utilisation d'un superplastifiant était donc un choix indispensable vu la grande quantité d'eau nécessaire pour avoir une bonne consistance des mélanges en présence d'amidon (E/L près de 1). Les résultats mécaniques obtenus en flexion montrent une amélioration des résistances en flexion en présence d'amidon. Malgré l'utilisation d'un superplastifiant, la forte humidité initiale des éprouvettes a engendré un milieu idéal pour la prolifération des moisissures superficielles. Le choix s'est donc porté sur l'introduction de chaux dans nos mélanges afin d'empêcher l'apparition de moisissures et d'augmenter la résistance mécanique. La substitution d'une partie des FAC par de la chaux a été appliquée selon plusieurs pourcentages (1, 5, 10 et 30%) afin d'identifier le pourcentage optimal.

D'après les résultats présentés dans cette partie, on peut résumer que :

— Suite aux résultats des essais au consistomètre VEBE, trois types de consistance peuvent être distingués :
  a) Ferme avec un temps de remplissage supérieur à 600 secondes ;
  b) Semi-fluide avec un temps de remplissage compris entre 100 et 600 secondes ;
  c) Fluide avec un temps de remplissage inférieur à 100 secondes.

  Notre choix était de travailler avec des mélanges fermes afin de réduire au maximum la quantité d'eau dans les mélanges tout en gardant une consistance du mélange permettant de remplir le moule selon le protocole de fabrication mis en place.

— Deux types d'éprouvettes ont été étudiées, le premier dit lourd a un rapport $L/G = 5,5$ et une masse volumique qui varie entre 800 et 1100 kg/m^3. L'autre est dit léger avec un rapport L/G de 3,5 et une masse volumique comprise entre 500 et 700 kg/m^3 ;

— La disparition de moisissures a été obtenue à partir de 10% de chaux. Néanmoins, les meilleurs résistances à la flexion ont été obtenues avec un pourcentage de 30%

de chaux ;

— Une amélioration générale des résistances à la flexion s'observe avec un temps de cure plus grand pour la plupart ;

— Les éprouvettes 5506DchrC30 et 5506HchrC30 avec chènevotte donnent les meilleures résistances à 1 an (1,3 MPa) ainsi que les éprouvettes de 5505chrC30-A, 5506DchrC30-A et 5506HchrC30-A avec anas de lin ;

— Les résistances à la flexion des éprouvettes légères sont comprises entre 0,07 et 0,42 MPa.

— L'évolution des résistances à la flexion en fonction des masses volumiques apparentes suit une loi empirique de type polynomial de forme $R_f = a \times {\rho_s}^2 - b \times \rho_s$.

4.9 Étude à l'échelle réelle d'un carreau

L'objectif de travailler à l'échelle d'un carreau est de vérifier les résultats obtenus avec les éprouvettes ($7 \times 7 \times 28$ cm^3) et de comparer nos carreaux avec des carreaux déjà commercialisés tels que les carreaux en plâtre ou en béton cellulaire.

4.9.1 Choix des formulations

Les formulations choisies sont présentées dans le tableau 4-8.

Désignations des formulations étudiées

Chènevotte		Anas de lin	
3507	5506	3507-A	5506-A
-	5505chrC10	-	5505chrC10-A
3506chrC30	5505chrC30	3506chrC30-A	5505chrC30-A
-	5506DchrC10	-	5506DchrC10-A
3507DchrC30	5506DchrC30	3507DchrC30-A	5506DchrC30-A
-	5506Hchr10	-	5506HchrC10-A
3507Hchr30	5506Hchr30	3507HchrC10-A	5506HchrC10-A

La lettre D ou H veut dire que le mélange inclut de l'amidon D ou de l'amidon H

Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant

La lettre C avec les chiffres après veulent dire que le mélange inclut de la chaux à tel pourcentage

Tableau 4-8 – Formulations choisis pour l'étude sur carreau.

4.9.2 Fabrication des carreaux et suivi de séchage

Deux carreaux ont été fabriqués par formulation. Le même protocole de malaxage a été respecté. Un moule en bois a été fabriqué dans le laboratoire de taille $7 \times 50 \times 65$ cm^3. Le mélange a été mis dans le moule en deux couches avec un compactage manuel. Un démoulage immédiat a été réalisé après le mise en place sur tous les carreaux. La figure 4-42 montre un carreau à base de FAC + chènevotte + amidon + chaux + superplastifiant au moment de la fabrication.

FIGURE 4-42 – Exemple de carreau après moulage.

La figure **4-43** présente deux carreaux à base de FAC + chènevotte + amidon + chaux + superplastifiant, l'un avec $\frac{L}{G}$ =5,5 et l'autre avec $\frac{L}{G}$ =3,5 stockés dans le laboratoire pendant la période de séchage.

FIGURE 4-43 – Comparaison entre deux carreaux avec $\frac{L}{G}$ =5,5 (gauche) et $\frac{L}{G}$ =3,5 (droite).

Après le démoulage immédiat de nos carreaux, ces derniers sont conservés dans une pièce du laboratoire à température et humidité ambiante (20 ± 2°C et 55 ± 5% HR) pendant 28 jours. Pendant cette période, les masses volumiques des carreaux ont été me-

surées. Il est très important de mentionner que les carreaux incluant de l'amidon ont pu être placés verticalement deux jours après fabrication.

Les figures 4-44, 4-45, 4-46 et 4-47 présentent les courbes de suivi de séchage des différents carreaux étudiés.

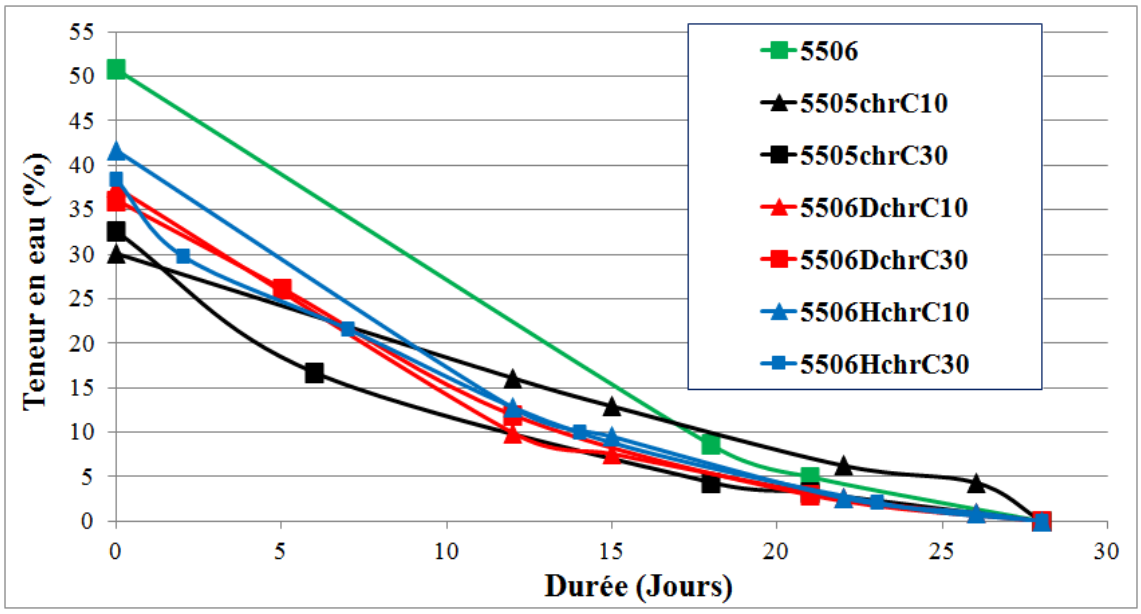


FIGURE 4-44 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux de $\frac{L}{G} = 5{,}5$ avec chènevotte.

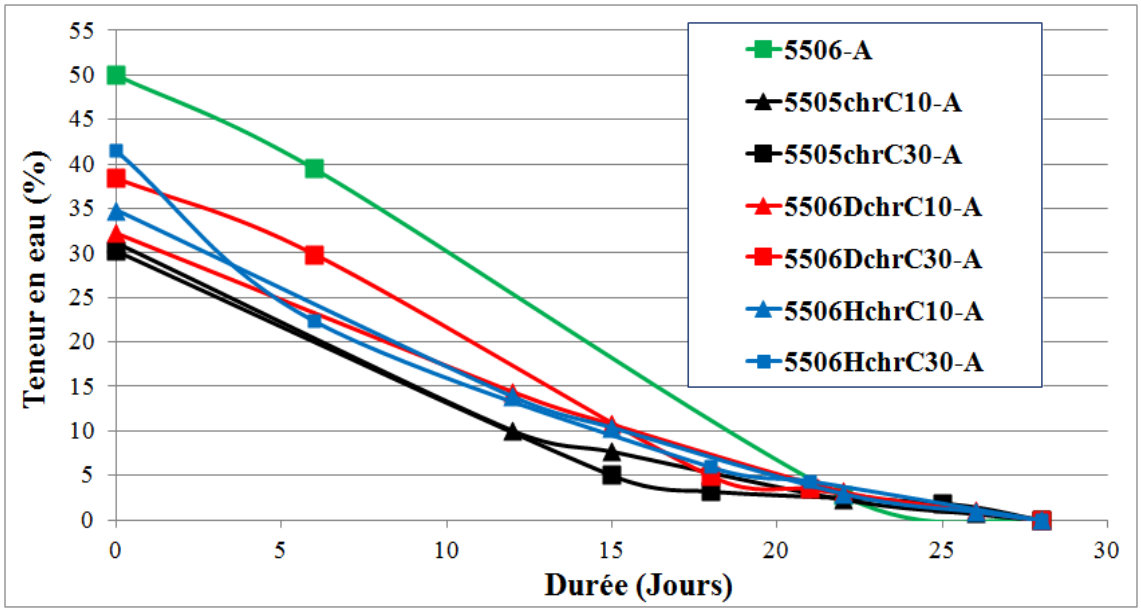


FIGURE 4-45 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux de $\frac{L}{G} = 5{,}5$ avec anas de lin.

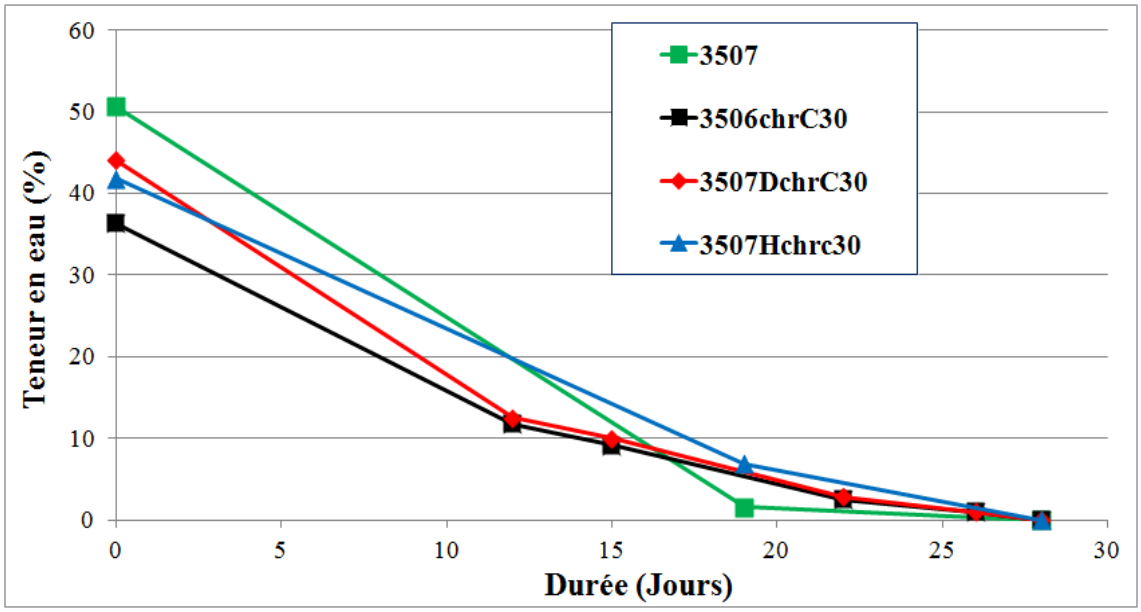


FIGURE 4-46 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux légers de $\frac{L}{G} = 3{,}5$ avec chènevotte.

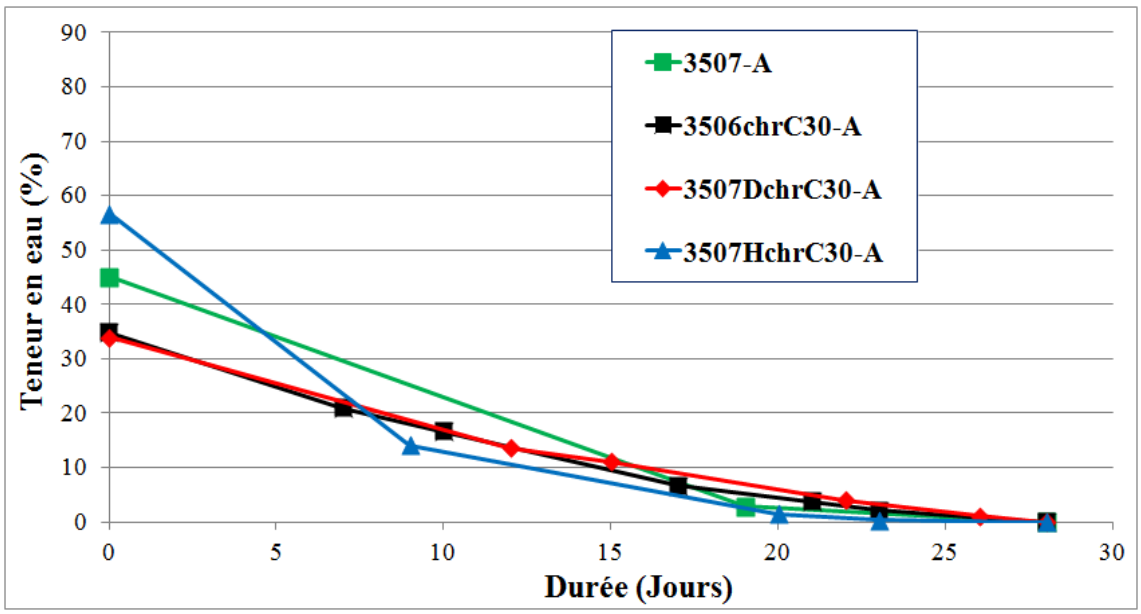


FIGURE 4-47 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les carreaux légers de $\frac{L}{G}$ = 3,5 avec anas de lin.

Le tracé des courbes de suivi de séchage des carreaux étudiés montre que :

— Le séchage des carreaux est un peu plus lent par rapport aux éprouvettes (7 × 7 × 28 cm^3) fabriquées de mêmes formulations, ce qui est tout à effet normal du fait de la taille d'un carreau ;

— La stabilisation de la masse volumique apparente des carreaux est obtenue au bout de 3 semaines pour la plupart des formulations étudiées ;

— Les formulations ayant un $L/G = 5,5$ avec anas de lin ont eu un séchage similaire à celles avec chènevotte ;

— Tout comme pour les éprouvettes (7 × 7 × 28 cm^3), le séchage des carreaux peut être divisé en deux parties, avec un séchage rapide jusqu'à 10 jours puis lent jusqu'à la stabilisation de masse volumique.

Les figures 4-48 et 4-49 présentent une comparaison entre les masses volumiques apparentes des différents carreaux étudiés et les carreaux de plâtre ou de béton cellulaire juste avant les essais mécaniques. Les masses volumiques apparentes des carreaux avec $L/G = 5,5$ sont comprise entre 880 et 1100 kg/m^3. Tandis que les masses volumiques apparentes des carreaux fabriqués avec $L/G = 3,5$ varient entre 550 et 720 kg/m^3. Les masses volumiques des carreaux fabriqués avec anas de lin sont plus importantes que celles

des carreaux avec chènevotte. Les masses volumiques des carreaux de plâtre et de béton cellulaire sont de 980 et 750 kg/m^3, respectivement.

En général, les masses volumiques sèches des carreaux ayant un $L/G = 5,5$ peuvent être considérées comme des masses volumiques moyennes selon les classes de masse volumique des carreaux de plâtre présentés dans la norme NF EN 12859 [**AFNOR NF EN 12859**] pour lesquelles les valeurs sont comprises entre 800 et 1100 kg/m^3. Tandis que, les carreaux légers avec un L/G de 3,5 sont considérés comme des carreaux à faibles masses volumiques selon la même norme.

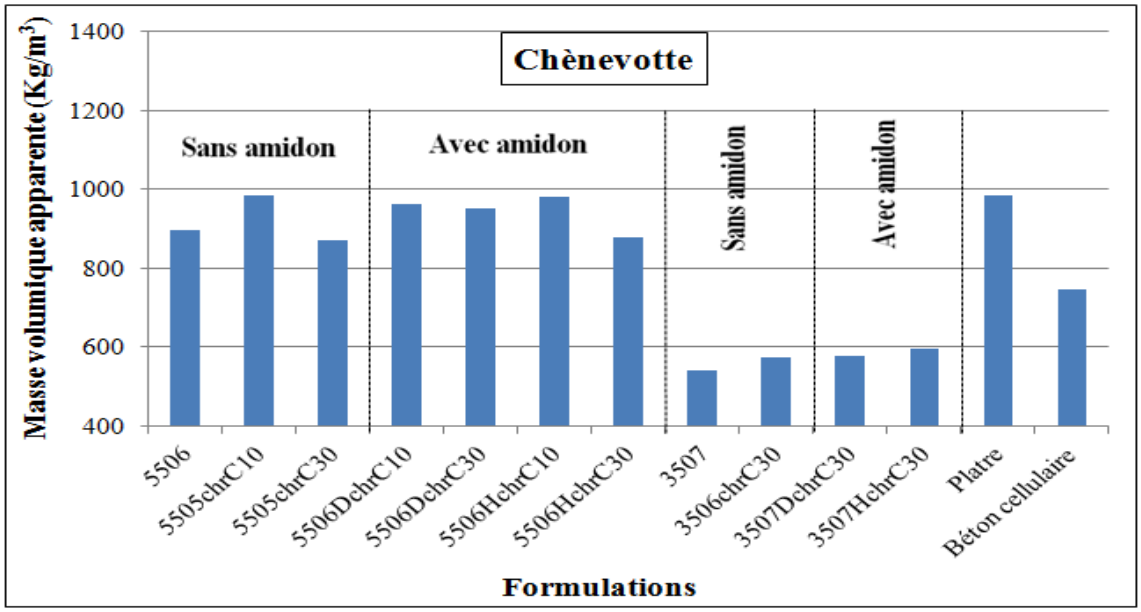


FIGURE 4-48 – Masses volumiques apparentes des carreaux étudiés en présence de chènevotte.

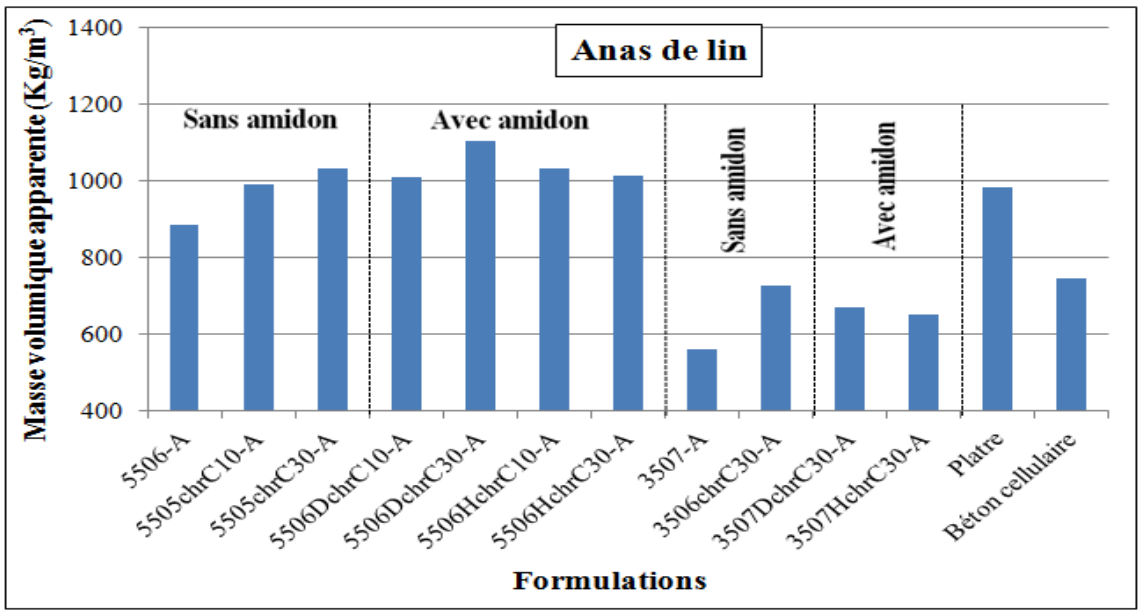


FIGURE 4-49 – Masses volumiques apparentes des carreaux étudiés en présence d'anas de lin.

4.9.3 Résistance à la flexion

Les masses et les dimensions ont été mesurées pour tous les carreaux avant de faire les tests à la flexion. La figure **4-50** montre un carreau pendant le test. La norme NF EN 12859 [**AFNOR NF EN 12859**] sur les carreaux de plâtre est prise comme référence et la charge appliquée a été donc choisie à 1 mm/min jusqu'à 40 N (pré-charge) puis 20 mm/min. L'entraxe entre les deux appuis est de 566 mm. La charge visée pour nos carreaux est celle exigée par la norme sur les carreaux de plâtre déjà mentionnée (R_f = 0,78 MPa).

FIGURE 4-50 – Essai de flexion sur un carreau de 65 × 50 × 7 cm^3.

Les résultats obtenus sur les résistances à la flexion des carreaux étudiés sont présentés dans les figures **4-51** et **4-52**.

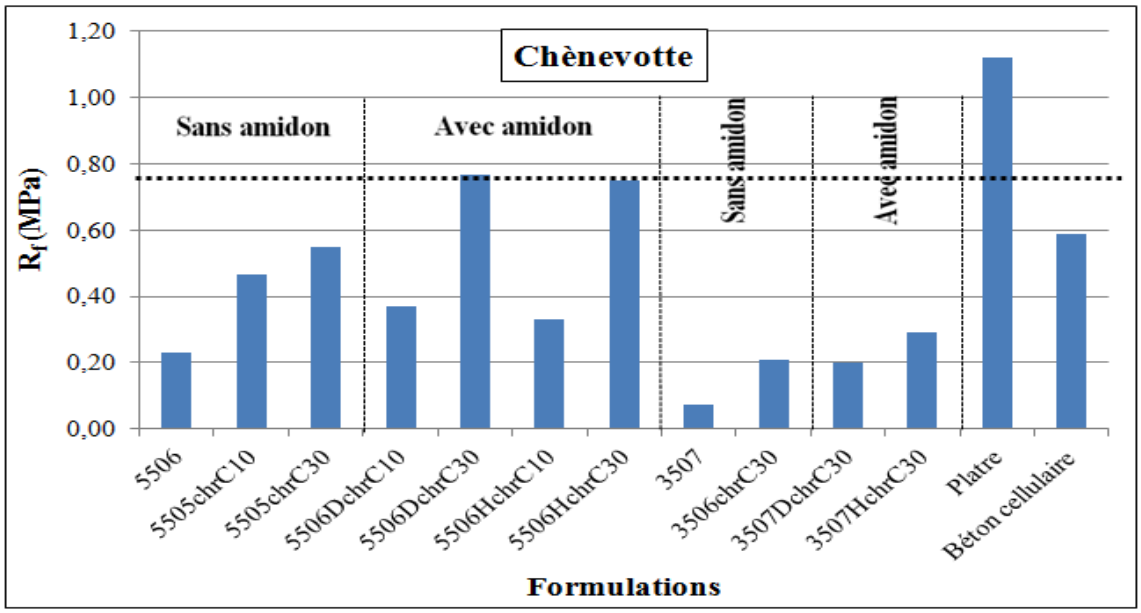


FIGURE 4-51 – Comparaison des résistances à la flexion à 28 jours entre les carreaux avec chènevotte et les carreaux de plâtre et de béton cellulaire.

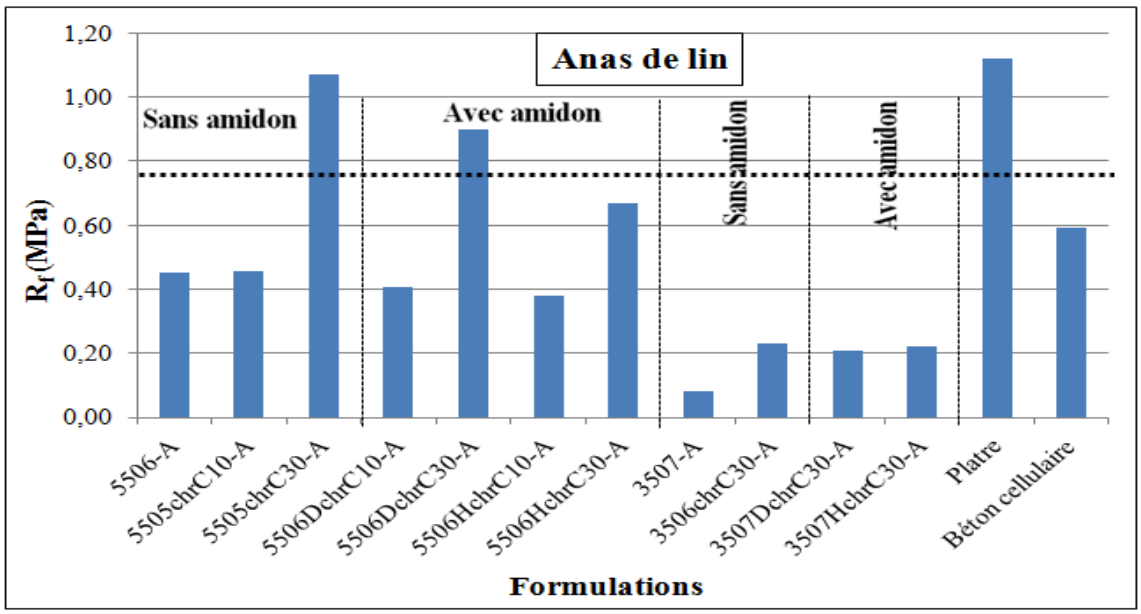


FIGURE 4-52 – Comparaison des résistances à la flexion à 28 jours entre les carreaux avec anas de lin avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire.

Ces résultats confirment les résultats obtenus sur les éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) en flexion concernant l'influence du pourcentage de chaux et de la présence de l'amidon dans les mélanges.

Pour les éprouvettes avec chènevotte, la présence d'amidon D ou H dans les formulations a augmenté la résistance à la flexion de 14%. Tandis qu'une diminution de résistance des éprouvettes avec anas de lin peut être observée en présence d'amidon à hauteur de 18% pour l'amidon D et de 36% pour l'amidon H.

Les deux carreaux (5506DchrC30 et 5506HchrC30) avec chènevotte et les deux carreaux (5505chrC30-A et 5506DchrC30-A) avec anas de lin ont atteint le niveau de résistance exigé pour un carreau de plâtre de même masse volumique selon la norme NF EN 12859 [**AFNOR NF EN 12859**].

Des résistances mécaniques plus faibles ont été obtenues avec les carreaux légers fabriqués avec le rapport $L/G = 3{,}5$. Les résistances à la flexion peuvent aller de 0,15 MPa pour un carreau de FAC + chènevotte jusqu'à 0,3 MPa pour le carreau $3507HchrC30$

incluant de l'amidon H, ainsi que de 0,15 MPa pour un carreau de FAC + anas de lin jusqu'à 0,21 MPa pour les trois carreaux $3506chrC30-A$, $3507DchrC30-A$ et $3507HchrC30-A$. Cette résistance est inférieure à la résistance à la flexion exigée par la norme pour les carreaux en plâtre de masse volumique faible (à savoir 0,58 MPa) mais reste acceptable pour une cloison de distribution.

4.9.4 Résistance en compression

Après le test à la flexion, des essais de compression ont été faits sur les demi-carreaux obtenus. Pour réaliser les essais en compression les deux demi carreaux sont posés verticalement. La figure **4-53** montre un demi carreau pendant le test en compression.

L'essai réalisé n'est pas normalisé. Cependant, il est intéressant de comparer le caractère autoporteur de nos carreaux avec les carreaux déjà commercialisés pour une cloison standard de 2,50 mètres de hauteur. Une vitesse de chargement de 1 mm/min jusqu'à 30 N puis 5 mm/min a été appliquée sur les demi-carreaux. Cette vitesse a été choisie selon le travail de Flament [**FLAMENT 2013**] qui s'est basé sur le travail de Cerezo [**CEREZO 2005**]. Dans ces travaux, Cérézo indique qu'une vitesse de chargement plus faible n'a pas d'influence sur le comportement mécanique des mélanges de type béton de chanvre.

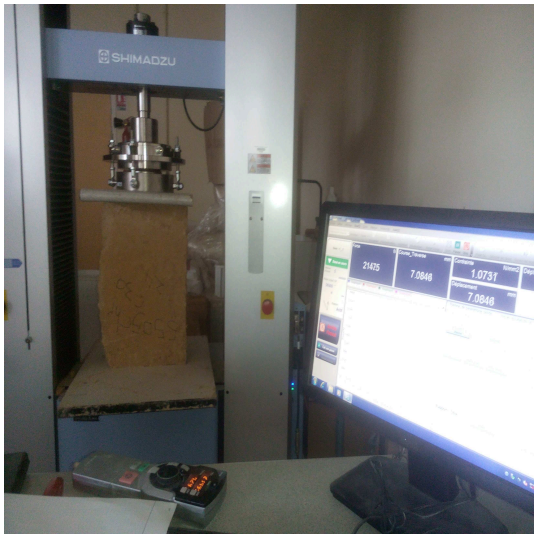


FIGURE 4-53 – Un essai de compression sur un demi carreau.

Les figures **4-54** et **4-55** présentent les résistances en compression des carreaux étudiés

à 28 jours.

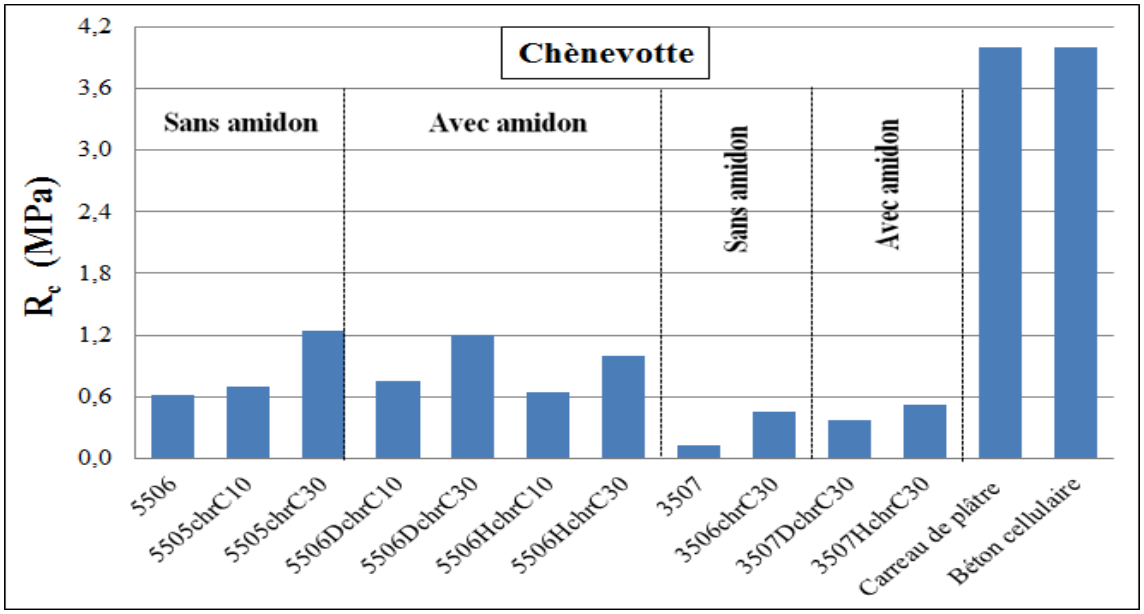


FIGURE 4-54 – Comparaison de résistances en compression à 28 jours des carreaux étudiés en présence de chènevotte avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire.

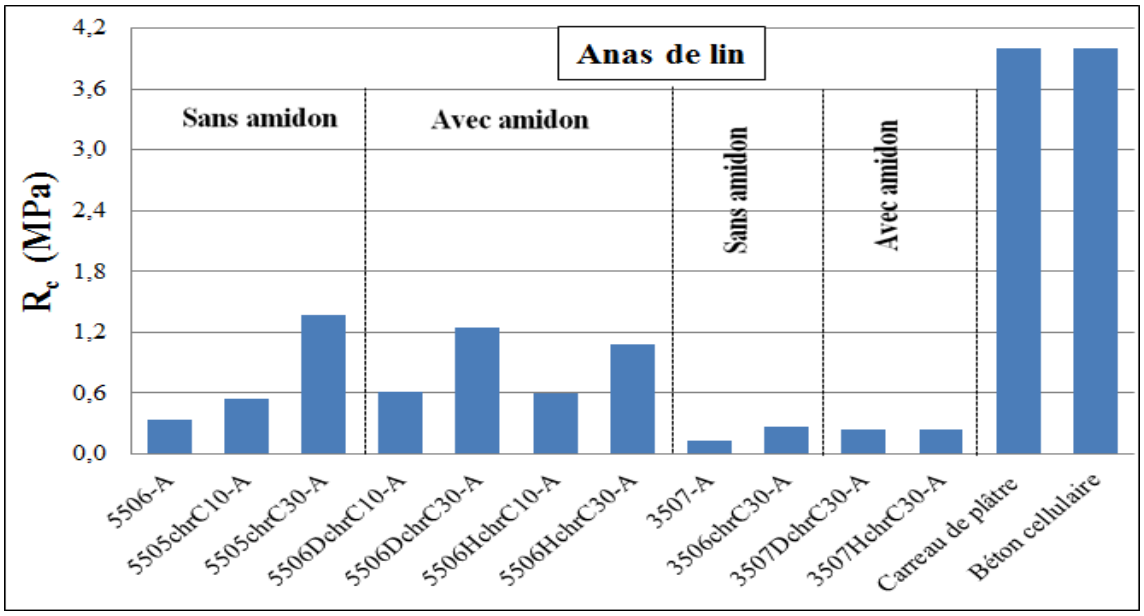


FIGURE 4-55 – Comparaison de résistances en compression à 28 jours des carreaux étudiés en présence d'anas de lin avec les carreaux de plâtre et de béton cellulaire.

Les résultats obtenus montrent :

— Pour $L/G = 5{,}5$:

a) Que le passage entre 10% à 30% de chaux a largement augmenté la résistance en compression des carreaux étudiées ;

b) Que l'ajout d'adjuvant et de chaux à 30% a doublé la résistance en compression des carreaux avec chènevotte et l'a quadruplé pour les carreaux avec anas de lin ;

c) Que la meilleure résistance en compression a été obtenue avec une formulation sans amidon.

— Pour $L/G = 3{,}5$:

a) Que l'ajout d'adjuvant et de chaux à 30% a triplé de la résistance en compression des carreaux avec chènevotte et l'a doublé pour les carreaux avec anas de lin ;

b) Que la meilleure résistance en compression a été obtenue avec une formulation incluant l'amidon H ($3507HchrC30$).

Malgré la faible résistance en compression des carreaux étudiés en comparaison avec les carreaux de plâtre ou de béton cellulaire, cette résistance reste largement plus haute que la valeur nécessaire pour une paroi non porteuse. En effet, le poids propre d'une cloison de 3 m induit une contrainte à reprendre égale à 0,016 MPa pour des carreaux avec un L/G =3,5 et 0,026 MPa pour des carreaux avec un L/G =5,5.

4.10 Caractérisations thermiques et acoustiques

4.10.1 Fabrication des éprouvettes

Les mesures ont été réalisées sur deux échantillons par formulation afin de vérifier la reproductibilité des essais. Les échantillons thermiques étaient sous forme de parallélépipède de taille 25 × 25 × 7 cm^3 pour éviter l'effet de bord les fluxmètres étant de forme circulaire et ayant un diamètre de 80 mm tandis que les échantillons acoustiques étaient sous forme de cylindre de 99,9 mm de diamètre et 70 mm de hauteur (Fig. **4-56**).

FIGURE 4-56 – Éprouvettes thermiques et acoustiques après fabrication (à gauche) et pendant le stockage (à droite).

4.10.2 Comportement thermique

Le dispositif plaque chaude gardée sous régime permanent présenté dans la figure **4-57** a été utilisé pour réaliser les essais thermiques selon les normes [**AFNOR NF EN 12664**, **AFNOR NF EN 12667**]. Deux paramètres ont été mesurés : la conductivité (λ) et la capacité thermique (c). La conductivité thermique λ ($W/(m \times K)$) caractérise l'aptitude d'un matériau à conduire la chaleur. Plus cette valeur est faible, plus le matériau est isolant. C'est une donnée essentielle pour la détermination de la performance thermique d'un produit ou d'une paroi. Pour la mesure de la conductivité thermique, les plaques du haut et du bas ont été maintenues respectivement à 15 et 25°C. Pour la mesure de la capacité thermique, la température de la plaque du haut est remontée à 25°C comme la plaque du bas. La capacité thermique est mesurée en régime stationnaire juste après la

mesure de la conductivité. Les deux fluxmètres de 80 mm de diamètre sont reliés à une centrale d'acquisition ce qui nous permet d'enregistrer la tension émise par le fluxmètre, converti en flux de chaleur en Watt.

FIGURE 4-57 – Le dispositif plaque chaude gardée utilisé pour les essais thermique.

Afin d'étudier l'influence de l'humidité des échantillons sur le comportement thermique, des mesures ont été réalisés sur des éprouvettes pendant la durée de séchage et les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4-58. Les résultats obtenus, que l'on retrouve dans la littérature, montre la forte relation entre la teneur en eau et le comportement thermique. Plus l'échantillon est sec plus sa conductivité thermique est faible.

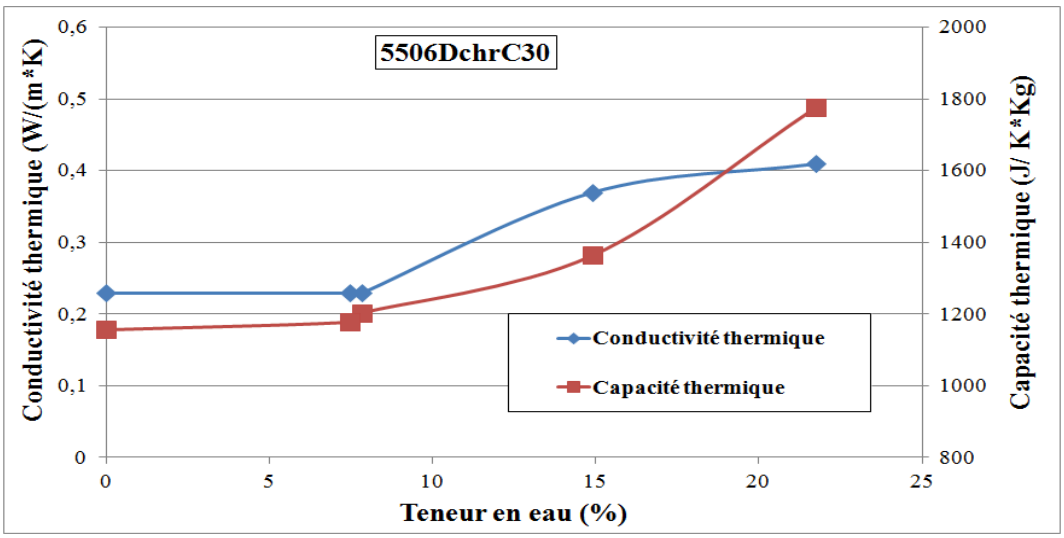


FIGURE 4-58 – Relation entre teneur en eau, conductivité et capacité thermique.

Les valeurs obtenues de conductivité et de capacité thermique pour les échantillons étudiés sont présentés dans le tableau **4-9**. Les résultats présentés dans ce tableau sont divisés en quatre parties :
La première et la deuxième partie concernent les échantillons lourds avec un rapport $L/G = 5,5$ incluant de la chènevotte et des anas de lin respectivement, tandis que la troisième partie concerne les échantillons légers avec un rapport $L/G = 3,5$. La quatrième partie indique les valeurs pour des carreaux de plâtre légers et moyens selon la norme [**AFNOR NF EN 12859**].

Les particules de chènevotte et d'anas de lin en vrac ont été testées. Elles ont un comportement thermique quasi-similaire avec une conductivité thermique d'environ de 0,06 $W/(m \times K)$ et une capacité thermique proches de 1700 $J/(kg \times K)$. L'association FAC + chènevotte ou FAC + anas de lin a diminué les propriétés thermiques des coproduits végétaux. L'ajout d'amidon, de superplastifiant et/ou de chaux n'a aucune influence sur le comportement thermique. Par contre, la diminution du rapport L/G de 5,5 à 3,5 a fortement influencé le comportement thermique de nos échantillons. En effet, les résultats thermiques de nos formulations sont meilleures que ceux exigés pour les carreaux de plâtre de mêmes masses volumiques. Les échantillons avec $L/G = 5,5$ ont des valeurs de

conductivités thermiques et de capacités thermiques en moyenne de 0,20 $W/(m \times K)$ et de 1200 $J/(kg \times K)$ ainsi que de 0,12 $W/(m \times K)$ et de 700 $J/(kg \times K)$ pour $L/G = 3,5$.

Constituants	**Épaisseur**	ρ	λ	c
	cm	kg/m^3	$W/(m \times K)$	$J/(kg \times K)$
Chènevotte	6,00	131,3	0,06	1737
5506	6,44	892,9	0,23	1159
5506chrC10	6,58	906,5	0,18	1279
5506DchrC30	6,81	946,3	0,23	1179
5506HchrC10	6,65	1112	0,19	1493
5506HchrC30	6,18	991,4	0,17	1175
Anas de lin	6,00	128,7	0,05	1730
5506-A	6,44	1038,2	0,22	1246
5506HchrC30-A	6,43	1019,8	0,24	1237
3507-A	6,9	586,6	0,12	611
3507	7,75	671,4	0,12	717
3507HchrC30	7,6	530,4	0,12	772
carreaux de plâtre	7	600 - 800	0,18 - 0,26	-
carreaux de plâtre	7	800 - 1100	0,26 - 0,39	-
[**AFNOR NF EN 12664**, **AFNOR NF EN 12667**]				

Tableau 4-9 – Conductivité et capacité thermique des formulations développées.

4.10.3 Comportement acoustique

Le dispositif "Tube d'impédance acoustique avec la méthode de 4 micros" a été utilisé pour mesurer l'absorption ainsi que la perte de transmission en incidence normale de nos échantillons cylindriques de diamètre 99,9 mm et de hauteur moyenne 70 mm. Deux éprouvettes de chaque formulation "lourde" et "légère" ont été testées.

La figure **4-59** montre les courbes de coefficient d'absorption des échantillons, 3507 et

5506 incluant de la chènevotte et 3507-A et 5506-A incluant des anas de lin. Le tracé des courbes de coefficient d'absorption montre que les échantillons incluant de la chènevotte ont un pic de 0,5 à une fréquence proche de 1300 Hz et 0,26 à une fréquence proche de 1600 Hz pour les rapports L/G = 3,5 et 5,5 respectivement. Les échantillons incluant des anas de lin ont un pic de 0,47 à une fréquence de 900 Hz et 0,15 à une fréquence d'environ de 1600 Hz pour les rapports L/G 3,5 et 5,5 respectivement. L'augmentation de la proportion en coproduits végétaux a amélioré son coefficient d'absorption. L'influence du rapport L/G sur le coefficient d'absorption est très important. La baisse du rapport L/G de 5,5 à 3,5 a augmenté le coefficient d'absorption de 49% pour la chènevotte et 51% pour les anas de lin. Du fait de la nature poreuse du matériau, les matériaux à base de terre crue/amidon/coproduits végétaux sont un bon matériau d'absorption de bruit pour des fréquences moyennes et hautes avec une valeur d'environ 0,5.

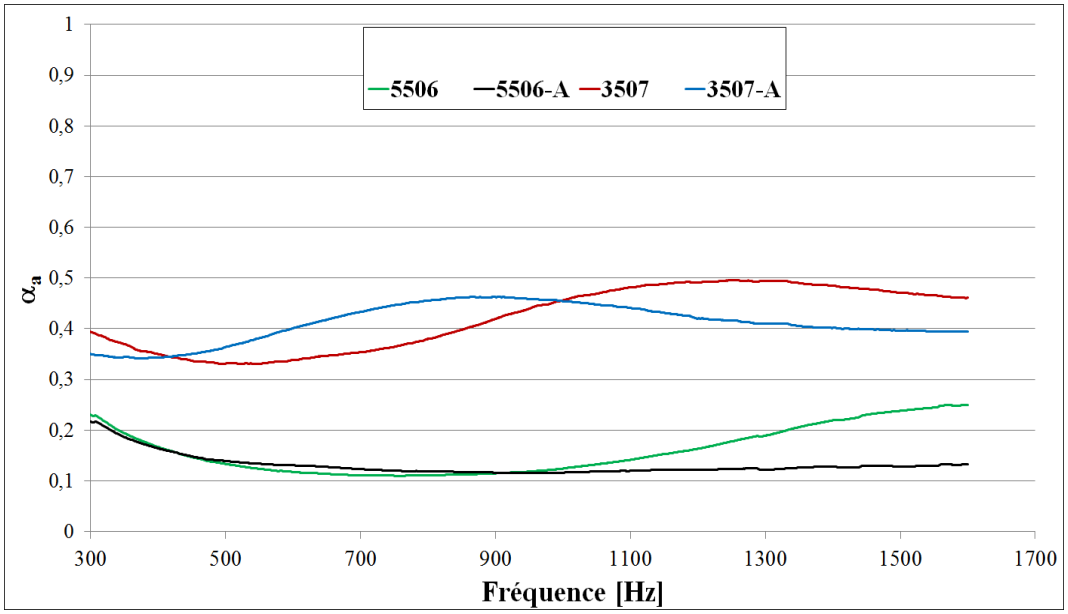


FIGURE 4-59 – Comparaison des coefficients d'absorption des formulations, 3507 et 5506 (chènevotte) et 3507-A et 5506-A (anas de lin).

Il faut bien noté que l'état de la surface de l'échantillon (bien plate, lisse, présence de vides, *etc.*) joue un rôle très important sur les résultats des mesures acoustiques comme peut le montrer la figure **4-60**, où nous voyons la grande différence entre les résultats obtenus de la même formulation.

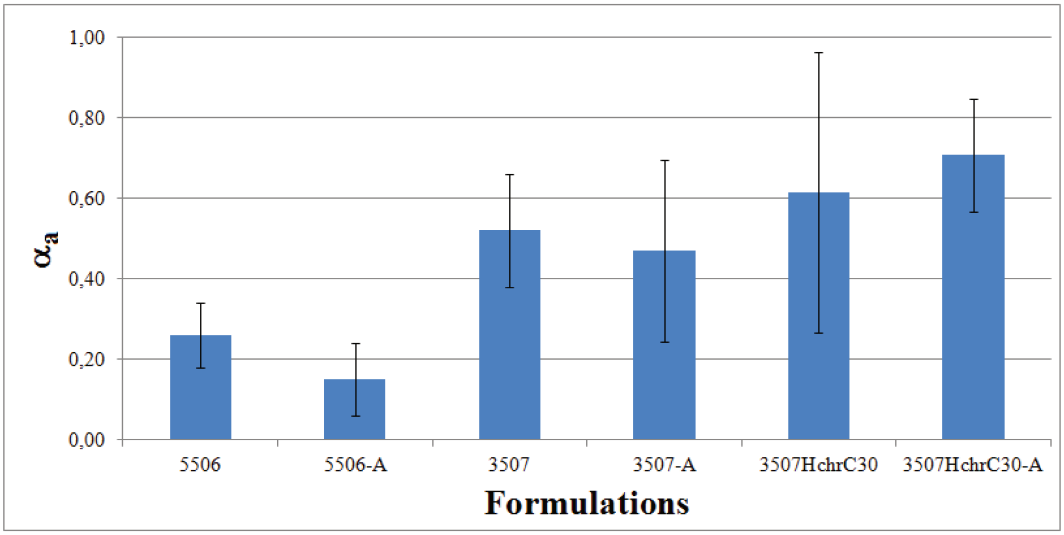


FIGURE 4-60 – Comparaison de coefficient d'absorption des formulations étudiées.

En général, les résultats obtenus montrent que notre matériau à base de terre, amidon et coproduits végétaux est un matériau possède des propriétés acoustiques intéressantes.

4.11 Conclusion de chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'association terre / coproduits végétaux en présence d'amidon. L'étude a été faite sur deux types de produits : lourd et léger. L'objectif était d'avoir deux types de carreaux comparables avec les carreaux de plâtre de moyenne et faible masse volumique commercialement disponibles.

L'ajout d'amidon a augmenté la maniabilité des mélanges de FAC + coproduits végétaux ainsi que le rapport E/L, ce qui a entrainé une quantité d'eau très importante dans les mélanges. L'utilisation d'un adjuvant a été choisie afin de réduire la quantité d'eau de gâchage et de conserver la même consistance de mélange. L'utilisation de superplastifiant "Chryso fluid" était basée sur les résultats obtenus dans la thèse de [**FLAMENT 2013**]. L'utilisation de superplastifiant a permis de réduire le rapport E/L à hauteur de 30%.

Pendant la durée du séchage, la prolifération de moisissures superficielles a été observée sur les éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) à cause de l'humidité initiale des éprouvettes et

le manque de ventilation dans la pièce. La solution a été d'introduire une chaux pouzzolanique dans nos formulations en la substituant à une partie des FAC. La substitution a été appliquée selon plusieurs pourcentages 1, 5, 10 et 30%. L'ajout de chaux à hauteur de 10% est suffisante pour empêcher l'apparition de moisissures. L'ajout de la chaux a peu influencé le comportement à l'état frais, par contre a augmenté largement la résistance mécanique surtout à 30%. La présence de chaux dans le mélange augmente la basicité du milieu jusqu'à un pH de 12, ce qui empêche la prolifération de moisissures.

L'étude mécanique à été réalisée sur des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) avec un rapport $L/G = 5{,}5$ à trois échéances 28, 90 et 365 jours. Les mesures des résistances à la flexion obtenues ont montré une amélioration dans le temps pour la plupart des formulations étudiées.

Le choix des formulations pour l'étude à l'échelle d'un carreau s'est fait en se basant sur les résultats obtenus avec les éprouvettes $7 \times 7 \times 28\ cm^3$. Deux types de carreaux ont été fabriqués : lourd avec un rapport $L/G = 5{,}5$ ayant une masse volumique comprise entre 800 et 1100 kg/m^3 et léger avec un rapport $L/G = 3{,}5$ ayant une masse volumique comprise entre 600 et 800 kg/m^3. L'objectif de travailler avec ces deux types de masses volumiques est de comparer les carreaux développés avec des carreaux de plâtre normalisés de masses volumiques moyenne et faible.

Les résultats mécaniques montrent une amélioration de résistances en flexion et en compression des carreaux terre /coproduits végétaux en présence d'amidon, de superplastifiant et de chaux pouzzolanique. Quatre carreaux dit lourd ont atteint la résistance à la flexion exigée par la norme [**AFNOR NF EN 12859**] pour un carreaux de plâtre type (M) (à savoir 0,78 MPa). Tandis qu'aucun carreau léger n'a atteint la résistance à la flexion de (0,58 MPa) exigée par la même norme [**AFNOR NF EN 12859**] pour un carreau de plâtre type (L). Les résultats mécaniques en compression ont confirmé le rôle de l'amidon et de la chaux pour augmenter la résistance mais les valeurs restent loin des résistances d'un carreau de plâtre de même masse volumique. Le traitement des résultats mécaniques des différentes formulations étudiées a montré que l'évolution des résistances

à la flexion en fonction des masses volumiques apparentes suit une loi empirique de type polynomial de forme $R_f = a \times {\rho_s}^2 - b \times \rho_s$. Ce résultat a été vérifié sur des formules FAC + CPV + amidon + superplastifiant avec ou sans chaux, ainsi que des mélanges FAC + CPV.

Enfin, une étude de performances thermo-acoustiques a été réalisée sur nos formulations afin d'évaluer si ces matériaux ont un caractère isolant. Cette étude a montré un comportement quasi-similaire entre les deux types de coproduits végétaux (chènevotte et anas de lin). L'augmentation du pourcentage de coproduits végétaux dans le mélange a amélioré la conductivité thermique des formulations étudiées. Les formulations légères sont donc plus isolantes et présentent des capacités thermiques volumiques plus faibles (700 contre 1700 $J/(kg \times K)$). L'étude acoustique a montré une amélioration de l'absorption acoustique avec la baisse du rapport L/G de 5,5 à 3,5 grâce à l'augmentation de la proportion des coproduits végétaux dans la formulation.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Aujourd'hui, la prise de conscience des problèmes environnementaux et énergétiques existant dans le domaine de la construction nous incite à rechercher des solutions efficaces, à créer de nouveaux matériaux à partir de ressources renouvelables en développant de nouvelles techniques de fabrication et de construction avec les plus faibles consommations d'énergie et d'émissions de gaz à effet de serre possible. Les matériaux biosourcés donnent une alternative à la plupart des problèmes de ce secteur grâce à ses nombreux avantages.

Cette thèse avait pour but de développer une méthodologie pour la préfabrication d'un produit de construction type carreau à base de fines d'argilo-calcaires/amidon et de coproduits végétaux pour le domaine non porteur. Le produit visé était un carreau pour proposer une alternative aux carreaux de plâtre de masses volumiques moyenne et faible.

Dans la revue bibliographique, nous avons montré l'intérêt de l'utilisation de matériaux à faible impact environnemental dans le secteur de la construction telle que la terre crue qui peut être utilisée pour la construction selon plusieurs techniques malgré sa faible résistance mécanique. Cette faible résistance mécanique peut être améliorée par la stabilisation avec la chaux ou le ciment. La terre seule possède des propriétés très intéressantes comme une bonne capacité d'inertie thermique et de régulation hydrique. Le chanvre et le lin ont déjà réussi à intégrer le marché des matériaux de construction grâce à ses propriétés thermiques et acoustiques ainsi que sa faible masse volumique comme avec le béton de chanvre ou de lin. L'amidon possède quant à lui des capacités rhéologiques intéressantes et plusieurs études ont été réalisées récemment afin de l'intégrer dans le domaine de la construction.

Les fines argilo-calcaires issus du lavage des granulats dans les carrières ont été choisies en tant que terre crue de par leur comportement semblable à celui d'une terre argileuse malgré le faible pourcentage d'argile (19%). L'amidon utilisé dans cette thèse est 100% de source naturelle comme les granulats végétaux la chènevotte et les anas de lin.

Un des objectifs de cette thèse était de proposer une méthodologie de travail pour

les formulations étudiées. Dans un premier temps, le but était de comprendre l'influence de l'amidon sur le comportement de la terre crue à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Plusieurs protocoles de malaxage ont été développés selon les différents types d'amidon utilisés. Après avoir préparé la pâte terre/amidon, deux essais ont été choisis pour évaluer le comportement de nos pâtes à l'état frais. En s'inspirant de la norme NF EN 1015-3 [**AFNOR NF EN 1015-3**], l'évaluation de la consistance par la table à secousses était le premier essai choisi. L'étalement "recherché" exigé par la norme est de $155 \pm 10\ mm$. Les résultats de ce test ont montré que l'ajout d'amidon augmente largement la demande en eau donc le rapport E/L par rapport à la pâte à base de FAC seules. Ensuite, la rhéologie des mélanges à la consistance souhaitée a été étudiée au viscosimètre afin de mesurer les propriétés (viscosité, seuil de cisaillement, thixotropie) des mélanges. Cet essai a montré la forte influence de la plupart des amidons sur le comportement des FAC à l'état frais. L'ajout d'amidon H a quadruplé la thixotropie de la pâte argileuse. Les courbes $\tau = f(\dot{\gamma})$ montrent que les mélanges étudiés à base de FAC et de FAC + amidon ont généralement un comportement rhéofluidifiant.

L'étude du comportement à l'état durci a été réalisée sur des éprouvettes ($4 \times 4 \times 16\ cm^3$) conservées en enceinte climatisée à 20°C et 40% d'humidité relative. Le suivi de séchage a montré que les masses volumiques des éprouvettes étaient stables au bout d'une semaine. Le démoulage a été fait après 2 jours et les tests mécaniques 21 jours après fabrication. Les retraits volumiques des éprouvettes étaient très importants (entre 28 et 45%) ce qui est normal au vu de la quantité initiale d'eau dans les mélanges.

Les essais mécaniques montrent que l'ajout d'amidon augmente les résistances mécaniques à la flexion et à la compression des FAC. Le mélange FAC à 20°C + amidon D a donné les meilleures résistances par rapport aux autres amidons natifs avec une résistance de 4,5 MPa en flexion et de 6,3 MPa en compression contre une résistance de 1,6 MPa en flexion et 3,2 MPa en compression pour un mélange de FAC seules.

Afin d'étudier l'influence des conditions de stockage sur les éprouvettes, trois mélanges ont été choisis à base de FAC, de FAC + amidon D et de FAC + amidon H. Ces amidons

ont été choisis pour leur apport sur le plan mécanique et sur le plan rhéologique. Plusieurs séries d'éprouvettes ont été conservées selon plusieurs protocoles de durcissement pendant 21 jours. Le tracé des courbes de suivi de séchage et les observations visuelles ont montré une forte corrélation entre les conditions de stockage, l'état des éprouvettes et la durée nécessaire pour la stabilisation de la masse volumique. Les essais mécaniques sur ces éprouvettes ont confirmé cette corrélation. Les résultats des essais mécaniques ont montré que :

a) Les meilleures résistances mécaniques ont été obtenues avec des conditions de stockage de 20℃ et 40 à 70% d'humidité relative ;
b) Une température supérieure à 40℃ a un effet négatif sur les éprouvettes, ainsi qu'une forte humidité (100%).

Une étude comparative a été réalisée en remplaçant les fines argilo-calcaires par la kaolinite. Le fait de choisir la kaolinite avait pour but de comprendre l'interaction entre l'amidon et une autre type de terre. Les résultats de l'étalement ont montré que la kaolinite avait besoin de deux fois plus d'eau que les fines argilo-calcaires pour avoir la même consistance à la table à secousses à cause de sa propre limite de liquidité (53% pour la kaolinite et 33% pour les fines argilo-calcaires). A l'inverse des fines argilo-calcaires le mélange de kaolinite seule a donné une thixotropie plus grande que celles des mélanges kaolinite + amidon. L'ajout d'amidon a augmenté la résistance mécanique en compression de la kaolinite. Il semble que le type de matériau argileux (morphologie, proportion d'argile, etc.) influence l'augmentation ou la diminution de la thixotropie lors de l'incorporation d'amidon.

Dans cette partie, plusieurs études complémentaires ont été réalisées sur les trois mélanges FAC, FAC + amidon D et FAC + amidon H afin de chercher à mieux comprendre l'interaction entre la terre et les deux types d'amidon. La première étude avait pour but d'appliquer des modifications chimiques sur les deux types d'amidon D et H afin de réduire leur demande en eau. Les résultats des essais à la table à secousses ont montré une baisse du rapport E/L de 28 et 32% pour les deux amidons D et H respectivement. Les tests mécaniques n'ont pas pu se faire sur ces éprouvettes à cause de fissurations et de

déformations. L'autre étude transversale a porté sur la mesures de porosité des matériaux endurcis au porosimètre à mercure. Les résultats ont montré que le mélange FAC + amidon H avait la plus petite surface de pores par rapport aux autres mélanges ce qui est tout à fait justifié par la capacité de ces grains à absorber l'eau interne puis à la larguer vers l'extérieur pendant les premiers jours de séchage.

L'étude de l'association FAC/amidon et coproduits végétaux a ensuite été réalisée en utilisant les FAC, les amidons D ou H comme liant et la chènevotte et l'anas de lin en tant que granulats. L'introduction des coproduits végétaux dans la barbotine FAC/amidon a rendu impossible l'évaluation de la consistance des mélanges par la table à secousses. Le consistomètre VEBE a été choisi pour remplacer la table à secousses. Les repères de consistomètre fixés par la norme ont été revus. Plusieurs adaptations sur la durée de l'essai ont été choisies pour se caler aux besoins de consistance et à la limitation de la quantité d'eau dans la formulation.

L'étude de consistance a permis d'identifier trois types de mélanges : ferme, semi-fluide et fluide. Les mélanges FAC + chènevotte ou anas de lin demandent un rapport E/L important à cause de la nature argileuse des FAC et de la grande capacité d'absorption d'eau des deux coproduits végétaux. La présence d'amidon dans le mélange FAC + chènevotte ou anas de lin provoque, comme dans l'étude du chapitre 3, une augmentation du rapport E/L pour avoir le même niveau de consistance. Cependant cette augmentation de quantité d'eau entraîne un long temps de séchage des éprouvettes entrainant une potentielle apparition de moisissures. L'ajout d'un superplastifiant a été choisi pour réduire la quantité d'eau de gâchage en conservant une consistance constante. Les résultats ont montré une diminution du rapport E/L de 40% pour la même consistance.

Afin d'empêcher la prolifération de moisissures sur la surface des éprouvettes, il a été décidé d'ajouter de la chaux pouzzolanique dans nos formulations. Après avoir testé plusieurs pourcentages en chaux, le choix s'est porté sur les deux dosages 10 et 30%. La présence de chaux à hauteur de 10 ou 30% a eu peu d'effet sur la durée de séchage et la teneur en eau. Le passage de 10 à 30% de chaux a augmenté les résistances mécaniques

des formulations étudiées.

L'étude mécanique des formulations a été réalisée selon trois échéances : 28, 90 et 365 jours sur des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) fabriquées à partir de la même gâchée. Une amélioration générale des résistances à la flexion a été observée au fil de temps. ce qui peut être liée à la carbonisation lente de la chaux.

Le rapport L/G influence les résistances mécaniques des formulations étudiées. Une augmentation de la proportion en coproduits végétaux diminue la résistance mécanique. Le passage d'un rapport L/G de 5,5 à 3,5 a ainsi diminué les résistances en flexion de près de 50%. Par conséquent, les résistances obtenues restent faibles par rapport aux résistances requises pour les carreaux de plâtres ayant la même masse volumique. Cependant sur le plan thermique et acoustique, l'augmentation de la quantité de coproduits végétaux a amélioré les performances d'isolation de nos formulations.

Le traitement des résultats mécaniques à 28 jours des éprouvettes ($7 \times 7 \times 28\ cm^3$) fabriquées à partir des différentes formulations étudiées a montré que l'évolution des résistances à la flexion des formulations FAC + CPV + amidon + superplastifiant avec ou sans chaux, en fonction des masses volumiques apparentes suit une loi empirique de type polynomial de forme $R_f = a \times {\rho_s}^2 - b \times \rho_s$. Par comparaison, une même loi a été trouvée avec les formulations FAC + CPV. Les deux lois ont une valeur identique du coefficient a et deux valeurs différentes pour le coefficient b. Le type de co-produit végétal ne semble pas avoir d'influence car les lois obtenus associent des résultats sur des formules avec chènevotte ou anas de lin. Ce type de loi peut ainsi être utile pour prédire la résistance à la flexion de mélanges analogues.

L'étude à l'échelle d'un carreau a été faite en se basant sur les résultats et les observations obtenues sur les éprouvettes $7 \times 7 \times 28\ cm^3$. Le malaxage et la fabrication ont suivi le protocole mis en place pour les éprouvettes. Le suivi de séchage et les observations ont montré un comportement similaire des carreaux étudiés en compression des éprouvettes.

La présence d'amidon dans nos formulations a permis d'obtenir une rigidification rapide de la matière ce qui nous a permis de les placer verticalement 2 jours après fabrication. La présence d'amidon dans les deux carreaux $5506DchrC30$ et $5506HchrC30$ incluant de la chènevotte a amélioré les résistances à la flexion de 13%. Par contre, en compression le mélange $5505chrC30$ sans amidon incluant de la chènevotte a eu la meilleure résistance avec 2% de plus que le carreau $5506DchrC30$ et 16% de plus que le carreau $5506HchrC30$. Les carreaux incluant des anas de lin ont eu un comportement mécanique différent de ceux incluant de la chènevotte. La présence de l'amidon D a causé une baisse de résistance à la flexion de 18% et en compression de 8,8% et l'amidon H a diminué la résistance à la flexion de 36% et en compression de 21% par rapport aux résistances obtenues avec le carreau $5505chrC30$. Malgré la baisse de résistance, ces carreaux ont atteint le niveau de résistance exigé par la norme pour des carreaux en plâtre de même masse volumique. Un comportement mécanique plus faible a été obtenu avec les carreaux légers fabriqués avec le rapport L/G = 3,5 avec des résistances à la flexion allant de 0,15 MPa pour un carreau de FAC + chènevotte jusqu'à 0,3 MPa pour le carreau $3507HchrC30$ incluant de l'amidon H, ainsi que de 0,15 MPa pour un carreau de FAC + anas de lin jusqu'à 0,21 MPa pour les trois carreaux $3506chrC30-A$, $3507DchrC30-A$ et $3507HchrC30-A$.

Thermiquement, la présence d'amidon, de superplastifiant ou/et de chaux dans nos formulations n'altère pas la conductivité thermique des mélanges. La conductivité thermique de nos mélanges avec le rapport L/G = 5,5 était proche de 0,2 $W/(m \times K)$ et avec le rapport L/G= 3,5 de 0,12 $W/(m \times K)$. La capacité thermique se situait aux environ de 1200 $J/(Kg \times K)$ pour les formulations lourdes et de 700 $J/(Kg \times K)$ pour les formulations légères.

Les études expérimentales réalisées dans cette thèse sur l'association matériaux FAC, amidon et coproduits végétaux ont donné des résultats mécaniques et thermiques encourageants et offrent donc des potentiels d'applications pour l'amidon dans le secteur de la préfabrication de produits de type bloc ou carreaux pour le domaine non-porteur. Il est ainsi envisageable d'effectuer des études supplémentaires pour compléter les connaissances scientifiques sur la combinaison terre/amidon afin d'être capable de l'appliquer à l'échelle

industrielle. Il serait intéressant d'étudier le comportement mécanique, acoustique et thermique de nos formulations par la méthode de simulation numérique. Il serait également intéressant de mettre en application la méthodologie suivie en laboratoire pour d'autres matériaux de type terre crue. La substitution du superplastifiant choisi dans cette étude par un autre superplastifiant issu de la chimie verte serait nécessaire pour renforcer la dimension éco-matériau.

BIBLIOGRAPHIE

[**AFNOR NF EN 1015-3]** AFNOR NF EN 1015-3. *Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 3 : détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses).* (Tirage 2 (2007-03-01)). 1999-10-01.

[**AFNOR NF EN 1015-11]** AFNOR NF EN 1015-11. *Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 11 : détermination de la résistance en flexion et en compression du mortier durci* - Tirage 2 (2007-03-01). 2000-09-01. 13 p.

[**AFNOR NF EN 13925-2]** AFNOR NF EN 13925-2. *Essais non destructifs "Diffraction des rayons X appliquée aux matériaux polycristallins et amorphes" Partie 2 : procédures.*2003-10-01.

[**AFNOR NF EN 196-1]** AFNOR NF EN 196-1. *Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques.* 2006.

[**AFNOR NF EN 12620]** AFNOR NF EN 12620. *Granulats pour béton.* 2008-06-01.

[**AFNOR NF EN 12859]** AFNOR NF EN 12859. *Carreaux de plâtre - Définitions, spécifications et méthodes d'essai.* 2011.

[**AFNOR NF EN 12350-3]** AFNOR NF EN 12350-3. *Essais pour béton frais - Partie 3 : essai Vébé.* 2012.

[**AFNOR NF EN 12390-5]** AFNOR. NF EN 12390-5. *Essais pour béton durci - Partie 5 : résistance à la flexion sur éprouvettes.* 2012.

[**AFNOR NF EN 12664]** AFNOR NF EN 12664. *Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits secs et humides de moyenne et basse résistance thermique.* 2001, p. 75-225.

[**AFNOR NF EN 12667]** AFNOR NF EN 12667. *Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits de haute et moyenne résistance thermique.* 2001, p. 75-224.

[**AKINDEHINDE *et al.* ; 2015]** AKINDEHINDE A, SCHMIDT W and IYUKES E. *The Influence of Starches on some Properties of Concrete.* Advances in Cement and Concrete Technology in Africa. (2015).
https://www.researchgate.net/publication/264052500_The_Influence_of_Starches_on_some_Properties_of_Concrete

[**ALLINSON and HALL 2010]** ALLINSON D and HALL M. *Hygrothermal analysis of a stabilised rammed earth test building in the UK*. Energy and Buildings, 2010, 42, 845-852. doi = "http ://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2009.12.005" http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378778809003284

[**ARNAUD and GOURLAY 2012]** ARNAUD L and GOURLAY E. *Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes*. Construction and Building Materials. 2012, 28, 50-6. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061811004065

[**ATKIN *et al.* ; 1999]** ATKIN N.J, CHENG S.L, ABEYSEKERA R.M and ROBARDS A.W. *Localisation of amylose and amylopectin in starch granules using enzyme-gold labelling*. Stärke 51, n. 5, 1999, p. 163-172. DOI : 10.1002/(SICI)1521-379X(199905)51 :5<163 : :AID-STAR163>3.0.CO ;2-F

[**ATZENI *et al.* ; 1985]** ATZENI C, MASSIDA C and SANNA U. *Comparison between rheological models for Portland cement pastes*. Cement and Concrete Research .15, 1985, p.511-519.

[**AVRAMI *et al.* ; 2008]** AVRAMI E, GUILLAUD H and HARDY M. *Terra literature review. An overview of research in earthen architecture conservation*. Los Angeles, TheGetty Conservation Institute, 2008.

[**BERTOLINI 2010]** BERTOLINI A. *Starches Characterization, Properties and Applications*. Taylor & Francis Group. Boca Raton, FL 33487-2742. année 2010. P290.

[**BEVAN and WOOLLEY 2008]** BEVAN R and WOOLLEY T. *Hemp lime construction, a guide to building with hemp lime composites*. IHS BRE Press, 2008.

[**BOULOC 2006]** BOULOC P. *Le chanvre industriel production et utilisations*. France Agricole. 06-2006, 433p.

[**BOURSIER 2005]** BOURSIER B. *Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires*. Dossier techniques de l'ingénieur. Division des applications, Société ROQUETTE. 2005.

[**BOUTIN *et al.* ; 2006]** BOUTIN M.P, FLAMIN C, QUINTON S and GOSSE G. *Étude des caractéristiques environnementales du chanvre par l'analyse de son cycle de vie*. Ministère de l'agriculture et de la pêche, 2006, 60 p file:///C:/Users/ghaalhaik/Downloads/chanvre_rapport_final_d235d.pdf

[**BRUN *et al.* ; 1998]** BRUN JJ, MISHELLANY A, TERME G and VECOVEN J. *Les boues de lavage de carrière : un sous-sous produit de l'industrie des granulats. Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*. 1988 ;(156) :5-12.

[**BULEON *et al.* ; 1998]** BULEON A, COLONNA P, PLANCHOT V and BALL S. *Starch granules : structure and biosynthesis*. International Journal of Biological Macromolecules, vol. 23, (1998), p. 85-112.

[**BULEON 2001]** BULEON A. *Caractéristiques structurales des amidons*. Formation Adria des 21 et 22 mars 2001 à Nantes (2001).

[**CAILLERE *et al.* ; 1982]** CAILLERE S, HENIN S and RAUTUREAU M. *Minéralogie des argiles Tome 01*. Dunod, editor. Masson ; 1982. 184 p.

[**CEESM 2015]** Comité d'expansion économique du département de Seine-Maritime. La Filière Industrielle du Lin en Seine-Maritie. Avril 2015.

[**CEREZO 2005]** CEREZO V. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*. Thèse Génie Civil. Lyon : Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 16 juin 2005, 242 p.

[**COLLET *et al.* ; 2008]** COLLET F, BART M, SERRES L and MIRIEL J. *Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials*. Construction and Building Materials 2008 ; 22 :1271-80.

[**COLONNA 1998]** COLONNA P. *Propriétés fonctionnelles des amidons*. Formation Adria des 3 et 4 juin 1998 à Paris, 1998.

[**ConsoGlobe]** http://www.consoglobe.com/epuisement-des-ressources-naturelles-et-demographie-cg

[**CONSTATINOS *et al.* ; 2007]** CONSTATINOS A.B, ATHINA G.G, ELENA G, SEVASTIANOS M, YIANNIS S and DIMITRIS P.L. *European residential buildings stock, energy consumption, emissions and potential energy savings*. Building and Environment, vol. 42, 2007, pp. 1298 - 1314.
http ://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.11.001
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360132305004671

[**Construire en chanvre]** Construire en chanvre. http://www.construction-chanvre.asso.fr/

[**Construire en Chanvre 2012]** Construire en Chanvre. *Règles professionnelles d'exécution*, Edition 2012, SEBTP, 2012, 60 p.

[**Construire en Chanvre 2012a]** Construire en Chanvre. *Chanvre, Production, Filière : Le Chanvre hier et aujourd'hui*. 2012.

[**CRAterre]** CRAterre. Architecture de terre dans le monde. http://www.craterre.org

[**CREPY *et al.* ; 2013]** CREPY L, PETIT J.Y, WIRQUIN E, MARTIN P *et al. Synthesis and evaluation of starch-based polymers as potential dispersants in cement pastes and self-leveling compounds*. Cem. Concr. Compos, 45 (2014) 29-38.
doi :10.1016/j.cemconcomp.2013.09.004.
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946513001327

[**DE BRUIJNA *et al.* ; 2009]** DE BRUIJNA P. B, JEPPSSONA K. H, SANDINB K and NILSSONA C. *Mechanical properties of lime-hemp concrete containing shives and fibres*. Biosystems Engineering 2009 ; 103 : 474-479.

[**DE KEE and CHAN MAN FONG 1994]** DE KEE D and CHAN MAN FONG C.F. *Rheological properties of structured fluids*. Polym.and Engineering Science. 34 (1994) 438 p.

[**DE LOS COBOS 1994]** DE LOS COBOS G. *Valorisation des boues de lavage de gravière dans le domaine du stockage d'eau potable, d'eau chaude et de rétention de substances polluantes*. Thèse nř 1216. 1994.

[**DIANA and ALEKSANDRA 2008]** DIANA Ü.-V and ALEKSANDRA N. *Potentials and cost of carbon dioxide mitigation in the word's buildings*. Energy Policy, vol. 36, 2008, pp. 642 - 661.

[**DINCER 1999]** DINCER I. *Environmental impacts of energy*. Energy Policy, Vol. 27, 1999, pp. 845 - 854.

[**DUBOIS *et al.* ; 2016]** DUBOIS V, Wirquin E, Flament C and Sloma P. *Fresh and hardened state properties of hemp concrete made up of a large proportion of quarry fines for the production of blocks*. Construction and Building Materials. 102 (2016) 84-93.
http ://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.196
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815306176

[**DUPRAT *et al.* ; 1980]** DUPRAT F, GALLANT D, GUILBOT A, MERCIER A and ROBIN J.P. *L'amidon, dans les "Les polymères végétaux"*. Éd. Monties Gautier-Villars, Bordas. 1980, pp 176-231.
http://www.techniques-ingenieur.fr/res/pdf/encyclopedia/42552210-c8104.pdf

[**DUPRE *et al.* ;** 2005] DUPRE B, GOULLIEUX A, PAU C, DHEILLY R.M, MARMORET L and QUENEUDEC M. *Les coproduits végétaux, une opportunité attrayante pour la construction durable, cas des anas de lin. Rapport d'étude de cas*. Université de Picardie Jules Verne. 2005.

[**DUPRE 2014]** DUPRE B. *Le végétal en construction - bâtir durable avec des ressources de proximité.* Dossier Techniques de l'Ingénieur, l'expertise technique et scientifique de référence, 2014, c8104.

[**EL NABOUCH *et al.* ; 2015]** EL NABOUCH R, BUI Q.-B, PLE P and PLASSIARD J.-P. *Numerical modeling of rammed earth constructions : analysis and recommandations.* Proceeding at 1^{st} International conference on bio-based building materials. June 22^{nd} - 24^{nd} 2015.

[**FLAMENT 2013]** FLAMENT C. *Valorisation des fines de lavage de granulats : application à la construction en terre crue.* Thèse de doctorat université d'Artois. 2013. 281p.

[**GALLANT *et al.* ; 1997]** GALLANT D.J, BOUCHET B and BALDWIN P.M. *Microscopy of starch : evidence of a new level of granule organization.* Carbohydrate Polymers, Elsevier Science Ltd, vol. 32, 1997, p. 177-191.

[**GONZALEZ and NAVARRO 2006]** GONZALEZ M.J and NAVARRO J.G. *Assessment of the decrease of CO2 emissions in the construction field through the selection of materials : Practical case study of the three houses of low environmental impact.* Building and Environment, vol. 41, 2006, pp. 902 - 909

[**HIZUKURI 1993]** HIZUKURI S. *Towards an understanding of the fine structure of starch molecules.* Denpun Kagaku 40, 1993, 133-147.

[**IMERYS 2009]** IMERYS. L'encyclopédie de la brique. 2009.

[**JAYASINGHE and KAMALADASA 2007]** JAYASINGHE C and KAMALADASA N. *Compressive strength characteristics of cement stabilized rammed earth walls.* Construction and Building Materials, 2007, 21, 1971-1976.
http ://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.049
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061806002224

[**JENKINS and DONALD 1996]** JENKINS P.J and DONALD A.M. *The application of small angle neutron scattering to the study of the structure of starch granules.* Polymer, 1996, 37, 25, 5559-5568.

[**KARUS and VOGT 2004]** KARUS M and VOGT D. *European hemp industry : Cultivation, Processing and product lines.* Euphytica, vol. 140, nř1-2, Janvier 2004, pp. 7 - 12.
http://link.springer.com/article/10.1007/s10681-004-4810-7

[**LE *et al.* ; 2014]** LE A. T, GACOIN A, LI A, MAI T, REBAY M and DELMAS Y.*Experimental investigation on the mechanical performance of starch/hemp composite materials.* Construction and Building Materials. 61 (2014) 106, 113.

doi :http ://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.084.
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061814001196

[**LE 2015**] LE A.T. *Développement et optimisation d'un agro-composite à base de chènevotte et d'amidon*. Thèse de doctorat université de Reims. 26 novembre 2015. 183p.

[**LELOUP 1989**] LELOUP V. *Gels binaires d'amyloseamylopectine : structure et amylolyse*. Thèse chimie et physico-chimie des polymères, Paris VI,1989.

[**MAGNIONT 2010**] MAGNIONT C. *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un matériau de construction à base d'agroressources*. Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Juin 2010.

[**MOREL *et al* . ; 2001**] MOREL J.C, MESBAH A, OGGERO M and WALKER P. *Building houses with local materials : means to drastically reduce the environmental impact of construction*. Build Environ, 2001, 36 (10), 1119 -26.
http ://dx.doi.org/10.1016/S0360-1323(00)00054-8
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360132300000548

[**MORRIS 1990**] MORRIS W.R. *Starch gelation and retrogradation*. Trends in food science & technology, 1, 1990, p. 2-6.

[**NGUYEN 2010**] NGUYEN T.T. *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*. Thèse de l'université Européenne de Bretagne. 12. Janvier 2010.

[**NZS 4297 1998**] New Zealand Standard NZS 4297 1998. *Engineering Design of Earth Buildings*.Standard New Zealand, Wellington, New Zealand, 1998.
https://law.resource.org/pub/nz/ibr/nzs.4297.1998.pdf

[**NZS 4298 1998**] New Zealand Standard NZS 4298 1998. *Materials and Workmanship for Earth Buildings*.Standard New Zealand, Wellington, New Zealand, 1998.
https://law.resource.org/pub/nz/ibr/nzs.4298.1998.pdf

[**NZS 4299 1998**] New Zealand Standard NZS 4299 1998. *Earth Buildings Not Requiring Specific Design*. Standard New Zealand, Wellington, New Zealand, 1998.
https://law.resource.org/pub/nz/ibr/nzs.4299.1998.pdf

[**OECD 2003**] Organisation for Economic Co-operation and Development (OECD), *Environmentally sustainable buildings : Challenges and Policies*. OECD Publishing, 2003, 196 p.
http://www.oecd.org/env/consumption-innovation/2715115.pdf

[**PACHECO-TORGAL and JALALI 2012]** PACHECO-TORGAL F and JALALI S. *Earth construction : Lessons from the past for future eco-efficient construction.* Constructions and Building Materials, 2012, 29,512-519.

[**PARKER and RING 1996]** PARKER R and RING S. *Starch structure and Properties.* Carbohydrates in Europe, oct. 1996.

[**PEREIRA *et al.*; 2012]** PEREIRA L.L. S, PEREIRA C.A, DE SOUZA S.P and SANTOS C.D. *Therapeutic action of white beans by changing the digestion of carbohydrates.* Journal of Natural Pharmaceuticals, 3, 9-16 (2012).

[**PRICE *et al.*; 2006]** PRICE L, DE LA RUE DU CAN S, SINTON J and WORRELL E. *Sectoral Trends in Global Energy Use and GHG Emissions.* Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA, 2006, 74 p

[**QUOC-BAO 2008]** QUOC-BAO B. *Stabilite des structures en pise : durabilite, caracteristiques mecaniques.* Thèse de doctorat, l'institut national des sciences appliquées de Lyon . 13 novembre 2008

[**RAHIM *et al.*; 2013]** RAHIM M, DOUZANE O, LAIDOUDI B, PROMIS G and LANGLET T. *Caractérisations mécanique et thermique de bétons agrosourcés.* Congrés écobat sciences et techniques. 20 to 21 March, 2eme édition, 2013, pp. 179-186.

[**RAHIM *et al.*; 2015]** RAHIM M, DOUZANE O, TRAN LE A.D, PROMIS G, LAIDOUDI B, CRIGNY A, DUPRE B and LANGLET T. *Characterization of flax lime and hemp lime concretes : Hygric properties and moisture buffer capacity.* Energy and Buildings 88 (2015) 91-99.
http ://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.11.043
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378778814009748

[**NOMADEIS 2012]** *Étude sur le secteur et les filières de production des matériaux et produits bio-sourcés utilisés dans la construction (à l'exception du bois).* Étude réalisée par Nomadéis pour le compte du Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Energie, DGALN / PUCA. Août 2012.

[**ROBIN *et al.*; 1974]** ROBIN J. P, MERCIER C, CHARBONNIERES R and GUILBOT A. *Lintnerized straches.Gel filtration and enzymatic studies of insoluble residue from prolonged acid treatment of potato starch.* Cereal Chemistry. 51, 389-406 (1974).

[**SAVARY *et al.*; 1993]** SAVARY C, COLONNA P and DELLA VALLE G. *Matériaux d'emballage à base d'amidons et de leurs dérivés.* Industries des céréales, oct. 1993.

[**SCHMIDT *et al.* ; 2013]** SCHMIDT W, BROUWERS H.J.H, KÜHNE H-C and MENG B. *The Working Mechanism of Starch and Diutan Gum in Cementitious and Limestone Dispersions in Presence of Polycarboxylate Ether Superplasticizers.* Applied Rheology. 25.6.2013. DOI : 10.3933/ApplRheol-23-52903

[**SCHMIDT *et al.* ; 2013a]** SCHMIDT W, BROUWERS H. J. H, KÜHNE H.-C and MENG B. *Interactions between PCE and different polysaccharides and influences on the early hydration of cement.* 1^{st} International Conference on the Chemistry of Construction Materials. October 2013.

[**SCHMIDT *et al.* ; 2016]** SCHMIDT W, WEIMANN C and WEBA L.C. *Influences of hydration effects on the flow phenomena of concrete with admixtures*, Proceedings in 2nd International Conference on Advances in Cement and Concrete Technology in Africa. Jan 2016.

[**SCHMIDT *et al.* ; 2016a]** SCHMIDT W, BROUWERS H. J. H, KÜHNE H.-C and MENG B. *Interactions of polysaccharide stabilising agents with early cement hydration without and in the presence of superplasticizers*, Constr. Build. Mater. (2016).
http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.022

[**SEDAN 2007]** SEDAN D. *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, 2007.
http://epublications.unilim.fr/theses/2007/sedan-david/sedan-david.pdf

[**SEDAN *et al* . ; 2008]** SEDAN D, PAGNOUX C, SMITH A and CHOTARD T. *Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement : Influence of the fibre/matrix interaction.* Journal of the European Ceramic Society 2008 ; 28 : 183-192.
http ://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.019
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221907003925

[**TATTERSHALL and BANFILL 1983]** TATTERSHALL G.H and BANFILL P.F.G. *The Rheology of Fresh concrete*, in 'Pitman Advanced Publishing Program', New York (1983).

[**TERPAKOVA *et al* . ; 2012]** TERPAKOVA E, KIDALOVA L, ESTOKOVA A, CIGASOVA J and ŁTEVULOA N. *Chemical modification of hemp shives and their characterization.* 20th International Congress of Chemical and Process Engineering (CHISA 2012) 25-29 August 2012, Prague, Czech Republic.
doi :10.1016/j.proeng.2012.07.486
http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705812028937

[TIBBETS 2001] TIBBETS J.M. *Emphasis on rammed earth -The rational.* Interaméricas Adobe Builder, 2001, 9, 4-33.

[TROEDEC *et al* . ; 2008] TROEDEC M. L, SEDAN D, PEYRATOUT C and BONNET J. P. *et al. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres.* Composites Part A 2008 ; 39 : 514-522.

[UNPG 2006] UNPG. *Les granulats.* 2006 17 pages.

[VOM BERG 1979] VOM BERG W. *Influence of specific surface and concentration of solids upon the flow behavior of cement pastes.* Magazine of Concrete Research 31 (109) (1979) 211-216.

[WALKER 2000] WALKER P. *Strength and durability testing of earth blocks.* In : Proceedings of the 6th international seminar on structural masonry for developing countries, Bangalore, India, 2000, 111-118.

[WALKER 2002] WALKER P. *Standards Australia The Australian Earth Building Handbook.* Sydney, Australia : Standards Australia, 2002.

[YAHIA and KHAYAT 2003] YAHIA A and KHAYAT K.H. *Applicability of rheological models to high-performance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture.* Materials and Structures 36(6) :402-412. July 2003.
http://link.springer.com/article/10.1007/BF02481066

Annexes

ANNEXE A

DIFFRACTION DES RAYONS X

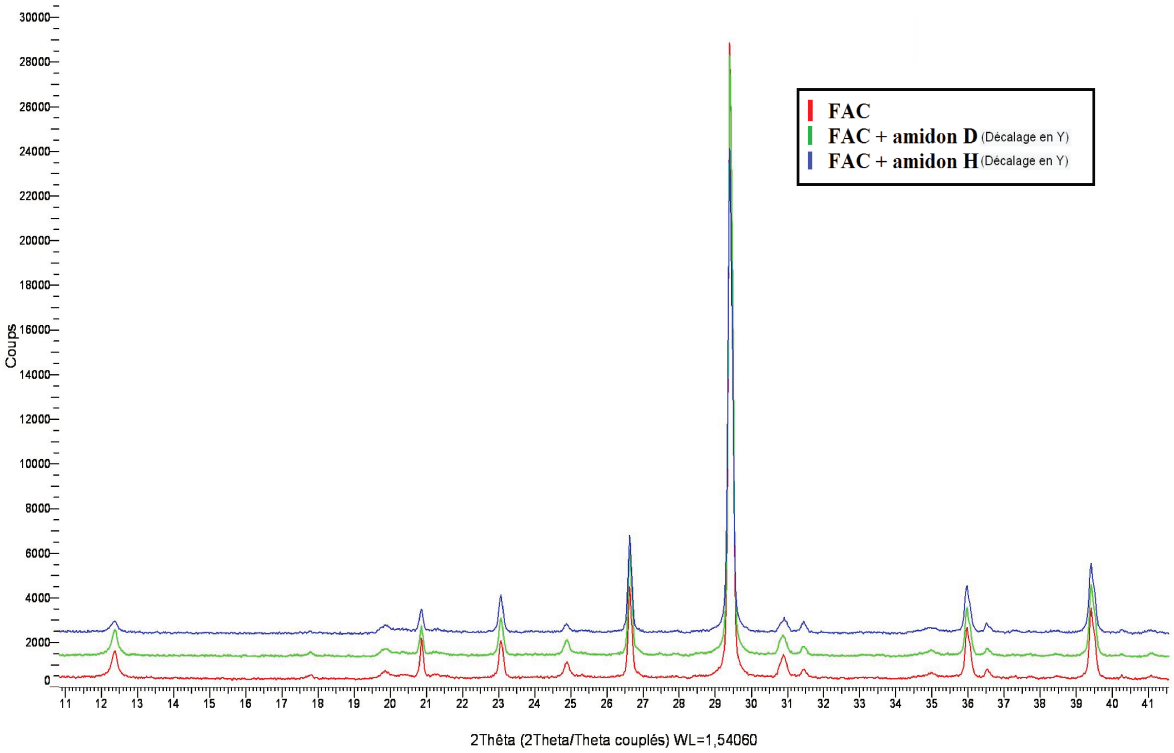


Figure A.1 – Comparaison entre les trois mélanges FAC, FAC + amidon D et FAC + amidon H.

ANNEXE B

COMPOSITION DES MÉLANGES ÉTUDIÉS

Désignations	$\frac{L}{G}$	$\frac{E}{L}$	$\frac{FAC}{Liant}$	$\frac{Amidon}{Liant}$	**Quantités en kg pour 1 m^3**							
					Liant	FAC	CPV	Amidon	Eau	chr_{ex}	chr_{tot}	Chaux
5506	5,5	0,6	100%	0%	677	677	123	-	406	-	-	-
5507	5,5	0,7	100%	0%	677	677	123	-	474	-	-	-
5509D	5,5	0,9	100%	1%	671	671	122	6,71	604	-	-	-
5510D	5,5	1	100%	1%	671	671	122	6,71	671	-	-	-
5506Dchr	5,5	0,6	100%	1%	664	664	121	6,64	379	8,6	28,5	-
5507Dchr	5,5	0,7	100%	1%	664	664	121	6,64	445	8,6	28,5	-
5506C1	5,5	0,6	99%	0%	677	670	123	-	406	-	-	7
5506C5	5,5	0,6	95%	0%	677	643	123	-	406	-	-	34
5506C10	5,5	0,6	90%	0%	677	609	123	-	406	-	-	68
5506C30	5,5	0,6	70%	0%	677	474	123	-	406	-	-	203
5505chrC10	5,5	0,5	90%	0%	670	603	122	-	315	8,7	28,7	67
5505chrC30	5,5	0,5	70%	0%	670	469	122	-	315	8,7	28,7	201
5506DchrC1	5,5	0,6	99%	1%	664	657	121	6,64	379	8,6	28,5	7
5506DchrC5	5,5	0,6	95%	1%	664	631	121	6,64	379	8,6	28,59	33
5506DchrC10	5,5	0,6	90%	1%	664	598	121	6,64	379	8,6	28,5	66
5506DchrC30	5,5	0,6	70%	1%	664	465	121	6,64	379	8,6	28,59	199
5507DchrC30	5,5	0,7	70%	1%	664	465	121	6,64	445	8,6	28,5	199
3507	3,5	0,7	100%	0%	467	467	133	-	327	-	-	-
3506chrC30	3,5	0,6	70%	0%	462	323	132	0	263	6,01	19,82	139
3507DchrC30	3,5	0,7	70%	1%	458	321	131	4,58	307	5,96	19,67	138

La lettre D veut dire que le mélange inclut de l'amidon D

Les quantités de chaque composant restent les mêmes avec l'amidon H.

Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant

La lettre C avec les chiffres qui suivent veut dire que le mélange inclut de la chaux à tel pourcentage

Tableau B.1 – Mélange à base de chènevotte.

Désignations	$\frac{L}{G}$	$\frac{E}{L}$	$\frac{FAC}{Liant}$	$\frac{Amidon}{Liant}$	Quantités en kg pour 1 m^3							
					Liant	FAC	CPV	Amidon	Eau	chr_{ex}	chr_{tot}	Chaux
5506-A	5,5	0,6	100%	0%	762	762	138	-	457	-	-	-
5507-A	5,5	0,7	100%	0%	762	762	138	-	533	-	-	-
5510D-A	5,5	1	100%	1%	755	755	137	7,6	755	-	-	-
5511D-A	5,5	1,1	100%	1%	755	755	137	7,6	831	-	-	-
5506Dchr-A	5,5	0,6	100%	1%	747	747	136	7,5	426	9,7	32,0	-
5507Dchr-A	5,5	0,7	100%	1%	747	747	136	7,5	501	9,7	32,0	-
5506C1-A	5,5	0,6	99%	0%	762	754	138	-	457	-	-	8
5506C5-A	5,5	0,6	95%	0%	762	723	138	-	457	-	-	38
5506C10-A	5,5	0,6	90%	0%	762	685	138	-	457	-	-	76
5506C30-A	5,5	0,6	70%	0%	762	533	138	-	457	-	-	228
5505chrC10-A	5,5	0,5	90%	0%	753	678	137	-	354	9,8	32,3	75
5505chrC30-A	5,5	0,5	70%	0%	753	527	137	-	354	9,8	32,3	226
5506DchrC1-A	5,5	0,6	99%	1%	747	740	136	7,5	426	9,7	32,0	7
5506DchrC5-A	5,5	0,6	95%	1%	747	710	136	7,5	426	9,7	32,0	37
5506DchrC10-A	5,5	0,6	90%	1%	747	672	136	7,5	426	9,7	32,0	75
5506DchrC30-A	5,5	0,6	70%	1%	747	523	136	7,5	426	9,7	32,0	224
5507DchrC30-A	5,5	0,7	70%	1%	747	523	136	7,5	501	9,7	32,0	224
3507-A	3,5	0,7	100%	0%	498	498	142	-	349	-	-	-
3506chrC30-A	3,5	0,6	70%	0%	498	349	142	-	284	6,5	21,4	149
3507DchrC30-A	3,5	0,7	70%	1%	498	349	142	5,0	334	6,5	21,4	149

La lettre D veut dire que le mélange inclut de l'amidon D.

Les quantités de chaque composant restent les mêmes avec l'amidon H.

Les lettres chr veulent dire que le mélange inclut du superplastifiant.

La lettre C avec les chiffres qui suivent veut dire que le mélange inclut de la chaux à tel pourcentage.

Tableau B.2 – Mélange à base d'anas de lin.

ANNEXE C

SUIVI DE SÉCHAGE POUR DES ÉPROUVETTES PRISMATIQUES

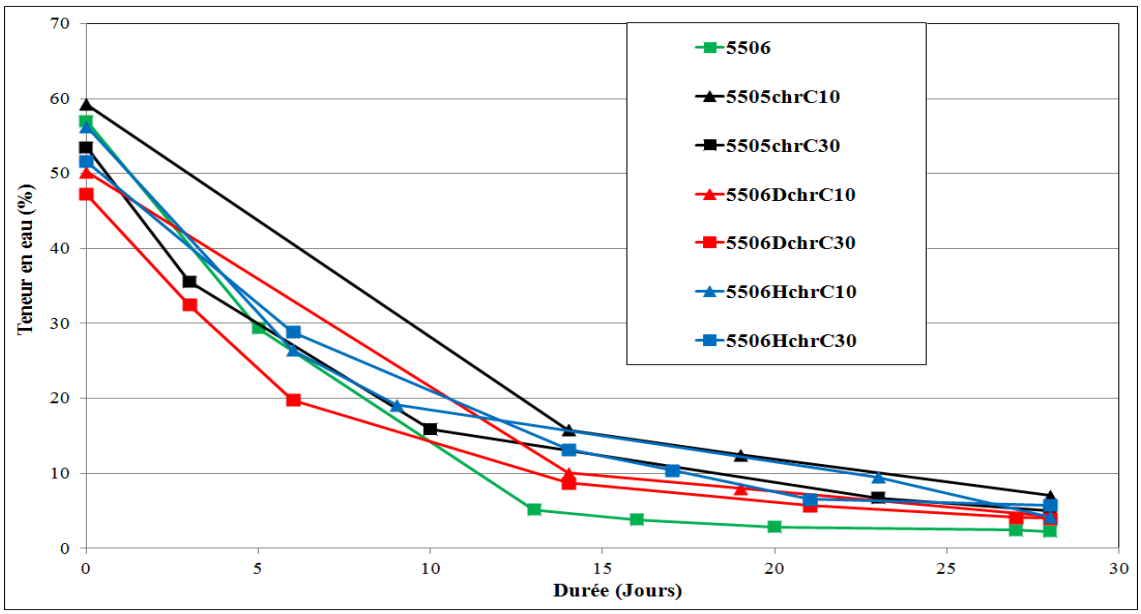


FIGURE C.1 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les mélanges FAC + chènevotte et de FAC + chènevotte + amidon + superplastifiant + chaux.

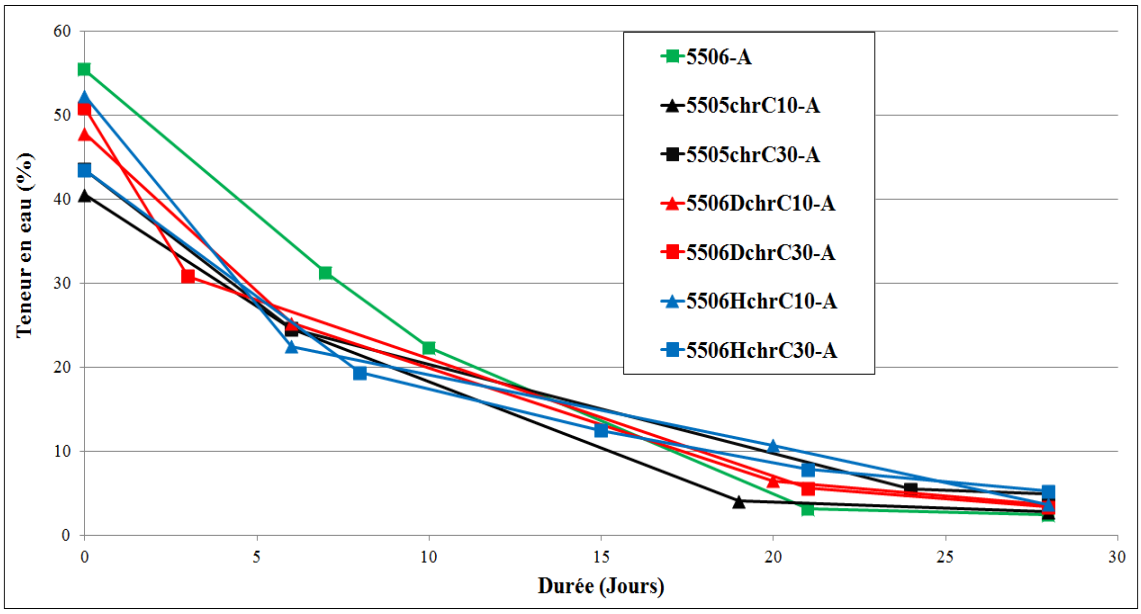


FIGURE C.2 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les mélanges FAC + anas de lin et de FAC + anas de lin + amidon + superplastifiant + chaux.

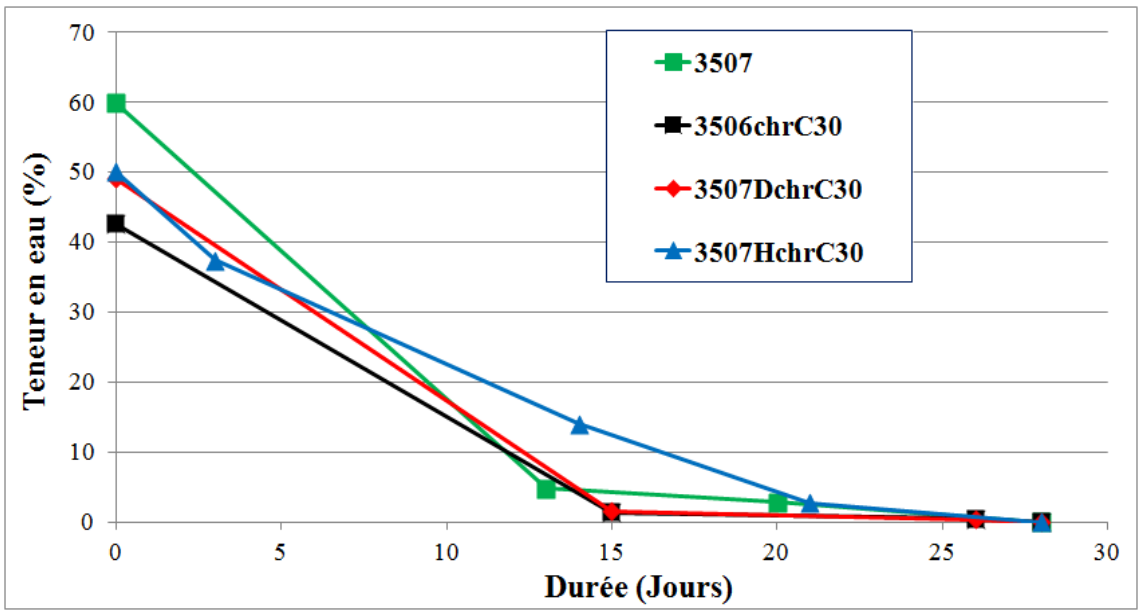


FIGURE C.3 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes incluant de la chènevotte avec $L/G = 3,5$.

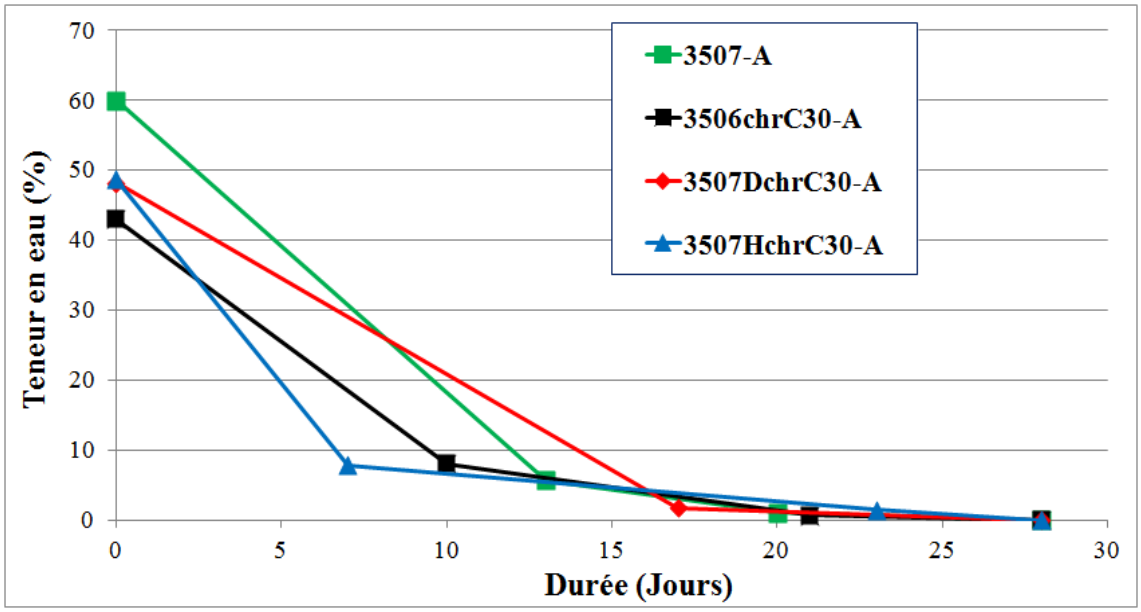


FIGURE C.4 – Évolution de la teneur en eau en fonction du temps pour les éprouvettes incluant des anas de lin avec $L/G = 3,5$.

ANNEXE D

FICHE TECHNIQUE DE SUPERPLASTIFIANT

CHRYSO®Fluid Premia 205

Superplastifiant Haut réducteur d'eau

CHRYSO®Fluid Premia 205 est un superplastifiant haut réducteur d'eau de nouvelle génération, à base de polycarboxylate modifié.
CHRYSO®Fluid Premia 205 est particulièrement recommandé pour les bétons demandant des résistances très élevées à court et long terme.
CHRYSO®Fluid Premia 205 permet de réaliser des bétons avec des rapports E/C très faibles.
CHRYSO®Fluid Premia 205 permet la réalisation des bétons auto-plaçants.
De par ses performances à très court terme, **CHRYSO®Fluid Premia 205** permet soit de réduire l'attente avant démoulage, soit de réaliser un gain énergétique en diminuant la température ou le temps d'étuvage.

Informations indicatives

- Nature : liquide
- Couleur : Gris vert opalescent
- Durée de vie : 9 mois

Spécifications

- Densité (20° C) : 1,055 ± 0,010
- pH : 5,00 ± 1,00
- Extrait sec (halogène) : 30,30 % ± 1,50 %
- Extrait sec (EN 480-8) : 30,30 % ± 1,50 %
- Teneur en Na_2O équivalent : ≤ 1,00 %
- Teneur en ions Cl^- : ≤ 0,01 %

Informations normatives et réglementaires

- Ce produit satisfait aux exigences réglementaires du marquage CE. La déclaration correspondante est disponible sur notre site Internet.
- Ce produit est conforme au référentiel de certification NF 085 dont les spécifications techniques sont celles de la partie non harmonisée de la norme NF EN 934-2.

Domaines d'application

- Tous types de ciments
- Bétons auto-plaçants
- Bétons de consistance supérieure à 50 mm au cône
- Bétons étuvés
- BHP - BTHP - BUHP
- Bétons précontraints
- Préfabrication lourde

Précautions

Stocker à l'abri du gel.
Eviter l'exposition prolongée à de fortes chaleurs.
En cas de gel, ce produit conserve ses propriétés. Après dégel, une agitation efficace est nécessaire jusqu'à l'obtention d'un produit totalement homogène.

Mode d'emploi

Plage de dosage : 0,3 à 3,0 kg pour 100 kg de ciment.

Il est courant de doser ce produit à 0,8 % du poids du ciment.

Ce produit peut être incorporé dans l'eau de gâchage ou en différé sur le béton.

Sécurité

Ce produit est classé "sans danger". En cas d'exposition, le port d'équipements de protection individuelle est recommandé. Avant toute utilisation, consulter la fiche de données de sécurité sur le site internet

CHRYSO S.A.S. - 19 Place de la Résistance - 92446 Issy les Moulineaux cedex - France - Tel : +33 (0)1 41 17 18 19 - Fax : +33 (0)1 41 17 18 80
www.chryso.com

15/07/2013

CHRYSO®Fluid Premia 205

Superplastifiant Haut réducteur d'eau

www.chryso.com

Les informations contenues dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors des stipulations du paragraphe « Application » de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation devront être effectués par les utilisateurs et permettront ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application donnent satisfaction. Notre assistance technique se tient à la disposition des utilisateurs.
Consultez la version la plus récente de la fiche technique, disponible sur **www.chryso.com**

CHRYSO S.A.S. - 19 Place de la Résistance - 92446 Issy les Moulineaux cedex - France - Tel : +33 (0)1 41 17 18 19 - Fax : +33 (0)1 41 17 18 80