



HAL
open science

Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments

Marie Viel

► **To cite this version:**

Marie Viel. Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments. Matériaux. Université de Rennes, 2018. Français. NNT : 2018REN1S122 . tel-02377632

HAL Id: tel-02377632

<https://theses.hal.science/tel-02377632>

Submitted on 24 Nov 2019

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

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

THÈSE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE DE RENNES 1
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

Ecole Doctorale N°602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : *Science des Matériaux*

Par
Marie VIEL

**Développement de composites bio-sourcés
destinés à l'isolation des bâtiments**

Thèse présentée et soutenue à l'Université de Rennes 1, le 23 novembre 2018

Unité de recherche : Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique

Thèse N° :

Rapporteurs avant soutenance :

Anne PANTET Professeur, Université du Havre
Patrick NAVARD Directeur de Recherche, Mines ParisTech

Composition du jury :

Président :	Gilles ESCADEILLAS	Professeur, Université de Toulouse
Rapporteur :	Anne PANTET	Professeur, Université du Havre
Rapporteur :	Patrick NAVARD	Directeur de Recherche, Mines ParisTech
Dir. de thèse :	Christophe LANOS	Professeur, Université de Rennes
Co-dir. de thèse :	Florence COLLET	Maitre de conférences HDR, Université de Rennes

À mes grand-parents

“ *Nous n’héritons pas de la terre de nos ancêtres, nous l’empruntons à nos enfants.* ”

Antoine de Saint-Exupéry, *Terre des Hommes*, 1939

Remerciements

Je souhaite remercier en premier lieu mon directeur de thèse, Monsieur Christophe LANOS, Professeur à l'Université de Rennes, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Je lui suis également reconnaissante pour la confiance qu'il m'a accordé et de m'avoir encadré et conseillé au long de ces années.

J'adresse de chaleureux remerciements à ma co-directrice de thèse, Madame Florence COLLET, Maître de conférences HDR à l'Université de Rennes, pour sa disponibilité, sa rigueur scientifique, pour m'avoir fait partager son expériences, son enthousiasme et sa passion qui m'ont permis de m'épanouir pleinement dans ce travail.

J'adresse tous mes remerciements à Madame Anne PANTET, Professeur à l'Université du Havre, ainsi qu'à Monsieur Patrick NAVARD, Directeur de Recherche aux Mines ParisTech, de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse et pour leurs commentaires constructifs vis-à-vis des travaux effectués. Je remercie également Monsieur Gilles ESCADEILLAS, Professeur à l'Université de Toulouse, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse ainsi que pour ses remarques avisées.

Un grand merci à toute l'équipe du département Génie Civil et Construction Durable de l'IUT de Rennes, professeurs, enseignant-chercheurs, enseignants, doctorants, personnels de l'IUT, pour leur accueil, leur présence et leur aide. Merci tout particulièrement à Tony HAUTECOEUR, cela a été un vrai plaisir de travailler avec toi!

Je remercie bien évidemment mes parents d'avoir fait de moi ce que je suis aujourd'hui ainsi que pour leur soutien. Un grand Merci à mon frère et à ma sœur pour leur patience, leur soutien et leur encouragement.

Enfin à titre plus personnel, je remercie chaleureusement mon cher mari pour son soutien quotidien indéfectible à l'égard de ce travail, pour ses nombreux conseils et pour tous ses encouragements. Merci d'être là!

Sommaire

Nomenclature	1
Introduction	3
Bibliographie	7
1 Synthèse bibliographique	9
1.1 Contexte économique et environnemental	10
1.1.1 L'isolation thermique	10
1.1.2 Réglementation thermique 2012 (RT 2012)	11
1.1.3 Diagnostic de Performance Énergétique	11
1.1.4 Label E+C- et Réglementation thermique 2020 (RT 2020)	13
1.1.5 Les grandeurs physiques	13
1.2 Les différents types d'isolation adaptés aux parois verticales	14
1.2.1 Isolation minérale	16
1.2.2 Isolation synthétique	17
1.2.3 Isolation naturelle	18
1.2.4 Isolation nouvelle génération	21
1.3 Conclusion	22
Bibliographie	24
2 Méthodes	27
2.1 Caractérisations	28
2.1.1 Généralités	29
2.1.2 Caractérisation de la microstructure	29
2.1.3 Caractérisation chimique	30
2.1.4 Caractérisation physique	32
2.1.5 Caractérisation hygrothermique	36
2.1.6 Caractérisation mécanique	39
2.1.7 Durabilité	41
2.2 Plans d'expériences	48
2.2.1 Notion d'espace expérimental	48
2.2.2 Matrice d'Hadamard	48
2.2.3 Plan de Mélange	49
2.2.4 Calculs statistiques et interprétation des résultats	50
Bibliographie	52
3 Caractérisation et valorisation des agro-ressources	57
3.1 Présentation des agro-ressources	58
3.1.1 Chanvre	58
3.1.2 Lin	58
3.1.3 Colza	59
3.1.4 Blé	59

3.1.5	Maïs	59
3.1.6	Transformation des agro-ressources	59
3.2	Caractérisation de la microstructure	61
3.3	Caractérisation chimique	66
3.4	Caractérisation physique	71
3.4.1	Granulométrie, taux de poussières et taux de fibres	71
3.4.2	Masses volumiques et porosité	75
3.4.3	Absorption d'eau	78
3.5	Caractérisation hygro-thermique	82
3.5.1	Conductivité thermique	82
3.5.2	Valeur tampon hygrique	84
3.6	Caractérisation mécanique	86
3.6.1	Plan de mélange	86
3.6.2	Courbes de tassement	86
3.6.3	Modèles de compression	87
3.6.4	Exploitation du plan d'expériences	88
3.7	Synthèse	91
3.8	Conclusion	94
	Bibliographie	95
4	Liants verts	101
4.1	Développement d'un liant bio-sourcé	102
4.1.1	Étude préliminaire	102
4.1.2	Extraction des solubles	107
4.2	Liants industriels	116
4.2.1	Liqueur noire	116
4.2.2	Lignine kraft BioChoice®	118
4.2.3	Mélasses	118
4.2.4	PLA	119
4.3	Conclusion	119
	Bibliographie	121
5	Développement et caractérisation des composites	125
5.1	Préparation des composites	127
5.1.1	Fabrication des échantillons	127
5.1.2	Plans d'expériences	127
5.2	Influence du liant	130
5.2.1	Caractérisation des propriétés physiques	130
5.2.2	Morphologie de surface	131
5.2.3	Caractérisation mécanique	132
5.2.4	Caractérisation thermique	133
5.2.5	Caractérisation hygrique	136
5.2.6	Synthèse	140
5.3	Influence du type de granulats	140
5.3.1	Caractérisation des propriétés physiques	141
5.3.2	Morphologie de surface	141
5.3.3	Caractérisation mécanique	141
5.3.4	Caractérisation thermique	143
5.3.5	Caractérisation hygrique	145
5.3.6	Synthèse	146
5.4	Influence de la granulométrie des granulats	147
5.4.1	Caractérisation des propriétés physiques	147

5.4.2	Caractérisation mécanique	147
5.4.3	Caractérisation thermique	148
5.4.4	Caractérisation hygrique	150
5.4.5	Synthèse	150
5.5	Influence d'un traitement basique sur les granulats	151
5.5.1	Caractérisation des propriétés physiques	151
5.5.2	Morphologie de surface	152
5.5.3	Caractérisation mécanique	152
5.5.4	Caractérisation thermique	154
5.5.5	Caractérisation hygrique	155
5.5.6	Synthèse	156
5.6	Influence de la pression de compactage	157
5.6.1	Caractérisation des propriétés physiques	157
5.6.2	Caractérisation mécanique	158
5.6.3	Caractérisation thermique	159
5.6.4	Caractérisation hygrique	159
5.6.5	Synthèse	161
5.7	Comparaison à des composites de la littérature et à des composites de référence	161
5.7.1	Les composites de la littérature	161
5.7.2	Les composites de référence	163
5.7.3	Comparaison des différents composites	164
5.8	Intérêt d'un composite bi-couches	166
5.8.1	Caractérisation thermique	166
5.8.2	Caractérisation hygrique	167
5.9	Conclusion	168
	Bibliographie	171
6	Durabilité des composites	173
6.1	Résistance à l'immersion	174
6.2	Résistance à l'humidité	175
6.2.1	Formulation des composites	176
6.2.2	Visualisations macroscopiques	178
6.2.3	Suivi de masse	178
6.2.4	Analyse d'image	181
6.2.5	Visualisations microscopiques	184
6.2.6	Synthèse	187
6.3	Réaction au feu	188
6.3.1	Temps d'ignition	188
6.3.2	Perte de masse	188
6.3.3	Synthèse	190
6.4	Conclusion	190
	Bibliographie	192
	Conclusion générale et Perspectives	195
	Bibliographie	200

Nomenclature

Abréviations

ADEME	Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
ADF	Acid Detergent Fiber
ADL	Acid Detergent Lignin
ATD-TG	Analyse Thermique Différentielle et Thermo-Gravimétrique
BET	Théorie de Brunauer, Emmett et Teller
DDL	Degré De Liberté
DIC	Digital Image Correlation ou Corrélacion d'images
IRTF	Infra-Rouge à Transformée de Fourier
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MBV	Moisture Buffer Value ou Capacité Tampon Hygrique
PLA	Acide polylactique
PM	Perte de Masse
PSD	Particle Size Distribution ou Distribution granulométrique
PVAC	Polyacétate de Vinyle
Na ₂ SiO ₃	Silicate de sodium
NaOH	Sodium Hydroxide ou Soude
NDF	Neutral Detergent Fiber
ROP	Ring Opening Polymerization ou Polymérisation par ouverture de cycle

Lettres grecques

ϵ	Déformation longitudinale (%)
$\epsilon_{h=3m}$	Déformation longitudinale d'un panneau de 3 mètres de hauteur (%)
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$	Conductivité thermique à 23°C et 50 %HR (W/(m.K))
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-sec}$	Conductivité thermique à 23°C et au point sec (W/(m.K))
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$	Masse volumique apparente à 23°C et 50 %HR (kg/m ³)
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$	Masse volumique apparente à 23°C et au point sec (kg/m ³)
ρ_s	Masse volumique du squelette au point sec (kg/m ³)
$\sigma_{10\%}$	Contrainte à 10 % de déformation (kPa)
σ_m	Contrainte maximale (kPa)

Symboles

IRA	Taux initial d'absorption d'eau (%)
K1	Pente de la courbe de la teneur en eau en fonction du logarithme du temps (%/log(min))
MBV_{abs}	Capacité tampon hygrique lors du cycle d'absorption d'humidité (g/(m ² .%HR))
MBV_{des}	Capacité tampon hygrique lors du cycle de désorption d'humidité (g/(m ² .%HR))
MBV_{moy}	Capacité tampon hygrique moyenne (g/(m ² .%HR))
n_t	Porosité totale (%)
R	Résistance thermique (m ² .K/W)
R ²	Coefficient de corrélation
R _a ²	Coefficient de corrélation ajusté

Introduction

Ces dernières années, en raison d'une production agricole mondiale croissante, la quantité des résidus agricoles a rapidement augmenté dans le monde et va continuer d'augmenter dans le futur. La production de résidus liés à l'activité agricole Européenne en 2015 (EUROSTAT STATISTICS EXPLAINED [2016]) est prise, ici, comme exemple. La disponibilité des résidus de culture tels que les tiges ou les feuilles pour douze des cultures les plus produites de l'UE, peut être estimée. La production totale de résidus est calculée en appliquant deux coefficients : le ratio de production des résidus au champ ainsi que le ratio de production des résidus transformés, à la quantité de la production agricole. Il apparaît ainsi qu'il y a autant de tonnes de résidus agricoles que de tonnes de produits de culture. De plus, un tiers de la production totale de résidus doit rester dans les champs et un autre tiers est utilisé pour l'élevage et l'horticulture. Il reste donc un tiers de résidus de cultures disponibles pour la valorisation (SEARLE et MALINS [2013]). D'autre part, des estimations sur la disponibilité des résidus de récolte en Europe en 2020 ont été produites par Bloomberg New Energy Finance (BOYLE et al [2010]). La comparaison des productions estimées avec les productions de 2015 montre que la disponibilité des résidus de culture va presque doubler en 5 ans (Tableau 1 et Figure 1).

TABLEAU 1 – Calcul de la production Européenne totale de résidus agricoles en 2015 ainsi que de la disponibilité prévisionnelle des résidus en 2020 ([1] : EUROSTAT STATISTICS EXPLAINED [2016], [2] : SEARLE et MALINS [2013] et [3] : KRETSCHMER et al [2012]).

Biomasse	Production agricole en 2015 [1] (Mtonnes)	Rapport de production des résidus au champ [2]	Taux de production des résidus transformés [2]	Production totale des résidus en 2015 (Mtonnes)	Disponibilité totale des résidus en 2015 (Mtonnes)	Disponibilité totale des résidus en 2020 [3] (Mtonnes)
Paille de blé	125	0.94	0.24	148	49	74
Paille d'orge	49	0.94	0.24	58	19	26
Résidus de seigle	4	1.13	0.24	9	3	6
Cannes de maïs	54	0.8	0.47	68	23	18
Résidus de betterave	76	0.27	0	21	7	38
Autres résidus	28	1.04	0.24	34	11	56
Total	337	-	-	338	113	218

En conséquence, les problèmes environnementaux et les impacts négatifs des résidus agricoles attirent de plus en plus l'attention. Il est donc nécessaire d'adopter une approche appropriée pour réduire et réutiliser ces co-produits agricoles. Ils sont principalement constitués de pailles, telles que le blé ou le maïs. Un large éventail de ces co-produits pourrait potentiellement être utilisé pour produire des matériaux bio-sourcés. Une telle approche a pour avantage de permettre la valorisation de la biomasse potentiellement associée au concept du zéro déchet. Produire des matériaux tels que des biocarburants, des produits alimentaires, des aliments pour animaux, des produits chimiques ou des matériaux de construction (FAVA et al [2015]; THE MANH [2014]) fabriqués à partir de ces co-produits de culture reste envisageable. Ces travaux de thèse se focalisent sur leur valorisation dans le secteur des matériaux de construction.

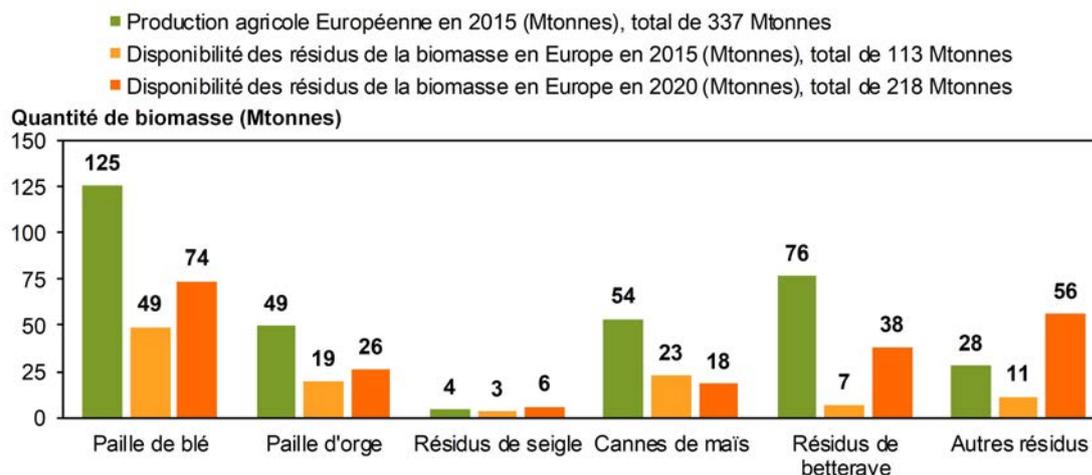


FIGURE 1 – Production agricole et disponibilité des résidus de le biomasse en Europe en 2015 par rapport à la disponibilité prévisionnelle des résidus en 2020.

Afin de réduire les dépenses énergétiques des bâtiment, la réglementation thermique RT 2012 impose la construction de bâtiment basse consommation (BBC) en fixant notamment leur consommation énergétique inférieure à 50 kWh ep/(m².an) ainsi que le respect d'un confort d'été. Pour répondre à ce critère, intégrer un isolant avec d'excellentes propriétés thermiques au sein des enveloppes est donc nécessaire afin de limiter les pertes de chaleur. De plus, le label E+C- créé pour expérimenter la future réglementation thermique RT 2020, intègre l'empreinte carbone des bâtiments à l'évaluation de leurs performances. Ainsi, ce label favorise l'utilisation de matériaux bio-sourcés dans le secteur de la construction, et plus particulièrement dans le cas de l'isolation thermique, puisqu'ils permettent de satisfaire au critère d'isolation thermique tout en limitant l'impact environnemental.

Depuis Février 2015, le projet Isobio a été lancé. Ce projet, soutenu par le programme Horizon 2020 de l'UE, propose une stratégie innovante pour positionner les matériaux de construction bio-sourcés sur le marché. Une des clés de l'innovation consiste à utiliser des granulats bio-sourcés issus de l'agriculture locale avec des liants verts afin de produire des composites respectueux de l'environnement. Ce projet vise à combiner les technologies existantes afin de développer des panneaux à base de biomasse ayant une faible énergie grise (quantité d'énergie nécessaire pour produire un matériau, tout au long de son cycle de vie : de son extraction à son recyclage en passant par sa transformation), une faible empreinte carbone ainsi qu'une haute efficacité hygrothermique (ISOBIO [2015]).

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'articule de la façon suivante (Figure 2) :

Le premier chapitre dresse un état de l'art des différents types d'isolants déjà commercialisés en se focalisant plus particulièrement sur les isolants bio-sourcés. A l'issue de ce chapitre, un cahier des charges est établi dans le but de développer un panneau d'isolation rigide à base de granulats bio-sourcés.

Le second chapitre décrit dans un premier temps, les méthodes expérimentales utilisées au cours de la thèse pour la caractérisation des granulats, des liants et des composites. Ces caractérisations se divisent en 5 grandes catégories qui sont d'ordre structural, chimique, physique, hygrothermique et mécanique. Les tests de durabilité appliqués à quelques composites sont également présentés. Dans un second temps, une présentation rapide de la théorie des plans d'expériences est réalisée. Ces derniers visent à réduire le nombre d'expériences tout en obtenant un maximum d'informations. Les deux types de plans d'expériences finalement retenus pour cette étude sont présentés, à savoir, les matrices d'Hadamard et les plans de mélange.

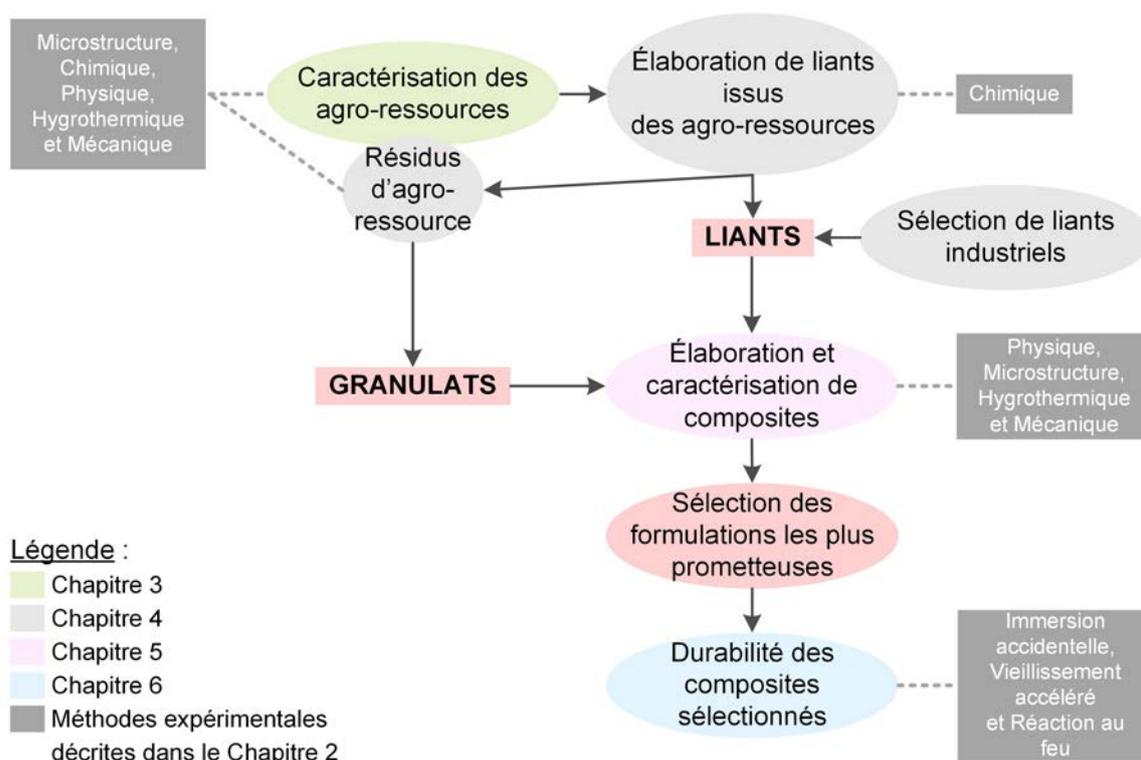


FIGURE 2 – Organigramme du travail de thèse.

Le troisième chapitre est dédié à la caractérisation de 5 co-produits agricoles issus du lin, du chanvre, du maïs, du colza et du blé. Dans ce travail, les propriétés structurales, chimiques, physiques, hygrothermiques et mécaniques de ces granulats sont mesurées et comparées entre elles et à celles trouvées dans la littérature. Les agro-ressources sont analysées par infra-rouge à transformée de Fourier (IRTF), par la méthode Van Soest et par la méthode de Dubois pour déterminer leur teneur en cellulose, hémicellulose, lignine et pectine. La distribution granulométrique des particules est mesurée par tamisage mécanique et par analyse d'image ou par granulométrie laser. La masse volumique apparente, la porosité totale, l'absorption d'eau, la conductivité thermique, la valeur tampon hygrique et la compressibilité des ressources en vrac sont également étudiées. Enfin, des conclusions sont tirées quant à l'utilisation potentielle de ces granulats comme matériaux de construction.

Le quatrième chapitre présente les différents liants développés et sélectionnés dans le cadre de ce travail. Sur la base d'observations faites sur les méthodes de production de panneaux de paille compressée, l'aptitude des différents granulats bio-sourcés à permettre le développement d'un liant vert est évaluée. À l'issue de cette étude, deux liants correspondant à des extractions réalisées sur les rafles de maïs et sur les fines de lin sont retenus. D'autres liants provenant de l'industrie comme la liqueur noire (co-produit de l'industrie papetière), la mélasse (co-produit de l'industrie sucrière), la lignine commerciale (co-produit de l'industrie du bois) et l'acide polylactique (PLA, liant thermoplastique issu de ressources renouvelables) sont également sélectionnés pour la confection de composites.

Le cinquième chapitre est consacré à l'élaboration des composites à partir des granulats et des liants décrits précédemment, ainsi qu'à leur caractérisation à partir des méthodes détaillées dans le chapitre 2. Dans un premier temps, des formulations sont réalisées d'après des matrices d'Hadamard afin de mettre en évidence l'influence de la nature ainsi que de la granulométrie des granulats, du liant, de la pression de compaction appliquée lors de la mise en œuvre des composites et de la réalisation d'un pré-traitement alcalin des granulats, sur les propriétés d'usage des composites :

thermique, hygrique et mécanique. Les résultats permettent d'identifier les composites les plus intéressants. L'optimisation des performances d'usage conduit également à développer un composite bi-couches.

Le sixième et dernier chapitre traite de la durabilité des formulations les plus prometteuses développées au cours de ce travail de thèse. Ces dernières vont être mises à l'épreuve de l'eau, de l'humidité et du feu au travers d'une immersion accidentelle, d'un test de vieillissement accéléré (conditionnement des échantillons à 23 °C et 90 %HR dans une enceinte climatique pendant 3 mois) et d'un test de réaction au feu réalisé à l'aide d'un cône calorimètre.

Bibliographie

- BOYLE, H., U.-H. EZEKIEL, I. HEROLD, R. R. LABASTIDA et A. RYBCZYNSKA. 2010, «Next-generation ethanol and biochemicals : what's in it for Europe?», rapport, Bloomberg New Energy Finance. URL https://www.novozymes.com/-/media/Project/Novozymes/Website/website/document-library/Reports_White-Papers/2010-Bloomberg-Next-generation-ethanol-and-biochemicals-whats-in-it-for-Europe.pdf?la=en. 3
- EUROSTAT STATISTICS EXPLAINED. 2016, «Agricultural production - crops», URL http://ec.europa.eu/eurostat/statistics-explained/index.php/Agricultural_production_-_crops. 3
- FAVA, F., G. TOTARO, L. DIELS, M. REIS, J. DUARTE, O. B. CARIOCA, H. M. POGGI-VARALDO et B. S. FERREIRA. 2015, «Biowaste biorefinery in Europe : opportunities and research & development needs», *New Biotechnology*, vol. 32, n° 1, p. 100–108, ISSN 1871-6784. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1871678413001581>. 3
- ISOBIO. 2015, «ISOBIO - Naturally high performance insulation», URL <http://isobioproject.com/>. 4
- KRETSCHMER, B., B. ALLEN et K. HART. 2012, «Mobilising cereal straw in the EU to feed advanced biofuel production», *Institute for European Environmental Policy*. URL http://www.ieeplondon.org.uk/assets/938/IEEP_Agricultural_residues_for_advanced_biofuels_May_2012.pdf. 3
- THE MANH, D. 2014, *Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant*, thèse de doctorat, Université de Toulouse, Toulouse, France. URL <http://thesesups.ups-tlse.fr/2383/>. 3
- SEARLE, S. et C. MALINS. 2013, «Availability of cellulosic residues and wastes in the EU», *The White Paper*, vol. 422. URL http://biorefiningalliance.com/wp-content/uploads/2014/02/I CCT_EUcellulosic-waste-residues_20131022.pdf. 3

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

Sommaire

1.1 Contexte économique et environnemental	10
1.1.1 L'isolation thermique	10
1.1.2 Réglementation thermique 2012 (RT 2012)	11
1.1.3 Diagnostic de Performance Énergétique	11
1.1.4 Label E+C- et Réglementation thermique 2020 (RT 2020)	13
1.1.5 Les grandeurs physiques	13
1.2 Les différents types d'isolation adaptés aux parois verticales	14
1.2.1 Isolation minérale	16
1.2.1.1 La laine de verre	16
1.2.1.2 La laine de roche	17
1.2.1.3 La perlite	17
1.2.2 Isolation synthétique	17
1.2.2.1 Le polystyrène expansé (PSE) ou extrudé (XPS)	18
1.2.2.2 Le polyuréthane	18
1.2.3 Isolation naturelle	18
1.2.3.1 Fibre de bois	19
1.2.3.2 Les panneaux de liège	19
1.2.3.3 La laine de chanvre	20
1.2.3.4 La laine de lin	20
1.2.3.5 Les bottes de paille	20
1.2.3.6 La ouate de cellulose	20
1.2.3.7 La laine de mouton	20
1.2.3.8 Les plumes de canard	21
1.2.4 Isolation nouvelle génération	21
1.2.4.1 Isolant sous vide	21
1.2.4.2 Isolant réfléchissant	21
1.2.4.3 Aérogel	22
1.3 Conclusion	22
Bibliographie	24

1.1 Contexte économique et environnemental

Le secteur résidentiel - tertiaire est le secteur le plus consommateur d'énergie en France. En effet, ce secteur représente 46.5 % de la consommation en 2016 tandis que le secteur du transport représente 31.9 % de la consommation, le secteur de l'industrie 18.6 % et le secteur de l'agriculture 3.0 %. De plus, cette consommation énergétique a augmenté de 6.9 % depuis 1990 (43.5 %). La Figure 1.1 met en évidence la répartition par secteur de la consommation énergétique en France de 1990 à 2016 (DUSSUD et al [2018]).

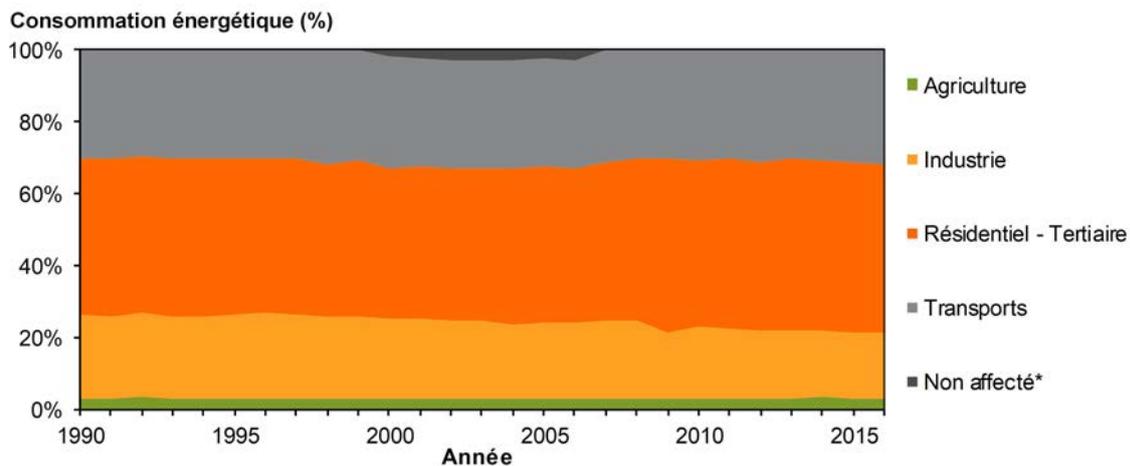


FIGURE 1.1 – Évolution de la consommation énergétique en France de 1990 à 2016 par secteur (*La répartition de la chaleur par secteur consommateur n'est pas disponible entre 2000 et 2006 - DUSSUD et al [2018]).

La consommation énergétique du secteur Résidentiel - Tertiaire prend en compte l'énergie utilisée pour le chauffage, l'eau chaude sanitaire, la climatisation, la ventilation ainsi que les appareils électriques. Le chauffage représente à lui seul plus de 50 % de la consommation énergétique de ce secteur (ADEME [2016]). L'isolation thermique a donc un impact direct sur 25 % de la consommation globale du pays.

1.1.1 L'isolation thermique

L'isolation thermique désigne l'ensemble des moyens employés dans le but de limiter les transferts de chaleur entre un milieu chaud et un milieu froid. Ainsi, l'isolation thermique a pour objectif de maintenir une température de confort à l'intérieur d'un bâtiment, c'est à dire conserver la chaleur en hiver et la fraîcheur en été, en dépensant le minimum d'énergie.

Isoler un bâtiment permet donc :

- De réduire les pertes de chaleur par les murs, la toiture, les baies vitrées et les planchers bas. La Figure 1.2 met en évidence ces pertes de chaleur;
- D'assurer un meilleur confort en supprimant les zones froides;
- D'économiser de l'énergie en chauffant ou en climatisant moins;
- D'éliminer les problèmes d'humidité en limitant les risques de condensation et donc d'éventuelles dégradations sur les peintures, fenêtres et murs.

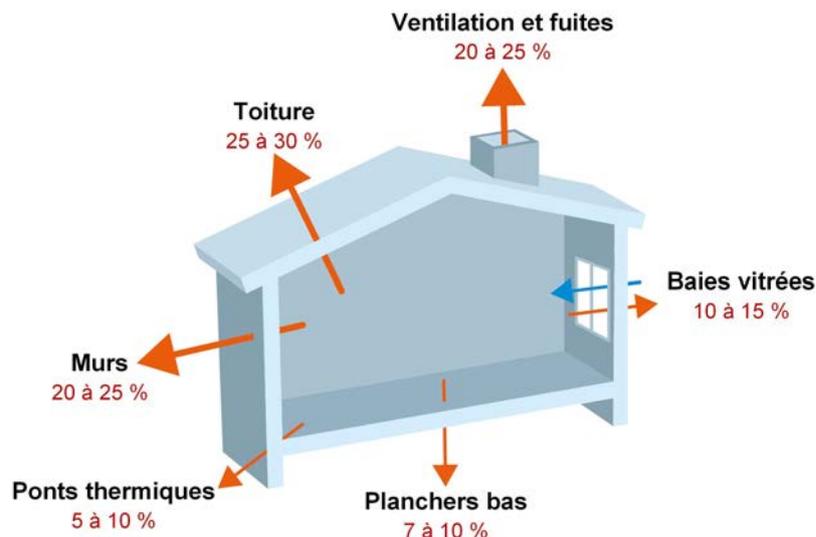


FIGURE 1.2 – Pertes de chaleur d'une maison construite avant 1974 (BAREAU [2018]).

1.1.2 Réglementation thermique 2012 (RT 2012)

Réglementations et labels encadrent la performance énergétique des bâtiments neufs ou rénovés car la réduction des pertes de chaleur permet de minimiser les besoins énergétiques d'un bâtiment.

Depuis le 1^{er} janvier 2013 (arrêté du 27 octobre 2011), toutes les constructions neuves doivent répondre aux exigences énergétiques définies par la réglementation thermique RT 2012 qui vise à réduire les dépenses énergétiques des bâtiments en prévoyant la généralisation des bâtiments basse consommation pour les constructions neuves.

Elle valorise la conception bioclimatique des bâtiments en limitant simultanément les besoins de chauffage, de climatisation et d'éclairage. Elle valorise donc un bon niveau d'isolation thermique ainsi que de bonnes transmissions solaire et lumineuse des baies. Elle fixe la consommation énergétique maximale d'une construction individuelle à 50 kWh ep/(m².an), modulée en fonction du type de bâtiment, de sa localisation géographique, de son altitude et de sa surface tout en prenant en compte le confort d'été. Cette consommation correspond à la quantité d'énergie primaire consommée pour le chauffage, l'eau chaude sanitaire, l'éclairage, la ventilation et les auxiliaires de ventilation et de chauffage sur une année. De plus, la surface totale des baies vitrées équipées de protection solaire doit représenter au minimum un sixième de la surface habitable d'un bâtiment. Quant au respect du confort d'été, il est assuré notamment par l'isolation et permet d'obtenir un confort optimal en été tout en évitant l'utilisation de climatiseur (ROGER et LAUBY [2012]).

La Figure 1.3 montre qu'un bâtiment dit économe en énergie permet de réduire l'énergie consommée de 85 % par rapport à un bâtiment construit avant 1974.

1.1.3 Diagnostic de Performance Énergétique

Le diagnostic de performance énergétique (DPE) vise à quantifier la consommation d'énergie utilisée pour le chauffage, la climatisation, la production de l'eau chaude sanitaire ainsi que les autres usages comme l'éclairage, les appareils électroménagers ou encore la ventilation, d'un logement ou d'un bâtiment tertiaire. Il est matérialisé par une étiquette énergie (Figure 1.4, ADEME [2014]).

Plus de 50 % du parc immobilier Français a un DPE équivalent ou inférieur à D. En revanche, 86 % des bâtiments construits depuis 2013 ont un DPE équivalent ou supérieur à B (ADEME [2016]).

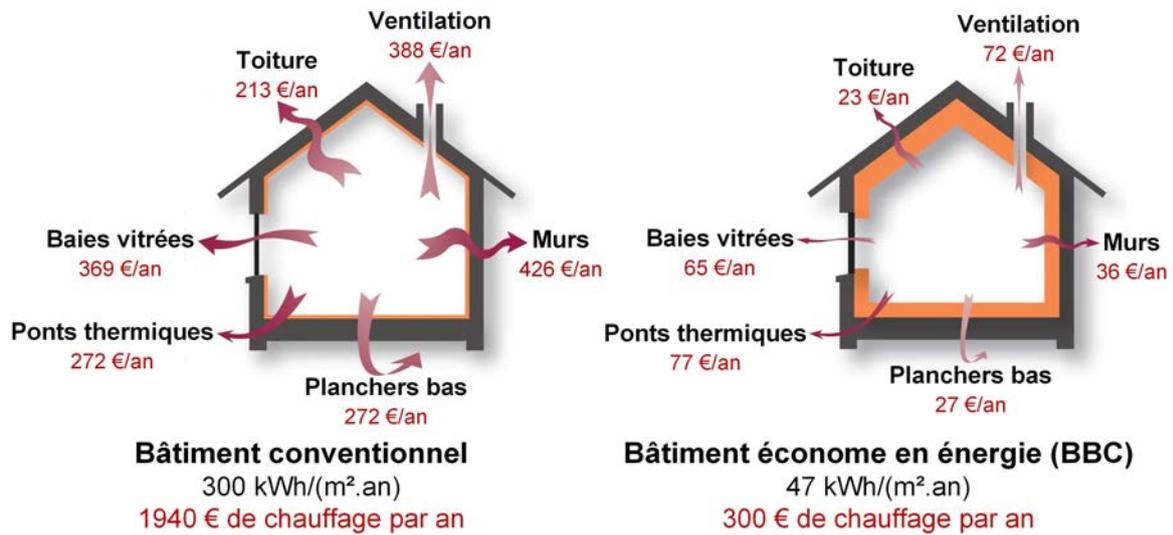


FIGURE 1.3 – Comparatif des consommations de chauffage annuelles par poste d’une maison conventionnelle à une économe en énergie de 100 m² (ADEME [2014].)

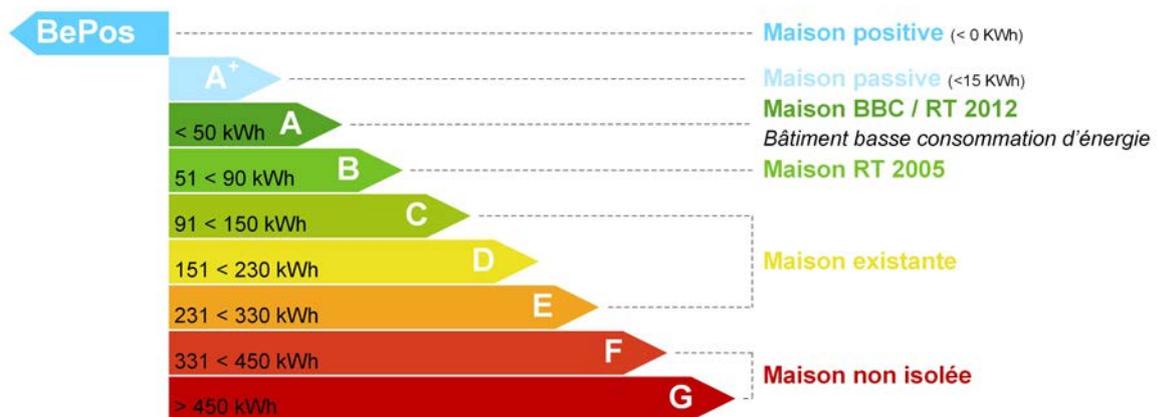


FIGURE 1.4 – Illustration de l’échelle de consommation d’énergie pour les logements (ADEME [2014].)

1.1.4 Label E+C- et Réglementation thermique 2020 (RT 2020)

Le label E+C- signifie "Bâtiments à Énergie Positive et Réduction Carbone" et a été lancé le 17 novembre 2016. Il a pour objectif de valoriser les constructions qui produisent plus d'énergie qu'elles n'en consomment (bâtiment à énergie positive : BePos) et qui émettent peu de carbone sur l'ensemble de leur cycle de vie : de la conception à la démolition. L'un de ses principaux apports par rapport à la réglementation thermique 2012, est d'intégrer à l'évaluation des bâtiments, leur empreinte carbone (MINISTÈRE DE LA TRANSITION ÉCOLOGIQUE ET SOLIDAIRE et al [2016]).

De plus, il permet d'expérimenter la future réglementation thermique RT 2020 afin d'en affiner les contours, en terme de faisabilités technique et économique (MINISTÈRE DE LA TRANSITION ÉCOLOGIQUE ET SOLIDAIRE et al [2016]). Il est donc probable que cette dernière prenne en compte la production d'énergie ainsi que l'empreinte environnementale des bâtiments tout au long de leur cycle de vie. Une telle mesure favoriserait l'utilisation de matériaux bio-sourcés dans le secteur de la construction, et plus particulièrement dans le cas de l'isolation, puisqu'ils permettent de répondre à ce critère. Cette nouvelle réglementation thermique inclura très probablement également des critères sur la qualité de l'air intérieur, l'isolation phonique ainsi que le confort d'été.

1.1.5 Les grandeurs physiques

Plusieurs critères caractérisent un isolant. Ces derniers sont énumérés ci-dessous :

- La conductivité thermique (λ), exprimée en W/(m.K), caractérise la quantité de chaleur qui peut-être transférée dans le matériau en un temps donné, pour une épaisseur e donnée par m². Plus λ est faible, plus le matériau présente des qualités isolantes (BRANCHU et BRANCHU [2012]). Pour qu'un matériau soit considéré comme isolant d'après la norme NF P75-101 (AFNOR [1983]), sa conductivité thermique doit être inférieure à 0.065 W/(m.K). En général, un bon isolant a une valeur courante de λ comprise entre 0.035 et 0.045 W/(m.K) ;
- La résistance thermique de la paroi (R), exprimée en m².K/W, caractérise la résistance qu'oppose la paroi au passage de la chaleur. Elle est égale au rapport entre l'épaisseur e du matériau et sa conductivité thermique λ comme indiquée dans l'Équation (1.1) (BRANCHU et BRANCHU [2012]).

$$R = \frac{e}{\lambda} \quad (1.1)$$

- La chaleur spécifique (C) d'un matériau est sa capacité à accumuler de la chaleur en fonction de son poids. Elle s'exprime en J/(kg.K) (ADIL [2010]) ;
- La masse volumique (ρ), exprimée en kg/m³. Afin de favoriser une bonne inertie thermique et de concourir également à une bonne isolation phonique, il faut privilégier une masse volumique élevée. Tandis que pour favoriser une isolation thermique performante, une masse volumique faible est préférable (ADIL [2010]; BRANCHU et BRANCHU [2012]) ;
- La capacité thermique (S) représente la capacité d'un matériau à accumuler de la chaleur en fonction de son volume, qu'il peut ensuite restituer. Elle s'exprime en Wh/(m³.K). Elle est égale au produit de la chaleur spécifique du matériau (C en Wh/(kg.K)) par sa masse volumique (ρ en kg/m³) comme indiquée dans l'Équation (1.2) (ADIL [2010]).

$$S = C \times \rho \quad (1.2)$$

Ce sont principalement ces différentes caractéristiques qui doivent guider le choix de l'utilisateur vers un isolant plutôt qu'un autre en fonction de l'effet recherché : isolation thermique, inertie ou confort d'été.

1.2 Les différents types d'isolation adaptés aux parois verticales

Une très large gamme de produits et matériaux isolants adaptés aux parois verticales est disponible sur le marché comme par exemple le polystyrène expansé ou extrudé, la laine de verre, la laine de roche ou encore des alternatives écologiques. Tous ces isolants peuvent être répertoriés en fonction de la nature de la matière première extraite de l'environnement et utilisée lors de leur fabrication. Il existe donc 4 grandes familles d'isolants qui sont :

- L'isolation minérale issue de matière minérale naturelle ;
- L'isolation synthétique issue de ressources organiques ;
- L'isolation naturelle issue de ressources végétales ou animales ;
- L'isolation nouvelle génération (c'est-à-dire les isolants sous vide et réfléchissants ainsi que les aérogels).

Le Tableau 1.1 donne les principales caractéristiques (conditionnement, masse volumique, conductivité thermique, épaisseur d'isolation nécessaire pour $R = 5 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$, énergie grise, effet de serre et classement au feu) des isolants adaptés aux parois verticales, les plus répandus sur le marché pour chacune des 4 grandes familles qui se trouvent actuellement sur le marché.

Les différents isolants disponibles sur le marché se trouvent la plupart du temps sous forme de rouleaux, panneaux ou vrac.

Globalement, leur conductivité thermique varie de 0.031 à 0.055 W/(m.K) hormis dans le cas des bottes de paille (0.065 W/(m.K)) ainsi que dans celui des isolants nouvelle génération (entre 0.005 et 0.012 W/(m.K)). Afin d'obtenir une résistance thermique R de $5 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$, environ 20 cm d'épaisseur d'isolant doit être utilisée dans la plupart des cas.

Les bottes de pailles sont les isolants les moins chers du marché (4 €/m²) car elles peuvent être utilisées en auto-construction. Ensuite, le prix des isolants augmente dans l'ordre suivant : les laines minérales, les isolants synthétiques, les isolants naturels, la perlite et les isolants nouvelle génération (jusqu'à 500 €/m²).

Dans l'ensemble, la fabrication des isolants minéraux et synthétiques est plus énergivore que celle des isolants naturels exceptés dans le cas où la matière première est recyclée (panneaux de fibres de bois et de ouate de cellulose). De plus, les isolants naturels permettent le stockage du CO₂ tandis que les isolants minéraux et synthétiques en produisent au cours de leur procédé de fabrication. La Figure 1.5 représente l'énergie grise ainsi que le bilan de la production de CO₂ de quelques isolants pour une résistance thermique R équivalente à $5 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ (ADIL [2010]; BRANCHU et BRANCHU [2012]; DELAIRE et al [2013]; ROGER et LAUBY [2012]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

Les isolants les plus vendus sont les laines minérales (laines de verre et de roche) avec quasiment 50 % des parts de marché et les panneaux de polystyrène avec 40 % des parts de marché. Les isolants bio-sourcés ne représentent que 7 % des parts de marché (BUICK et RIMBAUD [2012]). Ce faible pourcentage s'explique par :

- Une faible capacité de production (petite entreprise) ;
- Un coût élevé de la certification CSTB (Centre Scientifique et Technique du Bâtiment) ;
- La faible maturité du marché ;
- L'absence de référence aux autres critères techniques de l'isolation (valorisation de la régulation hygrique par exemple, LIU et al [2017]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

La Figure 1.6 montre la répartition du marché de l'isolation en France en 2011.

TABLEAU 1.1 – Tableau comparatif des différentes caractéristiques des principaux isolants : conditionnement (R : rouleau, P : panneau et V : vrac), masse volumique ρ , conductivité thermique λ , épaisseur d'isolation nécessaire pour $R = 5 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$, énergie grise E_g , effet de serre E_s et classement au feu (ADIL [2010]; BRANCHU et BRANCHU [2012]; DELAIRE et al [2013]; ROGER et LAUBY [2012]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

Matériaux	Conditionnement	ρ (kg/m ³)	λ (W/m.K)	$e_{R=5 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}}$ (cm)	Prix	E_g (kWh ep/m ²)	E_s (kg CO ₂ /m ²)	Feu
Isolation minérale								
Laine de verre	R, P ou V	10 à 150	0.040	20	6 €/m ²	74	12	A
Laine de roche	R, P ou V	18 à 220	0.042	21	12 €/m ²	168	43	A
Perlite	P ou V	90 à 165	0.055	28	40 €/m ²	65	12	A
Isolation synthétique								
Polystyrène expansé	P	10 à 30	0.042	18	17 €/m ²	81	10	B à E
Polystyrène extrudé	P	30 à 50	0.037	19	16 €/m ²	181	22	B à E
Polyuréthane	P	30 à 50	0.031	16	10 €/m ²	115	16	C
Isolation naturelle								
Fibres de bois	R, P ou V	45 à 2000	0.045	23	26 €/m ²	58	-4	E
Liège expansé	P ou V	80 à 150	0.038	19	50 €/m ²	41	-26	E
Laine de chanvre	R ou P	25 à 35	0.040	20	28 €/m ²	69	-1	E
Laine de lin	R ou P	20 à 35	0.037	19	26 €/m ²	38	1	C à D
Paille de blé	En botte	75	0.065	33	4 €/m ²	5	-26	B
Ouate de cellulose	P ou V	30 à 70	0.046	23	40 €/m ²	71	-5	B à E
Laine de mouton	R ou P	10 à 30	0.038	19	20 €/m ²	20	0	C
Plumes de canard	R ou P	30	0.040	20	43 €/m ²	6	5	F
Isolation nouvelle génération								
Isolant sous vide	P	150 à 190	0.005	3	50 €/m ²	Élevée	-	-
Isolant réfléchissant	R ($e < 1 \text{ cm}$)	-	$R = 0.5 \text{ à } 2 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$	-	7.5 €/m ²	-	-	-
Aérogel	P, V ou enduit	60 à 80	0.012	6	500 €/m ²	Très élevée	-	A à E

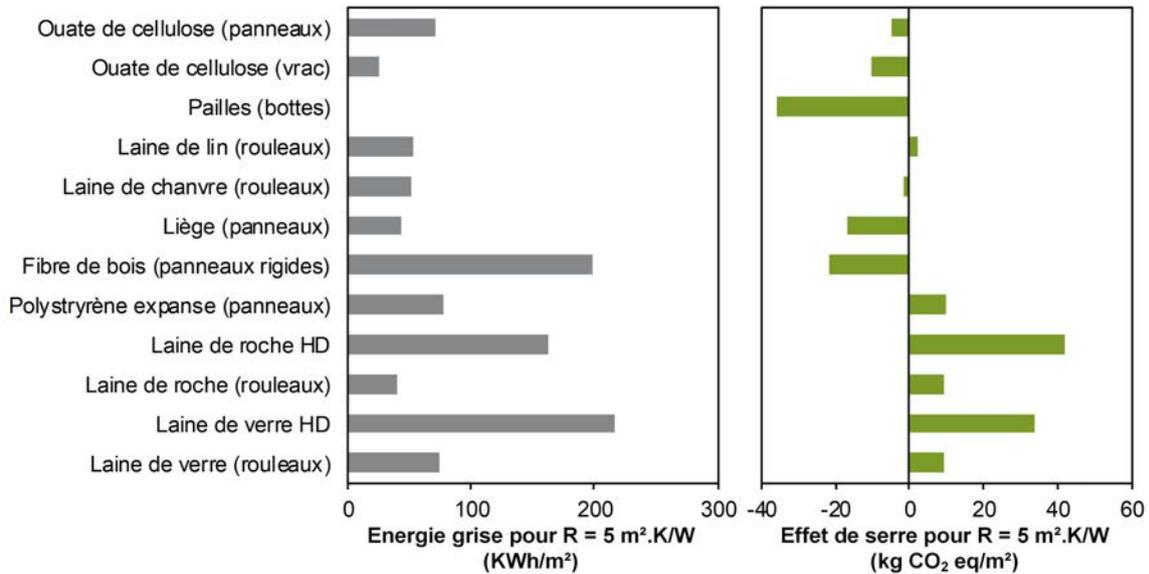


FIGURE 1.5 – Énergie grise et bilan de la production de CO₂ de différents isolants pour une résistance thermique R équivalente à 5 m².K/W (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

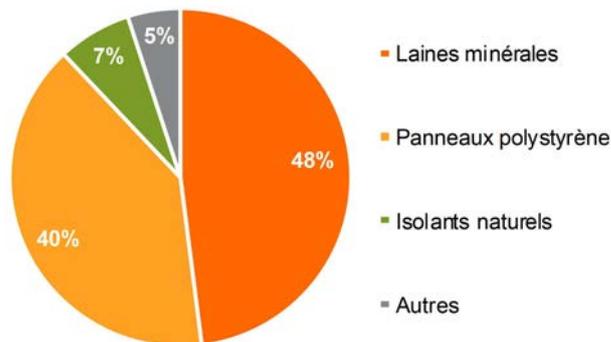


FIGURE 1.6 – Répartition du marché de l'isolation rapportée en France en 2011 (BUICK et RIMBAUD [2012]).

1.2.1 Isolation minérale

Les isolants minéraux sont très souvent choisis pour l'isolation des logements, qu'il s'agisse d'isolation par l'extérieur ou d'isolation intérieure, du sol aux combles. La Figure 1.7 montre les 3 principaux isolants minéraux : la laine de verre, la laine de roche ainsi que la perlite. La laine de verre est d'ailleurs l'isolant le plus utilisé aujourd'hui dans la construction. Les isolants minéraux offrent de nombreux avantages : ils sont bon marché, présentent de bonnes caractéristiques thermiques et acoustiques et sont non inflammables (ROGER et LAUBY [2012]).

1.2.1.1 La laine de verre

La laine de verre est composée de 95 % de silice. Elle est fabriquée par extrusion de fibres qui sont ensuite collées entre-elles avec un liant, généralement à base de formol. Elle est conditionnée sous forme de panneaux, de rouleaux ou en vrac. Elle est fréquemment utilisée comme isolant dans l'habitat traditionnel pour ses bonnes propriétés isolantes aussi bien d'un point de vue thermique qu'acoustique. Sa conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.030 et 0.050 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 10 et 150 kg/m³. Toutefois, cette propriété se dégrade avec le temps puisque les rouleaux de laine ont tendance à se tasser. Elle a également



FIGURE 1.7 – Isolants minéraux : (a) Laine de verre, (b) Laine de roche et (c) Perlite.

un impact écologique négatif dû à la quantité d'énergie grise nécessaire à sa fabrication et à sa classification en déchet toxique lors de sa fin de vie (démolition ou rénovation du bâtiment). Elle est donc non renouvelable. De plus, elle peut provoquer des maladies des voies respiratoires et est potentiellement cancérogène (DELAIRE et al [2013]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.1.2 La laine de roche

La laine de roche est obtenue à partir du basalte (matériau naturel issu de l'activité volcanique) transformé en fibres. Ces dernières sont ensuite collées entre-elles avec un liant, généralement à base de formol comme pour la laine de verre. Elle est conditionnée sous forme de panneaux, de rouleaux ou en vrac. Sa conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.034 et 0.050 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 18 et 220 kg/m³. Comme dans le cas de la laine de verre, cette propriété se dégrade avec le temps puisque les rouleaux de laine ont tendance à se tasser. Bien que l'énergie grise nécessaire à sa fabrication est moins importante que celle utilisée pour la fabrication de la laine de verre, l'impact environnemental est négatif. De plus, lors de sa fin de vie, le matériau est également classé dans la catégorie des déchets toxiques. Elle est également non renouvelable. De plus, elle peut provoquer des maladies des voies respiratoires et est suspectée d'être cancérogène (BRANCHU et BRANCHU [2012]; DELAIRE et al [2013]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.1.3 La perlite

La perlite est une roche volcanique siliceuse qui est fragmentée puis chauffée à 1200°C dans des fours spéciaux afin de provoquer son expansion grâce au pourcentage d'eau qu'elle contient (2 à 6 %). Les grains obtenus ont un diamètre compris entre 0 et 6 mm, ce qui correspond à 10 - 20 fois le volume initial. Elle peut-être utilisée en vrac ou être conditionnée sous forme de panneaux. Ces derniers ont une épaisseur qui varie entre 20 et 120 mm et sont fabriqués par moulage en voie humide avec l'ajout d'un liant à base de résine. Sa conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.040 et 0.070 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 90 et 165 kg/m³. Ce matériau présente l'avantage d'être parfaitement inerte en fin de vie si aucun additif n'a été rajouté lors de sa fabrication (DELAIRE et al [2013]).

1.2.2 Isolation synthétique

Les isolants synthétiques ou plastiques alvéolaires sont des dérivés d'hydrocarbure et se présentent sous la forme de mousses plastiques rigides. Les mousses polystyrène et polyuréthane sont les plus connues et répandues (Figure 1.8). Ces matériaux sont obtenus à partir de matières plastiques expansées à l'aide d'un gaz. Ce dernier est alors emprisonné dans la mousse et va lui conférer son pouvoir isolant. Ces isolants sont essentiellement utilisés pour les isolations des murs, toitures

et sols car ils sont légers, ont une bonne résistance mécanique et résistent très bien à l'humidité. Malgré leur impact écologique négatif, ils constituent une excellente option pour l'isolation par l'extérieur du fait de leur excellente résistance aux conditions climatiques environnementales (BRANCHU et BRANCHU [2012]).



FIGURE 1.8 – Isolants synthétiques : (a) Polystyrène expansé (PSE), (b) Polystyrène extrudé (XPS), (c) Plaques de polyuréthane et (d) Polyuréthane projeté.

1.2.2.1 Le polystyrène expansé (PSE) ou extrudé (XPS)

Le polystyrène est un matériau composé de 2 % de billes de styrène (dérivé issu du raffinage du pétrole), collées entre elles par thermofusion (dans le cas du polystyrène expansé) ou extrudées sous la pression d'un gaz lourd (principalement du CO₂), ainsi que de 98 % d'air. Il est conditionné sous forme de plaques. Le polystyrène expansé peut également se présenter sous forme de billes en vrac (pour insufflation). La conductivité thermique du polystyrène expansé est en moyenne comprise entre 0.030 et 0.055 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 10 et 30 kg/m³. Alors que la conductivité thermique du polystyrène extrudé est en moyenne comprise entre 0.029 et 0.046 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 30 et 50 kg/m³. Le polystyrène, comme d'autres matériaux, est extrêmement inflammable (classement au feu E). De plus, il provoque l'émanation de fumées toxiques, il doit donc être systématiquement protégé par un écran thermique pour retarder la propagation au feu. De plus, le polystyrène extrudé composé de polystyrène, de solvants et de gaz, libère lentement dans l'air ambiant du styrène, du chlorure d'éthylène ainsi que des agents gonflants. Le styrène est classé suspecté d'être cancérigène et n'est pas renouvelable (BRANCHU et BRANCHU [2012]; DELAIRE et al [2013]; ROGER et LAUBY [2012]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.2.2 Le polyuréthane

Le polyuréthane est obtenu suite à la polymérisation d'un mélange de polyol et d'isocyanate associé à un gaz d'expansion (généralement du pentane ou du dioxyde de carbone). Il est conditionné sous forme de plaques ou projeté in-situ. Sa conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.022 et 0.040 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 30 et 50 kg/m³. Comme pour le polystyrène, il doit être utilisé avec écran thermique à cause des dégagements de gaz toxiques lors d'un incendie. De plus, il libère lentement les gaz ainsi que les agents gonflants dans l'air environnant. Ce matériau est également non renouvelable (DELAIRE et al [2013]; TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3 Isolation naturelle

Il s'agit d'isolants d'origine végétale (fibre de bois, panneau de liège, laine de chanvre, laine de lin ou bottes de paille), issus du recyclage (ouate de cellulose fabriquée à partir de prospectus ou laine

fabriquée à partir de vieux tissus) ou d'origine animale (laine de mouton ou plumes de canard). La Figure 1.9 répertorie les principaux isolants d'origine naturelle. Les performances thermiques de ces isolants sont bonnes. Ils permettent aussi une évacuation naturelle de la vapeur d'eau et ont l'avantage de posséder un bilan environnemental très favorable.



FIGURE 1.9 – Isolants naturels : (a) Panneaux de fibre de bois, (b) Panneaux de liège, (c) Panneaux et rouleau de laine de chanvre, (d) Panneaux de laine de lin, (e) Bottes de pailles, (f) Panneaux de ouate de cellulose issue du recyclage du papier, (g) Panneaux de ouate de cellulose issue du recyclage du tissu, (h) Panneaux de laine de mouton et (i) Rouleau de plumes de canard.

1.2.3.1 Fibre de bois

Les panneaux en fibres de bois sont fabriqués à partir de déchets de scieries (écorces et branches de résineux sans traitement chimique). Les fibres sont agglomérées entre elles grâce à la lignine qu'elles contiennent. Afin d'obtenir une épaisseur importante d'isolant, plusieurs panneaux sont collés ensemble avec de la colle d'origine synthétique. Leur conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.040 et 0.050 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 45 et 2000 kg/m³ (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

Les panneaux en fibres de bois sont donc de bons isolants thermiques et acoustiques ainsi que de bons régulateurs hygriques (c'est-à-dire qu'ils contribuent à entretenir une ambiance intérieure agréable). Ils existent sous la forme de rouleaux ou de panneaux mais aussi en vrac (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.2 Les panneaux de liège

Le liège est issu de l'écorce du chêne-liège. Il est prélevé de l'écorce des arbres (opération de démasclage) tous les 8 à 10 ans sans impact sur la vie de l'arbre. L'écorce est broyée puis agglomérée à chaud grâce à la résine qui est contenue dans le liège : la subérine. Le liège est à la fois hydrofuge, résistant aux insectes et imputrescible, tout en possédant de bonnes propriétés acoustiques. C'est un matériau très résistant au temps. Sa conductivité thermique varie de 0.037 à 0.040 W/(m.K) pour une masse volumique apparente comprise entre 80 et 150 kg/m³. Il est d'ailleurs conseillé de

ne l'utiliser en isolation par l'extérieur que pour des maisons situées dans des climats tempérés (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.3 La laine de chanvre

Les fibres de chanvre issues du défibrage des tiges de chanvre, sont affinées, calibrées, puis liées à l'aide de fibres thermo-fusibles afin de former des panneaux ou des rouleaux souples ayant une masse volumique variant de 25 à 35 kg/m³ pour une conductivité thermique d'environ 0.040 W/(m.K). La laine de chanvre est également un bon régulateur hygrique. De plus, elle a des caractéristiques antifongique et est résistante aux rongeurs (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.4 La laine de lin

La laine de lin est fabriquée à partir de fibres de lin oléagineux (lin cultivé pour ses graines). Ces dernières sont trop courtes pour un usage textile. Une fois qu'elles ont été séparées mécaniquement du reste de la paille de lin, elles sont calibrées, traitées avec du sel de bore et du silicate de calcium (pour la résistance aux moisissures, aux insectes, au feu et aux rongeurs), cardées (démêlées et aérées) puis collées les unes aux autres. La laine de lin est disponible sous forme de rouleaux ou de panneaux. Comme la laine de chanvre, c'est un bon régulateur hygrique. Sa conductivité thermique est d'environ 0.037 W/(m.K) pour une masse volumique qui varie de 20 à 25 kg/m³ (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.5 Les bottes de paille

L'isolation en bottes de paille est surtout utilisée dans l'auto-construction de maison à ossature bois. Le principe constructif est simple, une fois la structure porteuse en bois construite, les bottes de paille sont directement insérées dans l'ossature. Ce type d'isolation a pour avantage une bonne conductivité thermique (0.065 W/(m.K) pour une masse volumique d'environ 75 kg/m³), l'utilisation de matières renouvelables sans avoir recours à un procédé de transformation industriel (énergie grise quasiment nulle) ainsi qu'un prix très compétitif (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.6 La ouate de cellulose

La ouate de cellulose est issue du recyclage du papier ou du tissu. Les papiers ou tissus sont chargés, triés puis broyés. Ensuite, des additifs (il s'agit le plus souvent de sels de bore) sont ajoutés afin d'améliorer la résistance au feu, aux insectes, aux rongeurs et aux moisissures. Le mélange est de nouveau broyé afin d'être homogénéisé suite aux différents ajouts. La ouate de cellulose est conditionnée en vrac ou en panneaux. Sa conductivité thermique est en moyenne comprise entre 0.038 et 0.055 W/(m.K) pour une masse volumique apparente qui oscille entre 30 et 70 kg/m³ (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

1.2.3.7 La laine de mouton

Avant d'être utilisé comme isolant, la laine de mouton est lavée avec du savon ainsi qu'avec de la soude afin d'enlever les salissures et la forte odeur due à la lanoline. Une fois les nombreux lavages et rinçages terminés, la laine de mouton est traitée contre les mites avec du mitin (un dérivé de l'urée) puis elle est séchée et compressée. Enfin, elle est conditionnée en vrac ou en rouleaux (TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]).

Elle possède une bonne conductivité thermique qui est d'environ $0.038 \text{ W}/(\text{m.K})$ pour une masse volumique comprise entre 10 et $30 \text{ kg}/\text{m}^3$. Elle a également une excellente capacité à réguler l'humidité (elle est capable d'absorber un tiers de son poids sans se déformer, **TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]**).

1.2.3.8 Les plumes de canard

Cet isolant dont la disponibilité sur le marché est relativement récente, est principalement constitué de plumes de canards (70 %), de la laine de mouton (10 %) ainsi que des fibres textile de type polyester (20 %) qui permettent d'assurer la cohésion du matériau. Sa conductivité thermique est en moyenne de $0.040 \text{ W}/(\text{m.K})$ pour une masse volumique d'environ $30 \text{ kg}/\text{m}^3$ (**TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR [2012]**).

1.2.4 Isolation nouvelle génération

Une nouvelle génération d'isolants avec un excellent rendement thermique, se trouve également sur le marché. Il s'agit, entre autres, de l'isolant sous vide, l'isolant réfléchissant et l'aérogel. Ils sont visibles sur la Figure 1.10.

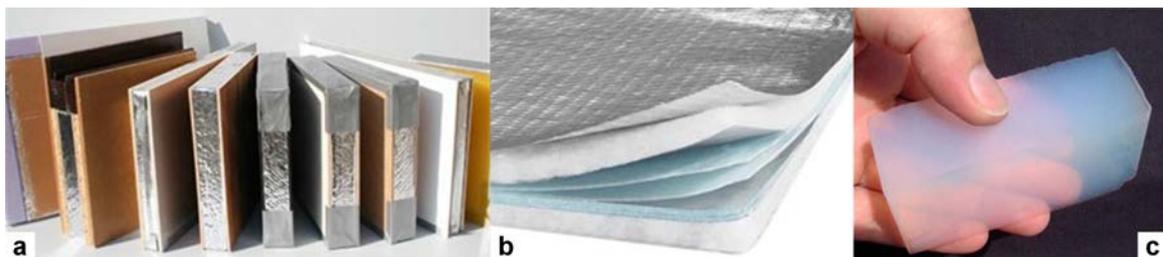


FIGURE 1.10 – Isolants nouvelle génération : (a) Panneaux sous vide, (b) Panneau réfléchissant et (c) Aérogel.

1.2.4.1 Isolant sous vide

Les isolants sous vide, également appelé VIP (Vacuum Insulation Panel), sont les isolants les plus performants du marché. En effet, leur conductivité thermique est de $0.005 \text{ W}/\text{m.K}$ soit en moyenne 6 fois plus petite que les isolants conventionnels. Cet isolant est composé d'un vide enveloppé dans une coque de silice amorphe qui est elle-même entourée d'un film de polyester métallisé thermosoudé recouvert sur les deux faces de la plaque par du polystyrène extrudé. L'inconvénient majeur de ces panneaux est leur mise en place car les panneaux ne peuvent être coupés sur le chantier sans casser le vide qui est à l'intérieur. Un calepinage précis des pièces à isoler doit donc être réalisé en amont. Cela induit un coût plus élevé que pour les isolants traditionnels (**BATARD [2017]**).

1.2.4.2 Isolant réfléchissant

Les isolants réfléchissants sont généralement utilisés en complément d'isolation. Ils sont composés d'une ou de plusieurs couches de feuilles d'aluminium ou aluminisées de quelques micromètres d'épaisseur. Ces dernières sont assemblées par collage, soudure ou couture sur des couches intermédiaires de différentes natures. Ces couches peuvent être des mousses souples, des feutres d'origines diverses (animale, végétale, minérale ou de synthèse), des polyéthylènes à bulles... L'isolant final a une épaisseur moyenne variant de quelques millimètres à plusieurs centimètres dans certains cas. Afin d'améliorer ces performances thermiques, une ou deux lames d'air non ventilées sont

créées de chaque côté du panneau. Sa mise en œuvre doit donc être réalisée très soigneusement car la moindre ventilation des lames d'air fait chuter ses performances thermiques. En effet, sa résistance thermique varie entre 0.1 et 1.0 m².K/W mais lorsqu'il est correctement mis en œuvre avec des lames d'eau, elle varie entre 0.5 et 2.0 m².K/W. Il est conditionné sous forme de rouleau (DELAIRE et al [2013]).

1.2.4.3 Aérogel

L'aérogel de silice est un isolant issu des nanotechnologies. Il s'agit d'un gel (parfois transparent) où le composant liquide a été remplacé par du gaz. Sa composition finale est de 95 à 98 % d'air et de 2 à 5 % de silice. Il possède donc une faible masse volumique comprise entre 60 et 80 kg/m³ ainsi qu'une excellente conductivité thermique (0.012 W/(m.K)). De plus, cet isolant présente l'avantage d'être utilisable sur une paroi translucide. Toutefois, son inconvénient majeur est son prix qui peut aller jusqu'à 500 €/m² (SAELICES [2016]).

1.3 Conclusion

Le secteur résidentiel - tertiaire est le secteur le plus consommateur d'énergie (46.5 % en 2016) dont plus de la moitié est utilisée pour le chauffage. Afin de réduire ces dépenses énergétiques, la réglementation thermique RT 2012 impose la construction de bâtiment basse consommation (BBC) en fixant notamment leur consommation énergétique inférieure à 50 kWh ep/(m².an). Pour répondre à ce critère, un bon système d'isolation est donc nécessaire afin de limiter les pertes de chaleur. Quant à la future réglementation thermique RT2020, ses exigences sont actuellement éprouvées par le label E+C- qui favorise les bâtiments à énergie positive émettant peu de carbone sur l'ensemble de leur cycle de vie : de la conception à la démolition. Ce label favorise donc l'utilisation de matériaux bio-sourcés dans le secteur de la construction, et plus particulièrement dans le cas de l'isolation. Ceux-ci permettent d'obtenir des produits présentant des conductivités thermiques faibles tout en séquestrant du carbone.

Quatre grandes familles d'isolants sont disponibles sur le marché. Les laines minérales sont performantes (λ entre 0.040 et 0.055 W/(m.K)) et bons marchés (entre 6 et 12 €/m²). En revanche, elles sont susceptibles de provoquer des maladies des voies respiratoires, potentiellement cancérogènes, non renouvelables et non recyclables. Les isolants synthétiques sont plus performants (λ entre 0.031 et 0.042 W/(m.K)) mais moins bons marché (entre 10 et 17 €/m²) que les laines minérales. Ils libèrent des substances nocives dans l'air environnant pendant leur phase d'utilisation et dégagent des gaz toxiques lors d'un incendie. De plus, ils sont non renouvelables et non recyclables. Les isolants nouvelles générations sont les isolants les plus performants du marché (λ entre 0.005 et 0.012 W/(m.K)) mais ils sont également très onéreuse (jusqu'à 500 €/m²) et il n'est pas toujours évident de les mettre en œuvre. La quatrième famille d'isolants est l'isolation naturelle. Cette famille d'isolant a la particularité d'être renouvelable, de posséder un bilan carbone négatif, de présenter d'excellentes propriétés hygriques qui permettent d'améliorer le confort intérieur, d'avoir un coefficient thermique similaire (λ entre 0.038 et 0.046 W/(m.K)) aux laines minérales mais d'être un peu plus onéreux (entre 20 et 50 €/m²) que les isolants synthétiques. Cependant, ces deux derniers points peuvent sûrement être améliorés par le développement de nouveaux matériaux en utilisant par exemple davantage de co-produits de l'agriculture.

Ce travail de thèse vise à contribuer au développement d'un panneau d'isolation rigide adapté aux parois verticales et fabriqué à partir de granulats bio-sourcés (co-produits de l'agriculture locale) collés avec un liant vert (extraction végétale, co-produit de l'industrie ou liant industriel renouvelable et recyclable). Le matériau développé doit avoir une faible énergie grise, une faible

empreinte carbone, contribuer à réduire les besoins énergétiques des bâtiments, garantir un confort hygrothermique élevé pour les utilisateurs afin de répondre au mieux aux futurs besoins du marché (réglementation thermique RT 2020). De plus, le panneau développé doit être auto-porteur (pour éviter le tassement de l'isolant dans le temps) et durable (résistance à l'eau, aux moisissures et au feu).

Bibliographie

- ADEME. 2014, *Bâtiment économe en énergie : Les clés pour réussir son projet de construction ou de rénovation*, Énergie en Bourgogne. URL https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/guide_eie_bbc_bourgogne.pdf. 11, 12
- ADEME. 2016, *Climat, air et énergie - Édition 2015*, ADEME, Angers, ISBN 979-10-297-0309-6. URL <https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/chiffres-clés-climat-air-energie-8705-bd.pdf>. 10, 11
- ADIL. 2010, *Guide isolation thermique ... une maison plus hermétique, c'est logique!*, Énergie en région Centre. URL <http://www.centre.ademe.fr/mediatheque/publications/energie>. 13, 14, 15
- AFNOR. 1983, «NF P75-101 - Isolants thermiques destinés au bâtiment - Définition», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-p75-101/isolants-thermiques-de-stines-au-batiment-definition/article/692898/fa018774>. 13
- BAREAU, H. 2018, *Isoler sa maison pour gagner en confort et dépenser moins*, ADEME, ISBN 979-10-297-0573-1. URL <https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/guide-pratique-isoler-sa-maison.pdf>. 11
- BATARD, A. 2017, *Modélisation du comportement thermique à long terme des panneaux isolants sous vide : (PIV)*, thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01692551/document>. 21
- BRANCHU, M. et C. BRANCHU. 2012, *Isolation thermique et acoustique : Rouleaux, panneaux, cloisons, murs et planchers, tuyauteries, survitrages Ed. 1*, Eyrolles, ISBN 978-2-212-13429-2. URL <http://univ.scholarvox.com.passerelle.univ-rennes1.fr/book/88812576>. 13, 14, 15, 17, 18
- BUICK, R. et A. RIMBAUD. 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) - Partie 1 : État des lieux économique du secteur et des filières», rapport, Nomadéis. URL http://www.cohesion-territoires.gouv.fr/IMG/pdf/dgaln_rapport_nomadeis_secteur_et_filières_production_des_materiaux_et_produits_-_phase_1_aout_2012.pdf. 14, 16
- DELAIRE, A., R. BOUCHIÉ et B. CORMIER. 2013, *Performance énergétique : les matériaux et procédés d'isolation : Choix et mise en oeuvre des matériaux et des procédés - Performances et références réglementaires - Plus de 35 solutions techniques analysées Ed. 1*, CSTB, ISBN 978-2-86891-571-9. URL <http://univ.scholarvox.com.passerelle.univ-rennes1.fr/catalog/book/docid/88821113>. 14, 15, 17, 18, 22
- DUSSUD, F.-X., F. GUGGEMOS, N. RIEDINGER, M. BAUDRY, K. CHAPUT, Y. COLTIER, M. ECOIFFIER, M. HUWER, J. LAUVERJAT, P. LÉVY, E. MARTIAL, E. MISAK et D. MOMBEL. 2018, «Bilan énergétique de la France pour 2016», rapport 2557-8138, Commissariat général au développement durable, Nancy. URL <https://www.connaissancedesenergies.org/sites/default/files/pdf-actualites/datalab-30-bilan-energetique-france-2016-mars2018-d.pdf>. 10
- LIU, L., H. LI, A. LAZZARETTO, G. MANENTE, C. TONG, Q. LIU et N. LI. 2017, «The development history and prospects of biomass-based insulation materials for buildings», *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 69, p. 912-932, ISSN 1364-0321. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032116308887>. 14

MINISTÈRE DE LA TRANSITION ÉCOLOGIQUE ET SOLIDAIRE, MINISTÈRE DE LA COHÉSION DES TERRITOIRES et ADEME. 2016, «Bâtiment à énergie positive & réduction carbone», URL <http://www.batiment-energiecarbone.fr/>. 13

ROGER, M. et J.-M. LAUBY. 2012, *Isolation des combles aménagés : Produits en rouleaux, panneaux Ed. 1*, CSTB, ISBN 978-2-86891-480-4. URL <http://univ.scholarvox.com.passerelle.univ-rennes1.fr/catalog/book/docid/88812888>. 11, 14, 15, 16, 18

SAELICES, C. J. 2016, *Développement de matériaux super-isolants thermiques à partir de nanofibres de cellulose*, thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01498436/document>. 22

TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR. 2012, «Éco-matériaux et isolation», *Techniques de l'Ingénieur*, vol. TBA2125, p. 55. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/construction-et-travaux-publics-th3/techniques-du-batiment-isoler-et-revetir-les-facades-43811210/eco-materiaux-et-isolation-tba2125/>. 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21

Chapitre 2

Méthodes

Sommaire

2.1 Caractérisations	28
2.1.1 Généralités	29
2.1.1.1 Stabilisation des échantillons	29
2.1.1.2 Pesée des échantillons	29
2.1.2 Caractérisation de la microstructure	29
2.1.2.1 Microscope optique	29
2.1.2.2 Microscope Électronique à Balayage (MEB)	30
2.1.3 Caractérisation chimique	30
2.1.3.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	30
2.1.3.2 Analyse thermogravimétrique	30
2.1.3.3 Méthode Van Soest	30
2.1.3.4 Méthode Phénol Sulfurique	31
2.1.4 Caractérisation physique	32
2.1.4.1 Échantillonnage des granulats	32
2.1.4.2 Distribution granulométrique des particules (PSD)	32
2.1.4.3 Masse volumique et porosité	34
2.1.4.4 Absorption d'eau	36
2.1.5 Caractérisation hygrothermique	36
2.1.5.1 Conductivité thermique	36
2.1.5.2 Valeur Tampon Hygrique (MBV)	38
2.1.6 Caractérisation mécanique	39
2.1.6.1 Compressibilité des agro-ressources	39
2.1.6.2 Résistance de compression simple sur les composites	40
2.1.7 Durabilité	41
2.1.7.1 Immersion accidentelle	41
2.1.7.2 Vieillessement accéléré	41
2.1.7.3 Essai feu	47
2.2 Plans d'expériences	48
2.2.1 Notion d'espace expérimental	48
2.2.2 Matrice d'Hadamard	48
2.2.3 Plan de Mélange	49
2.2.4 Calculs statistiques et interprétation des résultats	50
2.2.4.1 Analyse de la variance : Test de Fisher	50
2.2.4.2 Analyse statistique des coefficients : Test de Student	51
2.2.4.3 Coefficient de corrélation ajusté R_A^2	51
Bibliographie	52

2.1 Caractérisations

L'élaboration de panneaux d'isolation bio-sourcés implique le mélange de granulats d'origine végétale avec un liant organique. Des techniques expérimentales adaptées à ce type de matériaux sont donc utilisées pour caractériser leur microstructure, leur composition chimique ainsi que leurs propriétés physiques, hygrothermiques et mécaniques. Dans le cas des composites, leur durabilité dans le temps et leur résistance à une exposition à l'eau et au feu est également éprouvée. Toutes les caractérisations effectuées au cours de ce travail de thèse sur les différents types de matériaux (granulats végétaux, liants issus des extractions, composites et interface liant/granulats) sont répertoriées dans le Tableau 2.1 et décrites dans ce chapitre.

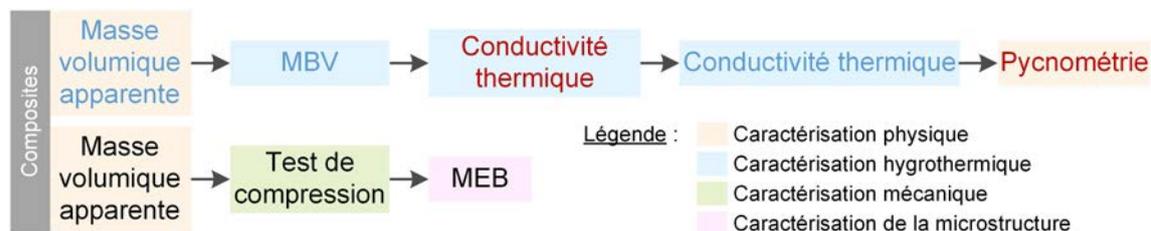
TABLEAU 2.1 – Tableau récapitulatif des caractérisations réalisées sur les différents types d'échantillons au cours de cette thèse.

Méthodes	Granulats végétaux	Liants issus des extractions	Interface Liant/Granulats	Composites
Caractérisation de la microstructure				
Microscopie optique	X	-	-	-
MEB	X	-	X	-
Caractérisation chimique				
IRTF	X	-	-	-
ATD-TG	-	X	-	-
Méthode Van Soest	X	X	-	-
Méthode Dubois	X	-	-	-
Caractérisation physique				
PSD par tamisage mécanique	X	-	-	-
PSD par analyse d'image	X	-	-	-
PSD par diffraction laser	X	-	-	-
Masse volumique apparente	X	-	-	X
Pycnométrie	X	-	-	X
Absorption d'eau	X	-	-	-
Caractérisation hygrothermique				
Conductivité thermique	X	-	-	X
MBV	X	-	-	X
Caractérisation mécanique				
Test de compressibilité	X	-	-	-
Résistance à la compression simple	-	-	-	X
Durabilité				
Immersion accidentelle	-	-	-	X
Vieillessement accéléré	-	-	-	X
Essai feu	-	-	-	X

Dans le but de minimiser le nombre d'échantillons, un même échantillon (granulats ou composites) subira une série de caractérisation selon un cheminement systématique comme le montre les Figures 2.1 et 2.2.



FIGURE 2.1 – Organigramme des caractérisations réalisées sur un même prélèvement de granulats.



Mesurée sans stabilisation préalable ou après stabilisation à 23°C et 50 %HR ou après stabilisation à 23°C et état sec

FIGURE 2.2 – Organigramme des caractérisations réalisées sur deux séries de composites distinctes.

2.1.1 Généralités

2.1.1.1 Stabilisation des échantillons

Pour les mesures réalisées à l'état sec, les échantillons (granulats ou composites) sont séchés dans une étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de la masse (la variation de masse doit être inférieure à 0.1% entre deux pesées consécutives sur une série de trois pesées consécutives avec un intervalle de temps de 24 heures). Ensuite, ils sont refroidis à température ambiante dans un récipient scellé.

Pour les mesures effectuées à (23°C, 50 %HR), les échantillons sont cette fois-ci maintenus dans une enceinte climatique jusqu'à stabilisation de la masse (mêmes critères que pour l'état sec).

2.1.1.2 Pesée des échantillons

Deux types de balance sont utilisées. Pour un poids supérieur à 20 g, les balances utilisées sont une Sartorius LP 8200S ou une Sartorius LP 4200S. Leur précision d'affichage est de 0.01 g, leur répétabilité est de 0.01 g et leur écart de linéarité de 0.02 g. Pour les poids inférieurs à 20 g, la balance utilisée est une Sartorius BP 301S. Sa précision d'affichage est de 0.0001 g, sa répétabilité de 0.0001 g et sa linéarité de 0.0002 g.

2.1.2 Caractérisation de la microstructure

2.1.2.1 Microscope optique

Certains échantillons sont observés avec un microscope LCD (5 Megapixels, Bresser). Les images sont capturées au grossissement 50x et 125x. Ensuite, les images sont traitées avec le logiciel Image J (NIH) auquel a été ajouté le plugin Microscope Measurement Tools (Fiji) pour ajouter des mesures ainsi qu'une barre d'échelle. Le microscope est calibré pour un grossissement x 50 et un x 125 à l'aide d'une fibre optique de $125 \pm 0.7 \mu\text{m}$ de diamètre (Corning®SMF-28®Ultra Optical Fiber). L'échelle déterminée correspond à la valeur moyenne de cinq mesures et est validée à l'aide d'une fibre optique revêtue dont le diamètre est de $242 \pm 5 \mu\text{m}$ (Corning®SMF-28®Ultra Optical Fibre).

Pour l'étude de la microstructure des végétaux, les agro-ressources sont coupées transversalement en fines lamelles puis déposées entre deux lames en verre. Dans le cas de l'étude des moisissures

développées à la surface des composites, des chènevottes infectées sont collectées avec une pince puis directement posées sur une lame en verre.

2.1.2.2 Microscope Électronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est réalisée avec un MEB JSM 7100F (Jeol) équipé d'un canon à effet de champ Schottky et d'un détecteur d'électrons secondaires Everhart-Thornley. Dans le cas de l'étude de la microstructure des granulats bio-sourcés, ces derniers sont collés à l'aide d'un ruban carbone. Dans le cas de l'étude de l'interface entre les granulats et le liant, les échantillons sont collés avec de la colle Araldite®. Les échantillons sont ensuite revêtus de palladium (la couche fait en moyenne 30 nm d'épaisseur) afin d'éviter l'effet de charge dû au faisceau d'électrons.

2.1.3 Caractérisation chimique

2.1.3.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Les mesures infra-rouge des matières premières sont effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer équipé d'une unité ATR-IRTF. Sans préparation préalable, les échantillons sont placés sur un cristal (diamant). Les spectres sont obtenus suite à la réalisation de 10 balayages successifs dans une gamme spectrale de 650 - 4000 cm^{-1} et une résolution de 4 cm^{-1} . Les spectres sont collectés et analysés en utilisant le logiciel Spectrum (Perkin Elmer).

2.1.3.2 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermique des liants à l'état sec est effectuée à l'aide d'une analyse thermique différentielle et thermo-gravimétrique (ATD-TG) Pyris Diamond (Perkin Elmer) sur un échantillon de quelques mg préalablement broyé, placé dans une nacelle en alumine munie d'un couvercle. L'analyse est effectuée sous azote entre 25 et 800°C avec une rampe de chauffe de 2°C.min⁻¹.

2.1.3.3 Méthode Van Soest

La méthode Van Soest consiste à réaliser plusieurs extractions successives afin de déterminer la composition chimique d'un échantillon d'origine végétale (Figure 2.3). Les matières premières sont broyées et tamisées à l'aide d'un tamis de 1 mm. Ensuite, 500 mg d'échantillon sont prélevés puis introduits dans un sachet poreux. La première extraction est réalisée avec une solution de NDF (Neutral Detergent Fiber) dans l'analyseur automatique de fibres ANKOM 2000 à 100°C pendant 1 heure afin d'éliminer le contenu cellulaire soluble comme les graisses, les cires, les pectines, les protéines et les polysaccharides. La fraction restante contient de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine et des minéraux. La solution d'ADF (Acid Detergent Fiber) est utilisée pour la deuxième extraction qui va durer pendant 1 heure à 100°C, afin d'éliminer l'hémicellulose. La fraction restante contient alors de la cellulose, de la lignine et des minéraux. La dernière extraction est réalisée avec une solution d'ADL (Acid Detergent Lignin) qui est composée d'acide sulfurique à 72%, dans l'incubateur Daisy (Ankom) pendant 4 heures. Lors de cette dernière extraction, la cellulose est solubilisée. Dans l'échantillon, il ne reste que de la lignine et des matériaux récalcitrants. Après chaque extraction, les sachets poreux sont rincés à l'eau puis à l'acétone. Après cela, ils sont séchés pendant une nuit à 103°C. Ensuite, une calcination des échantillons est réalisée à 550°C pendant 3 heures afin de déterminer la teneur en minéraux (AFNOR [1997]; CARRIER et al [2011]; CONTRERAS et al [1999]; VAN SOEST et al [1991]).

Les teneurs en solubles, en cellulose, en hémicellulose, en lignine et en minéraux de chaque échantillon sont estimées à l'aide des équations suivantes (Equations (2.1) à (2.5)) :

$$\%_{\text{Minéraux}} = \frac{M_{550} - M_{\text{creuset}}}{M_{\text{ech}} \times \%_{\text{MS}}} \quad (2.1)$$

$$\%_{\text{Lignine}} = \%_{\text{ADL}} = \frac{M_{\text{ADL}} - (M_{\text{sachet}} \times CC_{\text{ADL}}) - (M_{550} - M_{\text{creuset}})}{M_{\text{ech}} \times \%_{\text{MS}}} \quad (2.2)$$

$$\%_{\text{Cellulose}} = \%_{\text{ADF}} - \%_{\text{ADL}} = \frac{M_{\text{ADF}} - (M_{\text{sachet}} \times CC_{\text{ADF}}) - (M_{550} - M_{\text{creuset}})}{M_{\text{ech}} \times \%_{\text{MS}}} - \%_{\text{ADL}} \quad (2.3)$$

$$\%_{\text{Hémicellulose}} = \%_{\text{NDF}} - \%_{\text{ADF}} = \frac{M_{\text{NDF}} - (M_{\text{sachet}} \times CC_{\text{NDF}}) - (M_{550} - M_{\text{creuset}})}{M_{\text{ech}} \times \%_{\text{MS}}} - \%_{\text{ADF}} \quad (2.4)$$

$$\%_{\text{Soluble}} = \frac{(M_{\text{ech}} - \%_{\text{MS}}) + (M_{\text{sachet}} \times CC_{\text{NDF}}) - (M_{550} - M_{\text{creuset}})}{M_{\text{ech}} \times \%_{\text{MS}}} \quad (2.5)$$

Avec :

- **M_{ech}** : masse de l'échantillon (mg) ;
- **%_{MS}** : pourcentage de masse sèche ;
- **M_{NDF}, M_{ADF} et M_{ADL}** : masse de l'échantillon avec le sachet poreux après la première (NDF), la deuxième (ADF) ou la dernière (ADL) extraction (mg) ;
- **M₅₅₀** : masse de l'échantillon après calcination dans le creuset (mg) ;
- **M_{creuset}** : masse du creuset (mg) ;
- **CC_{NDF}, CC_{ADF} et CC_{ADL}** : coefficient de correction du sachet poreux après la première, la deuxième ou la dernière extraction(mg).

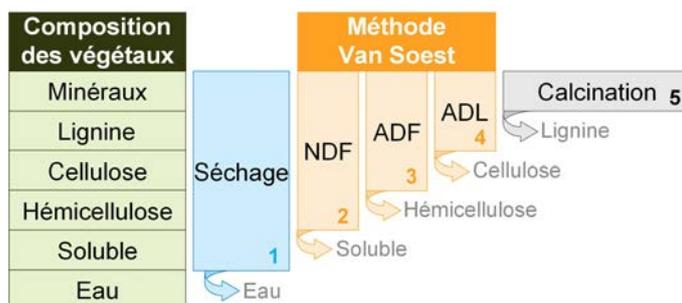


FIGURE 2.3 – Schéma synthétique de la méthode Van Soest permettant de déterminer la composition des végétaux.

2.1.3.4 Méthode Phénol Sulfurique

La méthode du phénol sulfurique consiste à réaliser un dosage des glucides contenus dans les végétaux étudiés. Comme pour la méthode Van Soest, la matière première est broyée et tamisée à l'aide d'un tamis de 1 mm. Ensuite, 3.0 mg d'échantillon sont prélevés et introduits dans un tube à essai. Puis, 9 ml d'eau distillée, 3 ml d'une solution à 5% (%poids/volume) de phénol/eau et 15 ml d'acide sulfurique concentré sont ajoutés. La solution est soigneusement mélangée et est laissée au repos pendant 30 minutes minimum. L'acide sulfurique provoque l'hydrolyse des liaisons osidiques et la déshydratation des monosaccharides et conduit à la formation de dérivés furfuraux qui vont ensuite réagir avec le phénol et donner la couleur orange à la solution (Figure 2.4). L'absorbance de la solution est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible dans la gamme de 550 à 400 nm. L'absorbance maximale conduit à la teneur en sucre à partir de la courbe d'étalonnage établie pour la gamme de D (+) xylose (5 - 67 mg.l⁻¹) (DUBOIS et al [1956]; EVON [2008]) et exprimée en mg.l⁻¹. L'intensité de la couleur est proportionnelle à la quantité de furfural, de sorte que le pourcentage de D (+) xylose est converti en furfural en utilisant un coefficient de 92.5% (DUBOIS et al [1956]).

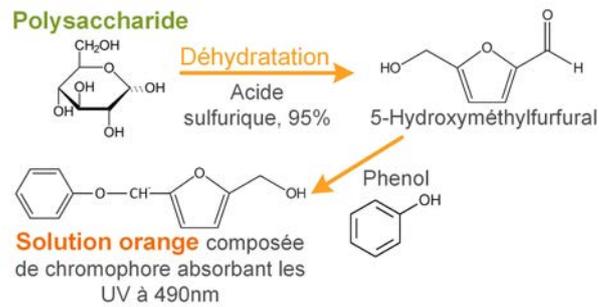


FIGURE 2.4 – Schéma synthétique de la méthode phénol sulfurique qui permet le dosage des glucides.

2.1.4 Caractérisation physique

La caractérisation physique s'intéresse à la masse volumique apparente, la masse volumique réelle, la distribution granulométrique des particules (PSD), la teneur en poussière, la teneur en fibres et l'absorption d'eau. La porosité totale est également calculée à partir des masses volumiques apparente et réelle. Les mesures de la masse volumique apparente, de la PSD et de l'absorption d'eau sont basées sur les recommandations du comité technique Rilem 236 BBM (AMZIANE et al [2017]). Le protocole de chaque mesure est décrit ci-après.

2.1.4.1 Échantillonnage des granulats

Les granulats sont livrés dans des big bag. Pendant le transport, la ségrégation des particules induit que les plus fines se déplacent dans le fond du big bag. Pour assurer une bonne représentativité de l'échantillon, les granulats sont homogénéisés par mélangeage manuel après leur réception et avant chaque prélèvement. Pour l'échantillonnage, les bio-agrégats homogénéisés sont mis en tas sur une surface plane et lisse. Le tas est divisée en quatre tas similaires à l'aide d'une lame non coupante. Pour obtenir la quantité requise d'échantillon, l'homogénéisation et la division sont répétées (Figure 2.5).



FIGURE 2.5 – Méthode d'échantillonnage.

2.1.4.2 Distribution granulométrique des particules (PSD)

La distribution granulométrique des particules est étudiée par granulométrie mécanique pour toutes les agro-ressources. L'analyse d'image est également réalisée sur les chènevottes, les anas et les pailles alors que granulométrie par diffraction laser est réalisée sur les fines.

2.1.4.2.a Granulométrie par tamisage mécanique

Pour la granulométrie mécanique, l'échantillonnage est effectué comme décrit précédemment. La mesure est effectuée sur trois échantillons de 45 ± 10 g (numérotés 1, 2 et 3). Le tamisage mécanique

est réalisé à l'aide de tamis normalisés à ouvertures carrées. Pour les chènevottes, les anas et les pailles, les tailles d'ouverture des tamis sont de 4, 2, 1, 0.5, 0.25 et 0.1 mm. Pour les pailles de blé G8, G12 et G14, un tamis de 8 mm est ajouté. Pour les fines, les ouvertures des tamis sont de 2, 1, 0.5, 0.25, 0.16, 0.1 et 0.063 mm. Le tamisage mécanique est effectué sur une plateforme vibrante. La durée des vibrations est de 20 minutes. La pesée de chaque tamis avec et sans granulat conduit à la fraction massique retenue par chaque tamis (refus partiel). La somme de la masse retenue doit correspondre à la masse initiale du matériau. Les passants cumulés sont ensuite calculés. Selon la recommandation de "Construire en Chanvre" (CONSTRUIRE EN CHANVRE [2018]) pour la caractérisation des chènevottes, les poussières contenues dans les chènevottes correspondent aux particules inférieures à 0.25 mm.

2.1.4.2.b Granulométrie par analyse d'image

L'analyse d'image est effectuée sur des échantillons de 6 g. Ils doivent contenir au minimum 2000 particules. Sinon, d'autres échantillons de 6 g sont analysés jusqu'à atteindre le nombre requis de particules. Un scanner plat est utilisé, afin d'éviter la distorsion de l'image et ainsi assurer un étalonnage répétable. Les images acquises sont en échelle de gris 8 bits avec une résolution de 600 DPI. Les particules sont réparties de manière à ne pas se toucher ou se chevaucher. Un fond sombre est utilisé pour avoir le maximum de contraste. L'analyse est réalisée avec le logiciel image J. Les particules sont corrélées à des ellipses (même aire et centroïde qu'une particule, Figure 2.6). Le diamètre minimum de Feret donne la largeur l de la particule tandis que le diamètre maximum de l'ellipse de Feret donne la longueur L (PICANDET et al [2012]). Le rapport d'allongement correspond au rapport longueur/largeur (L/l). Le distribution de taille est calculée à partir d'une analyse d'image bidimensionnelle, en considérant la forme des particules quasi-homothétique et leur masse volumique quasi-constante. La distribution de masse des particules est ainsi calculée à partir de la surface projetée A_i et de la largeur l_i des particules selon l'équation (2.6) suivante :

$$P_m(X \leq x_n) \cong \frac{\sum_{i=1}^n A_i \times l_i}{\sum_{i=1}^N A_i \times l_i} \quad (2.6)$$

Le comité technique Rilem BBM (AMZIANE et al [2017]) conseille d'effectuer l'analyse pour des tailles de particules allant d'une surface de 0.18 mm² à l'infini. Cependant, la granulométrie par tamisage mécanique ayant montré que les granulats étudiés comprenaient des particules plus petites (passage de particules à 0.25 mm), l'analyse est effectuée sur la plage de 0.06 mm² à l'infini.

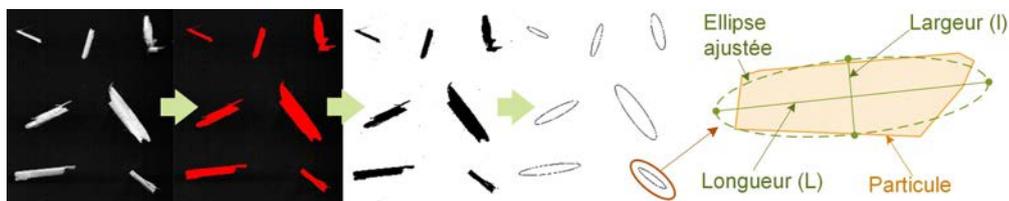


FIGURE 2.6 – Traitement de l'image de gauche à droite : numérisation, binarisation de l'image, conversion des niveaux de gris et ajustement des ellipses.

Pendant la préparation des scans, les fibres sont collectées afin de quantifier la teneur en fibres correspondant au rapport de la masse de fibres à la masse de l'échantillon.

2.1.4.2.c Granulométrie par diffraction laser

La distribution granulométrique des fines est également mesurée par diffraction laser à l'aide d'un granulomètre laser Malvern Mastersizer 2000 équipé de l'unité de dispersion sèche Scirocco 2000.

Cette mesure est basée sur le principe que les particules qui traversent un rayon laser, diffusent de la lumière selon un angle directement lié à leur taille. La diffraction laser conduit au diamètre de la sphère ayant le même volume que la particule (Figure 2.7). La distribution granulométrique est donnée en volume. La plage de mesure des particules va de 0.02 à 2000 μm .

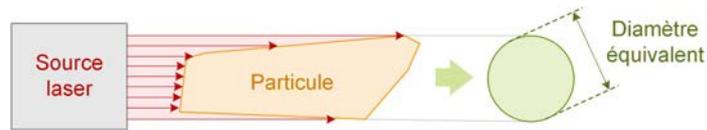


FIGURE 2.7 – Notion de diamètre équivalent dans le cas de la granulométrie par diffraction laser.

2.1.4.3 Masse volumique et porosité

2.1.4.3.a Masse volumique apparente des granulats

La masse volumique apparente ρ_{app} est mesurée à l'état sec et à (23°C; 50 %HR). La mesure est effectuée avec un cylindre en plastique transparent qui fait 94 mm de diamètre et 204 mm de hauteur. Les granulats sont versés dans le cylindre. La quantité d'échantillon est choisie pour remplir environ la moitié du volume du récipient. Le cylindre est retourné dix fois pour assurer la représentativité des granulats en vrac (Figure 2.8.a). L'ensemble est légèrement secoué pour obtenir un niveau horizontal, ce dernier est repéré à l'aide d'un disque en carton (Figure 2.8.b). La masse des granulats est calculée à partir des différentes pesées réalisées avec le cylindre (sans et avec granulats). Le volume est calculé en pesant le cylindre rempli d'eau jusqu'au niveau repéré (Figure 2.8.c). La masse volumique apparente est alors le rapport de la masse au volume. La précision de la mesure est calculée à partir des caractéristiques de la balance et de la précision du niveau, estimée à environ 0.5 mm. Cette précision est supérieure à 1%. Pour chacune des matières, la mesure est répétée cinq fois.

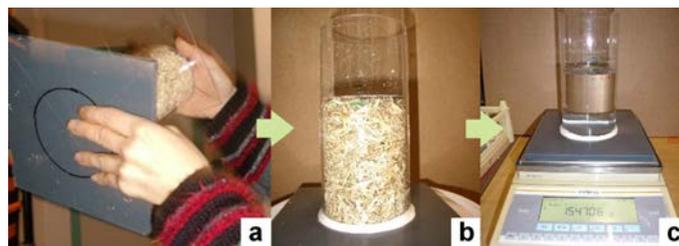


FIGURE 2.8 – Protocole de mesure de la masse volumique apparente.

2.1.4.3.b Masse volumique apparente des composites

La masse volumique apparente ρ_{app} des composites est calculée suite à leur pesée ainsi que la détermination de leur volume total. Ce dernier est calculé à partir des dimensions (largeur, longueur et hauteur) du composites mesurées quatre fois chacune avant d'être moyennées pour limiter les erreurs. La norme NF EN ISO 12570 (AFNOR [2000]) recommande une mesure du volume à 1% près et une mesure de la masse à 0.1% près pour la détermination de la masse volumique apparente. Les mesures sont réalisées avec un pied à coulisse ayant une précision de lecture de 0.01 mm. Cette méthode est suffisamment précise dans la mesure où les échantillons ont des géométries simples (parallélépipèdes).

2.1.4.3.c Masse volumique du squelette

La masse volumique du squelette ρ_s est mesurée avec des pycnomètres. Les échantillons secs sont placés dans des pycnomètres. Ils sont ensuite immergés dans du toluène et régulièrement secoué jusqu'à ce qu'aucune bulle ne soit visible. Les pycnomètres sont alors totalement remplis de toluène. Les pesées successives des pycnomètres (m_1), des pycnomètres avec les échantillons secs (m_2), des pycnomètres avec les échantillons secs et remplis de toluène (m_3) et des pycnomètres rempli d'eau (m_4) conduisent à la masse des échantillons et à leur volume (Figure 2.9). La masse volumique du toluène est également mesurée au pycnomètre, en le remplissant d'une part de toluène et d'autre part d'eau. Un pycnomètre est utilisé pour chaque granulat. Pour les chènevottes, la paille de colza, les anas de lin, les fines de chanvre et de lin, le volume du pycnomètre est d'environ 600 ml. Pour la paille de blé, le volume du pycnomètre est d'environ 1200 ml (ASTM [1997]). Trois pycnomètres d'environ 600 ml sont utilisés pour chaque composite. Ces derniers sont préalablement grossièrement émiettés.

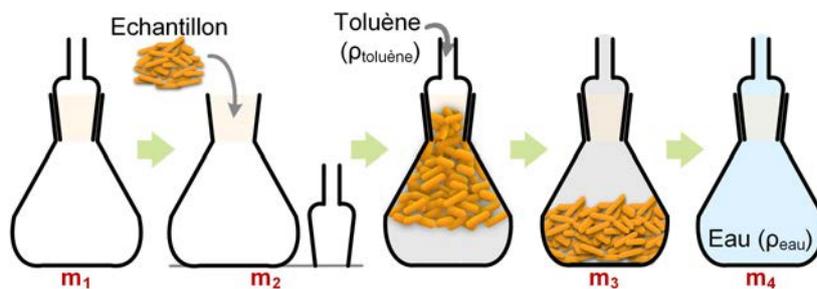


FIGURE 2.9 – Protocole de mesure de la masse volumique du squelette.

Connaissant les masses m_1 , m_2 , m_3 et m_4 , la masse volumique du squelette ρ_s des échantillons est calculée à partir de la relation (2.7).

$$\rho_s = \frac{m_{\text{échantillon}}}{V_{\text{échantillon}}} = \frac{m_{\text{échantillon}}}{V_{\text{pycno}} - V_{\text{toluène}}} = \frac{m_2 - m_1}{\frac{m_4}{\rho_{\text{eau}}} - \frac{m_3 - m_2}{\rho_{\text{toluène}}}} \quad (2.7)$$

où la masse m_1 correspond à la masse du pycnomètre avec son bouchon vide, la masse m_2 correspond à la masse du pycnomètre avec son bouchon et l'échantillon, la masse m_3 correspond à la masse du pycnomètre avec son bouchon et l'échantillon rempli de toluène jusqu'en haut, la masse m_4 correspond à la masse du pycnomètre avec son bouchon rempli d'eau jusqu'en haut, la masse volumique $\rho_{\text{toluène}}$ correspond à la masse volumique du toluène et la masse volumique ρ_{eau} correspond à celle de d'eau. Les 2 masses volumiques $\rho_{\text{toluène}}$ et ρ_{eau} sont fonction de la température.

2.1.4.3.d Porosité totale

La porosité totale n_t d'un matériau correspond à la somme de la porosité fermée, ouverte et de la macroporosité inter-granulaire. En supposant que la totalité de la porosité a été accédée lors de la mesure au pycnomètre, la porosité totale se traduit par l'équation (2.8).

$$n_t = \frac{\rho_s - \rho_{\text{app}}}{\rho_s} \quad (2.8)$$

avec ρ_s qui correspond à la masse volumique du squelette de l'échantillon et ρ_{app} à la masse volumique apparente.

2.1.4.4 Absorption d'eau

Le protocole de mesure d'absorption d'eau est basé sur les recommandations du comité technique Rilem BBM (AMZIANE et al [2017]). La mesure est effectuée en utilisant un sac perméable à l'eau et une essoreuse à salade. Environ 20 g de granulats secs sont utilisés pour chaque échantillon. Après le mouillage, le sac (sans ou avec échantillon) est essoré à 195 tr/min pendant une minute avant la pesée. Le but de l'essorage est d'éliminer l'eau adsorbée à la surface des particules ou située entre les particules. Une première mesure est effectuée sur un sac vide (Figure 2.10).



FIGURE 2.10 – Protocole de mesure de l'absorption d'eau.

Le poids de l'échantillon humide est calculé à partir du poids du sac avec l'échantillon humide et du sac vide. La mesure est effectuée après 1, 15, 240, 1440 et 2880 minutes. À chaque fois, la teneur en eau de l'échantillon est calculée avec l'équation (2.9).

$$w(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \quad (2.9)$$

Avec $m(t)$ qui correspond à la masse de l'échantillon humide à l'instant t (g) et m_0 qui correspond à la masse de l'échantillon sec (g).

La variation de la teneur en eau dans le temps est donnée par l'équation (2.10) :

$$w(t) = IRA + K_1 \times \log(t) \quad (2.10)$$

Où IRA est le taux initial d'absorption d'eau qui caractérise l'adsorption d'eau externe et K_1 qui correspond à la pente de la courbe de la teneur en eau en fonction du logarithme du temps qui d'apparente quant à lui à une vitesse de diffusion spécifique. Le coefficient de corrélation R^2 caractérise la pertinence de la relation.

Pour chaque granulat, la mesure est effectuée sur trois échantillons. Ensuite, les valeurs IRA et K_1 sont moyennées afin de tracer la courbe caractéristique du granulat. L'écart type est également calculé pour indiquer la répétabilité de la mesure.

2.1.5 Caractérisation hygrothermique

2.1.5.1 Conductivité thermique

La mesure de la conductivité thermique est réalisée avec une sonde fil de 5 centimètres de long (méthode transitoire, AMZIANE et al [2017]). Pour les granulats et les composites, la mesure est effectuée au point sec dans un dessiccateur contenant du gel de silice après séchage à l'étuve et une fois que les échantillons sont revenus à la température ambiante. Une seconde mesure est également effectuée à 23°C et 50 %HR (uniquement dans le cas des composites) dans une pièce régulée à cette température et cette humidité relative.

Cette méthode est basée sur l'analyse de l'augmentation de température en fonction du temps de chauffage.

$$\Delta T = \frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} (\ln(t) + C) \quad (2.11)$$

Où ΔT (°C) correspond à l'élévation de la température, q (W/m) correspond au flux de chaleur par mètre, λ (W/(m.K)) correspond à la conductivité thermique, t (s) correspond au temps de chauffage et C est une constante incluant la diffusivité thermique du matériau.

Dans le cas des granulats, l'échantillon est saupoudré dans un contenant cylindrique transparent. Lorsque celui-ci est plein, la sonde est placée à sa surface et un second contenant cylindrique transparent est placé au-dessus puis rempli de la même manière. Cette méthode permet de contrôler la masse volumique apparente des granulats. La taille des contenants cylindriques est choisie pour que le flux de chaleur reste dans l'échantillon. Leur diamètre correspond à deux fois la longueur du capteur. Chaque contenant fait ainsi 10 centimètres de diamètre et 7.5 centimètres de hauteur. Lorsque l'échantillon est préparé, sa masse volumique apparente est vérifiée pour assurer la représentativité du matériau en vrac. Le dessus du contenant supérieur est recouvert d'une plaque pour empêcher tout échange d'humidité pendant la mesure (Figure 2.11.a).

Dans le cas des composites, la mesure de la conductivité thermique est effectuée avec le capteur pris en sandwich entre deux échantillons. Pour assurer un bon contact (afin d'éviter la présence d'une lame d'air), une masse est posée sur l'échantillon du haut (Figure 2.11.b).



FIGURE 2.11 – Dispositif expérimental pour la mesure de la conductivité thermique des granulats (a) et des composites (b).

Le flux de chaleur et le temps de chauffage sont choisis afin d'atteindre une élévation de température suffisamment importante ($> 10^{\circ}\text{C}$) et un coefficient de corrélation élevé (R^2) entre les données expérimentales et la courbe d'ajustement. Dans cette étude, le dispositif commercial CT-Mètre est équipé d'un fil chaud. La puissance utilisée est de 142 mW (pour les granulats et composites à base de chènevottes, d'anas et de pailles) ou de 205 mW (pour les composites à base de fines de lin et de chanvre, de rafles et résidus de rafles de maïs) et le temps de chauffage est de 90 secondes (pour les granulats) ou 120 secondes (pour les composites). Ces réglages permettent de répondre aux exigences précédentes (augmentation de température supérieure à 10°C et valeur R^2 élevée). Selon le constructeur, la précision attendue est donc supérieure à 5 %. Le capteur est régulièrement contrôlé en mesurant la conductivité thermique d'un matériau de référence égale à $0.039 \text{ W}/(\text{m.K})$. La mesure de la conductivité thermique est répétée 5 fois pour chaque matériau alors que pour chaque formulation, trois paires d'échantillons sont considérées en les combinant différemment (A & B, C & B et A & C, Figure 2.12). La conductivité thermique d'une paire d'échantillons est la moyenne de trois mesures avec un coefficient de variation (rapport de l'écart type à la valeur moyenne) inférieur à 5 %. La conductivité thermique d'une formulation est la moyenne des neuf mesures réalisées sur l'ensemble des paires d'échantillons.

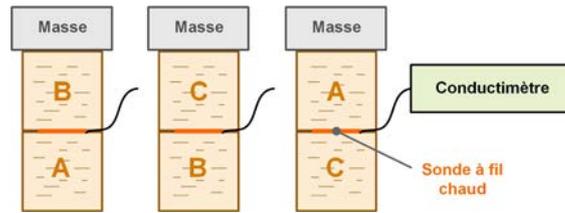


FIGURE 2.12 – Combinaisons réalisées des composites lors de la mesure de leur conductivité thermique.

2.1.5.2 Valeur Tampon Hygrique (MBV)

La caractérisation hygrique est basée sur la mesure de la valeur tampon hygrique (Moisture Buffer Value - MBV) qui caractérise la capacité des matériaux à modérer les variations d'humidité relative intérieure dans les bâtiments. Cette valeur est mesurée selon le protocole Nordtest (RODE et al [2005]) développé dans le cadre du projet du même nom. Lors de celui-ci, un round robin test a été effectué sur neuf matériaux de construction représentatifs. Il donne les premiers résultats et conduit à une classification des valeurs du tampon d'humidité de négligeable à excellente (Figure 2.13.a).

Pour réaliser le test, les agro-ressources sont placées dans des récipients étanches d'environ 12 cm de diamètre et ouverts en surface supérieure. Quant aux composites qui se trouvent sous forme cubique de 10 × 10 × 10 cm, ils sont étanchés sur toutes les surfaces sauf une.

Dans tous les cas, le volume des échantillons est d'environ 800 à 1000 cm³. Après leur stabilisation à (23°C; 50 %HR), les échantillons sont exposés à une variation cyclique quotidienne de l'humidité relative ambiante (8 heures à 75 %HR et 16 heures à 33 %HR) dans une armoire climatique (Vötsch VC4060, Figure 2.13.b). Le MBV est ensuite calculé à partir de leur absorption d'humidité ainsi que leur désorption suivant l'équation (2.12) :

$$MBV = \frac{\Delta m}{HR_{haut} - HR_{bas}} \quad (2.12)$$

Avec le MBV (g/(m².%HR)) qui correspond à la valeur du tampon d'humidité, Δm (g) qui correspond à l'absorption/la désorption de l'humidité lors du cycle, A (m²) qui correspond à la surface ouverte et $HR_{haut/bas}$ (%) qui correspond à l'humidité relative haute ou basse.

La température et l'humidité relative sont mesurées toutes les 5 minutes à l'aide d'un capteur SHT75 ainsi que du capteur de la chambre climatique. Le capteur SHT 75 est étalonné à 23°C avec du gel de silice (point zéro) et des solutions salines à 22.75, 32.90, 43.16, 58.20, 75.36, 81.20 et 97.42 %HR. L'humidité relative est ensuite déterminée à l'aide de l'équation (2.13) de octobre 2015 à novembre 2016 et de l'équation (2.14) à partir de novembre 2016 à cause d'un changement de sonde :

$$HR_{cor} = 0.0043.HR_{SHT75}^2 + 0.6096.HR_{SHT75} + 3.3458 \quad (2.13)$$

$$HR_{cor} = 0.0047.HR_{SHT75}^2 + 0.5837.HR_{SHT75} + 2.1500 \quad (2.14)$$

La vitesse d'air au voisinage des échantillons varie de 0.1 à 0.4 m/s pour la vitesse horizontale et est inférieure à 0.15 m/s pour la vitesse verticale. Les échantillons sont pesés hors de la chambre climatique cinq fois pendant la période d'absorption et deux fois pendant celle de désorption. La précision de lecture de la balance est de 0.01 g et sa linéarité est de 0.01 g. La précision de la valeur tampon hygrique est donc d'environ 5 %. Pour chaque matériau ou formulation, le MBV est mesuré sur trois échantillons. Le MBV d'un matériau ou d'une formulation correspond donc à la valeur moyenne de ces trois mesures.

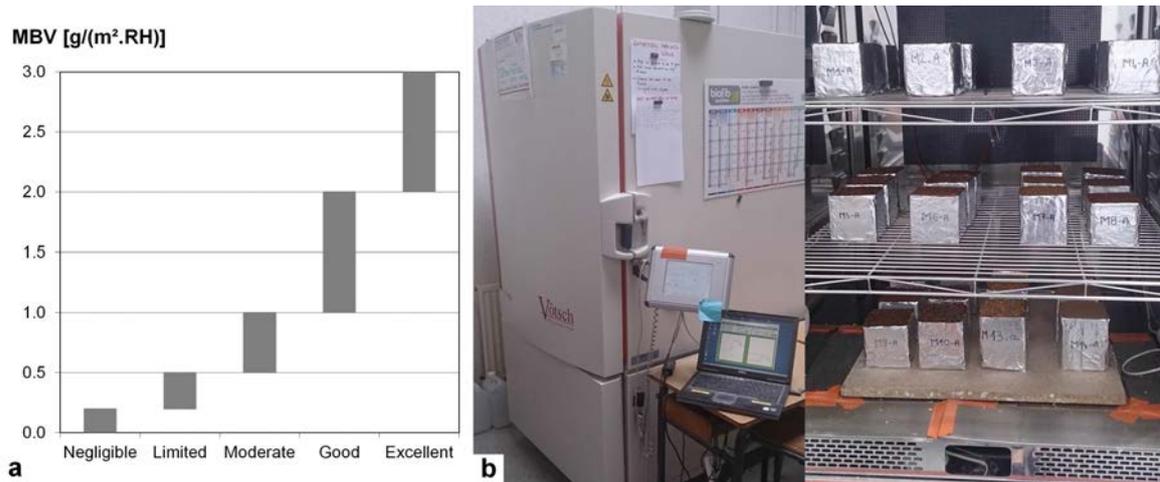


FIGURE 2.13 – (a) Classification des matériaux selon le projet Nordtest par rapport au MBV - (b) Dispositif expérimental pour la mesure du MBV dans le cas des composites.

2.1.6 Caractérisation mécanique

2.1.6.1 Compressibilité des agro-ressources

La compressibilité des agro-ressources est testée sur 100 g de granulats en vrac. Ces derniers sont introduits dans un tube creux en plastique transparent rigide de 10.0 cm de diamètre et de 18.0 cm de hauteur. Une fois le tube fermé, il est retourné dix fois afin d'assurer une bonne représentativité des granulats en vrac. Ensuite, l'ensemble est légèrement secoué pour obtenir un niveau horizontal. Cette préparation d'échantillon s'inspire des recommandations du comité technique Rilem BBM dans le cas de la mesure de la masse volumique apparente (AMZIANE et al [2017]). Ainsi, la formation d'arches est évitée (Figure 2.14).



FIGURE 2.14 – Préparation de l'échantillon.

Le tube plastique est ensuite fixé à la plateforme inférieure de la machine d'essai Zwick/Roell ProLine qui est équipée d'un capteur de force 20 KN XForce (charge possible à partir de 0.02 % de sa capacité et 0.05 % de lisibilité). Sur la traverse de la machine d'essai est monté un piston en aluminium de 9.5 cm de diamètre et de 20.0 cm de hauteur qui va servir à la compression des granulats. L'échantillon est soumis à trois cycles de chargement et de déchargement, avec un retour du piston à la position initiale entre chaque cycle. Les deux premiers cycles de chargement et de déchargement compriment les éprouvettes à 500 et 2000 N, ce qui correspond à des pressions de 0.0637 et 0.2546 MPa. Le dernier cycle est piloté pour atteindre une hauteur de 5.0 cm. Ceci correspond à deux cycles successifs de charge/décharge à pression imposée et à un dernier cycle à compacité imposée. Les contraintes appliquées ont été sélectionnées pour s'adapter aux différents processus de fabrication. En effet, la capacité de la presse peut être limitée à une centaine de KPa (chaîne continue) ou jusqu'à plusieurs MPa (presse à plateaux) en fonction de la technologie

utilisée. La vitesse d'essai est fixée à 1 mm/s. Cette dernière a un impact sur la compressibilité du mélange lors du chargement. Ainsi, la vitesse choisie est suffisamment faible pour s'affranchir des effets de relaxation des granulats lors du test.

Au cours de cette étude, les granulats en vrac sont testés dans un espace confiné. La préparation de l'échantillon est la principale différence avec les travaux précédents où les échantillons sont :

- En pellets (ADAPA et al [2009]; GUO et al [2016]; MANI et al [2004]; STELTE et al [2011]);
- En vrac pré-chargé dans un moule et testé avec le moule (MIAO et al [2015]) ou sans le moule (CÉRÉZO [2005]; NGUYEN [2010]);
- En vrac sans pré-chargement dans un espace non confiné (TRONET et al [2014]).

Les conditions expérimentales définies dans cette étude correspondent aux conditions du procédé de fabrication des panneaux auquel sont soumis les granulats.

2.1.6.2 Résistance de compression simple sur les composites

Les essais de compression sont réalisés avec une machine d'essai Zwick/Roell ProLine équipée d'une cellule 20 KN XForce de charge. Les essais sont pilotés en déplacement avec une vitesse transversale égale à 0.05 mm/s. Le chargement est monotone (pas de cycles de charge). Les échantillons cubiques de 10 × 10 × 10 cm testés sont placés entre deux plaques d'acier afin de garantir un déplacement et une pression homogènes. La charge est appliquée par le déplacement de la plaque supérieure. Le test est effectué sur 3 échantillons pour chaque formulation.

Les résultats des essais mécaniques sont analysés par le biais de courbes de contrainte-déformation, selon la norme NF EN 826 (AFNOR [2013] - Figure 2.15). La contrainte est évaluée en rapportant l'effort à la surface initiale de l'échantillon et la déformation est relative à la hauteur initiale de l'échantillon. Le début de la courbe contrainte-déformation est recalé afin de s'affranchir des effets de mise en contact des plateaux avec la surface des échantillons qui n'est pas parfaitement plane.

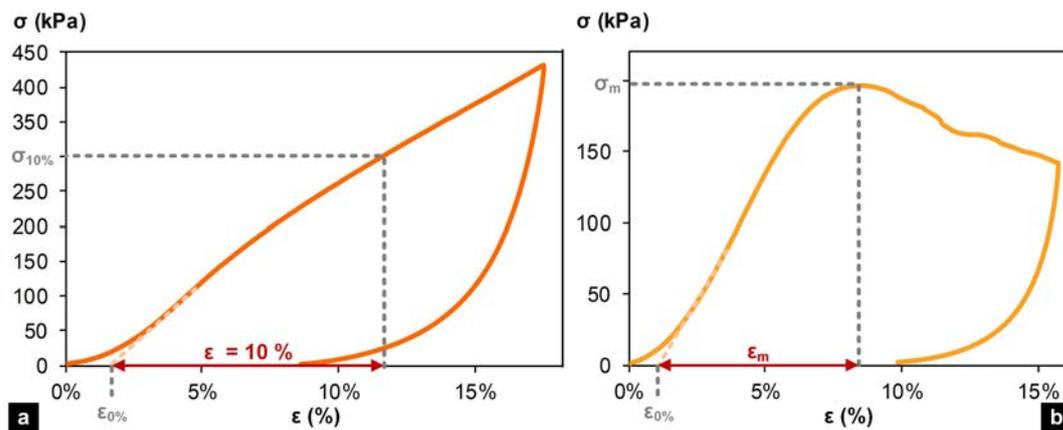


FIGURE 2.15 – Courbes de contrainte-déformation des composites (a) chanvre - lignine BioChoice® et (b) résidus de rafles de maïs - extraits de rafles de maïs.

La plupart des composites présente un comportement mécanique de type compactant (augmentation continue de la déformation en fonction de la contrainte). Dans ce cas, la résistance à la compression correspond à la contrainte obtenue pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ (Figure 2.15.a, AFNOR [2013]).

D'autres composites développés ont un comportement différent. En effet, une fracture relativement ductile se propage sur leur surface latérale avant qu'une déformation longitudinale de 15 % soit atteinte (Figure 2.15.b). Dans ce cas-ci, la résistance à la compression correspond à la contrainte

maximale mesurée (pic de la courbe). Cette règle d'identification de la résistance à la compression est appliquée dans le cas des courbes présentant un pic exceptée lorsque la déformation obtenue au pic de contrainte est supérieure à 10 % (Figure 2.15.b, AFNOR [2013]).

2.1.7 Durabilité

2.1.7.1 Immersion accidentelle

L'essai d'immersion accidentelle vise à évaluer la résistance à l'immersion, le changement de masse volumique et de conductivité thermique des composites après une immersion accidentelle. Après stabilisation des échantillons à 23°C et 50 %HR dans une enceinte climatique, la masse volumique de chaque échantillon est mesurée. Pour chaque formulation, trois échantillons sont utilisés. La mesure de la conductivité thermique de chaque formulation (comme décrit dans la section 2.1.5.1) est également effectuée. Ensuite, les échantillons sont immergés dans l'eau à température ambiante pendant 5 minutes. Pour éviter qu'ils ne remontent à la surface, ils sont placés dans un panier maillé en plastique, fermé par une grille qui est aussi en plastique et maintenue grâce à une masse (Figure 2.16).

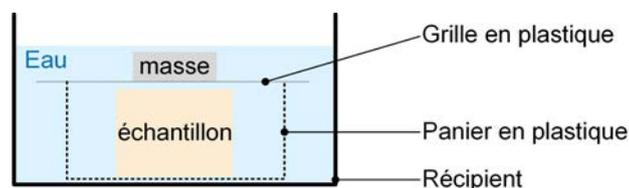


FIGURE 2.16 – Dispositif expérimental de l'essai d'immersion accidentelle.

Les effets de l'immersion sont évalués par une inspection visuelle avec une photographie si le composite est désagrégé pendant l'essai ou par une seconde mesure de la masse volumique et de la conductivité thermique (après une nouvelle stabilisation à 23°C et 50 %HR dans une enceinte climatique).

2.1.7.2 Vieillessement accéléré

2.1.7.2.a Protocole

Le test de vieillissement accéléré évalue la résistance fongique des composites à température et humidité données et est schématisé par la Figure 2.17. Après stabilisation à (23°C; 50 %HR), le test de vieillissement accéléré est effectué dans une enceinte climatique (Vötsch VC0034, Figure 2.17.1) dans des conditions de température et d'humidité relative contrôlées à (30°C; 90 %HR) pendant trois mois. Les composites sont testés sans stérilisation préalable ou inoculation de moisissure pour reproduire fidèlement une situation d'exposition réelle.

Pour chaque formulation, trois éprouvettes sont testées. Chaque éprouvette est placée dans une boîte en plastique (dont la face supérieure est ouverte) pour éviter la contamination entre les échantillons. Afin de faciliter le traitement d'image, elles sont bloquées grâce à 4 blocs adhésifs en aluminium afin de les empêcher de se déplacer dans la boîte en plastique. De plus, le banc expérimental permet de toujours prendre des photos de la surface supérieure des composites de la même manière (Figure 2.17.3). Chaque jour, du lundi au vendredi, les éprouvettes sont pesées (Figure 2.17.2) et inspectées visuellement. Les photos sont réalisées avec un appareil photo (Coolpix 8700, 8 Megapixels, Nikon).

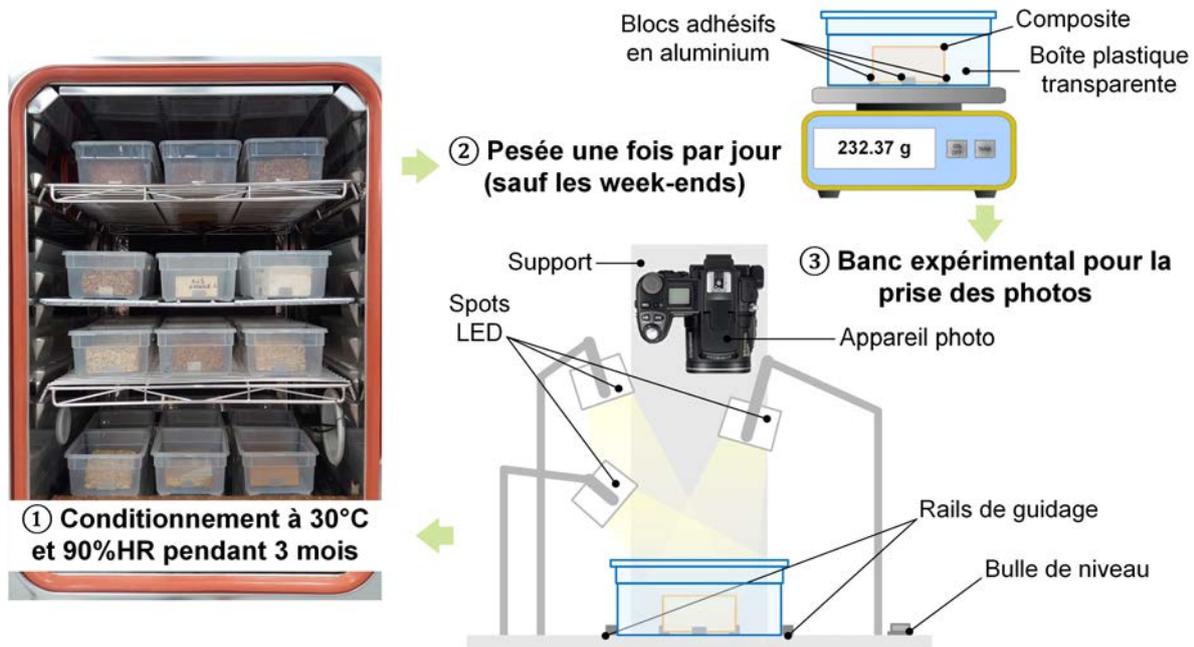


FIGURE 2.17 – Dispositif expérimental du vieillissement accéléré : (1) conditionnement, (2) pesée et (3) prise des photos.

2.1.7.2.b Analyse de la variation de masse

Pour l’analyse, la variation de masse à partir du point d’équilibre est liée à la surface d’échange (y compris la surface horizontale supérieure et les surfaces latérales de l’échantillon). La perte de masse de chaque formulation est exprimée comme le rapport de masse entre la masse maximale et celle au temps t , dans l’équation (2.15).

$$PM = \frac{m_{max} - m}{m_{max}} \times 100 \quad (2.15)$$

Où PM est la perte de masse (en %), m_{max} est la masse maximale du composite (g) et m est la masse du composite au temps donné (g).

2.1.7.2.c Analyse visuelle

Le dernier jour de l’essai, la croissance des moisissures qui se trouvent sur la surface supérieure des échantillons, est évaluée visuellement selon l’échelle de croissance de la norme BSI EN ISO 846 - 1997 (BSI [1997], Tableau 2.2). Cette méthode est subjective. Ainsi, l’évaluation finale correspond à la valeur moyenne de la note donnée par 8 personnes distinctes.

TABEAU 2.2 – Évaluation de la croissance des moisissures suivant la norme BSI EN ISO 846 - 1997.

Intensité de la croissance	Évaluation
0	Aucune croissance apparente sous microscope
1	Aucune croissance visible à l’œil nu, mais clairement visible au microscope
2	Croissance visible à l’œil nu, couvrant jusqu’à 25% de la surface d’essai
3	Croissance visible à l’œil nu, couvrant jusqu’à 50% de la surface d’essai
4	Croissance considérable, couvrant plus de 50% de la surface d’essai
5	Croissance importante, couvrant plus de 75% de la surface d’essai

2.1.7.2.d Analyse d'image

L'indicateur de contamination choisi est la surface photographiée relative contaminée par les moisissures en référence à la surface totale. Le même type d'approche est utilisé dans les travaux de recherche de [NIELSEN et al \[2004\]](#), ou de [JOHANSSON et al \[2012\]](#), ou de [CLAUSEN et YANG \[2013\]](#), ou encore de [GARZÓN-BARRERO et al \[2016\]](#) par exemple. Pour évaluer la croissance des moisissures entre deux dates t_0 et t , deux photographies du même échantillon ont été prises. Dans cette étude, un dispositif expérimental très simple a été choisi (Figure 2.17.3) pour éviter l'utilisation d'équipements sophistiqués. Cependant, pour l'analyse d'images, il est nécessaire d'utiliser ou de développer des outils informatiques spécifiques. L'analyse d'image est effectuée en deux étapes :

- Tout d'abord, le champ de déplacement entre les images enregistrées à t_0 et t est calculé. Ce déplacement peut être dû à la manipulation de l'opérateur (comme un mouvement accidentel de l'échantillon ou de l'appareil photo) ou peut être provoqué par une dilatation du composite due au gonflement induit par le changement d'humidité. Cette étape est réalisée grâce à la corrélation d'image numérique (DIC : Digital Image Correlation) utilisant le code DIGIMCO développé par Marc François (Université de Nantes, collaboration avec le laboratoire GEM) dans l'environnement MATLAB. Des outils similaires, qu'il s'agisse de logiciels libres ou commerciaux ([BLABER et ANTONIOU](#); [HOLO3 et al](#)), sont utilisés depuis plusieurs années pour mesurer le champ de déplacement ou évaluer les propriétés mécaniques ([BESNARD et al \[2006\]](#); [CHU et al \[1985\]](#); [SUTTON et al \[2009\]](#)).
- Deuxièmement, l'emplacement des moisissures est révélé grâce à la carte d'erreur de la corrélation entre les images enregistrées à l'instant t_0 et t . Elle représente la différence entre les deux images une fois corrélées dans l'espace. Une différence de niveaux de gris révèle la présence de moisissures.

Le principe de l'analyse est le suivant. Une image numérique est un ensemble de données produites en enregistrant la variation de l'intensité d'un signal. C'est une matrice de l lignes et de c colonnes. Chaque pixel a une valeur qui représente la luminosité d'une couleur donnée à un emplacement spécifique. Dans la suite du document, l'image f et l'image g désignent les images d'un objet respectivement enregistrées à l'instant initial t_0 et à l'instant t . Les fonctions discrètes $f(\mathbf{X})$ et $g(\mathbf{X})$ désignent respectivement les niveaux de gris associés au pixel des images f et g situés à la position \mathbf{X} (les coordonnées sont en pixels). L'emplacement d'un point de texture donné est désigné par \mathbf{X} dans l'image f et \mathbf{x} dans l'image g (voir la Figure 2.18). Les transformations possibles entre deux images sont schématisées sur la Figure 2.18 (c'est-à-dire une dilatation, une translation et une rotation). La première étape de l'analyse consiste à calculer le champ de déplacement $\mathbf{u}(\mathbf{X})$ qui donne le meilleur ajustement entre les images f et g . La texture des deux images est similaire et est utilisée pour déterminer cet ajustement.

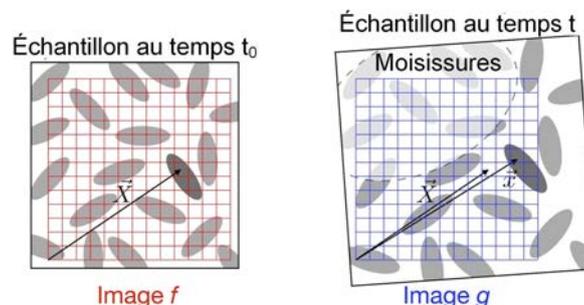


FIGURE 2.18 – Corrélation d'image numérique entre l'image initiale f (temps t_0) et l'image courante g (temps t).

Le déplacement \mathbf{u} est défini par :

$$\mathbf{x} = \mathbf{X} + \mathbf{u} \quad (2.16)$$

En supposant une déformation homogène, la modélisation de la transformation est un champ paramétré de la forme :

$$\mathbf{x} = \mathbf{F} \cdot (\mathbf{X} + \mathbf{T}) \quad (2.17)$$

Où \mathbf{T} est le vecteur translation décrit par les paramètres λ_1 et λ_2 .

$$\lambda_1 = T_1 \quad (2.18)$$

$$\lambda_2 = T_2 \quad (2.19)$$

Et \mathbf{F} est le tenseur du gradient de déformation décrit par les paramètres ($\lambda_3, \lambda_4, \lambda_5$ et λ_6) :

$$\lambda_3 = n(F_{11} - 1) \quad (2.20)$$

$$\lambda_4 = n(F_{12}) \quad (2.21)$$

$$\lambda_5 = n(F_{21}) \quad (2.22)$$

$$\lambda_6 = n(F_{22} - 1) \quad (2.23)$$

Où n est un facteur de pondération. Il faut souligner que le tenseur \mathbf{F} comprend une déformation pure, une rotation rigide et une dilatation. La méthode DIC (BESNARD et al [2006]) est basée sur une hypothèse de conservation du flux optique entre les images f et g dont la texture ne diffère pas significativement donc $f(\mathbf{X}) = g(\mathbf{x}) = g(\mathbf{X} + \mathbf{u})$ (avec une erreur possible). Les conditions expérimentales sont compatibles avec ces hypothèses puisque la luminosité des images et la couleur des composites n'ont pas évolué de manière significative au cours du test. Pour trouver le déplacement \mathbf{u} ou les paramètres λ_i , il faut minimiser la somme des différences quadratiques ϕ des niveaux de gris sur la zone d'intérêt $-Z_i-$ qui correspond dans cette étude à l'ensemble de la surface photographiée du composite.

$$\phi(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda_4, \lambda_5, \lambda_6) = \sum_{\mathbf{X} \in Z_i} (g(\mathbf{x}) - f(\mathbf{X}))^2 \quad (2.24)$$

Cependant le calcul du champ de déplacement n'est pas l'objectif de cette étude. Il s'agit de comparer les images f (original) et g (avec les moisissures), pixel par pixel, exactement au même endroit. Ici, la présence de moisissure modifie le niveau de gris. Les zones affectées par les champignons sont supposées être grandes par rapport à la taille de la texture de l'image du composite. En supposant une variation uniforme b du niveau de gris, (en raison de la présence de moisissure), l'équation (2.24) devient :

$$\phi(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda_4, \lambda_5, \lambda_6) = \sum_{\mathbf{X} \in Z_i} (g(\mathbf{x}) + b - f(\mathbf{X}))^2 \quad (2.25)$$

Le résultat de la minimisation (c'est-à-dire le calcul des paramètres λ_i ou le champ de déplacement \mathbf{u}) n'est pas modifié par la présence de b puisqu'il ne modifie pas le gradient ϕ (BESNARD et al [2006]). La Figure 2.19 illustre la méthode. La fonction $f(\mathbf{X})$ représente un exemple 1D du niveau de gris dans l'image initiale f (sans moisissure). La fonction $g(\mathbf{X})$ représente le niveau de gris final de l'image g dans laquelle les moisissures ont changé le niveau de gris de la partie droite. Un mouvement de corps rigide est visible. Une fois calculée la meilleure corrélation (Équation (2.25)), les pics des images $f(\mathbf{X})$ et $g(\mathbf{x})$ correspondent. Ensuite, la différence $g(\mathbf{x}) - f(\mathbf{X})$ montre l'emplacement de la surface contaminée.

Un test a été effectué sur une image de 8 bits (luminosité codée de 0 à 256) d'un composite sans moisissure visible (voir Figure 2.20). L'image de référence est l'image (a) qui sera comparée à l'image

$$g(\mathbf{x}) = g(\mathbf{X}+\mathbf{u}) : \text{Luminosité de l'image déformée } g$$

FIGURE 2.19 – Luminosité relative des images g et f : une erreur implique la détection d'un nouvel objet.

(b). C'est une photographie du même composite prise 24 heures plus tard également exempte de moisissures. Dans l'image (c), une inscription est ajoutée avec un logiciel de dessin. Ensuite, avec DIGIMCO, on recherche le champ de déplacement uniforme qui permet de superposer d'abord les images (a) et (b) puis les images (a) et (c). Une fois le champ de déplacement obtenu, la carte des erreurs de corrélation entre (a) et (b) est affichée sur l'image (d). Sur l'image (e) la carte des erreurs de corrélation entre (a) et (c) est également affichée. Sur la carte d'erreur (e), l'inscription ajoutée à l'image (c) est clairement visible tandis que la carte d'erreur (d) est uniforme et n'a pratiquement aucune erreur. À partir de cette carte d'erreur, une opération de seuillage (binarisation) permet d'isoler la différence, dans cet exemple : l'inscription "Test DIGIMCO".

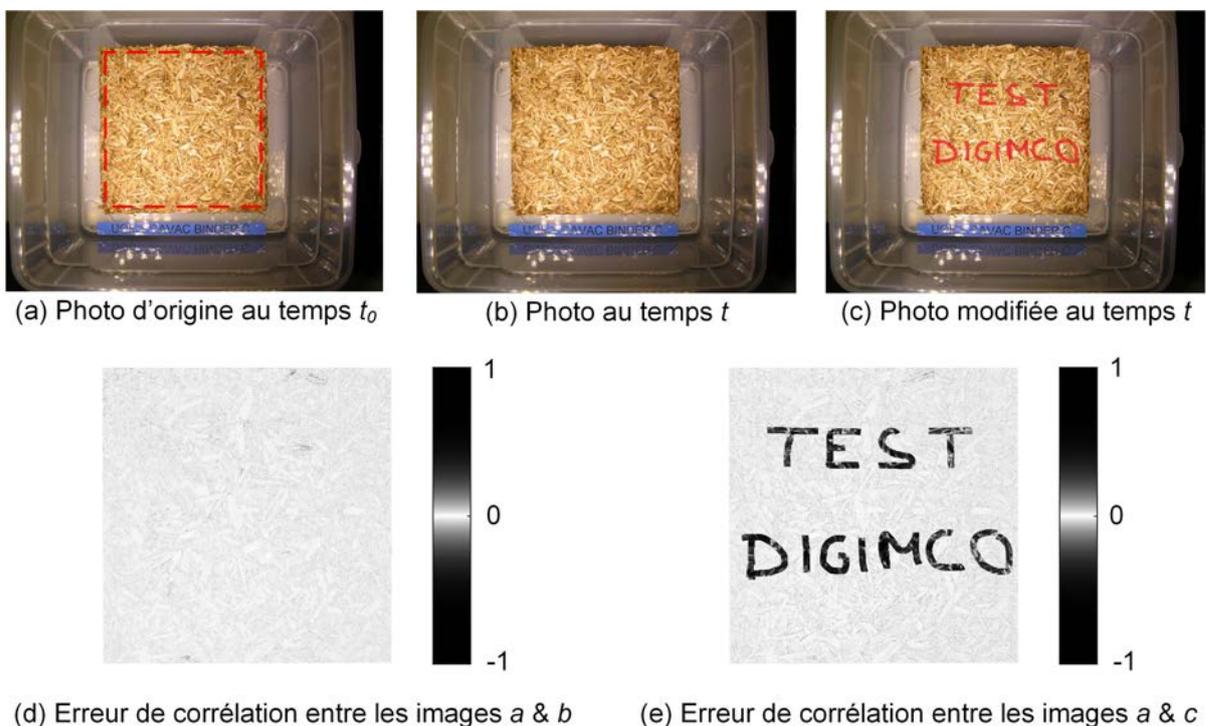


FIGURE 2.20 – Exemple de détection d'objet en utilisant la DIC.

Il convient de souligner que dans l'utilisation traditionnelle de la méthode DIC, la surface de l'objet étudié est recouverte d'un mouchetis. Cette préparation de surface permet d'obtenir une image très contrastée et non structurée. Ce n'est pas le cas pour ce test. La surface du composite fait office de mouchetis aléatoire. La présence de centaines de particules enchevêtrées sans motif régulier sur la surface visible du composite permet d'appliquer la méthode DIC sans modification du milieu. Ainsi, l'utilisation de la DIC ne nécessite aucun traitement ou modification de l'environnement susceptible de modifier la croissance des micro-organismes étudiés.

Une fois les cartes d'erreurs de corrélation calculées pour chaque image, l'opération de post-traitement est effectuée avec MATLAB. La procédure de traitement d'image est résumée sur la Figure 2.21. Elle nécessite au moins 3 images : l'image initiale du composite (a), une image sans moisissure apparente (b) et l'image à analyser (c). Après l'obtention des cartes de corrélation (d) et (e), un seuillage est effectué. Le choix de la valeur de seuil est par définition arbitraire. Cependant, l'étude de la carte des erreurs de corrélation obtenue pour une image supposée sans moisissures (voir un échantillon à $t = t_0 + 2$ jours sur la Figure 2.21.d) permet de proposer une valeur seuil

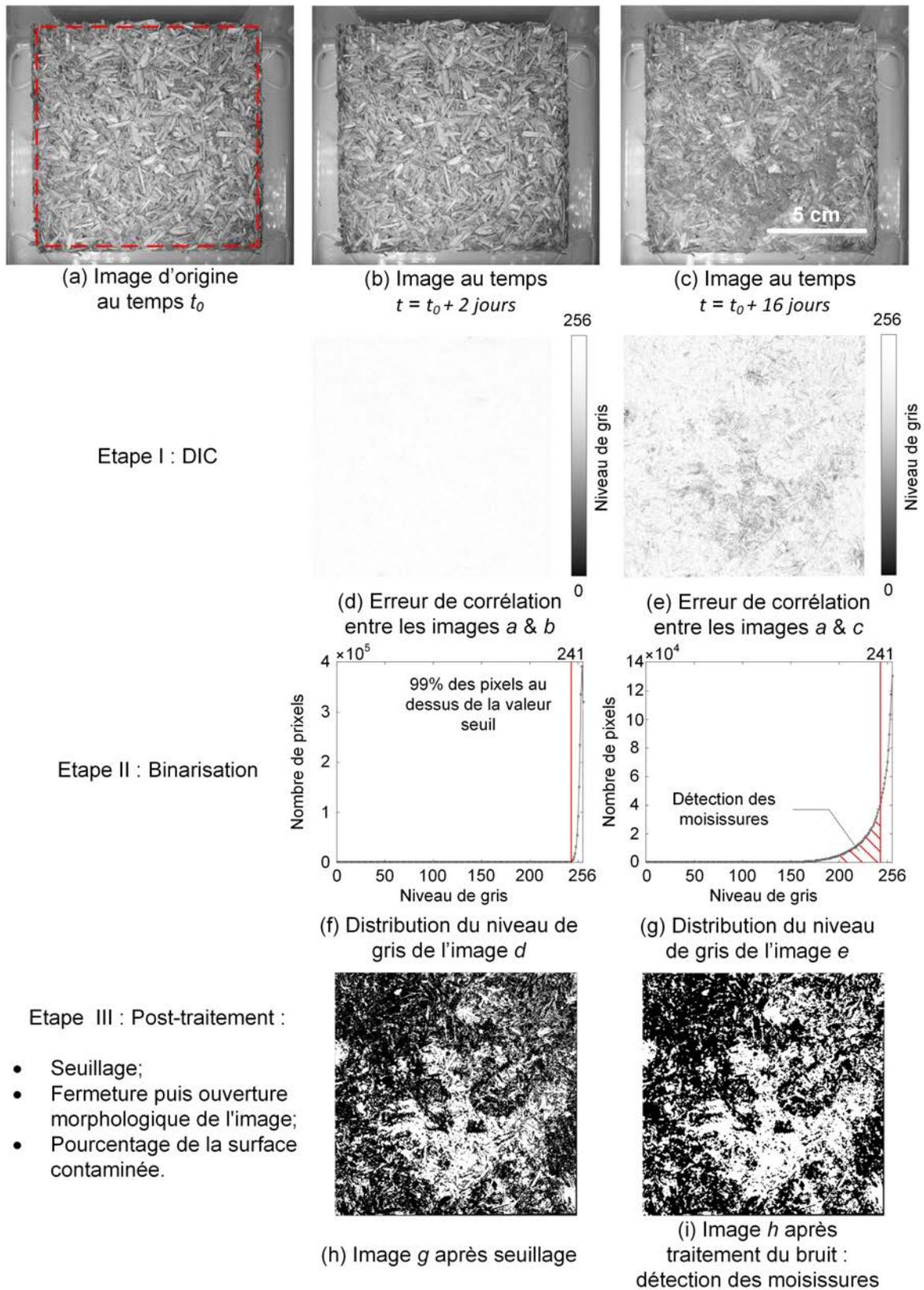


FIGURE 2.21 – Procédure d'analyse d'image, DIC et post-traitement appliqué sur composite C5.

cohérente et systématique. Sur cet exemple, 99 % des pixels ont un niveau de gris supérieur à 246 (voir Figure 2.21.f). Cette valeur a été utilisée pour les opérations de seuillage effectuées sur les photographies prises les jours suivants.

Les pixels dont la valeur est inférieure à cette valeur seuil sont considérés comme contaminés (voir Figure 2.21.g). Après le seuillage, la Figure 2.21.h est obtenue). Une opération morphologique d'ouverture et de fermeture de l'image en noir et blanc est ensuite effectuée pour filtrer les pixels isolés (avec la fonction `imopen` et `imclose` de Matlab) et réduire ce qui s'apparente à du bruit de mesure. Enfin, il suffit de compter le nombre de pixels blancs et de pixels noirs dans l'image pour obtenir le pourcentage de surface contaminée par les moisissures.

La méthode choisie a l'avantage d'être non intrusive contrairement à d'autres méthodes trouvées dans la littérature :

- Utilisation d'un adhésif pour retirer les spores fongiques des échantillons puis scan de l'empreinte laissée par les moisissures (CLAUSEN et YANG [2013]) ;
- Scan des échantillons sur les deux faces (GARZÓN-BARRERO et al [2016]).

En effet, à aucun moment (sauf à la fin de l'essai), quelqu'un ne vient perturber le biotope.

2.1.7.2.e Visualisations microscopiques

Après la période d'essai de trois mois, l'identification des moisissures qui se développent sur la surface des composites infectés est réalisée à l'aide d'un microscope optique. Le protocole utilisé est celui décrit dans la section 2.1.2.1.

2.1.7.3 Essai feu

La réaction au feu correspond au comportement du matériau face au feu et son aptitude à le propager. Le cône calorimètre permet de l'étudier en partie. C'est un dispositif de calorimétrie permettant l'étude du dégagement de chaleur produit lors de la combustion de matériaux soumis à une densité de flux radiatif incident. La Figure 2.22 présente un schéma détaillé de l'appareil de mesure ainsi qu'une photo du cône calorimètre (Atlas) en fonctionnement utilisé lors des différents essais.

Le protocole de mesure s'inspire des normes ISO 5660-1 :2015 (NORME ISO [2015]), NF EN 13501-1+A1 (DIRECTIVE EUROPÉENNE [2013]) et XP ENV 12038 (DIRECTIVE EUROPÉENNE [2003]).

Pour réaliser le test du cône calorimètre, une éprouvette de 100 cm² et de 2.5 cm d'épaisseur est placée dans un porte-échantillon, qui est lui-même positionné sur une balance afin de suivre la perte de masse de l'échantillon en continu. La source de rayonnement est une résistance électrique en forme de cône correspondant à un dispositif de chauffage qui émet un flux de 50 kW/m² soit une température de chauffe de 750°C. Le débit d'évacuation est réglé à 0.024 m³/s. Une fois le matériau enflammé, le cône calorimètre dispose d'un système d'analyse permettant l'acquisition de la masse de l'échantillon au cours du temps ainsi que la température de ces surfaces inférieures et supérieures (thermocouples de type K). La durée d'inflammation est quant à elle, déterminée à l'aide d'un chronomètre. L'essai dure 20 minutes.

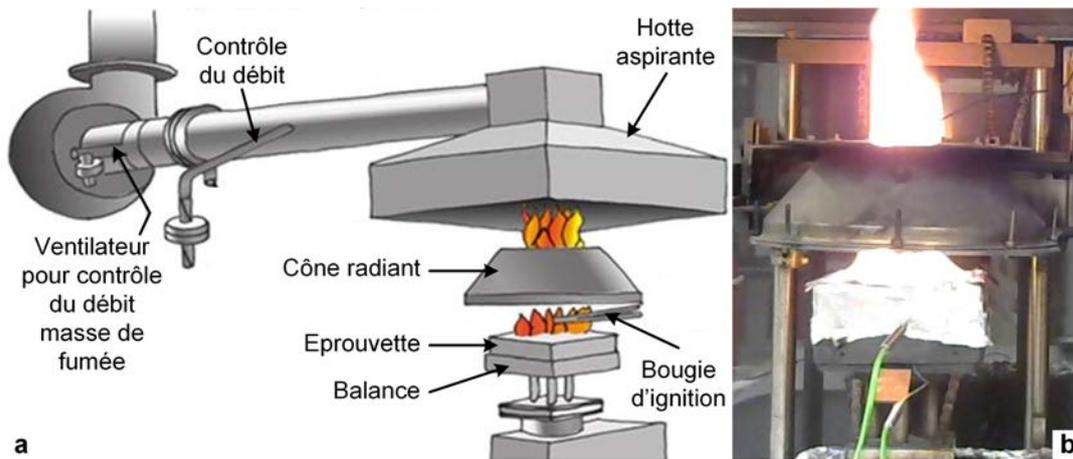


FIGURE 2.22 – (a) Schéma d'un cône calorimètre (MARQUIS et al [2009]) - (b) Cône calorimètre Atlas en fonctionnement.

2.2 Plans d'expériences

Les plans d'expériences regroupent un ensemble de techniques statistiques destinées à analyser un système expérimental avec un minimum d'expériences dans le but de déterminer l'influence des différents paramètres. Ils peuvent ainsi permettre d'optimiser la formulation d'un matériau en obtenant un maximum de renseignements avec un minimum d'expériences. Il existe plusieurs types de plans d'expériences adaptés à tous types de cas. Au cours de cette thèse, deux types de plans d'expériences ont été utilisés, il s'agit des matrices d'Hadamard et des plans de mélange, et sont détaillés dans les parties suivantes.

2.2.1 Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui réalise une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur correspond à une réponse et elle dépend de plusieurs variables qui sont elles-mêmes, assimilées à des facteurs. La valeur correspondant à un facteur, lors de la réalisation d'un essai, est appelée niveau. La plupart du temps, le domaine de variation du facteur étudié est limité entre une borne inférieure (niveau bas noté -1) et une borne supérieure (niveau haut noté +1). Le regroupement des domaines de variation de tous les facteurs définit le domaine d'étude. Il correspond à la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour réaliser plusieurs expériences bien définies. Une représentation géométrique de l'étude est possible. Pour cela, il suffit de représenter les facteurs par des axes de l'espace cartésien et les expériences par des points (GOUPY et CREIGHTON [2006]).

2.2.2 Matrice d'Hadamard

La matrice d'Hadamard est l'outil de base des plans d'expériences. En effet, elle permet une planification simple des expériences tout en garantissant la qualité du résultat mathématique. Une matrice d'Hadamard comprend autant de lignes (notées n) que de formulations et autant de colonnes (notées p) que de coefficients inconnus dans le modèle. Ce modèle expérimental peut être écrit sous la forme de l'équation (2.26) :

$$\{Y\} = \{B\}[X] + \{e\} \quad (2.26)$$

où :

- $\{Y\}$ est le vecteur des réponses ;
- $\{X\}$ est la matrice du modèle qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le modèle sélectionné ;
- $\{B\}$ est le vecteur des coefficients ;
- $\{e\}$ est le vecteur des écarts.

L'analyse mathématique permet d'estimer les coefficients $\{B\}$ et les résidus $\{e\}$ par la méthode des moindres carrés. Les effets des facteurs sur les réponses sont calculés comme suit :

$$\{B\} = [{}^tXX]^{-1}[{}^tX\{Y\}] \quad (2.27)$$

où $[{}^tXX]^{-1}$ est une matrice de dispersion et $[{}^tX]$ est la transposée de la matrice. Une fois que les coefficients B_i sont déterminés, ils sont utilisés dans l'équation suivante pour prédire les réponses y_i .

$$y_i = B_0 + B_1.x_{1,j} + B_2.x_{2,j} + B_3.x_{3,j} + B_4.x_{4,j} + B_5.x_{5,j} + [...] + \Delta + \epsilon \quad (2.28)$$

où :

- y_i est la réponse ;
- $x_{i,j}$ représente un niveau du facteur ij ;
- B_0 et B_i sont les coefficients du polynôme ;
- Δ est le manque d'ajustement ;
- ϵ est l'erreur.

2.2.3 Plan de Mélange

Les plans de mélange permettent de modéliser les résultats d'expériences lorsque celles-ci portent sur l'optimisation de formulations. En effet, les propriétés (c'est à dire les réponses Y_i) d'une formulation dépendent de sa composition (soit de ses i constituants). Le plan de mélange va traduire les variations de chaque propriété Y_i à travers la relation suivante : $Y_i = f(X_i)$ en fonction des X_i (proportions des i composants). Le modèle ainsi obtenu est appelé "loi de mélange".

Dans le cadre de la thèse, les expériences choisies sont basées sur un plan de mélange déjà pré-établi, il s'agit d'un plan de mélanges centré augmenté (Augmented Simplex-cendroid designs, SCHEFFE [1963]). Le Tableau 2.3 et la Figure 2.23 montrent la composition et la représentation des expériences réalisées.

TABLEAU 2.3 – Composition des mélanges du plan de mélange centré augmenté à 3 constituants.

Expériences	n°1	n°2	n°3	n°4	n°5	n°6	n°7	n°8	n°9	n°10
Constituant 1 (%)	100	0	0	50	50	0	33	66	17	17
Constituant 2 (%)	0	100	0	50	0	50	33	17	66	17
Constituant 3 (%)	0	0	100	0	50	50	33	17	17	66

Chaque expérience est réalisée une fois sauf la n°7, qui est répétée cinq fois afin de déterminer l'écart-type de la réponse. Dans le plan de mélanges centré augmenté, les points 8, 9 et 10 (points jaunes) sont ajoutés au plan. Ces points ne sont pas utilisés pour définir le modèle mais pour la tester la qualité de l'interpolation.

La réponse est reliée à la composition du mélange en utilisant l'équation cubique suivante (TINSSON [2010]) :

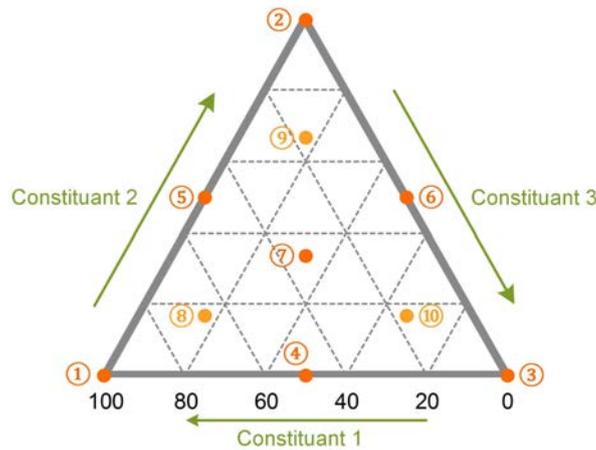


FIGURE 2.23 – Représentation graphique du plan de mélange centré augmenté à trois constituants.

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 \quad (2.29)$$

où y est la réponse modélisée, b_1 à b_{123} sont les coefficients du polynôme et x_1 , x_2 et x_3 sont les fractions des trois constituants du mélange. La somme des fractions x_1 , x_2 et x_3 doit toujours être égale à 1. Les sept coefficients b_i de ce modèle peuvent être estimés en utilisant la régression multiple. Cela nécessite au moins sept expériences, situées dans l'espace expérimental. Après la détermination du modèle, les valeurs de la réponse peuvent être prédites pour chaque formulation comprise dans l'espace expérimental (OEHLERT [2000]).

2.2.4 Calculs statistiques et interprétation des résultats

La robustesse des modèles définis est testée avec deux outils : le test F de Fisher pour la significativité du modèle et le test t de Student pour la significativité des coefficients.

2.2.4.1 Analyse de la variance : Test de Fisher

L'analyse de la variance (ANOVA : Analysis of Variance) étudie les différences de moyenne entre les réponses expérimentales et théoriques. Elle détermine si le modèle défini est significatif ou non. La variation totale des réponses Y (somme totale des carrés, SSTO) est divisée en deux composantes : l'une est la composante de régression de l'équation (somme des carrés de régression, SSR) et l'autre est la composante résiduelle (somme des carrés des erreurs, SSE). La première est testée en comparaison avec la seconde. Ces composantes sont la somme des écarts quadratiques et leurs équations sont résumées dans le tableau d'analyse de la variance (Tableau 2.4).

TABEAU 2.4 – Tableau de l'analyse de la variance : Test de Fisher.

Source des variations	Degrés de liberté (DDL)	Somme des carrés	Moyenne des carrés	Fisher
Régression	p	SSR	$MSR = \frac{SSR}{p}$	$F^* = \frac{MSR}{MSE}$
Résidus	$n - p - 1$	SSE	$MSE = \frac{SSE}{n - p - 1}$	
Total	$n - 1$	SSTO		

avec :

$$SSR = \sum (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (2.30)$$

$$SSE = \sum (\hat{y}_i - \bar{y}_i)^2 \quad (2.31)$$

$$SSTO = SSR + SSE \quad (2.32)$$

où y_i sont les réponses expérimentales, \hat{y}_i sont les réponses théoriques et \bar{y}_i est la réponse moyenne. Ensuite, le rapport F^* est comparé à une variable critique prise dans la table F pour $\alpha = 5\%$ (risque). Ainsi, si F^* est supérieur au niveau critique considéré, le modèle est considéré comme statistiquement significatif. Une autre analyse statistique est effectuée sur les coefficients (GOPY et CREIGHTON [2006]; OEHLERT [2000]).

2.2.4.2 Analyse statistique des coefficients : Test de Student

Pour tester l'influence d'une variable sur la réponse, un risque égal à 5% est considéré lors de l'analyse statistique des coefficients basée sur l'hypothèse H_0 qui affirme que le coefficient B_i est nul.

Tout d'abord, le coefficient statistique, noté t_{exp} , est calculé pour chaque coefficient B_i ainsi que la variance résiduelle (en remplacement de la variance expérimentale), notée σ_i . Ensuite, le t_{exp} est comparé à une variable critique de la distribution t , notée t_{th} , pour $\alpha = 5\%$ (risque). Ainsi, si t_{exp} est supérieur à t_{th} , l'hypothèse H_0 est rejetée et donc l'effet du facteur est considéré comme statistiquement significatif. Généralement, les résultats de l'analyse des coefficients sont regroupés dans un tableau du même type que le Tableau 2.5.

TABLEAU 2.5 – Tableau de l'analyse statistique des coefficients.

Coefficient	σ	t_{exp}	Significativité
B_i	$\sigma_i = \sqrt{MSE \times c_{ii}}$	$t_{exp,i} = \frac{B_i}{\sigma_i}$	$t_{exp} > t_{th}$

avec :

- σ_i : Ecart-type du coefficient B_i ;
- c_{ii} : Terme diagonal de rang i de la matrice de dispersion notée $[{}^t\mathbf{XX}]^{-1}$.

Si un coefficient est considéré comme non pertinent, il est possible de l'éliminer mais son impact sur le coefficient de corrélation ajusté R_A^2 devra être évalué (GOPY et CREIGHTON [2006]).

2.2.4.3 Coefficient de corrélation ajusté R_A^2

En présence de plusieurs variables, le coefficient de détermination R^2 ne doit pas être utilisé pour comparer la qualité descriptive des différents modèles. L'utilisation du coefficient de corrélation ajusté R_A^2 est requise. Ce coefficient prend en compte le nombre de variables présentes dans le modèle et dépend de l'équation (2.33) :

$$R_A^2 = R^2 \times \frac{n-1}{DDL} = 1 - \frac{\sum (y_i^2)}{(n-1) \times var(y_i)} \times \frac{n-1}{n-p-1} \quad (2.33)$$

Plus le coefficient de corrélation ajusté R_A^2 est proche de 1, plus les valeurs calculées seront proches des valeurs expérimentales (GOPY et CREIGHTON [2006]; OEHLERT [2000]).

Bibliographie

- ADAPA, P. K., L. G. TABIL et G. J. SCHOENAU. 2009, «Compression characteristics of selected ground agricultural biomass», *Agricultural Engineering International : CIGR Journal*. URL <http://cigrjournal.org/index.php/Ejournal/article/view/1347>. 40
- AFNOR. 1997, «NF V 18-122 - Aliments des animaux - Détermination séquentielle des constituants pariétaux - Méthode par traitement aux détergents neutre et acide et à l'acide sulfurique», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-v18-122/aliments-des-animaux-determination-sequentielle-des-constituants-parietaux-methode-par-traitement-aux-detergents-neutre-et-a/article/743195/fa044458>. 30
- AFNOR. 2000, «NF EN ISO 12570 - Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination du taux d'humidité par séchage à chaud», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-iso-12570/performance-hygrothermique-des-materiaux-et-produits-pour-le-batiment-determination-du-taux-d-humidite-par-sechage-a-chaud/article/639774/fa023649>. 34
- AFNOR. 2013, «NF EN 826 - Produits isolants thermiques destinés aux applications du bâtiment - Détermination du comportement en compression», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-826/produits-isolants-thermiques-destines-aux-applications-du-batiment-determination-du-comportement-en-compression/article/803085/fa177329>. 40, 41
- AMZIANE, S., F. COLLET, M. LAWRENCE, C. MAGNIONT, V. PICANDET et M. SONEBI. 2017, «Recommendation of the RILEM TC 236-BBM : characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity», *Materials and Structures*, vol. 50, n° 3, p. 167, ISSN 1359-5997. URL <https://link.springer.com/article/10.1617/s11527-017-1029-3>. 32, 33, 36, 39
- ASTM. 1997, «ASTM D854-92e - Standard test methods for specific gravity of soil solids by water pycnometer», URL <https://www.astm.org/Standards/D854>. 35
- BESNARD, G., F. HILD et S. ROUX. 2006, «“Finite-element” displacement fields analysis from digital images : Application to Portevin–Le Châtelier bands», *Experimental Mechanics*, vol. 46, n° 6, p. 789–803, ISSN 0014-4851. URL <https://link.springer-com.passerelle.univ-rennes1.fr/article/10.1007/s11340-006-9824-8>. 43, 44
- BLABER, J. et A. ANTONIOU. «Ncorr v1.2», URL <http://www.ncorr.com/index.php/downloads>. 43
- BSI. 1997, «BSI EN ISO 846 : Plastics : Evaluation of the Action of microorganisms», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/bs-en-iso-8461997/plastiques-evaluation-de-l-action-des-micro-organismes/article/705700/eu081699>. 42
- CARRIER, M., A. LOPPINET-SERANI, D. DENUX, J.-M. LASNIER, F. HAM-PICHAVANT, F. CANSSELL et C. AYMONIER. 2011, «Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass», *Biomass and Bioenergy*, vol. 35, n° 1, p. 298–307, ISSN 0961-9534. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0961953410003314>. 30
- CHU, T. C., W. F. RANSON et M. A. SUTTON. 1985, «Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics», *Experimental Mechanics*, vol. 25, n° 3, p. 232–244, ISSN 0014-4851. URL <https://link.springer-com.passerelle.univ-rennes1.fr/article/10.1007/BF02325092>. 43

- CLAUSEN, C. A. et V. W. YANG. 2013, «Image analysis for mould and sapstain detection on wood», dans *The International Research Group on Wood Protection*, Stockholm (Sweden), ISBN 2000-8953. URL https://www.fpl.fs.fed.us/documnts/pdf2013/fpl_2013_clausen001.pdf. 43, 47
- CONSTRUIRE EN CHANVRE. 2018, «Label chanvre bâtiment», URL <http://www.construire-en-chanvre.fr/?q=techniques-construction/label-chanvre-batiment>. 33
- CONTRERAS, L., D. GUTIÉRREZ CHAVEZ, I. VALDIVIA MACEDO, R. GOVEA CASARES et J. T. RAMIREZ CARRILLO. 1999, «Two techniques for measuring neutral detergent (NDF) and acid detergent fibers (ADF) in forages and by-products», *Archivos de Zootecnia*, vol. 48, n° 183, p. 351–354. URL <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.622.1733&rep=rep1&type=pdf>. 30
- CÉRÉZO, V. 2005, *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, thèse de doctorat, Villeurbanne, INSA. URL <http://www.theses.fr/2005ISAL0037>. 40
- DIRECTIVE EUROPÉENNE. 2003, «XP ENV 12038 - Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Panneaux à base de bois - Méthode d'essai pour déterminer la résistance aux champignons basidiomycètes lignivores», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/xp-env-12038/durability-of-wood-and-wood-based-products-wood-based-panels-method-of-test-for-determining-the-resistance-against-wood-destroying-basidiomycetes/article/702406/fa103010>. 47
- DIRECTIVE EUROPÉENNE. 2013, «NF EN 13501-1 - Classement au feu des produits et éléments de construction - Partie 1 : Classement à partir des données d'essais de réaction au feu», URL <https://norminfo.afnor.org/norme/NF%20EN%2013501-1/classement-au-feu-des-produits-et-elements-de-construction-partie-1-classement-a-partir-des-donnees-dessais-de-reaction-au/>117125. 47
- DUBOIS, M., K. A. GILLES, J. K. HAMILTON, P. A. T. REBERS et F. SMITH. 1956, «Colorimetric method for determination of sugars and related substances», *Analytical chemistry*, vol. 28, n° 3, p. 350–356. URL <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ac60111a017>. 31
- EVON, P. 2008, *Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis : étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage*, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique. URL <http://ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000668/>. 31
- GARZÓN-BARRERO, N. M., M. A. SHIRAKAWA, S. BRAZOLIN, R. G. D. F. N. DE BARROS PEREIRA, I. A. R. DE LARA et H. SAVASTANO. 2016, «Evaluation of mold growth on sugarcane bagasse particleboards in natural exposure and in accelerated test», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 115, p. 266–276, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830516303535>. 43, 47
- GOUPY, J. et L. CREIGHTON. 2006, *Introduction aux plans d'expériences*, Dunod, Paris, ISBN 978-2-10-049744-7. OCLC : 228784527. 48, 51
- GUO, L., D. WANG, L. G. TABIL et G. WANG. 2016, «Compression and relaxation properties of selected biomass for briquetting», *Biosystems Engineering*, vol. 148, p. 101–110, ISSN 1537-5110. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1537511015304426>. 40
- HOLO3, LMT-CACHAN et A. G. INNOVATIONS. «Correli STC», URL <http://www.correli-stc.com/accueil.html>. 43

- JOHANSSON, P., A. EKSTRAND-TOBIN, T. SVENSSON et G. BOK. 2012, «Laboratory study to determine the critical moisture level for mould growth on building materials», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 73, p. 23–32, ISSN 0964-8305. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0964830512001230>. 43
- MANI, S., L. G. TABIL et S. SOKHANSANJ. 2004, «Evaluation of compaction equations applied to four biomass species», *Canadian biosystems engineering*, ISSN 1492-9058. URL <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US201300970671>. 40
- MARQUIS, D., M. PAVAGEAU, E. GUILLAUME et L. BUSTAMANTE VALENCIA. 2009, «Modélisation du comportement au feu d'un stratifié par calcul de pyrolyse : Approche combinée expérience-simulation», dans *19ème congrès Français de mécanique*, AFM, Maison de la Mécanique, Marseille. URL <http://documents.irevues.inist.fr/bitstream/handle/2042/36939/982.pdf?sequence=1>. 48
- MIAO, Z., J. W. PHILLIPS, T. E. GRIFT et S. K. MATHANKER. 2015, «Measurement of mechanical compressive properties and densification energy requirement of miscanthus × giganteus and switchgrass», *BioEnergy Research*, vol. 8, n° 1, p. 152–164, ISSN 1939-1234. URL <https://link.springer.com/article/10.1007/s12155-014-9495-8>. 40
- NGUYEN, T. T. 2010, *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*, thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01017510/>. 40
- NIELSEN, K. F., G. HOLM, L. P. UTTRUP et P. A. NIELSEN. 2004, «Mould growth on building materials under low water activities - Influence of humidity and temperature on fungal growth and secondary metabolism», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 54, n° 4, p. 325–336, ISSN 0964-8305. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0964830504000782>. 43
- NORME ISO. 2015, «ISO 5660-1 :2015 - Essais de réaction au feu - Débit calorifique, taux de dégagement de fumée et taux de perte de masse - Partie 1 : Débit calorifique (méthode au calorimètre à cône) et taux de dégagement de fumée (mesurage dynamique)», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/iso-5660-12015/essais-de-reaction-au-feu-debit-calorifique-taux-de-degagement-de-fumee-et-taux-de-perte-de-masse-partie-1-debit-calorifi/article/813545/xs125735>. 47
- OEHLERT, G. W. 2000, *A first course in design and analysis of experiments*, W.H. Freeman, New York, ISBN 978-0-7167-3510-6. URL <http://users.stat.umn.edu/~gary/book/fcdae.pdf>. 50, 51
- PICANDET, V., P. TRONET et C. BALEY. 2012, «Caractérisation granulométrique des chènevottes», dans *XXXème Rencontres AUGC-IBPSA*, Chambéry, Savoie. URL https://www.polytech.univ-savoie.fr/fileadmin/polytech_autres_sites/sites/augc2012/actes/Contribution1411.pdf. 33
- RODE, C., R. PEUHKURI, L. H. MORTENSEN, K. K. HANSEN, B. TIME, G. ARILD, T. OJANEN, J. AHONEN, K. SVENNBERG, L.-E. HARDERUP et J. ARFVIDSSON. 2005, «Moisture buffering of building materials», rapport, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering. URL http://orbit.dtu.dk/fedora/objects/orbit:75984/datastreams/file_2415500/content. 38
- SCHEFFE, H. 1963, «The simplex-centroid design for experiments with mixtures», *Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)*, vol. 25, n° 2, p. 235–263, ISSN 0035-9246. URL <http://www.jstor.org/stable/2984294>. 49

- STELTE, W., J. K. HOLM, A. R. SANADI, S. BARSBERG, J. AHRENFELDT et U. B. HENRIKSEN. 2011, «Fuel pellets from biomass : The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions», *Fuel*, vol. 90, n° 11, p. 3285–3290, ISSN 0016-2361. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236111002730>. 40
- SUTTON, M., J.-J. ORTEU et H. SCHREIER. 2009, *Image correlation for shape, motion and deformation measurements - Basic concepts, theory and applications*, Springer US, ISBN 978-0-387-78746-6. URL <https://www.springer.com/us/book/9780387787466>. 43
- TINSSON, W. 2010, *Plans d'expérience : Constructions et analyses statistiques*, n° 67 dans *Mathématiques & applications*, Springer, Heidelberg; New York, ISBN 978-3-642-11471-7. URL <https://www.springer.com/cn/book/9783642114717>. 49
- TRONET, P., T. LECOMPTE, V. PICANDET et C. BALEY. 2014, «Study of lime hemp composite precasting by compaction of fresh mix — An instrumented die to measure friction and stress state», *Powder Technology*, vol. 258, p. 285–296, ISSN 0032-5910. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032591014002022>. 40
- VAN SOEST, P. J., J. B. ROBERTSON et B. A. LEWIS. 1991, «Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition», *Journal of Dairy Science*, vol. 74, n° 10, p. 3583–3597, ISSN 0022-0302. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022030291785512>. 30

Chapitre 3

Caractérisation et valorisation des agro-ressources

Sommaire

3.1 Présentation des agro-ressources	58
3.1.1 Chanvre	58
3.1.2 Lin	58
3.1.3 Colza	59
3.1.4 Blé	59
3.1.5 Maïs	59
3.1.6 Transformation des agro-ressources	59
3.2 Caractérisation de la microstructure	61
3.3 Caractérisation chimique	66
3.4 Caractérisation physique	71
3.4.1 Granulométrie, taux de poussières et taux de fibres	71
3.4.2 Masses volumiques et porosité	75
3.4.3 Absorption d'eau	78
3.5 Caractérisation hygro-thermique	82
3.5.1 Conductivité thermique	82
3.5.2 Valeur tampon hygrique	84
3.6 Caractérisation mécanique	86
3.6.1 Plan de mélange	86
3.6.2 Courbes de tassement	86
3.6.3 Modèles de compression	87
3.6.4 Exploitation du plan d'expériences	88
3.6.4.1 Modèle pour déterminer la compacité maximale	89
3.6.4.2 Modèle pour déterminer la contrainte supérieure à appliquer	89
3.7 Synthèse	91
3.8 Conclusion	94
Bibliographie	95

3.1 Présentation des agro-ressources

Les agro-ressources utilisées dans ce projet sont des co-produits agricoles cultivés en Vendée et issus de cinq plantes différentes qui sont : le chanvre, le lin, le colza, le blé et le maïs (Figure 3.1). Elles ont été collectées et transformées par la Coopérative Agricole de Vendée (CAVAC, France), en 2015. Après transformation, ces agro-ressources permettent la production des granulats suivants : chènevottes, fines de chanvre, anas de lin, fines de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs, avec différentes répartitions granulométriques.

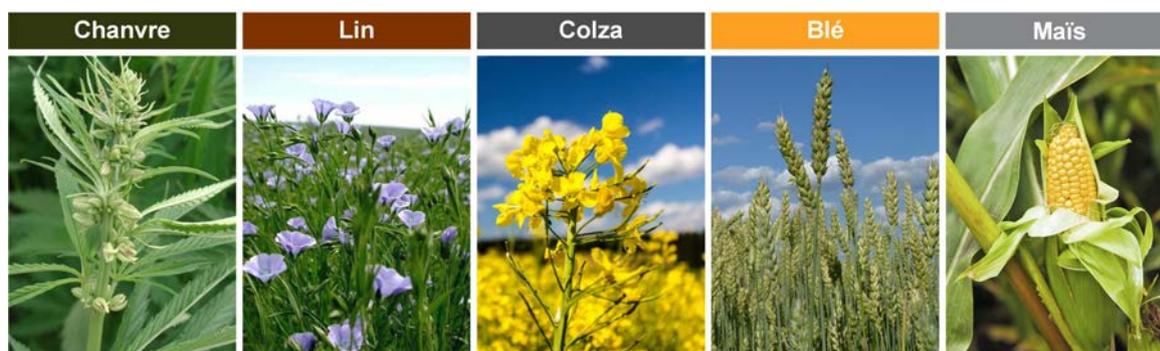


FIGURE 3.1 – Plants de chanvre, lin, colza, blé et maïs.

3.1.1 Chanvre

Le chanvre est cultivé prioritairement pour ses fibres qui peuvent être de type papetière (fabrication de la pâte à papier) ou techniques (fabrication de non tissés, de laines de chanvre, de géotextiles...) et qui représentent entre 29 et 32 % du poids de la paille. Celles-ci sont obtenues suite au défibrage mécanique du chanvre qui va générer un résidu de paille qui représente environ 55 % du poids initial du chanvre et qui est appelé chènevotte. Cette dernière va être dépoussiérée, tamisée et triée en fonction des applications recherchées. Elle est valorisée comme litière naturelle pour les animaux, paillage horticole, enduit mélangé avec de la chaux ou encore comme béton de chanvre. Quant aux poussières (fines de chanvre) qui sont récupérées tout au long du processus de défibrage, elles représentent 10 à 15 % du poids de la paille. Les graines de chanvre (également appelée chènevis) sont des graines oléagineuses valorisables. En effet, elles sont utilisées dans l'alimentation animale (oiseaux et vaches laitières), pour fabriquer de l'huile (MEIRHAEGHE [2011]) et en cosmétique.

3.1.2 Lin

Le lin oléagineux est cultivé pour ses graines qui ont une forte teneur en Omega 3 et non pour ses fibres comme dans le cas du chanvre. Ces dernières représentent tout de même environ 25 % du poids de la paille. Elles sont obtenues suite au teillage du lin. Cette opération consiste à séparer mécaniquement les fibres des parties ligneuses de la plante. A l'issue de cette étape, des fragments de paille sont également récupérés, il s'agit des anas et ils représentent environ 65 % du poids initial du lin. Ils sont valorisés comme litière naturelle pour les animaux, paillage horticole, panneaux agglomérés ou encore comme combustible pour chaufferie. Comme lors du défibrage du chanvre, des poussières (fines de lin) sont récupérées et elles représentent environ 10 % du poids de la paille (MEIRHAEGHE [2011]).

3.1.3 Colza

Le colza est cultivé pour ses graines qui sont principalement destinées à la production d'huile alimentaire et d'agro-carburant. Lors du battage du colza, la paille (partie de la tige) est coupée, rejetée, débarrassée des graines sur-le-champ par la moissonneuse-batteuse sous forme d'andains. Elle est valorisée comme litière naturelle pour les animaux, paillage horticole ou alimentation animale (BODINEAU et POUET [2006]).

3.1.4 Blé

Le blé fait partie des céréales les plus cultivées et consommées par l'homme. Lors de la moisson du blé, la paille est laissée au champ sous forme d'andains une fois qu'elle a été débarrassée de ses graines comme pour le colza. Elle est ensuite valorisée comme alimentation animale, paillage, matière première de la biométhanisation ou encore comme combustible (BODINEAU et POUET [2006]).

3.1.5 Maïs

Comme le blé, le maïs fait également partie des céréales les plus cultivées et consommées par l'homme. La plupart du temps, après la récolte des grains, les cannes (tiges) et les rafles (support des grains) sont abandonnées dans les champs. Les rafles de maïs représentent entre 7 et 8 % du poids en matière sèche de la partie aérienne du maïs. Elle peut être valorisée comme litière pour les animaux, combustible ou pour produire de l'éthanol de seconde génération (ADAMON [2017]).

3.1.6 Transformation des agro-ressources

Les granulats d'origine végétale sont transformés à l'aide d'une défibreuse industrielle par rupture mécanique. En effet, les balles de paille (chanvre, lin, colza et blé) sont ouvertes et broyées à l'aide d'un broyeur à marteaux puis triées en trois catégories différentes : fines (uniquement pour le chanvre et le lin), fibres (uniquement pour le chanvre et le lin) et bois. Quant à la rafle de maïs, elle est directement introduite au niveau du broyeur à marteau. Cette étape permet également de séparer les chènevottes et les anas de lin des fibres. Les fines sont aspirées à plusieurs étapes du processus. Enfin, les granulats sont calibrés avec différentes grilles de tamisage (n°7, n°8, n°12 et n°14) lors de leur passage dans le tamiseur. Les granulats non calibrés retournent à l'étape du broyeur à marteaux (Figure 3.2).

Les 17 granulats bio-sourcés sélectionnés sont les suivants (GX = numéro de grille utilisé pour classer les granulats, Figure 3.3) :

- Chènevottes (*Cannabis sativa L., Futura 75*) : G7, G8, G14 et fines;
- Anas de lin (*Linum Usitatissimum L., Angora*) : G7, G8, G12, G14 et fines;
- Paille de colza : G7, G8 et G14;
- Paille de blé : G7, G8, G12 et G14;
- Rafles de maïs.

Les espèces et les variétés du colza, du blé et du maïs sont inconnues parce qu'elles sont cultivées pour leurs graines. Par conséquent, les pailles ou les rafles, qui sont des co-produits, sont mélangés sans distinction entre variétés et espèces avant d'être vendues par négoce.

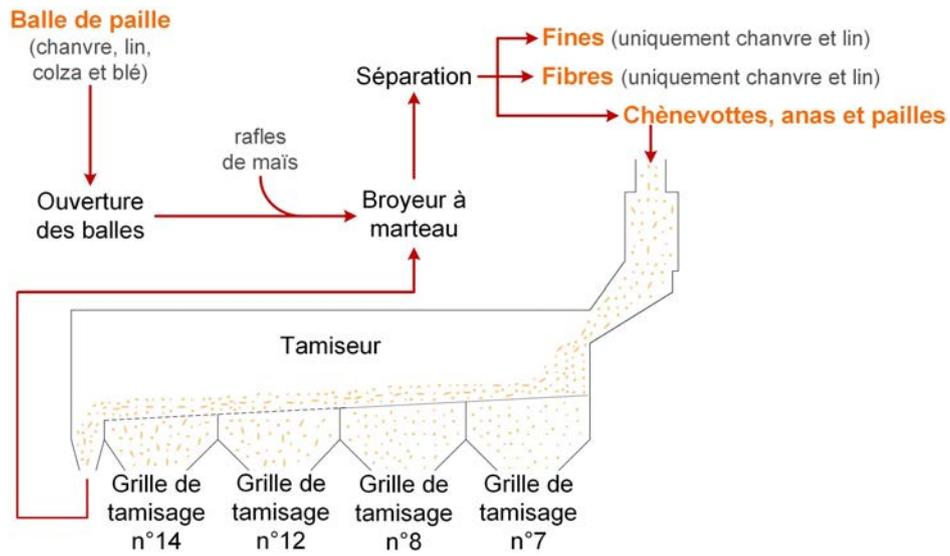


FIGURE 3.2 – Schéma du process de préparation des agro-ressources.

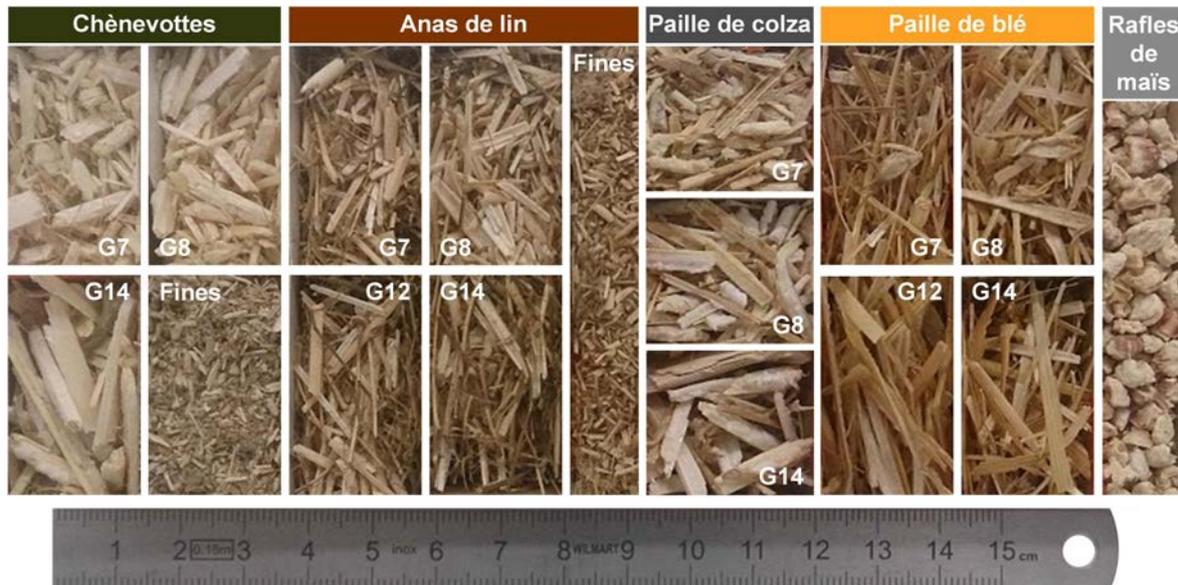


FIGURE 3.3 – Photos des différents granulats.

3.2 Caractérisation de la microstructure

La Figure 3.4 montre les coupes longitudinales et transversales des granulats avec différents grossissements et met en évidence une structure très poreuse. Le Tableau 3.1 présente les différentes microstructures des agro-ressources déterminées suite aux visualisations microscopiques (optique et MEB). Le Tableau 3.2 synthétise les type et taille des cellules présentes dans les différents tissus des végétaux. Ces dernières ont des microstructures différentes pour les raisons suivantes :

- Selon la partie de la plante utilisée comme granulats, la structure diffère. Par conséquent, la rafle de maïs, qui ne provient pas de la tige comme les autres matières premières, a une structure différente;
- En fonction de la croissance de la plante, la taille des cellules diffère ainsi que le nombre de couches et leur composition. La croissance dépend du temps et de la saison de croissance, de floraison et de récolte, de la météo et de la composition du sol;
- Selon le procédé de préparation des granulats, certaines couches cellulaires peuvent être enlevées ou non du végétal. Pour le chanvre et le lin, la défibreuse industrielle permet de séparer le bois (chènevottes ou anas) de la fibre, et donc, l'épiderme ne fait pas partie des couches présentes dans ces granulats.

Les végétaux sont composés de 3 types de tissus ayant des fonctions distinctes, et qui sont (AMZIANE et al [2017]; TAIZ et ZEIGER [2002]; VIGNON et al [1995]) :

- Le tissu dermique, c'est-à-dire l'épiderme (la plus grande partie de la couche externe sert à la protection du végétal);
- Le tissu vasculaire : le xylème (transport de l'eau) et le phloème (transport des aliments);
- Les tissus fondamentaux : composé de cellules de parenchyme (stockage des aliments), de cellule de collenchyme (support mécanique) et de cellules de sclérenchyme (support et protection mécanique, fibre).

L'épiderme (Ep) est la frontière entre la plante et le monde extérieur. Il assure la protection et régule les échanges (gaz, eau, nutriments minéraux...) avec le milieu environnant. Il est recouvert d'un cuticule cireux sur sa couche externe pour éviter la perte d'eau. Les Figures 3.4 h, k et o montrent quelques cellules de l'épiderme ainsi que le cuticule. Dans le cas des rafles de maïs, de la soie est également visible sur la surface externe (Figure 3.4 o).

Le phloème (Ph) sert au transport des sucres, des protéines et des minéraux. Il se compose de tubes criblés (TC), de cellules scléreuses et de cellules de parenchyme (CP). Les extrémités des tubes criblés sont perforées afin que la sève puisse passer au travers et ainsi circuler au sein de la plante. Les Figures 3.4 a, c, h, j, k, m, m, n et o montrent le phloème pour chaque agro-ressource, avec des tubes criblés et des cellules de parenchyme. Dans les Figures 3.4 a, m et n, les cellules de parenchyme contiennent des granules d'amidon (GA, CORTELLA et POCHEITINO [1994]).

Le cambium vasculaire (CV) est un tissu végétal situé entre le xylème (Xy) et le phloème (Ph). Quand il grandit, il forme un anneau qui est connu sous le nom d'anneau de cambium. La Figure 3.4 c montre le cambium vasculaire dans le cas des chènevottes.

Le xylème (Xy) transporte l'eau et est composé de trachéides (Tr) et de vaisseaux (Va). Lorsqu'elles arrivent à maturité, ces cellules meurent. Les trachéides sont de longues cellules creuses qui permettent à l'eau de circuler. Ces cellules sont visibles sur les Figures 3.4 b, d, d, e, f, g, h, h, j, k et l, pour toutes les agro-ressources à l'exception des rafles de maïs. Les vaisseaux sont plus larges et plus courts que les trachéides et à leurs extrémités, les parois ont disparu afin de former une longue série continue de tubes permettant de faciliter l'écoulement de l'eau. L'épaississement de la paroi secondaire des vaisseaux peut être annulaire, spiralé, scalariforme, réticulé ou piqué. Les Figures 3.4 b, g, h, j et k montrent des vaisseaux dans les chènevottes, la paille de colza et la paille de blé.

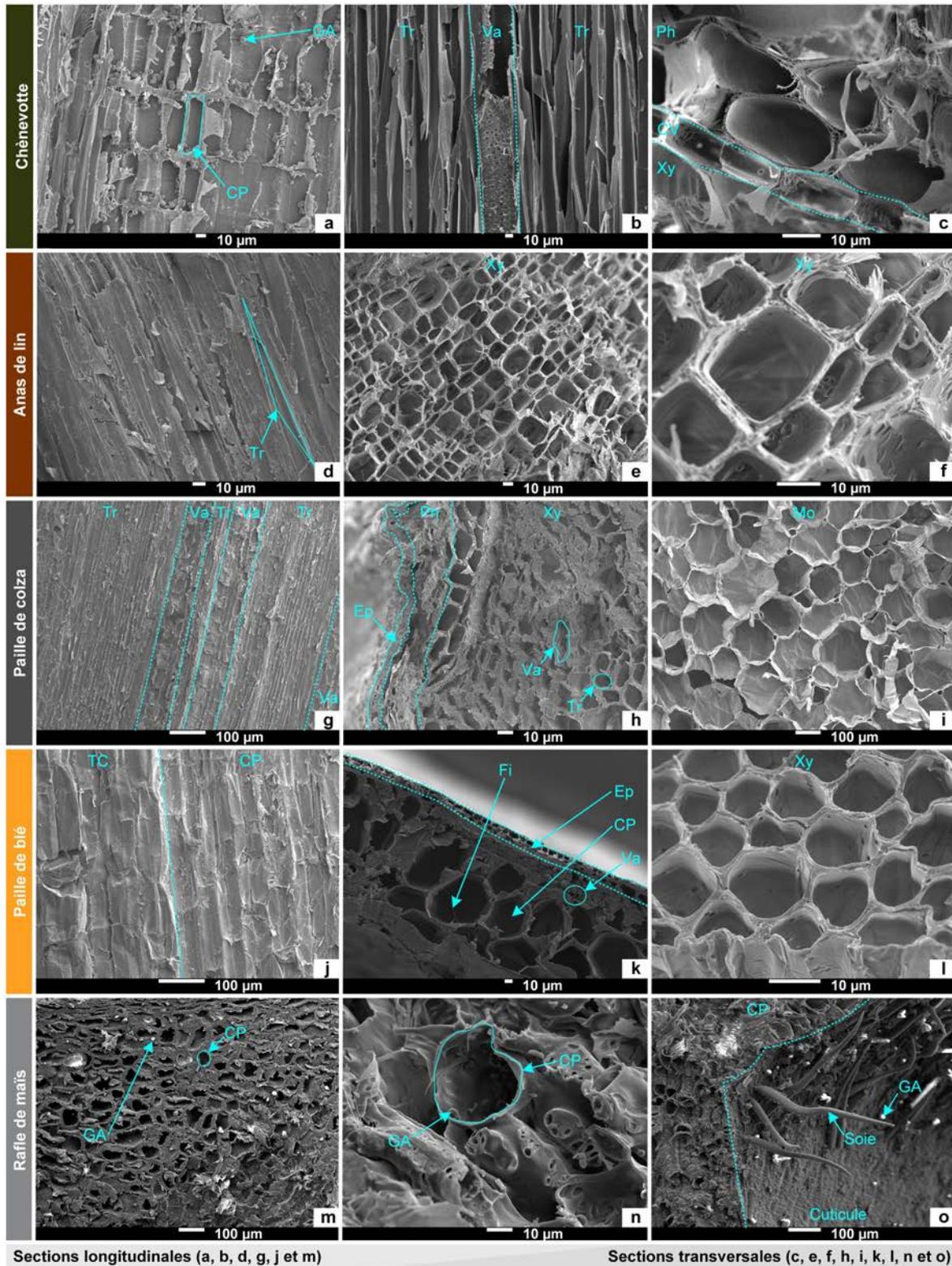


FIGURE 3.4 – Sections longitudinales et transversales des agro-ressources (Ep : Épiderme, Fi : Fibre, Ph : Phloème, CP : Cellule de Parenchyme, TC : Tube Criblé, GA : Granule d'Amidon, CV : Cambium Vasculaire, Xy : Xylème, Tr : Trachéide, Va : Vaisseau, Mo : Moelle et EC : Espace creux).

TABLEAU 3.1 – Microstructure des agro-ressources (Ep : Épiderme, Ph : Phloème, CV : Cambium Vasculaire, Xy : Xylème, Mo : Moelle et EC : Espace Creux).

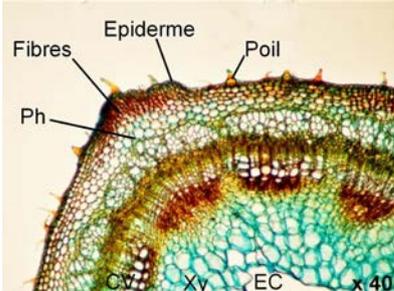
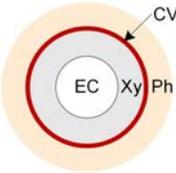
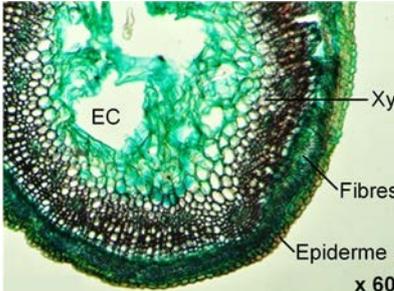
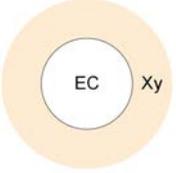
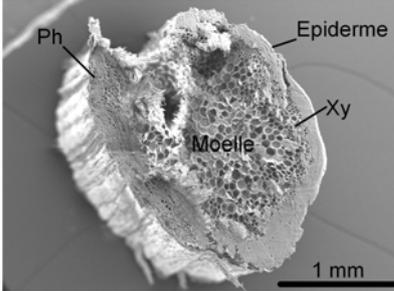
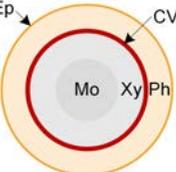
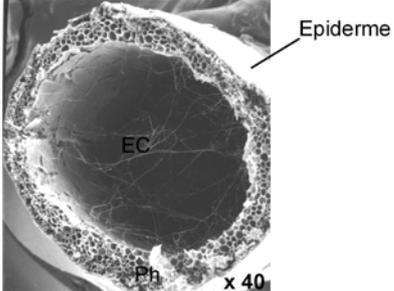
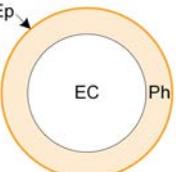
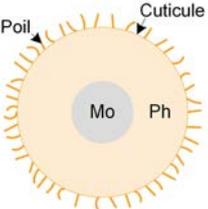
Agro-ressource	Visualisation microscopique ou macroscopique	Schéma	Référence
Chênevotte	 <p>Mikroskopia [2014]</p>		BOULOC [2006]
Anas de lin	 <p>Mikroskopia [2013]</p>		JOHNSON et KERR [2015]
Paille de colza			-
Paille de blé	 <p>Shroomery [2007]</p>		GHAFFAR et FAN [2017]
Rafle de maïs			PINTO et al [2012]

TABLEAU 3.2 – Microstructure des agro-ressources et propriétés de leurs tissus (type et taille des cellules).

		Epiderme (Ep)	Phloème (Ph)			Cambium Vasculaire (CV)	Xylème (Xy)		Moelle (Mo) ou Espace Creux (EC)
			Cellules de Parenchyme (CP)	Tubes Criblés (TC)	Granules d'Amidon (GA)		Trachéides (Tr)	Vaisseaux (Va)	
Chênevottes	Type	Rectangulaire	-	-	Sphérique (simple or composé)	Rectangulaire	Piqué	Annulaire	Espace creux
	Ø (µm)	I ₁ : 6 - 8 I ₂ : 10 - 12	10 - 20	35 - 50	3 - 7	I ₁ : 6 - 8 I ₂ : 14 - 18	10	50	
	L (µm)	-	50 - 70	-	-	-	100 - 150	90 - 110	
Anas de lin	Type	Sans objet	Sans objet			Sans objet	Piqué	Réticulé	Espace creux
	Ø (µm)						9 - 12	15 - 35	
	L (µm)						130 - 150	-	
Paille de colza	Type	Non mesuré	-	-	Sphérique (simple)	Non observé	Piqué	Réticulé	Moelle
	Ø (µm)		10 - 20	-	3 - 5		10	15 - 50	50 - 100
	L (µm)		130	-	-		100 - 130	30 - 50	-
Paille de blé	Type	Rectangulaire	-	-	Sphérique (simple)	Sans objet	Piqué	Annulaire	Espace creux
	Ø (µm)	I ₁ : 5 - 8 I ₂ : 10 - 12	5 - 25	50	20		6 - 15	25 - 30	
	L (µm)	-	160 - 220	100	-		-	-	
Rafles de maïs	Type	Sans objet	Polyhedral	-	Polyhédrique (simple)	Sans objet	Sans objet		Non observé
	Ø (µm)		40	-	5				
	L (µm)		100	-	-				

Les plus grandes cellules de parenchyme contenues dans les végétaux servent à composer la moelle (Mo). La Figure 3.4 i montre les cellules de moelle dans la paille de colza.

La Figure 3.5 montre la surface intérieure de la paille de colza, les surfaces extérieures et intérieures de la paille de blé et la surface extérieure des rafles de maïs, avec différents grossissements. La moelle de la paille de colza est visible sur la Figure 3.5 a et b. En effet, elle compose la surface intérieure de la paille suite à son écrasement avec le broyeur à marteau lors de la préparation des granulats. La surface extérieure de la paille de blé est visible sur la Figure 3.5 c. Le cuticule de la paille de blé a une surface plane. La surface intérieure de la paille de blé est visible sur la Figure 3.5 d. La surface est plane et comprend des granules d'amidon (GA) et de l'amidon recristallisé (AR) (PÉREZ et BERTOFT [2010]). Les Figures 3.5 e et f montrent la surface extérieure des rafles de maïs. Le cuticule est lisse entre les remontées "en forme de corde" (GRAAFF et VAN STADEN [1983]). Il comprend également des granules d'amidon.

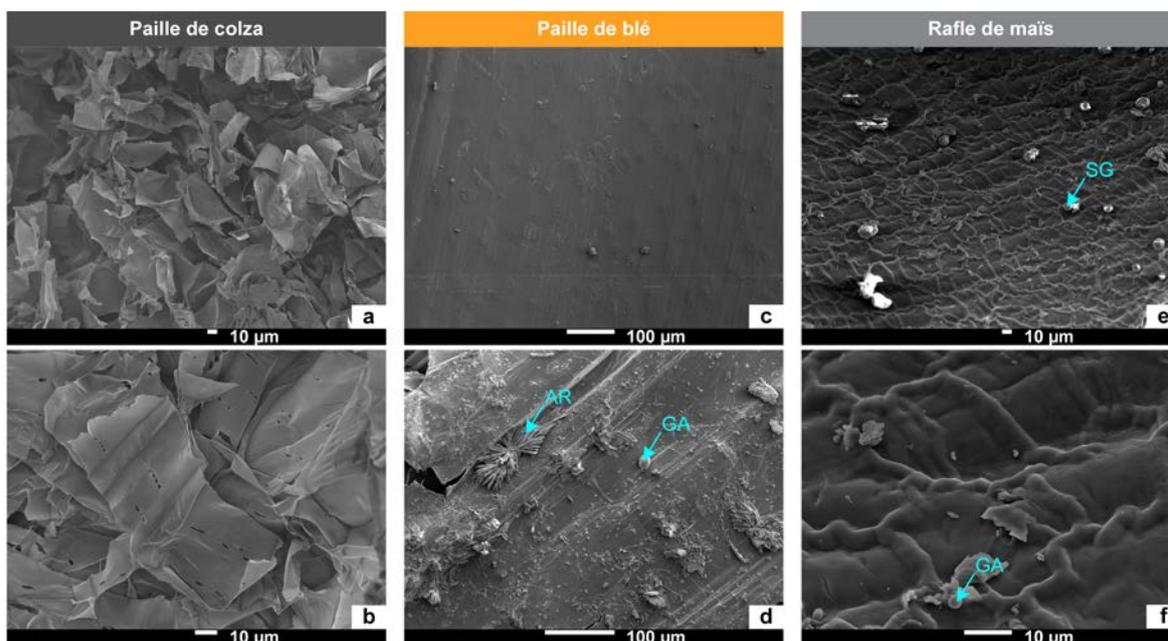


FIGURE 3.5 – Surfaces intérieures (a, b et d) et extérieures (c, e et f) des agro-ressources (GA : Granules d'Amidon et AR : Amidon Recristallisé).

La Figure 3.6 montre les fines de chanvre et de lin avec différent grossissements. Le Tableau 3.3 donne la taille et le type de particules qui composent les fines de chanvre et de lin. Les fines sont composées de granulats (chènevottes ou anas), de fibres et de poussières. Les granulats ont une longueur inférieure à 3 mm. Les fibres ont un diamètre d'environ 10 µm et une longueur supérieure à 1500 µm pour le chanvre et supérieure à 3000 µm pour le lin. Les Figures 3.6 c et f montrent la structure d'une poussière. Elle est composé d'une chènevotte ou d'un anas écrasé. En effet, sur les micrographies MEB, un vaisseau spiralé (pour le chanvre) ou un vaisseau réticulé (pour le lin) et des trachéides piquées, qui font partie de la couche du xylème, sont visibles.

TABLEAU 3.3 – Type de particules et leur taille composant les fines de chanvre et de lin.

	Fines de chanvre	Fines de lin
Granulat	< 3 mm	< 3 mm
Fibre	Ø : 10 µm, L : 1500 µm	Ø : 10 µm, L : 3000 µm
Poussière	< 0.25 mm	< 0.25 mm

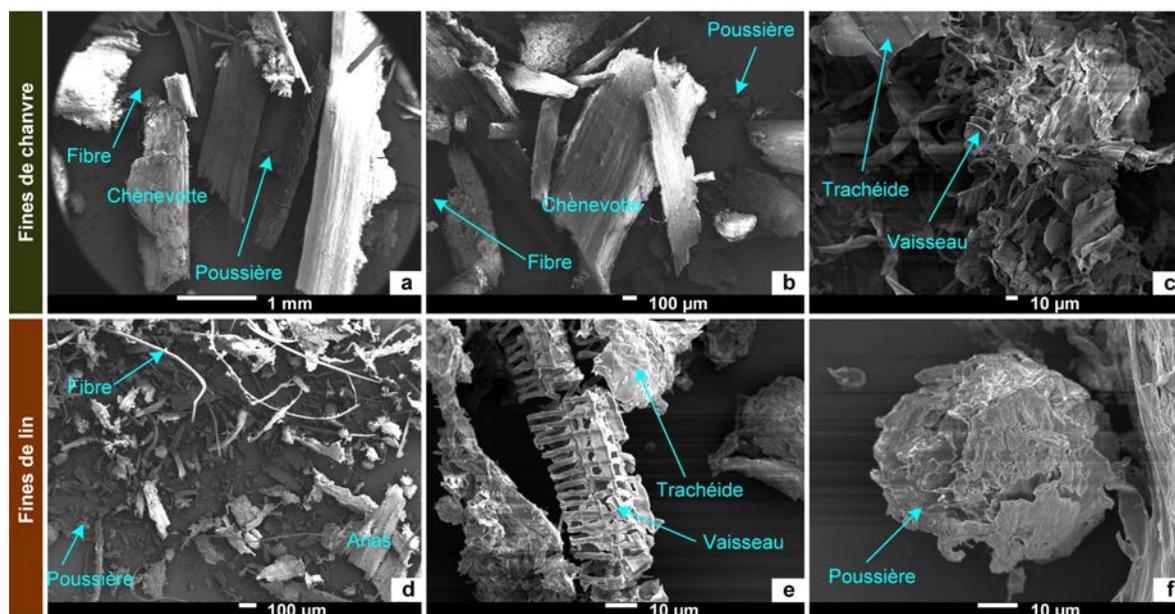


FIGURE 3.6 – Micrographies MEB des fines de chanvre et de lin.

3.3 Caractérisation chimique

La Figure 3.7 donne les spectres IRTF des chènevottes, des anas de lin, des pailles de colza, des pailles de blé et des rafles de maïs, tandis que le Tableau 3.4 présente une synthèse bibliographique des assignations des bandes d'absorption IRTF. Le spectre de la cellulose possède un pic caractéristique et distinct des autres composants, à une longueur d'onde de 719 cm^{-1} . Le spectre de la lignine présente des pics caractéristiques aux longueurs d'ondes suivantes : 3300 , 1638 , 1583 , 1512 , 1463 et 1095 cm^{-1} . Le spectre de l'hémicellulose possède des pics caractéristiques aux longueurs d'ondes suivantes : 2918 , 1734 , 1415 , 1371 , 1240 , 1150 , 1019 , 954 et 895 cm^{-1} . Cependant, l'hémicellulose ne possède pas de liaison spécifique, et donc de longueur d'onde spécifique qui ne correspond qu'à elle-même. En effet, la structure des monomères composant l'hémicellulose est similaire aux unités de cellulose, aux monomères de pectine ou aux monomères de lignine comme le montre la Figure 3.8. De plus, la spectroscopie infra-rouge ne détecte qu'un groupement atomique grâce à leur fréquence de vibration caractéristique et non une molécule.

TABLEAU 3.4 – Assignations des bandes d'absorption de l'IRTE

Bandes d'absorption	Assignations	Sources	Références
3291 - 3336 cm^{-1}	Élongation O-H	Lignine Polysaccharides	TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013] XU et al [2006] ZHANG et al [2015]
2917 - 2918 cm^{-1}	Élongation C-H du méthyl, méthylène ou méthane	Cellulose Cires Graisses Hémicellulose Polysaccharides	TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013] XU et al [2006]
2849 - 2850 cm^{-1}	Élongation symétrique et asymétrique de CH ₂	Cires Graisses Lignine Polysaccharides	ABIDI et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013]
1731 - 1737 cm^{-1}	Élongation C=O non conjugué d'un acétyle	Lignine Xylane (hémicellulose)	ABIDI et al [2014] DIQUÉLOU et al [2015] MANARA et al [2014]

Suite à la page suivante

TABLEAU 3.4 – Suite de la page précédente

Bandes d'absorption	Assignations	Sources	Références
			TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013] XU et al [2006]
1638 cm ⁻¹	Déformation OH de l'eau adsorbée Élongation C=O d'une cétone conjuguée	Eau Lignine	ABIDI et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2006]
1603 cm ⁻¹	Vibration du squelette aromatique	Lignine	MANARA et al [2014] XU et al [2006]
1579 - 1588 cm ⁻¹	Vibration d'un cycle aromatique Élongation C=O	Lignine	XU et al [2013]
1509 - 1515 cm ⁻¹	Élongation symétrique C=C aromatique	Lignine	MANARA et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013] XU et al [2006]
1463 cm ⁻¹	Élongation symétrique C=C Vibrations des méthyl aromatiques	Lignine	MANARA et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2006]
1411 - 1421 cm ⁻¹	aromatique Vibration du squelette aromatique	Hémicellulose Lignine Pectine	ABIDI et al [2014] MANARA et al [2014] XU et al [2013] XU et al [2006]
1370 - 1373 cm ⁻¹	Élongation C-H aliphatique dans CH ₃	Cellulose Hémicellulose Lignine Polysaccharides	ABIDI et al [2014] XU et al [2013] XU et al [2006]
1316 - 1323 cm ⁻¹	Élongation C-O	Cellulose Syringyle (lignine)	XU et al [2006] ZHANG et al [2015]
1236 - 1245 cm ⁻¹	Élongation C-O aromatique	Lignine Xylane (hémicellulose)	ABIDI et al [2014] DIQUÉLOU et al [2015] MANARA et al [2014] XU et al [2006] ZHANG et al [2015]
1142 - 1159 cm ⁻¹	Élongation C-O d'un ester	Cellulose Hémicellulose Lignine	ABIDI et al [2014] MANARA et al [2014] XU et al [2006] ZHANG et al [2015]
1095 - 1098 cm ⁻¹	Déformation dans le plan C-H aromatique	Guaïacyle (lignine)	ABIDI et al [2014] XU et al [2006]
1008 - 1036 cm ⁻¹	Vibrations des C-C, C-OH, C-H aromatiques et des groupements latéraux	Cellulose Hémicellulose Lignine Pectine	ABIDI et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013] ZHANG et al [2015]
954 cm ⁻¹	Liaison glycosidique	Cellulose Hémicellulose	XU et al [2013]
892 - 899 cm ⁻¹	Élongation de liaison β-glycosidique aromatique symétrique	Hémicellulose Polysaccharides	ABIDI et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012] XU et al [2013]
719 cm ⁻¹	Vibration CH ₂	Cellulose	ABIDI et al [2014]
661 - 663 cm ⁻¹	Déformation hors plan O-H	Cellulose Polysaccharides	ABIDI et al [2014] TERPÁKOVÁ et al [2012]

Les agro-ressources étudiées ont des spectres similaires contenant ces pics caractéristiques. Pour un pic donné, l'intensité dépend de l'agro-ressource. Pour tous, le pic principal se situe à 1031 cm⁻¹ et est caractéristique de la cellulose, de la lignine, de l'hémicellulose et de la pectine. A partir du pic observé, quatre composants principaux peuvent être identifiés : la cellulose, la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Cependant, les bandes d'absorption peuvent correspondre à plusieurs composants. Ainsi, cette technique de caractérisation chimique permet d'affirmer la présence de cellulose et de lignine seulement.

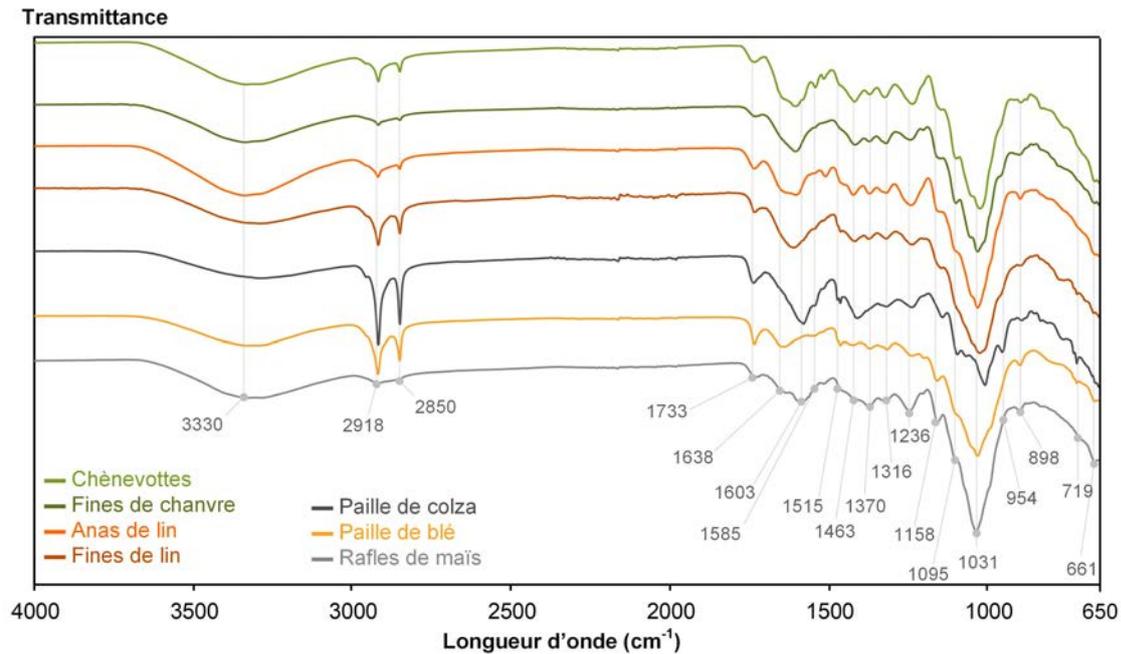


FIGURE 3.7 – Spectres IRTF des agro-ressources.

La méthode Van Soest permet de quantifier la teneur en cellulose, en hémicellulose, en lignine, en soluble et en minéraux contenus dans les agro-ressources. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.5. Les solubles sont principalement composés de pectine, de protéines et de lipides (graisse et cire). De grandes différences dans la composition chimique entre ces matières premières sont évidentes. Sur la base de la masse sèche, les agro-ressources contiennent 55 à 95 % de polysaccharides (cellulose, hémicellulose et pectine). La cellulose est le composant le plus abondant dans les cellules végétales, sauf dans le cas de la rafle de maïs où il s'agit de l'hémicellulose. D'après la Figure 3.8, c'est logique. En effet, ce composant est présent dans les différentes parois de la cellule végétale, sous forme de microfibrilles de cellulose (brins de fibres), disposée aléatoirement dans la paroi primaire puis parallèlement avec des inclinaisons variables en fonction de la couche de la paroi secondaire. Les microfibrilles de cellulose ont une structure rigide, formée de nombreuses molécules de cellulose, afin de créer une structure de support solide qui permet aux agro-ressources de se tenir debout. Entre les microfibrilles de cellulose, l'hémicellulose forme un réseau et est le deuxième composant des cellules végétales. Dans la paroi secondaire, la lignine, qui est la deuxième substance organique polymère la plus abondante dans la paroi cellulaire végétale, agit comme un ciment. Elle a une fonction de soutien et également de protection de la cellulose et l'hémicellulose (CHEN et al [2017]; SORIEUL et al [2016]).

La rafle de maïs a la plus faible teneur en lignine et en minéraux (3.30 % et 0.46 %), mais la plus forte teneur en hémicellulose (38.81 %). Les fines de lin ont les teneurs en hémicellulose et en cellulose les plus faibles (15.80 % et 28.51 %), mais les teneurs en minéraux et en solubles les plus élevées (29.15 % et 4.20 %). Les anas de lin ont la plus faible teneur en solubles (7.56 %) mais la plus forte teneur en lignine (20.98 %). La paille de colza a la teneur en cellulose la plus élevée (53.06 %).

Le Tableau 3.6 synthétise les valeurs trouvées dans la littérature. Pour une agro-ressource donnée (même variété et espèce), des divergences apparaissent entre les résultats obtenus au cours de cette étude et les valeurs qui se trouvent dans la littérature. En effet, la composition chimique dépend également de la zone de culture, de la météo (soleil, humidité relative, température, pluie et vent) et de la maturité de la plante (KYMÄLÄINEN et SJÖBERG [2008]; VIGNON et al [1995]). Les agro-ressources s'adaptent à l'environnement dans lequel elles poussent. D'une manière générale, les agro-ressources de la CAVAC (Vendée, France) contiennent moins de lignine et de minéraux

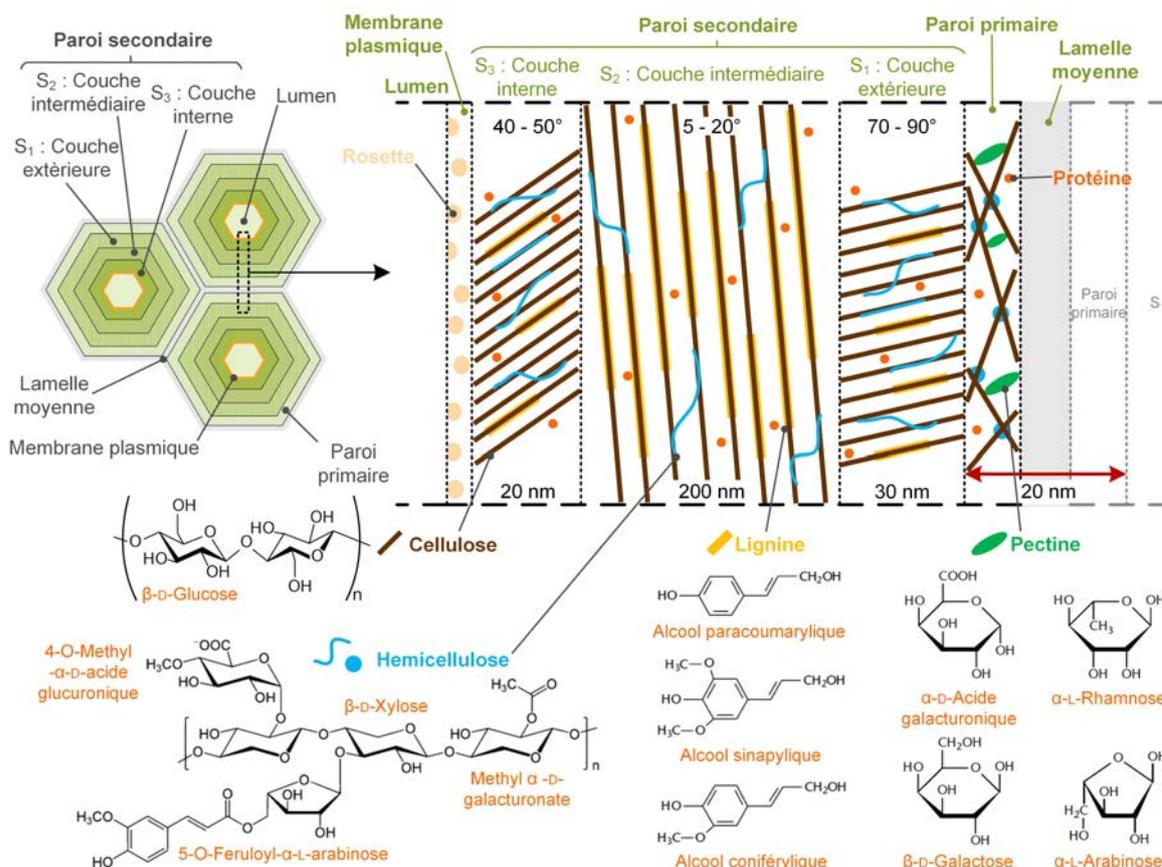


FIGURE 3.8 – Illustration schématique des cellules végétales réalisée à partir des références : ANWAR et al [2014], HARRIS [2006] et SORIEUL et al [2016] pour le modèle de paroi cellulaire et des références : ANWAR et al [2014] et FRY [2001] pour la composition chimique.

mais plus de solubles par rapport aux composition de la biomasse lignocellulosiques trouvées dans la littérature bien que ces résultats restent assez semblables.

Le Tableau 3.7 donne la teneur en pectine des agro-ressources étudiées, déterminée par la méthode du phénol-sulfurique. La pectine est une macromolécule complexe qui est composée de 17 monosaccharides différents contenant plus de 20 liaisons chimiques différentes (Figure 3.8). La pectine est présente, dans une cellule végétale, dans la lamelle moyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. La pectine joue plusieurs rôles lors de la croissance de la plante : elle donne de la force à la plante, elle active les réponses de défense de la plante, et elle permet le déclenchement de la lignification (VORAGEN et al [2009]). D'après le Tableau 3.7, pour chaque agro-ressource, la pectine est le principal composant contenu dans les solubles. Pour le lin, le colza, le blé et le maïs, la quantité de pectine, déduite par la méthode du phénol-sulfurique, est supérieure à la quantité

TABEAU 3.5 – Composition chimique des agro-ressources déterminée par la méthode Van Soest.

Agro-ressources	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Solubles (%)	Minéraux (%)
Chênevottes	49.97 ± 0.81	21.42 ± 0.71	9.52 ± 0.11	17.75 ± 0.51	0.67 ± 0.02
Fines de chanvre	42.66 ± 1.45	18.87 ± 0.57	11.52 ± 0.37	23.93 ± 1.89	1.62 ± 0.22
Anas de lin	44.63 ± 0.64	24.41 ± 0.64	20.98 ± 0.21	7.56 ± 0.66	1.48 ± 0.16
Fines de lin	28.51 ± 0.79	15.80 ± 0.26	18.14 ± 0.28	29.15 ± 0.35	4.20 ± 0.07
Paille de colza	53.06 ± 0.57	18.13 ± 0.59	9.63 ± 0.32	17.68 ± 0.81	0.79 ± 0.07
Paille de blé	43.04 ± 0.16	29.66 ± 0.86	5.24 ± 0.01	20.43 ± 0.78	0.82 ± 0.02
Rafles de maïs	36.78 ± 0.96	38.81 ± 0.72	3.30 ± 0.10	19.30 ± 1.74	0.46 ± 0.01

TABLEAU 3.6 – Composition chimique (C : Cellulose, H : Hémicellulose, L : Lignine, S : Soluble et M : Minéraux) des agro-ressources trouvée dans la littérature.

Agro-ressources	C (%)	H (%)	L (%)	S (%)	M (%)	Références
Chènevottes LCDA - France <i>Cannabis sativa L.</i>	44	18	28	8	2	VIGNON et al [1995]
Chènevottes - Italie <i>Cannabis sativa L., Futura</i>	51.6	21.5	12.9	12.9	6.6	CAPPELLETTO et al [2001]
Chènevotte (moyenne de 15 références)	47.50 ± 3.50	6.40 ± 1.50	8.00 ± 1.00	29.40 ± 3.60	8.80 ± 1.00	GODIN et al [2010]
Anas de lin - Canada	38.06 ± 0.57	25.03 ± 0.57	31.20 ± 0.22	4.00 ± 0.27	1.71 ± 0.05	ROSS et MAZZA [2010]
Anas de lin <i>Linum Usitatissimum L.</i>	53	13	24	1.5	> 2 %	SAIN et FORTIER [2002]
Paille de colza - Pologne	37.55	31.37	21.3	3.76	6.02	GREENHALF et al [2012]
Paille de blé	38.6	32.6	14.1	-	5.9	SUN et TOMKINSON [2000]
Rafles de maïs - Autriche (moyenne de 10 espèces)	38.80 ± 2.50	44.40 ± 5.20	11.90 ± 2.30	5.21 ± 1.10	2.88 ± 0.11	POINTNER et al [2014]

de soluble mesurée par la méthode Van Soest. Ceci est dû au processus d'extraction de la pectine. En effet, l'eau froide permet de solubiliser la pectine et une partie de l'hémicellulose mais pas la cellulose (GAO et al [2014]; SILVA et al [2014]). Les anas de lin sont les granulats qui ont la plus grande différence entre les quantités de pectine et de soluble, c'est aussi l'agro-ressource qui a la plus grande quantité de lignine. De plus, dans la méthode Van Soest, la lignine est éliminée avec de l'acide sulfurique à 72 % à température ambiante. Dans la méthode du phénol sulfurique, la lignine n'est pas éliminée. Cette dernière réagit en formant un chromophore (DYER [1999]) qui interagit avec ceux de la méthode du phénol sulfurique. Ainsi, avec l'hypothèse que 50 % de la lignine réagit avec l'acide sulfurique, la quantité de pectine est corrigée en soustrayant 50 % de la teneur en lignine à la quantité mesurée de pectine. La validation de cette hypothèse nécessite la réalisation d'un deuxième dosage des pectines sur des agro-ressources ayant subi un traitement NDF (solvant qui permet d'éliminer les solubles dans la méthode Van Soest). En effet, ce deuxième dosage permettrait de déterminer la quantité de matière non incluse dans les solubles et qui réagit. Après cette correction, le rapport pectine corrigé sur solubles semble cohérent. Il y a toujours très peu de protéines et de lipides (autres composés compris dans les solubles) à l'exception des fines de chanvre et de lin. Deux cires permettent de réduire la perte d'eau des plantes et sont : la cutine (cire imperméable qui compose la couche supérieure de l'épiderme végétale appelé cuticule) et la subérine (cire imperméable qui imprègne la paroi des cellules) (CHEN et al [2017]). Les protéines fournissent les ressources à base de carbone, d'azote et de soufre nécessaires à la croissance et au développement ultérieur de la plante (HERMAN et LARKINS [1999]).

TABLEAU 3.7 – Teneur en pectine contenue dans les agro-ressources (P : Pectine, S : Solubles et PC : Pectine Corrigée).

Agro-ressources	Pectine (%)	P / S (%)	Pectine corrigée (%)	PC / S (%)
Chènevottes	13.95 ± 0.36	78.59	9.19	51.77
Fines de chanvre	17.28 ± 6.70	72.21	10.22	42.72
Anas de lin	17.19 ± 0.93	227.44	6.71	93.2
Fines de lin	17.48 ± 1.13	59.96	8.41	28.85
Paille de colza	19.34 ± 0.83	109.41	14.53	82.15
Paille de blé	20.58 ± 1.46	100.73	17.96	87.92
Rafles de maïs	19.99 ± 0.57	103.6	18.34	95.05

Dans le Tableau 3.8, ces valeurs sont comparées à celles de la littérature. Pour les chènevottes et la rafle de maïs, les agro-ressources de la CAVAC (Vendée, France) contiennent plus de pectine. Dans le cas des chènevottes, le ratio entre la pectine, les protéines et les lipides est le même. Pour la

paille de colza, l'agro-ressource de la CAVAC (Vendée, France) contient moins de pectine et plus de protéines et de lipides. Comme pour la teneur en cellulose, en hémicellulose, en lignine, en soluble et en minéraux, les compositions diffèrent en raison de la zone de culture, de la météo et de la maturité de la plante (KYMÄLÄINEN et SJÖBERG [2008]; VIGNON et al [1995]).

TABEAU 3.8 – Teneurs en pectine, protéine et lipides contenues dans les agro-ressources d'après la littérature.

Agro-ressources	Pectine (%)	Protéine (%)	Lipide (%)	Références
Chènevottes LCDA - France <i>Cannabis sativa L.</i>	4	3	1	VIGNON et al [1995]
Paille de colza - Corée	19.40 ± 0.50	1.60 ± 0.10	-	JEONG et OH [2011]
Rafles de maïs - Autriche (moyenne sur 10 espèces)	0.67 ± 0.12	4.26 ± 0.96	0.30 ± 0.02	POINTNER et al [2014]

3.4 Caractérisation physique

3.4.1 Granulométrie, taux de poussières et taux de fibres

La Figure 3.9 donne un exemple de données brutes d'analyse granulométrique obtenues sur les chènevottes à partir de l'analyse d'images. La Figure 3.10 représente les distributions granulométriques obtenues par tamisage mécanique et par analyse d'images (largeur et longueur) pour les chènevottes, les anas de lin, les pailles de colza, les pailles de blé et les rafles de maïs. La Figure 3.12 présente les distributions granulométriques obtenues par tamisage mécanique et par diffraction laser (rayon) pour les fines de chanvre et de lin. Les Tableaux 3.9 et 3.11 synthétisent l'analyse de la distribution granulométrique, la teneur en poussière et la teneur en fibres de toutes les matières étudiées.

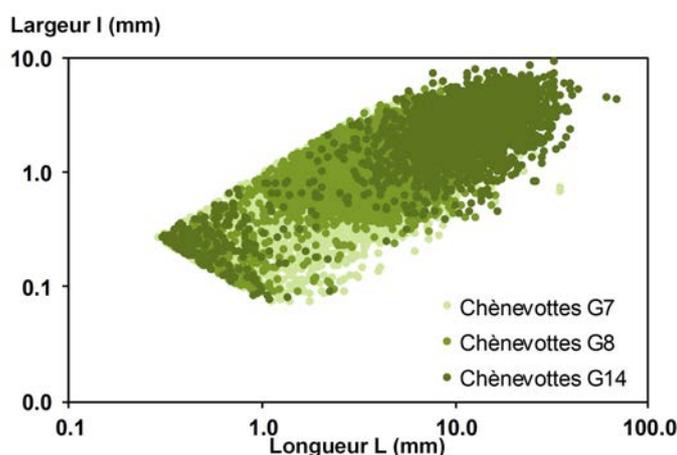


FIGURE 3.9 – Données brutes provenant de l'analyse d'images des chènevottes.

Globalement, la taille des particules (largeur et longueur) augmente avec le numéro de la grille de tamisage. Pour le lin, les largeurs sont presque identiques, quelle que soit la longueur des anas. Pour le chanvre et le colza, les chènevottes et les pailles G7 sont plus petites que les G8 qui sont plus petites que les G14. Pour le lin et le blé, la longueur des anas et des pailles G8 est plus petite que la longueur des G7, mais la largeur est plus grande. Cela peut être dû au fait que pour passer à travers la grille de tamisage, les anas ou les pailles doivent être plus petits que la grille à la fois en longueur et en largeur. Ainsi, les anas et les pailles G8 ont une largeur plus grande que les G7, bien que leur longueur soit plus petite. Pour la paille de blé, G14 est plus petit que G12, tant en largeur qu'en

longueur. La paille de blé étant flexible, il se peut qu'elle se soit déformée sous le poids des autres pailles lors du tamisage. Ainsi, une paille plus grande peut passer à travers une grille plus petite.

Pour les petites particules (G7 et G8), la longueur des chènevottes et des anas est proche pour les différentes longueurs (L_{10} , L_{50} et L_{90}). Les pailles de colza sont légèrement plus longues et les pailles de blé sont encore plus longues. Pour les grosses particules (G12 et G14), les plus petites particules sont les anas de lin G12 et G14 ($L_{90} = 16.75$ et 18.49 mm respectivement), les plus grosses sont la paille de blé G12 ($L_{90} = 39.02$ mm). Les chènevottes G14 et les pailles de blé G14 ont des longueurs similaires (L_{90} environ 30 mm) bien que les pailles de blé G14 soient légèrement moins longues ($L_{90} = 27.27$ mm).

Pour les chènevottes, anas et pailles, le ratio d'élongation médian ϵ_{50} varie de 3.05 à 9.48. Quelle que soit la ressource agricole, le ratio d'élongation augmente avec la longueur du granulat. Les chènevottes et les pailles de colza présentent les plus petits ratios d'élongation (de 3.0 à 5.1 pour une valeur moyenne). Le ratio d'élongation des anas de lin est plus élevé, avec une valeur moyenne d'environ 12 à 13 pour les anas de lin G12 et G14. La paille de blé présente le ratio d'élongation le plus élevé avec une valeur moyenne allant jusqu'à 17.8 pour les pailles G14. Pour rappel, toutes ces agro-ressources sont produites avec le même outil industriel de défibrage. Il apparaît que la sélection de taille induite par cet outil est dépendante de la nature de la ressource traitée, résultat qui n'est pas intuitif.

Les rafles de maïs sont des particules larges et courtes. Elles sont parmi les plus larges avec une largeur médiane l_{50} de 3.78 mm et l_{90} de 4.76 mm. Les rafles de maïs sont également les particules les plus courtes avec une longueur L_{90} égale à 6.47 mm. Leur élongation est d'environ 1.5 avec un ratio d'élongation médian ϵ_{50} de 1.36 ($\epsilon_{10} = 1.14$ et $\epsilon_{90} = 1.76$).

TABLEAU 3.9 – Distribution granulométrique des chènevottes, des anas de lin, des pailles de colza, des pailles de blé et des rafles de maïs.

Agro-ressources		$m_{ech.}$ (g)	$n_{particules}$	l_{10} (mm)	l_{50} (mm)	l_{90} (mm)	L_{10} (mm)	L_{50} (mm)	L_{90} (mm)	ϵ_{10}	ϵ_{50}	ϵ_{90}	Teneur en poussières	Teneur en fibre
Chènevottes	G7	6.08	9274	1.051	2.105	3.761	3.238	6.703	12.360	1.765	3.052	5.678	0.80%	5.01%
	G8	6.03	5513	1.257	2.319	4.042	3.859	7.615	13.100	1.849	3.142	5.655	0.65%	6.51%
	G14	18.04	2267	2.353	4.215	6.275	10.361	17.622	29.993	2.481	4.250	7.921	0.04%	2.31%
Anas de lin	G7	6.00	8327	0.842	1.402	1.987	3.715	7.014	12.763	2.615	5.204	10.154	0.46%	4.64%
	G8	6.04	12909	0.898	1.480	2.090	3.242	6.282	11.720	2.291	4.349	8.418	0.74%	1.66%
	G12	6.00	5460	0.939	1.509	2.257	4.878	9.490	16.753	3.115	6.262	12.270	0.25%	5.37%
	G14	6.01	5827	0.864	1.485	2.275	4.871	9.509	18.495	3.301	6.582	12.793	0.21%	8.09%
Paille de colza	G7	6.01	12321	1.050	1.967	3.186	3.005	7.073	14.639	1.509	3.585	7.714	0.31%	0.00%
	G8	6.03	5853	1.278	2.159	3.389	4.593	9.239	16.362	1.995	4.345	8.936	0.14%	0.00%
	G14	12.12	3303	1.780	3.079	5.550	8.754	15.922	27.270	2.630	5.105	9.789	0.02%	0.00%
Paille de blé	G7	6.01	19512	0.848	1.700	2.977	4.112	9.331	22.031	2.488	6.013	12.861	1.17%	0.00%
	G8	6.00	19923	0.866	1.721	3.005	4.127	8.819	19.106	3.080	6.544	12.920	1.03%	0.00%
	G12	6.00	3615	1.381	2.360	3.921	11.906	22.466	39.022	4.856	9.482	17.845	0.05%	0.00%
	G14	6.01	5151	1.239	2.169	3.703	9.463	17.931	30.901	3.872	8.372	15.535	0.06%	0.00%
Rafles de maïs	24.03	3753	2.249	3.784	4.765	3.374	5.145	6.472	1.142	1.357	1.756	0.00%	0.00%	

Les résultats obtenus par tamisage mécanique sont plus proches des résultats obtenus par analyse d'image en largeur que des résultats obtenus en longueur. En effet, comme expliqué dans la littérature pour le chanvre (AMZIANE et al [2017]), la vibration pendant le tamisage mécanique permet aux particules de passer à travers les tamis dans une direction perpendiculaire aux mailles. Ainsi, les résultats du tamisage mécanique correspondent principalement à la largeur des particules. De plus, lorsque les particules passent à travers les tamis, leur largeur peut être orientée le long des diagonales d des mailles carrées donc la taille à prendre en compte doit être $\sqrt{2}.d$ (IGATHINATHANE et al [2009]; PICANDET et al [2012]). Une telle considération conduit à une concordance importante

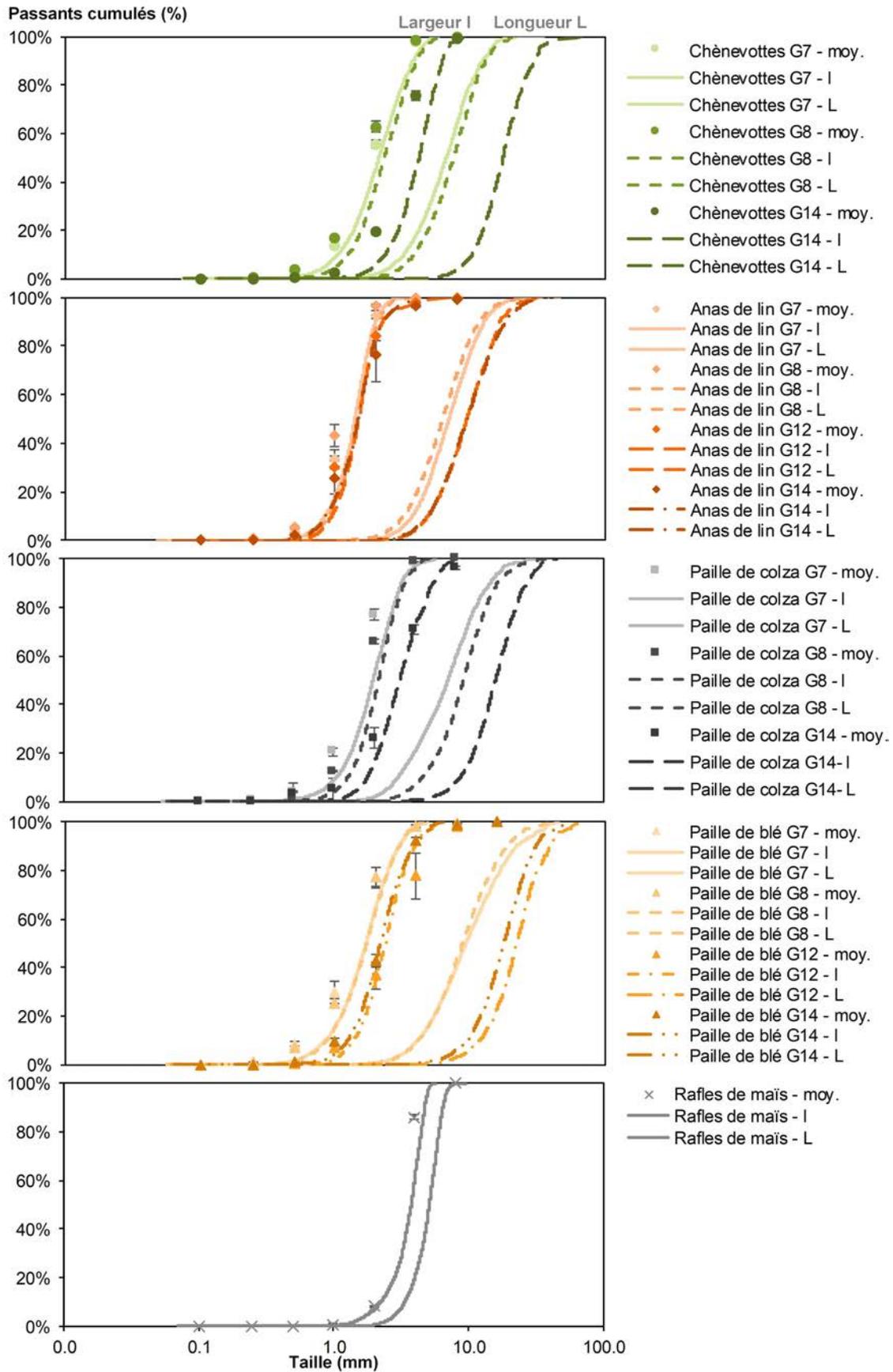


FIGURE 3.10 – Distribution granulométrique (PSD) des chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs - tamisage mécanique (moyenne et écart-type) et analyse d'image (l : largeur et L : longueur).

entre les résultats obtenus par tamisage mécanique et par analyse d'image pour le chanvre et la paille de colza.

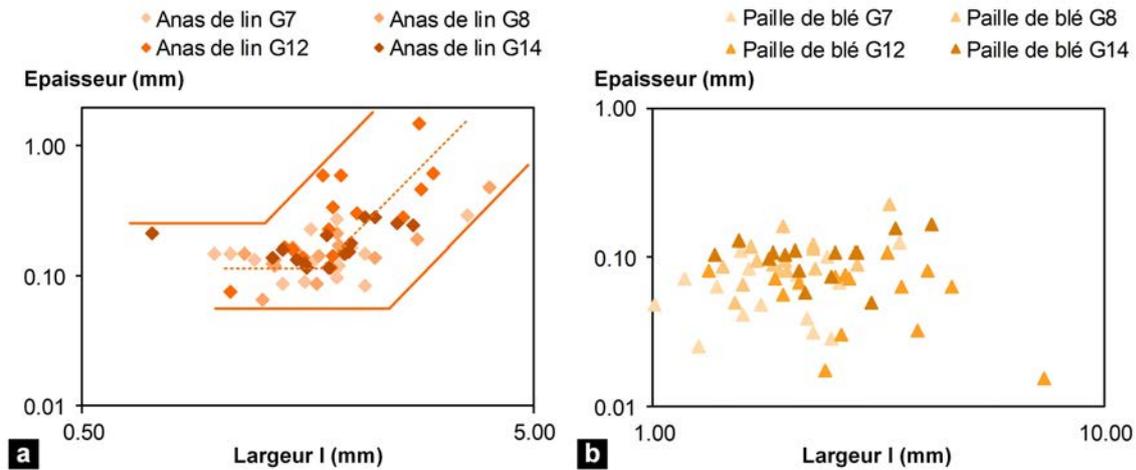


FIGURE 3.11 – Épaisseur des anas de lin (a) et des pailles de blé (b) en fonction de leur largeur l .

En outre, l'analyse d'image est basée sur l'hypothèse que la forme des particules est quasiment homothétique. La mesure de l'épaisseur avec un pied à coulisse digital, montre que ce n'est pas le cas pour le lin et le blé. L'épaisseur des anas de lin est presque constante pour de faibles largeurs. Ensuite, l'épaisseur augmente avec la largeur (Figure 3.11.a). Quant à l'épaisseur de la paille de blé, elle est presque constante. En effet, elle n'augmente que très légèrement d'une granulométrie à l'autre (Figure 3.11.b). La prise en compte de ce facteur permet d'obtenir une courbe de distribution granulométrique de la largeur des granulats résultant du tamisage mécanique qui se superpose avec celle obtenue en analyse d'image. Pour le blé, il semble que l'écart ne vienne pas seulement de là. En effet, la paille de blé étant flexible, elle est peut-être déformée lors du tamisage, ce qui permet aux particules plus grosses de traverser des mailles plus petites.

Les distributions granulométriques obtenues pour les chènevottes se situent dans les mêmes ordres de grandeur que les PSD qui se trouvent dans la littérature (Tableau 3.10). Les résultats obtenus pour les chènevottes G7 et G8 sont particulièrement proches des résultats obtenus pour les chènevottes S2 (ARNAUD et GOURLAY [2012]) et pour le Chanvre d'Auvergne (NOZAHIC et al [2012]). En effet, la PSD dépend principalement du processus de production, plus particulièrement du nombre de broyeurs à marteaux, de la qualité de la séparation et de l'aspiration des fines.

TABLEAU 3.10 – Synthèse bibliographique de la distribution granulométrique des chènevottes.

Granulats	Références	l_{10} (mm)	l_{50} (mm)	l_{90} (mm)	L_{10} (mm)	L_{50} (mm)	L_{90} (mm)
Chènevottes LCDA	NGUYEN et al [2009]	0.7	2	4.2	3.7	9	18
Chènevottes	CHABANNES et al [2015]	1.55	2.7	4	5	9.5	17.5
LCDA - Hemp shiv 1		-	2	-	-	8.9	-
LCDA - Hemp shiv 2	ARNAUD et GOURLAY [2012]	-	1.8	-	-	7.6	-
LCDA - Hemp shiv 3		-	1	-	-	3.1	-
"Chanvre d'Auvergne"	NOZAHIC et al [2012]	0.85	1.75	3.1	3.5	7	14

Les distributions granulométriques des fines de chanvre et de lin obtenues par tamisage mécanique et par granulométrie par diffraction laser sont proches. Cependant, le tamisage mécanique donne des valeurs inférieures à celles de la granulométrie par diffraction laser. En effet, la mesure des particules par diffraction laser conduit au rayon de la sphère équivalente tandis que le tamisage mécanique amène à la largeur de la particule. Il est donc cohérent de trouver une valeur de rayon supérieure à la valeur de la largeur. Le rayon médian est de 0.50 mm pour les fines de chanvre et de

0.56 mm pour les fines de lin.

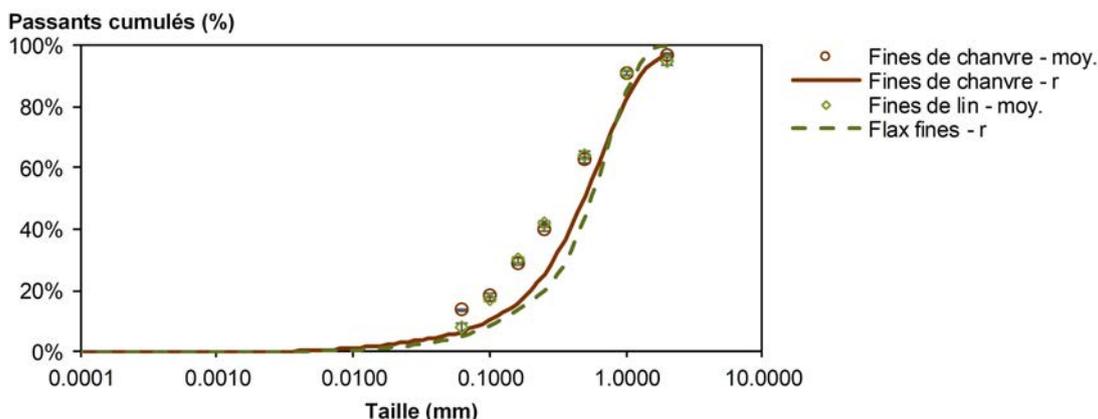


FIGURE 3.12 – PSD des fines - tamisage mécanique (moyenne et écart-type) et granulométrie à diffraction laser (r : rayon).

TABLEAU 3.11 – Distribution granulométrique des fines de chanvre et de lin.

Agro-ressources	Granulométrie laser			Tamisage mécanique		
	r ₁₀ (mm)	r ₅₀ (mm)	r ₉₀ (mm)	l ₁₀ (mm)	l ₅₀ (mm)	l ₉₀ (mm)
Fines de chanvre	0.100	0.502	1.262	0.030	0.360	0.990
Fines de lin	0.112	0.564	1.125	0.070	0.340	0.970

La teneur en poussière varie de 0.00 % pour la rafle de maïs à 1.17 % pour la paille de blé G7. Tous les granulats (chènevottes, anas, pailles et rafles) répondent aux exigences de l’association nationale Construire en Chanvre. Cette dernière exige une teneur en poussière inférieure à 2 % pour les chènevottes. De plus, comme le souligne le Tableau 3.9, plus le granulat est petit, plus la teneur en poussière est élevée.

Enfin, du point de vue de la teneur en fibres, seuls le chanvre et le lin contiennent des fibres. A l’inverse de la teneur en poussière, plus le granulat est grand, plus la teneur en fibres est élevée (à l’exception des chènevottes G14).

3.4.2 Masses volumiques et porosité

La masse volumique apparente (ρ_{app}), la masse volumique du squelette (ρ_s) et la porosité totale (n_t) sont données dans la Figure 3.13 et le Tableau 3.12. Pour tous les granulats, l’écart-type entre les cinq mesures de la masse volumique apparente est très faible. Ce qui conduit à un coefficient de variation inférieur à 5 % et indique la précision de la mesure. Tous les granulats se caractérisent par une faible masse volumique et une porosité élevée.

Dans l’ensemble, la masse volumique apparente des granulats diminue lorsque leur taille augmente. Pour le chanvre, la masse volumique apparente à l’état sec varie de 88 à 104 kg/m³. Les anas de lin présentent des valeurs légèrement plus élevées qui vont de 91 à 130 kg/m³. La paille de colza et la paille de blé présentent des valeurs inférieures qui sont respectivement de 73 à 88 kg/m³ et de 29 à 54 kg/m³. Les fines ont une masse volumique apparente plus élevée que les chènevottes et les anas (133 kg/m³ pour le chanvre et 140 kg/m³ pour le lin). Enfin, les rafles de maïs ont la masse volumique apparente la plus élevée (373 kg/m³).

Ces valeurs se situent dans la gamme couramment rencontrée dans la littérature, à l’exception de la paille de colza pour laquelle elles sont inférieures d’un tiers. Cela peut être dû à la taille des

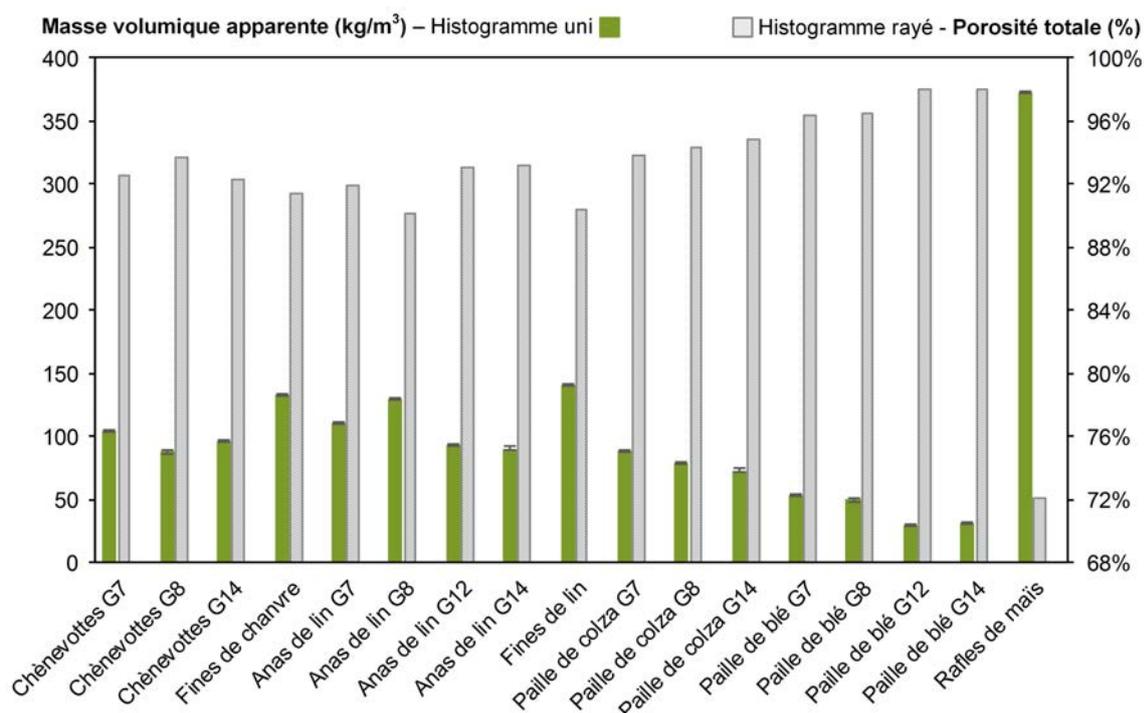


FIGURE 3.13 – Masse volumique apparente à l'état sec et porosité totale des agro-ressources.

TABEAU 3.12 – Masse volumique apparente à l'état sec, masse volumique du squelette et porosité totale des agro-ressources.

Agro-ressources	$\rho_{23^{\circ}\text{C-sec}}$ (kg/m ³)			ρ_s (kg/m ³)	$\rho_{s\text{-agro-ressource}}$ (kg/m ³)			n_t (%)	$n_{t\text{-agro-ressource}}$ (%)			
	moy.	σ	CoV		moy.	σ	CoV		moy.	σ	CoV	
Chênevottes	G7	104.01	1.44	1.38%	1401			92.58%				
	G8	87.89	0.62	0.71%	1399	1352	83	6.11%	93.72%	92.87%	0.75%	0.80%
	G14	96.65	2.70	2.79%	1257				92.31%			
	fines	133.21	4.24	3.19%	1557	1557	-	-	91.45%	91.45%	-	-
Anas de lin	G7	111.28	3.49	3.14%	1367			91.86%				
	G8	129.91	3.05	2.35%	1321	1342	19	1.44%	90.17%	92.06%	1.40%	1.52%
	G12	93.69	1.48	1.58%	1344				93.03%			
	G14	90.72	1.61	1.77%	1335				93.20%			
	fines	140.30	3.26	2.32%	1458	1458	-	-	90.37%	90.37%	-	-
Paille de colza	G7	88.06	1.05	1.19%	1430			93.84%				
	G8	78.71	2.13	2.71%	1385	1411	23	1.64%	94.32%	94.33%	0.50%	0.53%
	G14	73.20	0.93	1.28%	1418				94.84%			
Paille de blé	G7	53.89	0.51	0.95%	1486			96.37%				
	G8	49.70	2.35	4.73%	1408	1478	52	3.53%	96.47%	97.20%	0.90%	0.93%
	G12	29.69	1.20	4.04%	1483				98.00%			
	G14	31.20	1.18	3.79%	1534				97.97%			
Rafles de maïs	372.75	3.66	0.98%	1333	1333	-	-	72.05%	72.05%	-	-	

granulats. La masse volumique apparente du chanvre G7 est très proche des valeurs trouvées dans NOZAHIC et al [2012] et NGUYEN [2010]. Les masses volumiques apparentes des anas de lin G7 et G8 sont proches des valeurs indiquées dans CHABRIAC et al [2016] tandis que la masse volumique apparente des anas de lin G12 et G14 sont similaires aux valeurs obtenues par RAHIM et al [2016b]. Pour la paille de blé, les masses volumiques apparentes de G12 et G14 sont proches des valeurs données dans BOUASKER et al [2014].

Pour une agro-ressource donnée, la masse volumique du squelette est similaire pour toutes les tailles de granulats. Les masses volumiques du squelette des rafles de maïs, des anas de lin et des chènevottes sont proches (avec des valeurs moyennes respectivement de 1333, 1342 et 1352 kg/m³). Les masses volumiques du squelette de la paille de colza et de la paille de blé sont de 5 à 10 % plus élevées (1411 et 1478 kg/m³). Les masses volumiques du squelette des fines (1557 kg/m³ pour le chanvre et 1458 kg/m³ pour le lin) sont supérieures aux masses volumiques du squelette des chènevottes et anas. Ceci est dû au fait que les fines contiennent des fibres et que la masse volumique des fibres est supérieure aux masses volumiques des chènevottes et anas. Ces résultats sont proches des valeurs trouvées dans la littérature pour le chanvre et le lin. En effet, pour le chanvre, la masse volumique du squelette varie de 1257 kg/m³ pour le chanvre G14 à 1401 kg/m³ pour le chanvre G7, tandis que les valeurs données dans RAHIM et al [2016b] et dans NGUYEN et al [2009] sont respectivement de 1259 et de 1465 kg/m³. De plus, pour le lin, la masse volumique du squelette est supérieure de 5 % à la valeur donnée dans RAHIM et al [2016a] et est plus éloignée de la valeur trouvée par CHABRIAC et al [2016] (de 16 %). Pour le colza, la masse volumique du squelette donnée dans RAHIM et al [2016b] est inférieure de 17.6 % à la valeur trouvée ici. Pour la paille de blé, il y a beaucoup plus d'écart, BOUASKER et al [2014] ayant trouvé des masses volumiques du squelette allant de 865 à 871 kg/m³.

La porosité totale, y compris la porosité inter-particulaire et intra-particulaire, est élevée. Pour les rafles de maïs, elle est égale à 72 %. Pour tous les autres granulats, elle est supérieure à 90 % : (i) 90-91 % pour les fines, (ii) environ 92 à 94 % pour les chènevottes, les anas de lin et la paille de colza, (iii) jusqu'à 96-98 % pour la paille de blé. Une légère augmentation de la porosité avec la taille des granulats est observée. Une fois de plus, les résultats sont équivalents aux valeurs présentes dans la littérature. Pour le chanvre, la porosité est en accord avec les valeurs trouvées dans RAHIM et al [2016b]. Il y a un léger écart avec les valeurs trouvées dans CHABRIAC et al [2016] (6.3 %). Pour le lin, la valeur est conforme aux valeurs indiquées dans CHABRIAC et al [2016] et RAHIM et al [2016b], l'écart étant inférieur à 2 %. Pour la paille de blé, la porosité correspond à la valeur donnée dans BOUASKER et al [2014] où elle varie de 96 à 97 %.

TABLEAU 3.13 – Masse volumique apparente (ρ_{app}), masse volumique du squelette (ρ_s) et porosité totale (n_t) des agro-ressources dans la littérature.

Granulats	ρ_{app} (kg/m ³)	ρ_s (kg/m ³)	n_t (%)	Références
Chènevottes LCDA - 1	112	-	-	ARNAUD et GOURLAY [2012]
Chènevottes LCDA - 2	114	-	-	ARNAUD et GOURLAY [2012]
Chènevottes LCDA - 3	119	-	-	ARNAUD et GOURLAY [2012]
Chènevottes LCDA	103	1465	92.9	NGUYEN et al [2009]
Chènevottes fibrées Terrachanvre	54.8	1438	96.2	NGUYEN et al [2009]
"Chanvre d'Auvergne"	103	-	-	NOZAHIC et al [2012]
Chènevottes	103.5 ± 4	-	-	CHABANNES et al [2015]
Chènevottes	133	1020	87	CHABRIAC et al [2016]
Chènevottes	125	1259	90.01	RAHIM et al [2016b]
Anas de lin	115	1120	90.5	CHABRIAC et al [2016]
Anas de lin	90	1270	92.9	RAHIM et al [2016b]
Paille de colza	115	1150	90	CHABRIAC et al [2016]
Paille de colza	130	1162	88.8	RAHIM et al [2016b]
Paille de blé fibrée	25 - 33	865 - 871	96 - 97	BOUASKER et al [2014]

Enfin, la Figure 3.14 montre la relation entre la porosité totale, les masses volumiques apparente et du squelette des agro-ressources. La porosité totale évolue dans un plan avec la paire (masse volumique apparente; masse volumique du squelette) conformément à la relation entre ces 3 grandeurs (Équation (2.8) à la page 35 du Chapitre 2).

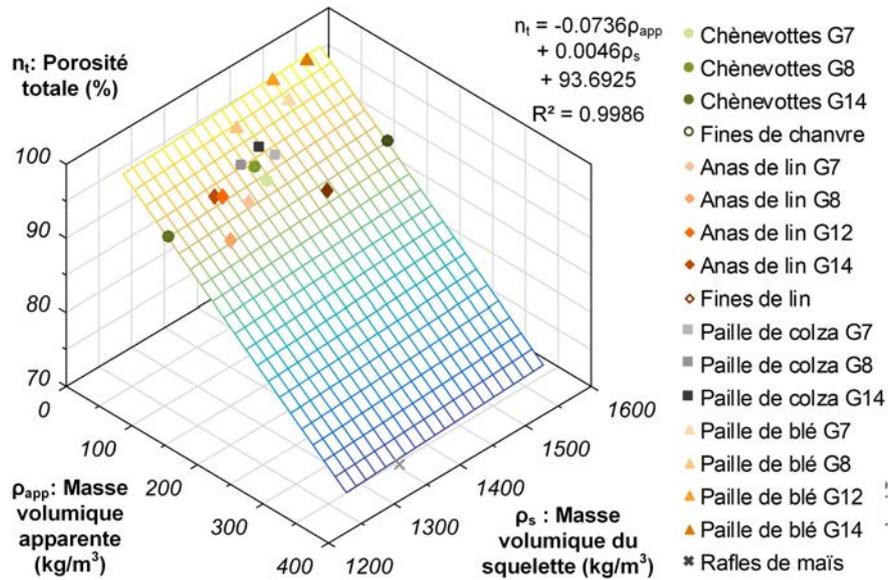


FIGURE 3.14 – Porosité totale en fonction des masses volumiques apparente et du squelette des granulats.

3.4.3 Absorption d'eau

La Figure 3.15 donne l'exemple de la paille de blé G7 pour l'étude de l'absorption d'eau. Elle montre les données expérimentales des trois échantillons, leurs courbes d'ajustement et la courbe caractéristique obtenue en faisant la moyenne des coefficients de la courbe d'ajustement des trois échantillons. Pour tous les granulats, le Tableau 3.14 donne les valeurs moyennes du taux initial d'absorption d'eau (IRA) et de la pente de la courbe de la teneur en eau en fonction du logarithme du temps (K1), leur écart-type issu des courbes d'ajustements ainsi que leur coefficient de corrélation.

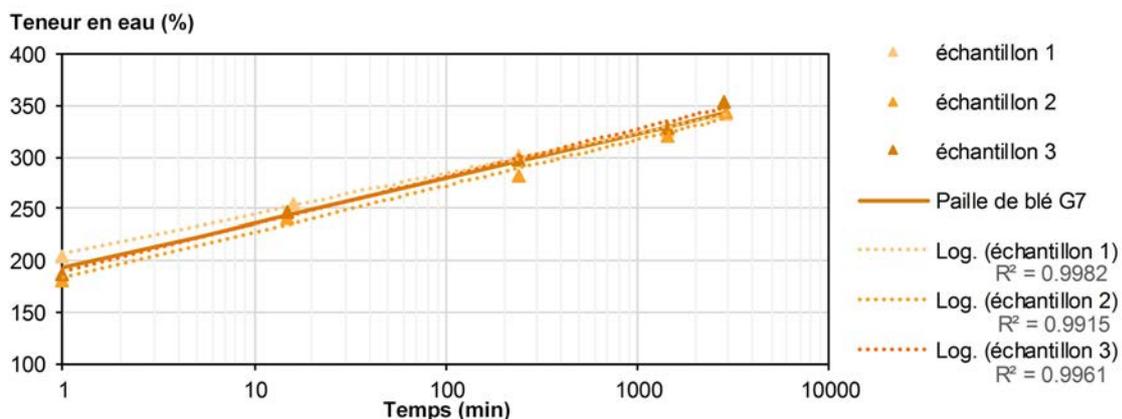


FIGURE 3.15 – Absorption d'eau de la paille de blé G7 - données expérimentales, courbes d'ajustement et courbe caractéristique.

Pour toutes les agro-ressources, les coefficients de variation de l'IRA et de K1 sont inférieurs à 10 % (voire inférieurs à 5 %) et le coefficient de corrélation est très élevé (> 0.93, sauf pour un échantillon

de paille de blé G12). Cela permet une grande confiance dans les résultats. Pour les rafles de maïs, les coefficients de variation sont légèrement plus élevés (11.6 % pour l'IRA et 15.2 % pour K1) mais les coefficients de corrélation sont également élevés (0.96). Il y a un peu plus d'écart entre les échantillons de rafles de maïs. Pour les fines, les coefficients de variation sont élevés (pour le chanvre : environ 20 % pour l'IRA et pour K1, pour le lin : environ 40 % pour l'IRA mais seulement 2.4 % pour K1). Les coefficients de corrélation sont inférieurs à ceux des chènevottes et des anas (0.81 pour le chanvre et 0.89 pour le lin). En fait, pendant la mesure, certaines fines passent à travers le sac perméable car elles sont plus petites que la maille. Cela fausse partiellement les résultats, en particulier pour les mesures à long terme. Les résultats sont donc beaucoup moins précis pour les fines que pour les chènevottes et anas.

Pour une matière première donnée, le taux d'absorption initial IRA et la pente de la courbe K1 sont proches pour toutes les tailles de particules. Comme le montrent le Tableau 3.14 et les Figures 3.17 et 3.16, l'IRA le plus bas est obtenu par le lin avec des valeurs d'environ 130 %, il est le plus haut pour la paille de colza avec des valeurs supérieures à 200 % et jusqu'à 250 %. L'IRA des chènevottes et de la paille de blé est proche, environ 190 % (sauf pour les chènevottes G14 pour lequel il n'est que de 140 %). La pente K1 est la plus basse dans le cas des anas de lin et de la paille de blé avec des valeurs d'environ 40 $\% \cdot \log(\text{min})^{-1}$. Pour la paille de colza, K1 varie de 40 à 52 $\% \cdot \log(\text{min})^{-1}$. La pente la plus élevée est la pente des chènevottes, avec des valeurs allant de 52 à 58 $\% \cdot \log(\text{min})^{-1}$. Enfin, la teneur en eau à 48 heures est la plus faible pour les anas de lin (de 250 à 300 %), la plus élevée pour la paille de colza (de 386 à 394 %). La teneur en eau à 48 heures des chènevottes et de paille de blé varie respectivement de 340 à 380 % et de 308 à 345 %.

TABLEAU 3.14 – Valeurs caractéristiques issues des courbes d'absorption d'eau en fonction du temps logarithmique - valeurs moyennes et écarts-types des paramètres de la courbe d'ajustement et coefficients de corrélation.

Agro-ressources		IRA			K1			R ²	
		moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ
Chènevottes	G7	191.05	7.76	4.06%	54.25	2.68	4.93%	0.952	0.014
	G8	192.90	4.54	2.35%	52.12	3.25	6.25%	0.959	0.031
	G14	140.51	6.92	4.93%	57.82	2.06	3.56%	0.957	0.016
	fines	283.82	51.66	18.20%	74.35	16.43	22.10%	0.808	0.044
Anas de lin	G7	122.07	5.61	4.60%	41.43	3.93	9.48%	0.938	0.038
	G8	162.37	6.34	3.90%	39.79	2.30	5.78%	0.977	0.010
	G12	126.27	6.90	5.46%	36.88	0.81	2.19%	0.977	0.012
	G14	124.55	10.04	8.06%	37.70	2.92	7.74%	0.940	0.033
	fines	34.72	14.69	42.30%	87.81	2.08	2.36%	0.887	0.053
Paille de colza	G7	221.68	4.39	1.98%	48.99	2.06	4.20%	0.963	0.005
	G8	253.26	5.04	1.99%	40.60	2.65	6.52%	0.954	0.056
	G14	206.12	3.62	1.75%	52.16	0.74	1.41%	0.981	0.013
Paille de blé	G7	192.61	12.15	6.31%	43.25	3.79	8.77%	0.995	0.003
	G8	206.86	4.79	2.32%	40.02	5.94	14.85%	0.966	0.027
	G12	185.31	3.00	1.62%	42.66	0.66	1.54%	0.917	0.032
	G14	174.55	7.82	4.48%	38.71	3.03	7.82%	0.994	0.005
Rafles de maïs		71.70	8.33	11.61%	31.84	4.85	15.23%	0.961	0.013

Les fines montrent un comportement significativement différent. Pour le chanvre, l'IRA des fines est d'environ 280 % : elle est beaucoup plus élevée que l'IRA des chènevottes. Inversement, pour le lin, l'IRA des fines est d'environ 35 %, ce qui est bien inférieur à l'IRA des anas. Pour les deux types de fines, la pente est beaucoup plus élevée : environ 74 $\% \cdot \log(\text{min})^{-1}$ pour le chanvre et 88 $\% \cdot \log(\text{min})^{-1}$ pour le lin. Après 48 heures d'absorption, la teneur en eau des fines de lin est d'environ 340 %. Elle est plus élevée que les valeurs obtenues dans le cas des anas de lin malgré le fait que l'IRA est plus faible pour les fines que pour les anas de lin. La teneur en eau des fines de chanvre

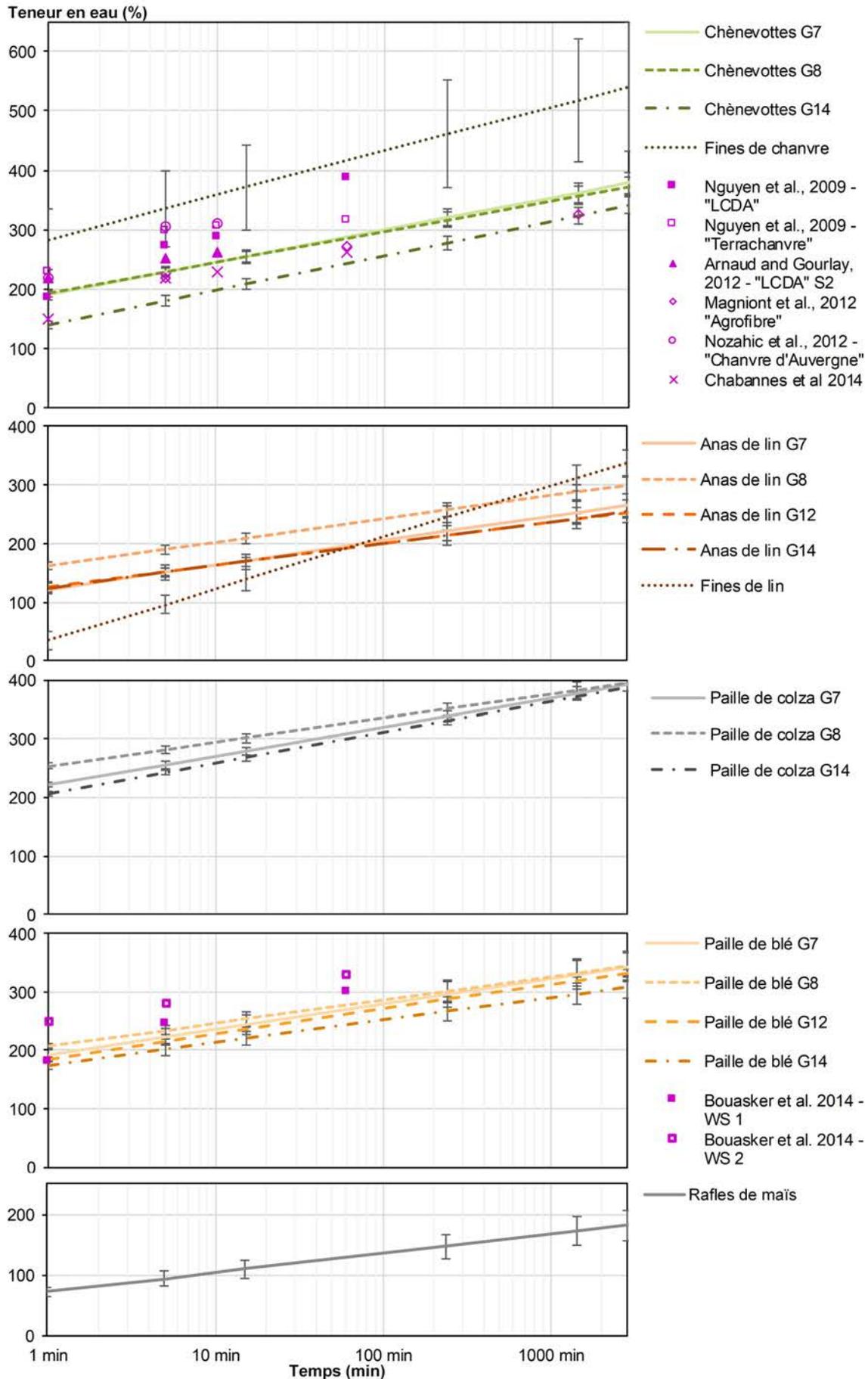


FIGURE 3.16 – Absorption d’eau des chènevottes, fines de chanvre, anas de lin, fines de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs comparée aux données de la littérature.

à 48 heures est de 540 %, ce qui est beaucoup plus élevé que la valeur la plus élevée trouvée pour toutes les chènevottes.

Quel que soit le moment de l'absorption, les rafles de maïs présentent une teneur en eau nettement inférieure à celles de tous les autres granulats. Son IRA est d'environ 72 % et sa pente K1 est de 32 $\%.\log(\text{min})^{-1}$, conduisant à une teneur en eau à 48 heures de 182 %. Ces résultats sont cohérents avec le fait que cette ressource présente une structure moins poreuse ainsi qu'une porosité moins communicante.

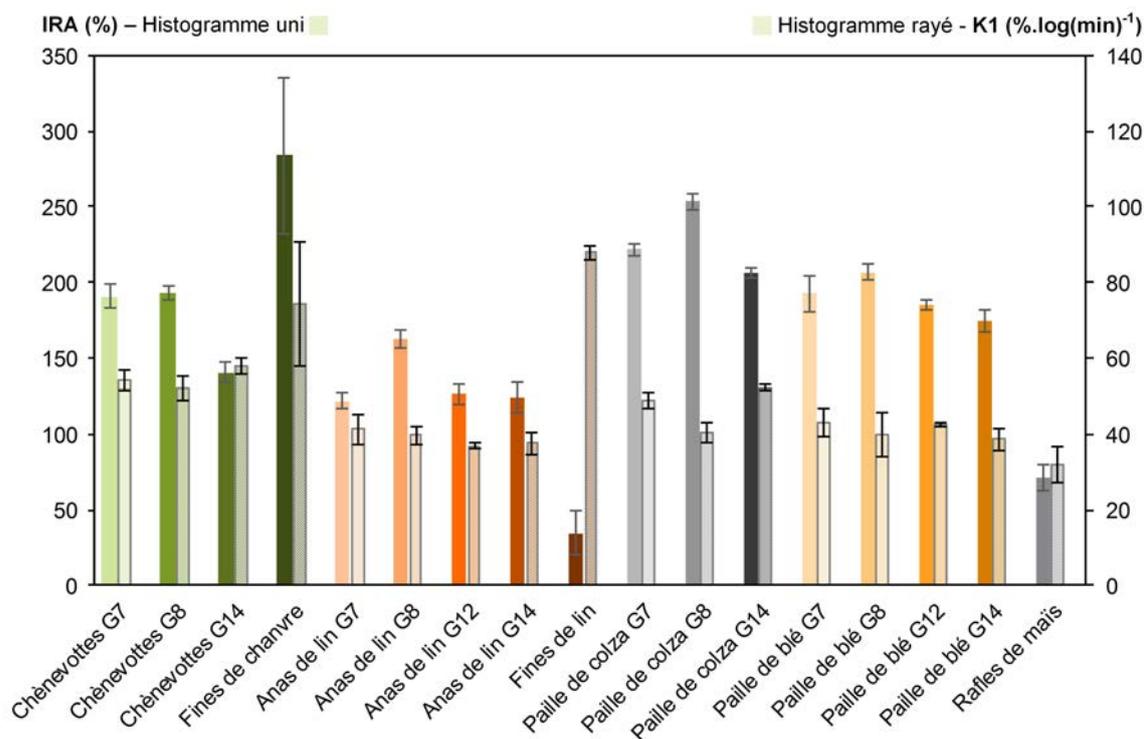


FIGURE 3.17 – Absorption d'eau - valeurs moyennes et écarts-types des paramètres IRA et K1 de la courbe d'ajustement.

Les absorptions d'eau trouvées pour les chènevottes et les pailles de blé se situent dans la même gamme de valeur que celles trouvées dans la littérature (Figure 3.16 et Tableau 3.15). Pour le chanvre G14, les résultats sont très proches de ceux trouvés dans CHABANNES et al [2015]; MAGNIONT et al [2012].

TABLEAU 3.15 – Absorption d'eau des agro-ressources issue de la littérature.

Granulats	Absorption d'eau en fonction du temps (%)					Références
	1 min	5 min	10 min	60 min	1440 min	
Chènevottes LCDA 2	200%	232%	242%	-	-	ARNAUD et GOURLAY [2012]
Chènevottes LCDA	210%	275%	280%	290%	-	NGUYEN et al [2009]
Chènevottes fibrées Terrachanvre	170%	250%	265%	356%	-	NGUYEN et al [2009]
"Chanvre d'Auvergne"	200%	280%	285%	-	-	NOZAHIC et al [2012]
Chènevottes	138%	200%	210%	240%	-	CHABANNES et al [2015]
Chènevottes Agrofibre	-	200%	-	250%	300%	MAGNIONT et al [2012]
Paille de blé S1	180%	245%	-	300%	-	BOUASKER et al [2014]
Paille de blé S2	250%	280%	-	330%	-	BOUASKER et al [2014]

3.5 Caractérisation hygro-thermique

3.5.1 Conductivité thermique

Le Tableau 3.16 et la Figure 3.18 donnent la conductivité thermique des agro-ressources en fonction de leur masse volumique apparente à l'état sec (23 °C). Pour chaque granulat, le coefficient de variation est inférieur à 5 % aussi bien pour la masse volumique apparente que pour la conductivité thermique. Ce qui induit une grande confiance dans les résultats. La conductivité thermique varie de 45 à 93 mW/(m.K) pour des masses volumiques apparentes de 30 à 392 kg/m³. Globalement, la conductivité thermique augmente linéairement avec la masse volumique apparente. La rafle de maïs présente une conductivité thermique beaucoup plus élevée que les autres granulats en raison d'une masse volumique apparente beaucoup plus élevée (392.44 kg/m³). En effet, la conductivité thermique de la rafle de maïs est de 93 mW/(m.K) lorsqu'elle varie de 45 à 58 mW/(m.K) pour les autres granulats qui ont des masses volumiques allant de 29.69 (paille de blé G12) à 140.30 kg/m³ (fines de lin). Pour une matière première donnée, l'écart entre la conductivité thermique d'une agro-ressource ayant plusieurs distributions granulométriques est faible (coefficient de variation inférieur à 4 % quelle que soit la matière première) même si l'écart entre les masses volumiques apparentes est élevé (jusqu'à 30 %). Ainsi, la conductivité thermique dépend également de la matière première. La paille de blé présente la conductivité thermique la plus faible, environ 45 mW/(m.K). La paille de colza présente des valeurs légèrement supérieures à celles de la paille de blé, soit environ 50 mW/(m.K). Les anas de lin et les chènevottes présentent des valeurs similaires de conductivité thermique, soit environ 54 mW/(m.K). Enfin, la conductivité thermique des fines est supérieure à celles des anas de lin ou des chènevottes (58 mW/(m.K) pour les fines de lin et 54 mW/(m.K) pour les fines de chanvre). Sur la base de la norme NF P75-101 (AFNOR [1983]), tous les granulats peuvent être considérés comme des isolants thermiques (< 65 mW/(m.K)), à l'exception de la rafle de maïs.

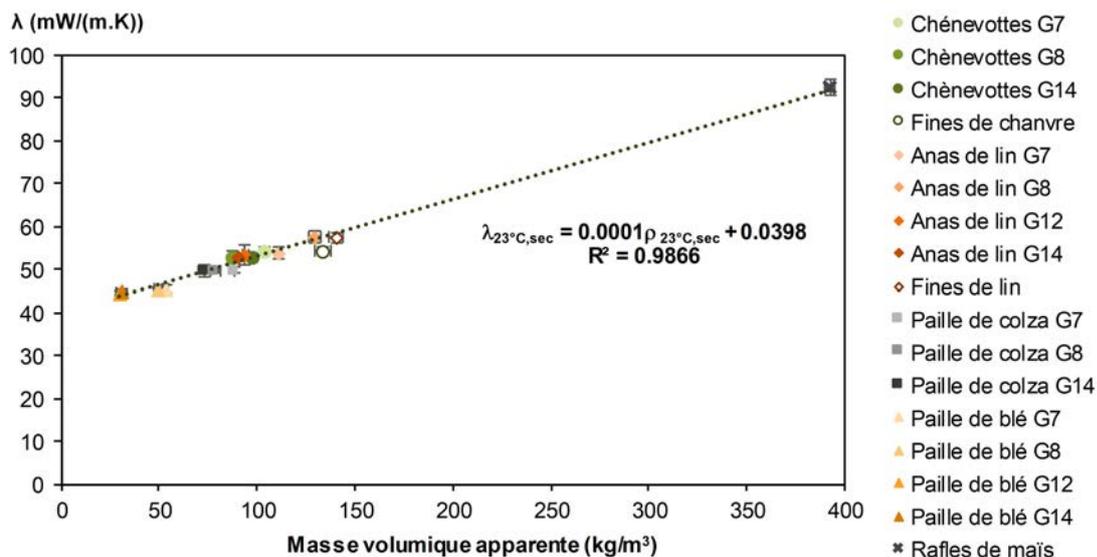


FIGURE 3.18 – Conductivité thermique des granulats en fonction de leur masse volumique apparente.

Le Tableau 3.17 montre que les conductivités thermiques expérimentales des granulats sont similaires à celles trouvées dans la littérature. En effet, elles sont environ 5 % plus élevées que les valeurs trouvées par RAHIM et al [2016b] et 2 % plus basses que les valeurs données par BALČIŪNAS et al [2016]. Le constat est le même pour la paille de colza où la valeur est supérieure d'environ 5 % à celle trouvée par RAHIM et al [2016b]. En revanche, l'écart avec la littérature est plus important dans le cas des anas de lin. En effet, la conductivité thermique donnée par RAHIM et al [2016b]

TABLEAU 3.16 – Conductivité thermique des agro-ressources en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; état sec).

Agro-ressources		ρ_{app} (kg/m ³)			ρ_{app} (kg/m ³)			λ (mW/(m.K))			λ (mW/(m.K))		
		moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV
Chènevottes	G7	104.01	0.05	0.04%				54.3	0.8	1.55%			
	G8	87.89	0.62	0.71%	96.42	8.10	8.40%	53.0	1.1	2.11%	53.5	0.7	1.36%
	G14	97.36	0.44	0.45%				53.2	0.8	1.42%			
	fines	133.21	4.24	3.19%	133.21	-	-	54.3	1.0	1.82%	54.3	-	-
Anas de lin	G7	111.23	0.04	0.03%				54.0	1.3	2.48%			
	G8	129.91	3.05	2.35%	106.39	18.11	17.02%	57.7	1.3	2.33%	54.6	2.2	3.95%
	G12	93.69	1.48	1.58%				53.4	2.2	4.19%			
	G14	90.72	0.06	0.06%				53.1	0.6	1.11%			
	fines	140.30	3.26	2.32%	140.30	-	-	57.5	1.1	2.00%	57.5	-	-
Paille de colza	G7	88.26	0.30	0.34%				49.9	0.6	1.26%			
	G8	78.71	2.13	2.71%	80.08	7.59	9.48%	49.7	0.6	1.24%	49.8	0.1	0.29%
	G14	73.26	0.11	0.15%				49.9	1.4	2.75%			
Paille de blé	G7	53.92	0.36	0.66%				45.7	0.9	2.07%			
	G8	49.70	2.35	4.73%	41.13	1.02	2.49%	45.7	0.3	0.68%	45.3	0.3	0.72%
	G12	29.69	1.20	4.04%				44.6	0.5	1.20%			
	G14	31.23	0.07	0.24%				45.1	0.2	0.46%			
Rafles de maïs		392.44	2.38	0.61%	392.44	-	-	92.6	1.7	1.86%	92.6	-	-

est inférieure de 22 % à la valeur trouvée ici. Cependant, dans la référence RAHIM et al [2016b], un schéma auto-cohérent est utilisé pour modéliser la conductivité thermique du béton végétal. Les données expérimentales et la modélisation sont en accord pour un béton de chanvre ainsi qu'un béton de lin bien qu'elles soient plus dispersées dans le cas du béton de lin. Selon les auteurs, cela s'explique par la description simplifiée du modèle géométrique. Cela peut aussi provenir de la valeur de la conductivité thermique des anas de lin qui peut être sous-estimée.

TABLEAU 3.17 – Conductivité thermique des agro-ressources issue de la littérature.

Granulats	Conditionnement	ρ_{app} (kg/m ³)	λ (mW/(m.K))	Référence
Chènevottes	-	110	48	CÉRÉZO [2005]
Chènevottes	-	155	58	CÉRÉZO [2005]
Chènevottes 0/2.5	état sec	-	55	BALČIŪNAS et al [2016]
Chènevottes 2.5/5	état sec	-	53	BALČIŪNAS et al [2016]
Chènevottes 5/10	état sec	-	55	BALČIŪNAS et al [2016]
Chènevottes 10/20	état sec	-	59	BALČIŪNAS et al [2016]
Chènevottes 0/20	état sec	-	54	BALČIŪNAS et al [2016]
Chènevottes	20°C, état sec	-	50	RAHIM et al [2016b]
Chènevottes	30°C, état sec	-	52	RAHIM et al [2016b]
Anas de lin	20°C, état sec	-	42	RAHIM et al [2016b]
Anas de lin	30°C, état sec	-	44	RAHIM et al [2016b]
Paille de colza	20°C, état sec	-	47	RAHIM et al [2016b]
Paille de colza	30°C, état sec	-	49	RAHIM et al [2016b]

On note finalement que la paille de blé est le meilleur isolant thermique. Les chènevottes, les anas de lin et la paille de colza sont aussi de bons isolants thermiques.

3.5.2 Valeur tampon hygrique

Le Tableau 3.18 et la Figure 3.19 donnent la valeur tampon hygrique pour chaque type de granulats. La Figure 3.20 donne une synthèse de la valeur tampon hygrique en fonction de la masse volumique apparente. Si l'on considère toutes les agro-ressources, la valeur MBV augmente avec la masse volumique apparente. Le Tableau 3.18 donne également la valeur MBV moyenne d'une agro-ressource donnée (à partir des résultats obtenus pour les différentes distributions granulométriques). Les valeurs MBV obtenues pour différentes distributions granulométriques d'une même agro-ressource, sont proches et le coefficient de variation est faible.

La paille de blé a la plus petite valeur MBV, allant de 1.88 à 1.97 g/(m².%HR). Selon la classification du projet Nordtest (RODE et al [2005]), c'est un bon régulateur hygrique (MBV entre 1 et 2 g/(m².%HR)).

Les chènevottes, la paille de colza et les anas de lin présentent des valeurs MBV similaires allant de 2.07 à 2.36 g/(m².%HR), avec des valeurs moyennes d'environ 2.21 à 2.26 g/(m².%HR). Selon la classification du projet Nordtest, ceux sont d'excellents régulateurs hygriques (MBV supérieur à 2 g/(m².%HR)).

Les rafles de maïs présentent les performances les plus élevées avec une valeur MBV de 3.11 g/(m².%HR).

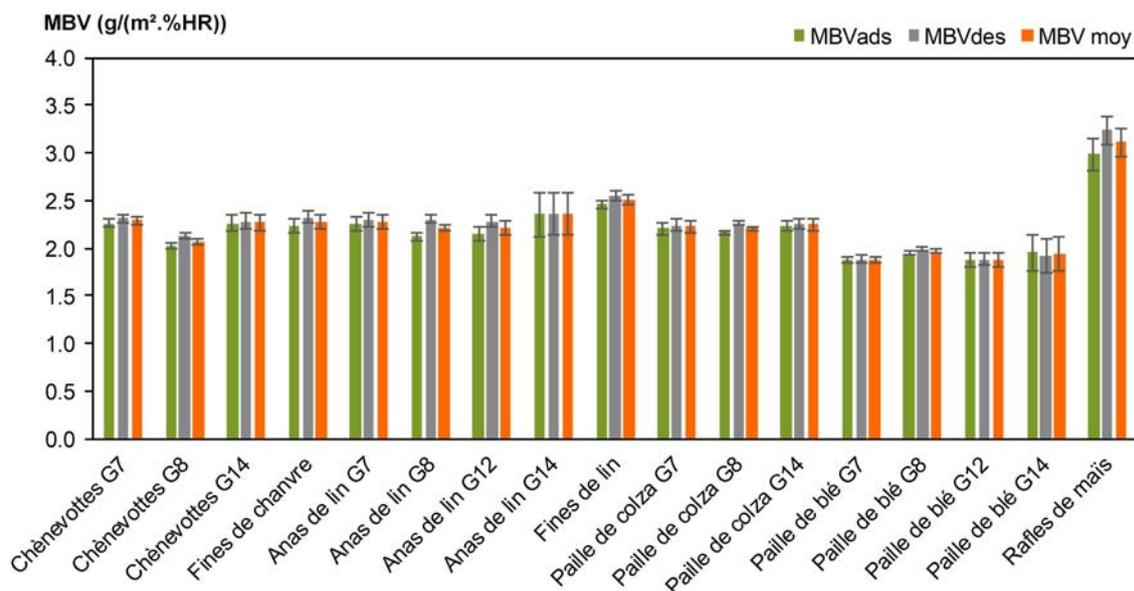


FIGURE 3.19 – Capacité tampon hygrique des granulats - valeur MBV lors de l'absorption et de la désorption puis moyenne.

Tous ces granulats sont très intéressants du point de vue de la capacité tampon hygrique.

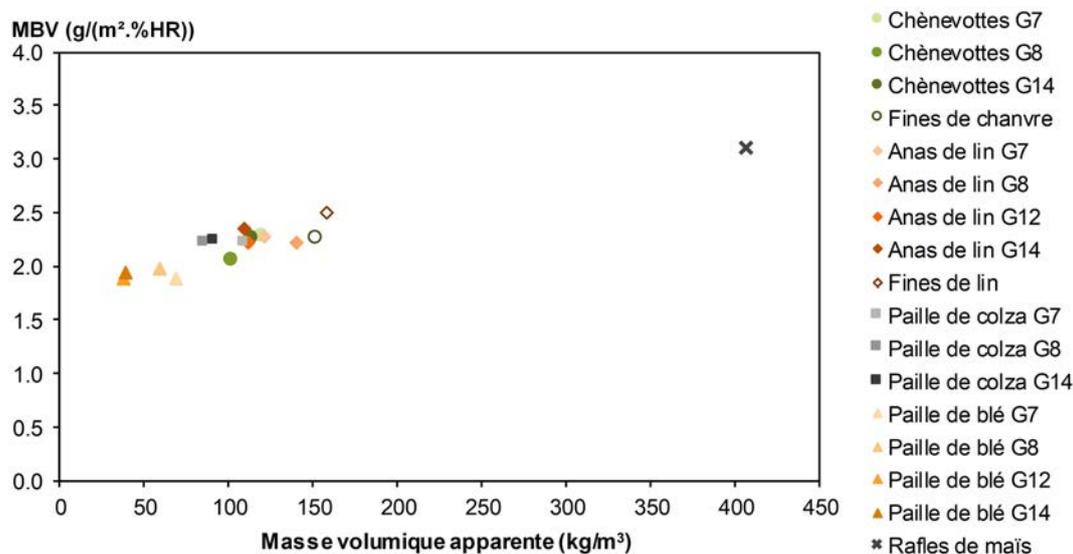


FIGURE 3.20 – Capacité tampon hygrique des granulats en fonction de leur masse volumique apparente.

TABLEAU 3.18 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des agro-ressources en vrac : valeur moyenne, écart-type et coefficient de variation.

Agro-ressources		$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\% \text{HR}}$ (kg/m^3)			MBV_{ads} ($\text{g}/(\text{m}^2.\% \text{HR})$)			MBV_{des} ($\text{g}/(\text{m}^2.\% \text{HR})$)			MBV_{moy} ($\text{g}/(\text{m}^2.\% \text{HR})$)			$\text{MBV}_{\text{moy-agro-ressource}}$ ($\text{g}/\text{m}^2.\% \text{HR})$)		
		moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV	moy.	σ	CoV
Chênevottes	G7	118.23	2.39	2.03%	2.26	0.04	1.90%	2.32	0.04	1.89%	2.29	0.04	1.79%	2.21	0.12	5.48%
	G8	101.03	0.00	0.00%	2.02	0.03	1.45%	2.12	0.03	1.57%	2.07	0.03	1.51%			
	G14	112.80	2.11	1.87%	2.26	0.09	3.76%	2.28	0.09	3.89%	2.27	0.09	3.82%			
	fines	151.19	0.00	0.00%	2.23	0.07	3.13%	2.32	0.06	2.73%	2.27	0.07	2.92%			
Anas de lin	G7	121.07	3.69	3.05%	2.25	0.08	3.37%	2.30	0.08	3.36%	2.27	0.07	3.25%	2.26	0.07	2.98%
	G8	140.49	0.00	0.00%	2.12	0.04	1.72%	2.31	0.04	1.59%	2.21	0.04	1.65%			
	G12	111.33	0.00	0.00%	2.15	0.07	3.29%	2.28	0.06	2.61%	2.21	0.07	2.94%			
	G14	109.37	1.46	1.33%	2.36	0.23	9.85%	2.36	0.22	9.46%	2.36	0.23	9.58%			
	fines	157.80	0.00	0.00%	2.46	0.05	1.92%	2.55	0.05	1.86%	2.50	0.05	1.89%			
Paille de colza	G7	109.54	1.66	1.52%	2.21	0.06	2.59%	2.24	0.06	2.61%	2.22	0.06	2.56%	2.23	0.02	0.78%
	G8	84.75	0.00	0.00%	2.16	0.03	1.29%	2.26	0.02	0.88%	2.21	0.02	1.02%			
	G14	90.95	1.01	1.11%	2.23	0.06	2.75%	2.26	0.05	2.22%	2.25	0.05	2.45%			
Paille de blé	G7	68.44	8.14	11.89%	1.88	0.03	1.62%	1.89	0.03	1.77%	1.88	0.03	1.66%	1.92	0.07	3.86%
	G8	58.94	0.00	0.00%	1.95	0.02	1.00%	1.99	0.02	1.14%	1.97	0.02	1.03%			
	G12	37.37	0.00	0.01%	1.87	0.07	3.90%	1.88	0.06	3.31%	1.88	0.07	3.52%			
	G14	38.36	0.54	1.41%	1.95	0.18	9.39%	1.92	0.19	9.66%	1.94	0.18	9.40%			
Rafle de maïs		405.68	6.39	1.58%	2.98	0.16	5.36%	3.23	0.15	4.63%	3.11	0.15	4.93%	3.11	-	-

3.6 Caractérisation mécanique

3.6.1 Plan de mélange

L'objectif de l'étude est d'évaluer la compressibilité de certaines agro-ressources afin d'identifier d'éventuels mélanges granulométriques permettant de limiter les efforts de compactage nécessaires pour obtenir une compacité (rapport entre le volume absolu des granulats et le volume apparent total) choisie.

L'étude de la compressibilité des agro-ressources est effectuée pour les chènevottes, les anas de lin, la paille de colza ainsi que la paille de blé. Pour chaque type de granulat, un plan de mélange à 3 constituants est réalisé (Tableau 3.19). Les 3 constituants sont les différentes granulométries disponibles des agro-ressources, à savoir G7, G8 et G12 ou G14.

TABLEAU 3.19 – Composition des mélanges.

Granulométrie	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
G7 (%)	100	0	0	50	50	0	33	66	17	17
G8 (%)	0	100	0	50	0	50	33	17	66	66
G12 ou G14 (%)	0	0	100	0	50	50	33	17	17	66

3.6.2 Courbes de tassement

La Figure 3.21 donne les résultats d'un test de compression sur des anas de lin G7, à titre d'exemple. La représentation graphique se fait sous forme de courbes de tassement, plus couramment utilisées en mécanique des sols. Lors des deuxième et troisième cycles, trois zones sont identifiées : le tassement instantané (ligne en pointillés), le tassement de consolidation (ligne pleine) et la courbe de déchargement (ligne en tiret - point).

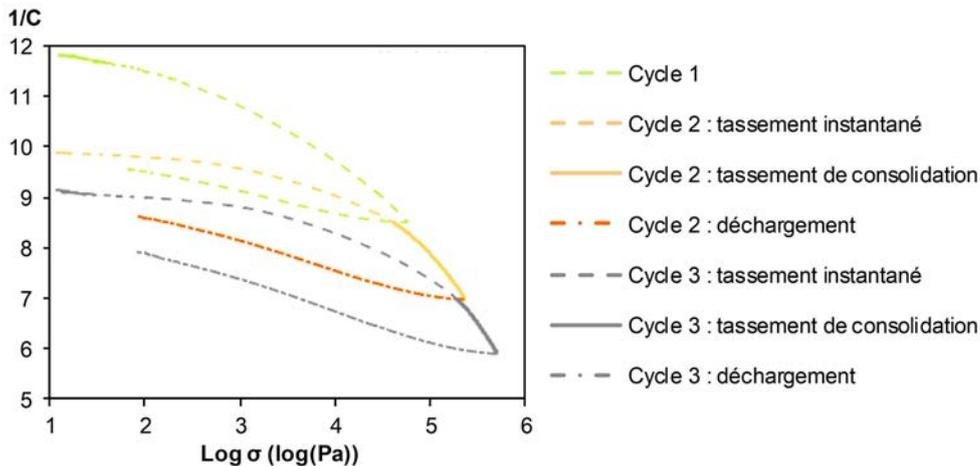


FIGURE 3.21 – Division des courbes de tassement pour l'identification des modèles pour un mélange entièrement constitué d'anas de lin G7.

Le tassement instantané est une déformation élastique où une évolution réversible de la compacité du mélange est possible. Le tassement de consolidation correspond à la déformation plastique de l'empilement de granulats qui entraîne une déformation irréversible de la compacité du mélange. A l'intersection de ces deux zones définies, il y a un point qui correspond à la pression de pré-consolidation. A partir de ce point, une partie de la déformation du mélange devient irréversible (ILDEFONSE et al [1997]).

Les résultats sont filtrés afin d'éliminer le bruit de mesure au début du test. Ce bruit est dû à l'incertitude de mesure lors de la mise en place du piston ainsi qu'à la friction des granulats avec le piston et la paroi du cylindre. Pour une faible contrainte (comme c'est le cas au début du test), ce filtrage rend difficile l'identification du point de pré-consolidation. Ainsi, le premier cycle sert surtout à la consolidation du mélange et n'est pas utilisé pour l'ajustement des modèles. Seuls les cycles 2 et 3 sont utilisés pour l'identification des paramètres de modèle. Lors du cycle 2, le tassement de consolidation commence lorsque la compacité $\frac{1}{C}$ atteint le même niveau qu'à la fin du premier cycle. Par conséquent, le début de la courbe du cycle 2 correspond au tassement instantané. Lorsque la contrainte est au maximum, la dernière partie de la courbe commence : le déchargement. Dans ce mémoire, seule la courbe de tassement de consolidation du cycle 2 est utilisée lors de l'ajustement des modèles.

3.6.3 Modèles de compression

Les modèles de compression les plus fréquemment cités dans la littérature sont : Walker (1923), Jones (1960), Kawakita-Ludde (1971) et Barbosa-Canovas et al (1987) (ÇOMOGLU [2015]). Ils proposent des relations entre les variables suivantes :

- σ_{sup} : la pression appliquée par le piston supérieur (en MPa) ;
- C_0 : la compacité initiale ;
- C : la compacité sous la pression σ_{sup} .

Ces modèles sont les suivants :

- Walker (WALKER [1923]) :

$$\frac{C_0}{C} = a \ln \sigma_{sup} + b \quad (3.1)$$

- Jones (JONES [1960]) :

$$C = b \sigma_{sup}^a \quad (3.2)$$

- Barbosa-Canovas (CANOVAS et al [1987]) :

$$\frac{C - C_0}{C_0} = a \ln \sigma_{sup} + b \quad (3.3)$$

- Kawakita (KAWAKITA et LÜDDE [1971]) :

$$\frac{\sigma_{sup}}{1 - \frac{C_0}{C}} = \frac{1}{a} \left(\sigma_{sup} + \frac{1}{b} \right) \quad (3.4)$$

Les paramètres a et b sont des constantes adimensionnelles (pour un test donné). Le paramètre a est communément appelé "coefficient de compressibilité". Ces modèles ont des équations proches. Cependant, le modèle de Jones ne dépend pas de la compacité initiale C_0 . Kawakita et Ludde montrent qu'une attention particulière est requise lors de la mesure initiale de la compacité C_0 . En effet, les fluctuations de la valeur C_0 mesurée, peuvent parfois entraîner des écarts importants.

Des régressions linéaires sont réalisées sur chacun de ces modèles et pour toutes les agro-ressources afin d'identifier les meilleurs paramètres.

Tous les modèles semblent bien représenter graphiquement le comportement des agro-ressources en vrac sous la contrainte de compression. Le coefficient de corrélation R^2 est déterminé pour

TABLEAU 3.20 – Coefficient de corrélation R^2 en fonction du modèle de compression testé pour tous les mélanges réalisés avec des anas de lin.

Mélange n°	Walker	Jones	Barbosa	Kawakita
1	0.9885	0.9825	0.9752	0.9426
2	0.9875	0.9824	0.9765	0.9465
3	0.9912	0.9848	0.9767	0.9422
4	0.9877	0.9819	0.975	0.9367
5	0.9912	0.9849	0.9771	0.9443
6	0.9906	0.9847	0.9773	0.9471
7-1	0.9889	0.983	0.9759	0.9431
7-2	0.9901	0.9844	0.9774	0.9387
7-3	0.9885	0.9823	0.9748	0.9368
7-4	0.9892	0.9833	0.9761	0.9369
7-5	0.9890	0.9828	0.9752	0.9400
8	0.9902	0.9847	0.978	0.9454
9	0.9881	0.9828	0.9764	0.9435
10	0.9891	0.9829	0.9752	0.9415
Moyenne	0.9893	0.9834	0.9762	0.9418

chaque mélange pour chacune des agro-ressources, afin de définir le meilleur modèle. Les modèles sont comparés uniquement sur la base de la valeur du coefficient de corrélation R^2 . Un exemple est donné dans le Tableau 3.20.

Le modèle de Walker a le meilleur coefficient de corrélation R^2 . Le modèle de Jones donne également de bons résultats. Inversement, le modèle de Kawakita donne les coefficients de corrélation R^2 les moins bons.

Cependant, l'utilisation de la variable C_0 dans les modèles de compression peut donner de mauvais résultats. En effet, cette variable est trop modulable puisqu'elle dépend du volume au début de l'essai de compression. De plus, cette valeur est difficile à obtenir en utilisant uniquement les données de déplacement et de force enregistrées par la machine d'essai. Elle est dépendante des frictions entre les granulats et le piston au début de l'essai de compression lorsque la surface n'est pas parfaitement plane. Le modèle de Jones est le seul modèle qui n'utilise pas cette variable. C'est donc ce modèle qui a été retenu pour l'ensemble des agro-ressources, sur la base de cette étude détaillée dans le cas des anas de lin.

3.6.4 Exploitation du plan d'expériences

Les résultats obtenus par le modèle de Jones, lors du tassement de consolidation du cycle 2, sont exploités par le biais d'un plan de mélange. Dans ce mémoire de thèse, l'évaluation de la compressibilité est détaillée uniquement dans le cas des anas de lin. Les résultats obtenus illustrent le type de conclusion obtenues sur d'autres ressources.

Après l'analyse de la variance, les modèles définis pour les paramètres C_{max} , a et b sont significatifs. L'analyse des coefficients combinée à la comparaison de R_a^2 entre le modèle initial et les différentes simplifications possibles, a permis de définir trois modèles. Ces équations permettent de déterminer les paramètres C_{max} , a et b en fonction de la distribution granulométrique des anas de lin. De plus, les coefficients de corrélation ajustés sont très bons parce qu'ils sont égaux ou supérieurs à 0.95.

3.6.4.1 Modèle pour déterminer la compacité maximale

La Figure 3.22 donne la surface de réponse de la compacité des anas de lin en fonction de leur distribution granulométrique. La compacité diminue légèrement lorsque la distribution granulométrique augmente.

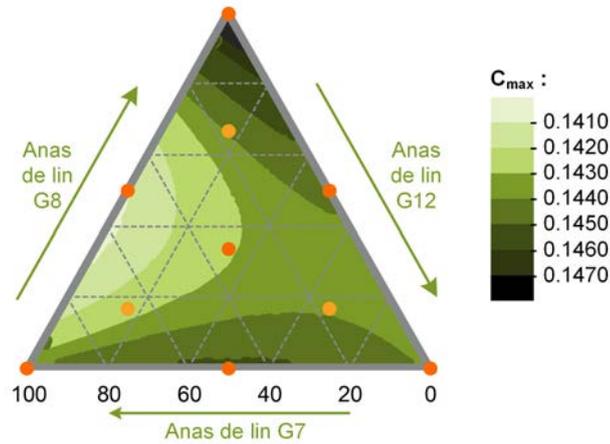


FIGURE 3.22 – Surface de réponse de la compacité maximale (C_{max}) des anas de lin en fonction de leur distribution granulométrique.

L'équation (3.5) définit la distribution granulométrique nécessaire pour obtenir un empilement granulaire avec la masse volumique attendue $\rho_{empilement}$ lorsque la contrainte de compression est imposée. En effet, C_{max} est le rapport de compacité de la masse volumique attendue de l'empilement granulaires divisée par la masse volumique de la cellulose ($\rho_{cellulose} = 1500 \text{ kg/m}^3$). Cette équation est utilisable pour une contrainte de compression comprise entre 0.0637 et 0.2546 MPa.

L'équation associée est la suivante :

$$C_{max} = 0.1436x_{G7} + 0.1478x_{G8} + 0.1438x_{G12} - 0.0186x_{G7}x_{G8} + 0.0054x_{G7}x_{G12} - 0.0066x_{G8}x_{G12} \quad (3.5)$$

Pour cette équation, le coefficient de corrélation est égal à 0.978 et le coefficient de corrélation ajusté est égal à 0.950.

3.6.4.2 Modèle pour déterminer la contrainte supérieure à appliquer

La Figure 3.23 donne la surface de réponse du paramètre a du modèle de Jones en fonction de la distribution granulométrique. Le paramètre a augmente avec l'augmentation de la taille des particules.

L'équation associée au paramètre a est la suivante :

$$a = 0.1148x_{G7} + 0.0981x_{G8} + 0.1348x_{G12} + 0.0287x_{G7}x_{G12} + 0.0269x_{G8}x_{G12} - 0.2531x_{G7}x_{G8}x_{G12} \quad (3.6)$$

Pour cette équation, le coefficient de corrélation est égal à 0.997 et le coefficient de corrélation ajusté est égal à 0.994. L'équation met en évidence la la forte interaction négative qu'exerce le mélange des trois granulométrie sur le paramètre a .

La Figure 3.24 donne la surface de réponse du paramètre b du modèle de Jones en fonction de la distribution granulométrique des anas de lin. Contrairement au paramètre a , le paramètre b diminue avec l'augmentation de la taille des particules.

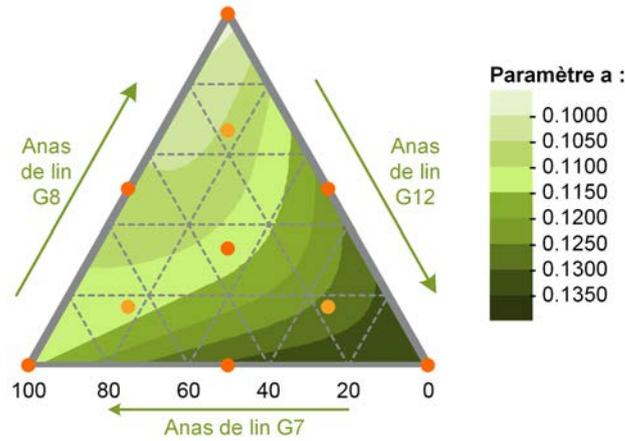


FIGURE 3.23 – Surface de réponse du paramètre a du modèle de Jones pour une pression de compression comprise entre 0.0637 et 0.2546 MPa en fonction de la distribution granulométrique des anas de lin.

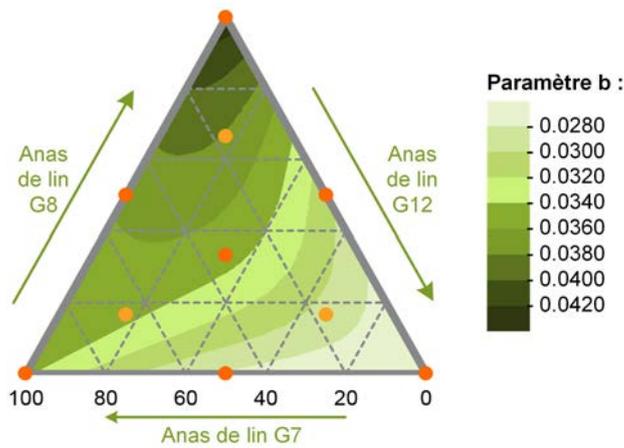


FIGURE 3.24 – Surface de réponse du paramètre b du modèle de Jones pour une pression de compression comprise entre 0.0637 et 0.2546 MPa en fonction de la distribution granulométrique des anas de lin.

L'équation associée au paramètre b est la suivante :

$$b = 0.0340x_{G7} + 0.0431x_{G8} + 0.0263x_{G12} - 0.0086x_{G7}x_{G8} - 0.0106x_{G7}x_{G12} - 0.0168x_{G8}x_{G12} + 0.1090x_{G7}x_{G8}x_{G12} \quad (3.7)$$

Pour cette équation, le coefficient de corrélation est égal à 0.996 et le coefficient de corrélation ajusté est égal à 0.989. L'équation met en évidence la forte interaction positive qu'exerce le mélange des trois granulométries sur le paramètre b .

A partir des équations (3.6) et (3.7), les paramètres a et b du modèle de Jones peuvent être déterminés pour une distribution granulométrique donnée. Ensuite, avec le modèle de Jones, la contrainte de compression peut être déterminée pour une masse volumique donnée à partir de l'équation suivante :

$$\sigma_{sup} = \left(\frac{\rho_{empilement}}{b \times \rho_{cellulose}} \right) \frac{1}{a} \quad (3.8)$$

où les paramètres a et b fournis par le modèle de Jones, sont déterminés par les équations définies précédemment, $\rho_{cellulose}$ (kg/m³) est la masse volumique de la cellulose, qui est d'environ 1500

kg/m^3 , $\rho_{\text{empilement}}$ (kg/m^3) est la masse volumique donnée de l'empilement granulaire et σ_{sup} (Pa) est la contrainte de compression appropriée pour obtenir un empilement granulaire caractérisé par la masse volumique cible. Cette équation est valable pour une pression de compression comprise entre 0.0637 et 0.2546 MPa.

Ainsi, l'étude de compressibilité permet d'évaluer la contrainte de compactage à appliquer pour obtenir une compacité donnée ou optimiser la composition (mélange de particules) afin de définir les conditions de mise en forme. Il apparaît globalement que la limitation des efforts de compression est généralement couplée à la sélection d'une granulométrie unique de grosses particules (typiquement G12 dans notre cas). Ce résultat s'avère finalement assez intuitif. Il s'avère identique pour l'ensemble des ressources testées.

3.7 Synthèse

La composition chimique, les propriétés physiques et hygrothermiques des agro-ressources sont liées.

Pour les chènevottes, anas de lin et pailles, la Figure 3.25 montre que la masse volumique du squelette augmente linéairement avec la quantité de polysaccharides. Les polysaccharides comprennent la cellulose, l'hémicellulose et la pectine. Comme expliqué précédemment (Figure 3.8 à la page 69 de ce chapitre), la structure cellulaire des agro-ressources est majoritairement constituée de ces composants. Plus la quantité de polysaccharides est élevée, plus la masse volumique du squelette est élevée. En effet, le réseau polymère formé par ces polysaccharides est plus dense lorsque la quantité de polysaccharides augmente car il permet une disposition plus compacte des chaînes.

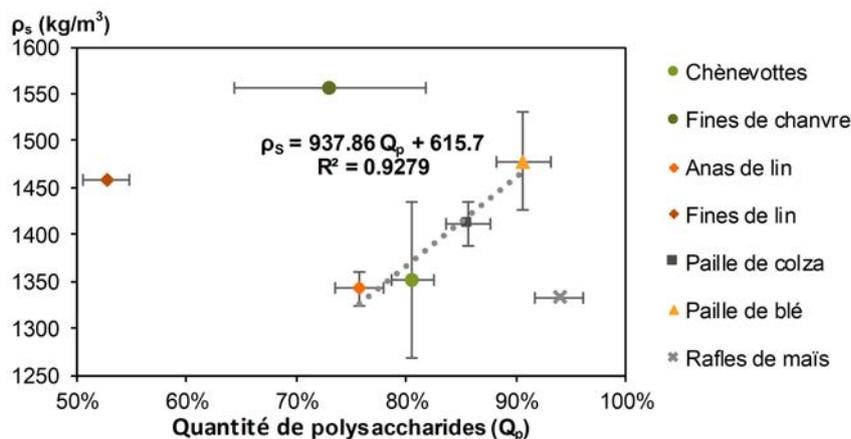


FIGURE 3.25 – Masse volumique du squelette en fonction de la quantité de polysaccharides (cellulose, hémicellulose et pectine) contenue dans les agro-ressources.

La Figure 3.26 montre que la conductivité thermique diminue lorsque la quantité de polysaccharides augmente. Ainsi bien que la masse volumique du squelette augmente avec la quantité de polysaccharides, la porosité totale augmente également. Cette dernière augmente suffisamment pour faire diminuer la conductivité thermique. Les résultats présentés sur la Figure 3.27 soulignent la forte corrélation entre la diminution de la conductivité thermique et l'augmentation de la porosité totale des matériaux étudiés.

La Figure 3.28 montre que le taux d'absorption initial (IRA) augmente linéairement avec la quantité de cellulose excepté dans le cas des fines de chanvre. Cela est probablement dû à l'écart-type élevé de la mesure d'absorption d'eau. Pour les chènevottes, anas et pailles, la moyenne de l'IRA est calculée pour toutes les granulométries d'une même agro-ressource. La cellulose confère aux

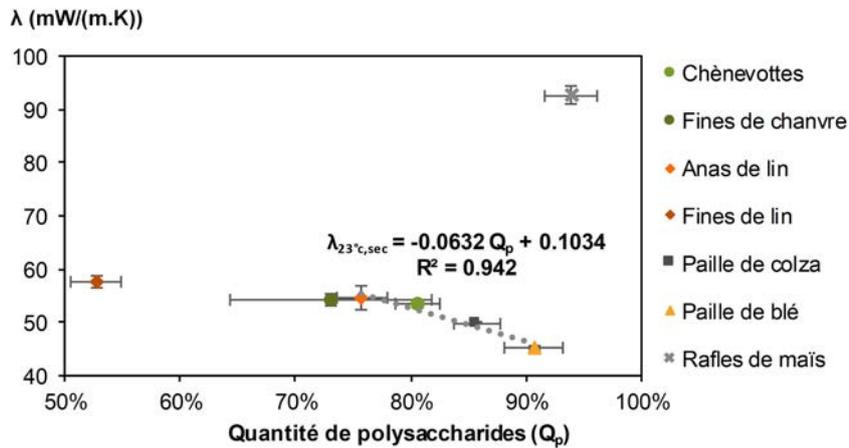


FIGURE 3.26 – Conductivité thermique en fonction de la quantité de polysaccharides (cellulose, hémicellulose et pectine) contenue dans les agro-ressources.

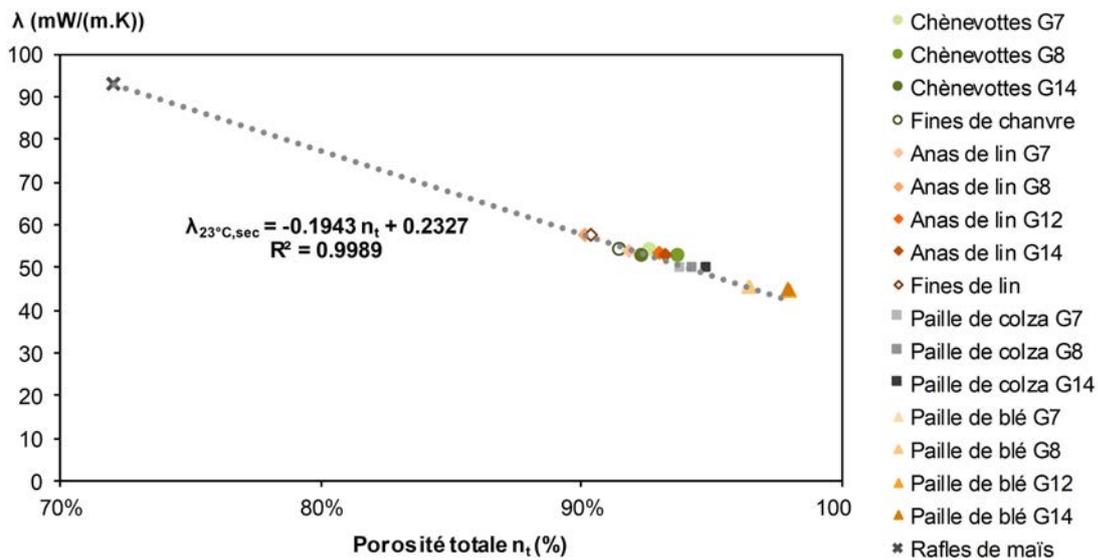


FIGURE 3.27 – Conductivité thermique en fonction de la porosité totale.

parois cellulaires des végétaux une très bonne rigidité et résistance grâce à son arrangement moléculaire sous forme de microfibrilles, qui favorise les liaisons hydrogène inter-moléculaires et intra-moléculaires. En plus d'une forte affinité pour elle-même, la cellulose a également une forte affinité pour l'eau en raison de sa composition. En effet, les charges partielles de la cellulose et de l'eau s'attirent mutuellement. Ainsi, de nombreuses liaisons inter-moléculaires d'hydrogène sont cassées au sein de la cellulose pour permettre la création de nouvelles liaisons entre les chaînes cellulosiques et les molécules d'eau. L'absorption d'eau provoque un gonflement des agro-ressources, d'où une augmentation de leur volume (Figure 3.29) (CHAMI KHAZRAJI et ROBERT [2013]; VAN DER REYDEN [1992]).

La Figure 3.30 permet de confronter la valeur tampon hygrique avec la conductivité thermique afin d'identifier la meilleure valorisation des agro-ressources d'un point de vue hygrique et thermique. Les différentes granulométries d'une même agro-ressource ont des conductivités thermiques très voisines ainsi que des capacités tampon hygrique très proches. Ainsi, (i) la paille de blé apparaît comme le meilleur isolant thermique, avec une bonne capacité de régulation de l'humidité, (ii) la rafle de maïs est le meilleur régulateur hygrique mais est un mauvais isolant thermique, (iii) le chanvre, le lin et le colza sont à la fois de bons isolants thermiques et d'excellents régulateurs hygriques (mais pas les meilleurs ni d'un point de vue thermique, ni d'un point de vue hygrique).

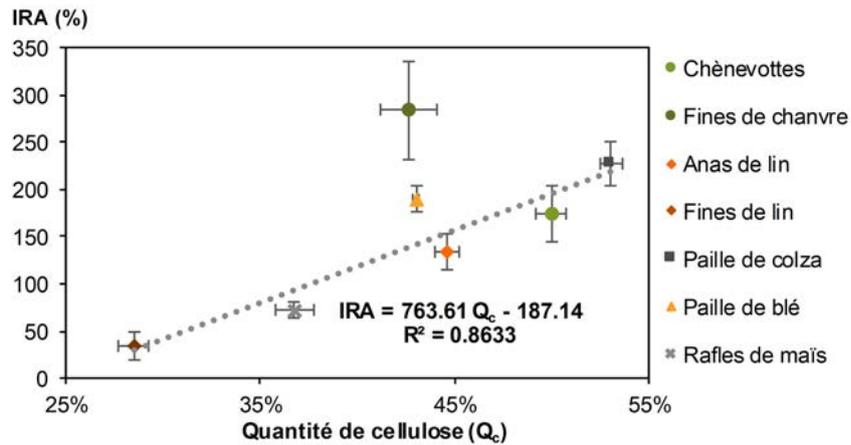


FIGURE 3.28 – Taux d’absorption d’eau initial en fonction de la quantité de cellulose contenue dans les agro-ressources.

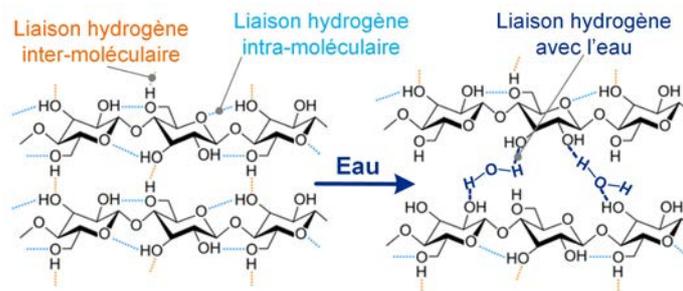


FIGURE 3.29 – Liaisons hydrogène présentes dans la cellulose avec ou sans présence d’eau.

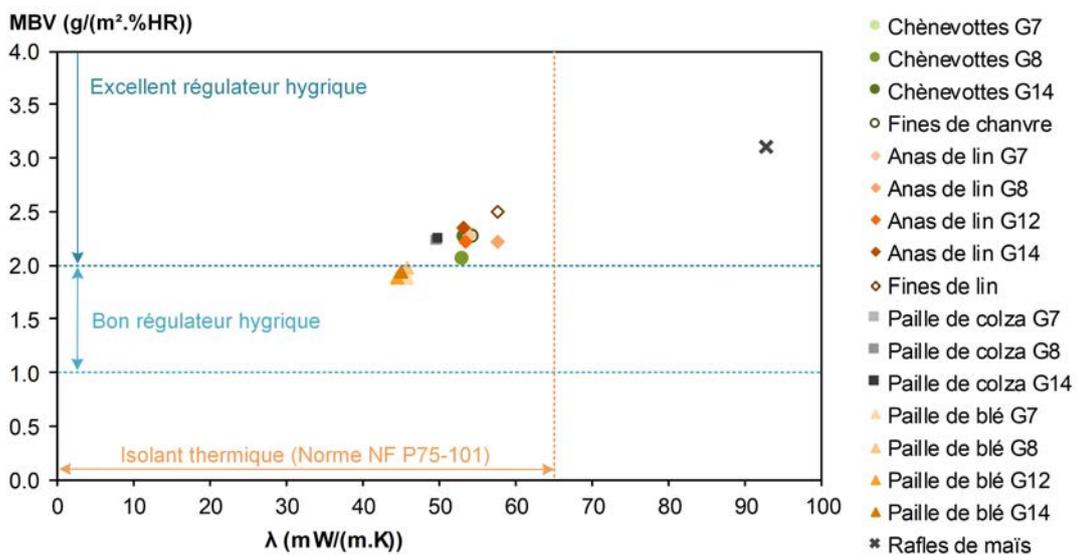


FIGURE 3.30 – Capacité tampon hygrique en fonction de la conductivité thermique des granulats.

3.8 Conclusion

La caractérisation des agro-ressources valorisées dans le cadre de cette étude porte sur cinq agro-ressources (chanvre, lin, colza, blé et maïs) qui ont été transformées industriellement en granulats. Plusieurs distributions granulométriques sont étudiées. Les propriétés principales ont été déterminées et présentées dans ce chapitre suite aux diverses caractérisations chimiques et multi-physiques réalisées (Figure 3.31).

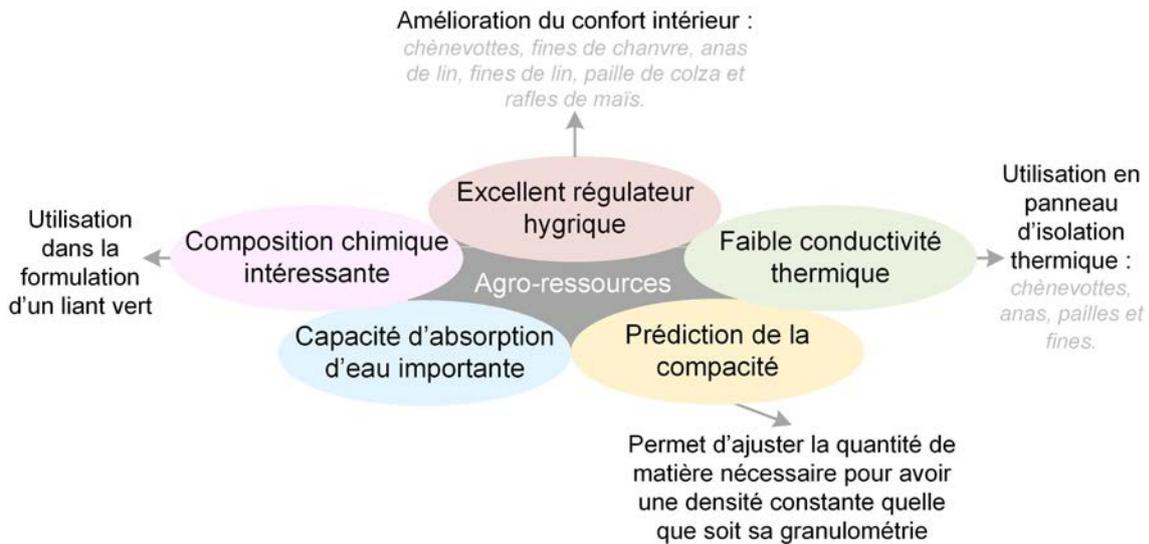


FIGURE 3.31 – Synthèse des propriétés principales des agro-ressources déterminées au cours de ce chapitre.

Les caractérisations physiques et hygrothermiques montrent que tous les granulats sont légers avec une porosité élevée. D'une manière générale, cela leur donne une grande capacité d'absorption d'eau, une faible conductivité thermique et une valeur tampon hygrique élevée.

Les chènevottes, les fines de chanvre, les anas de lin, les fines de lin, la paille de colza et la paille de blé ont une faible conductivité thermique (inférieure ou égale à $58 \text{ mW}/(\text{m.K})$) et sont tous d'excellents régulateurs hygriques (valeur MBV supérieure à $2.00 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$) hormis la paille de blé qui est un bon régulateur hygrique (valeur MBV comprise entre 1.88 et $1.97 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$). Cependant, lorsque la conductivité thermique diminue, la valeur tampon hygrique diminue.

A l'inverse les rafles de maïs présentent la meilleure performance hygrique (valeur MBV de $3.11 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$) et la moins bonne conductivité thermique ($92.6 \text{ mW}/(\text{m.K})$).

Pour chaque agro-ressource, une équation qui prédit la compacité d'un mélange granulométrique, a été déterminée à partir d'un modèle de compressibilité. Ainsi, la contrainte de compression requise pour la fabrication de panneaux peut être adaptée à la masse volumique apparente cible de l'empilement granulaire. L'exploitation de cet outil pour optimiser la formulation du spectre granulaire des composites, s'avère malheureusement limitée.

La caractérisation chimique montre qu'il existe de grandes différences dans la composition chimique de ces matériaux lignocellulosiques. La teneur élevée en polysaccharides devrait permettre d'utiliser ces agro-ressources en tant que colles ou matières premières servant à la production de liants verts.

Les intérêts chimiques et multi-physiques des agro-ressources ont été soulignés. L'objectif est désormais de les valoriser à travers le développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments.

Bibliographie

- ABIDI, N., L. CABRALES et C. H. HAIGLER. 2014, «Changes in the cell wall and cellulose content of developing cotton fibers investigated by FTIR spectroscopy», *Carbohydrate Polymers*, vol. 100, p. 9–16, ISSN 0144-8617. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S014486171300091X>. 66, 67
- ADAMON, G. D. F. 2017, *Modélisation de la cinétique de gazéification étagée de la biomasse tropicale : cas des balles de riz et des rafles de maïs*, thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne. URL <http://www.theses.fr/2017COMP2354/abes>. 59
- AFNOR. 1983, «NF P75-101 - Isolants thermiques destinés au bâtiment - Définition», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-p75-101/isolants-thermiques-de-stines-au-batiment-definition/article/692898/fa018774>. 82
- AMZIANE, S., F. COLLET, M. LAWRENCE, V. PICANDET, C. LANOS, S. MARCEAU et S. PAVIA. 2017, *Bio-aggregates based building materials*, springer netherlands éd., n° 23 dans RILEM State-of-the-Art Reports, Amziane Sofiane and Collet Florence, ISBN 978-94-024-1031-0. URL <http://www.springer.com/la/book/9789402410303>. 61, 72
- ANWAR, Z., M. GULFRAZ et M. IRSHAD. 2014, «Agro-industrial lignocellulosic biomass a key to unlock the future bio-energy : A brief review», *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, vol. 7, n° 2, p. 163–173, ISSN 1687-8507. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1687850714000119>. 69
- ARNAUD, L. et E. GOURLAY. 2012, «Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes», *Construction and Building Materials*, vol. 28, n° 1, p. 50–56, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061811004065>. 74, 77, 81
- BALČIŪNAS, G., J. ŽVIRONAITĖ, S. VĖJELIS, A. JAGNIATINSKIS et S. GAIDUČIS. 2016, «Ecological, thermal and acoustical insulating composite from hemp shives and spropel binder», *Industrial Crops and Products*, vol. 91, p. 286–294, ISSN 0926-6690. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926669016304320>. 82, 83
- BODINEAU, L. et J.-C. POUET. 2006, «Etude bibliographique sur la combustion de produits issus de cultures annuelles (blé, paille, maïs)», rapport, ADEME. URL http://www.lafranceagricole.fr/r/Public/FA/p1/Infographies/Dossier/2008-02-18/07080_1.pdf. 59
- BOUASKER, M., N. BELAYACHI, D. HOXHA et M. AL-MUKHTAR. 2014, «Physical characterization of natural straw fibers as aggregates for construction materials applications», *Materials*, vol. 7, n° 4, p. 3034–3048, ISSN 1996-1944. URL <http://www.mdpi.com/1996-1944/7/4/3034/>. 77, 81
- BOULOC, P. 2006, *Le chanvre industriel : Production et utilisations*, France Agricole Editions, ISBN 978-2-85557-130-0. 63
- CANOVAS, G. V. B., J. MALAVE-LOPEZ et M. PELEG. 1987, «Density and compressibility of selected food powders mixtures», *Journal of Food Process Engineering*, vol. 10, n° 1, p. 1–19, ISSN 1745-4530. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1745-4530.1987.tb00001.x/abstract>. 87
- CAPPELLETTO, P., M. BRIZZI, F. MONGARDINI, B. BARBERI, M. SANNIBALE, G. NENCI, M. POLI, G. CORSI, G. GRASSI et P. PASINI. 2001, «Italy-grown hemp : yield, composition and cannabinoid content», *Industrial Crops and Products*, vol. 13, n° 2, p. 101–113, ISSN 0926-6690. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669000000571>. 70

- ÇOMOĞLU, T. 2015, «An overview of compaction equations», *Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi*, vol. 36, n° 2, p. 123–133. URL <http://dergiler.ankara.edu.tr/tammetin.php?id=6742>. 87
- CHABANNES, M., V. NOZAHIC et S. AMZIANE. 2015, «Design and multi-physical properties of a new insulating concrete using sunflower stem aggregates and eco-friendly binders», *Materials and Structures*, vol. 48, n° 6, p. 1815–1829, ISSN 1359-5997. URL <http://link.springer.com/10.1617/s11527-014-0276-9>. 74, 77, 81
- CHABRIAC, P., E. GOURDON, P. GLE, A. FABBRI et H. LENORMAND. 2016, «Agricultural by-products for building insulation : Acoustical characterization and modeling to predict micro-structural parameters», *Construction and Building Materials*, vol. 112, p. 158–167, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061816302215>. 77
- CHAMI KHAZRAJI, A. et S. ROBERT. 2013, «Self-assembly and intermolecular forces when cellulose and water interact using molecular modeling», *Journal of Nanomaterials*, vol. 2013, p. 1–12, ISSN 1687-4110. URL <http://www.hindawi.com/journals/jnm/2013/745979/>. 92
- CHEN, Y., Q. L. YU et H. J. H. BROUWERS. 2017, «Acoustic performance and microstructural analysis of bio-based lightweight concrete containing miscanthus», *Construction and Building Materials*, vol. 157, p. 839–851, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061817319840>. 68, 70
- CORTELLA, A. R. et M. L. POCHETTINO. 1994, «Starch grain analysis as a microscopic diagnostic feature in the identification of plant material», *Economic Botany*, vol. 48, n° 2, p. 171–181, ISSN 0013-0001. URL <http://www.jstor.org/stable/4255611>. 61
- CÉRÉZO, V. 2005, *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, thèse de doctorat, Villeurbanne, INSA. URL <http://www.theses.fr/2005ISAL0037>. 83
- DIQUÉLOU, Y., E. GOURLAY, L. ARNAUD et B. KUREK. 2015, «Impact of hemp shiv on cement setting and hardening : Influence of the extracted components from the aggregates and study of the interfaces with the inorganic matrix», *Cement and Concrete Composites*, vol. 55, p. 112–121, ISSN 0958-9465. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0958946514001589>. 66, 67
- DYER, T. J. 1999, *Elucidating the formation and chemistry of chromophores during kraft pulping*, thèse de doctorat, University of Wisconsin-Stevens Point. URL https://smartech.gatech.edu/bitstream/handle/1853/7025/dyer_thomas_200408_vol1.pdf. 70
- FRY, S. C. 2001, «Plant cell walls», *eLS*. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1038/npg.els.0001682/full>. 69
- GAO, X., R. KUMAR et C. E. WYMAN. 2014, «Fast hemicellulose quantification via a simple one-step acid hydrolysis», *Biotechnology and Bioengineering*, vol. 111, n° 6, p. 1088–1096, ISSN 1097-0290. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/bit.25174/abstract>. 70
- GHAFFAR, S. H. et M. FAN. 2017, «An aggregated understanding of physicochemical properties and surface functionalities of wheat straw node and internode», *Industrial Crops and Products*, vol. 95, p. 207–215, ISSN 0926-6690. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669016307300>. 63
- GODIN, B., R. AGNEESSENS, S. GOFFLOT, S. LAMAUDIÈRE, G. SINNAEVE, P. A. GERIN et J. DELCARTE. 2010, «Revue bibliographique sur les méthodes d'analyse des polysaccharides structures des biomasses lignocellulosiques», *Biotechnol. Agron Soc. Environ.*, vol. 15, n° 1, p. 165–182. URL <https://popups.uliege.be/1780-4507/index.php?id=17029&file=1&pid=7095>. 70

- GRAAFF, J. L. et J. VAN STADEN. 1983, «Seed coat structure of sesbania species», *Zeitschrift für Pflanzenphysiologie*, vol. 111, n° 4, p. 293–299, ISSN 0044-328X. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0044328X83800890>. 65
- GREENHALF, C. E., D. J. NOWAKOWSKI, A. V. BRIDGWATER, J. TITLOYE, N. YATES, A. RICHE et I. SHIELD. 2012, «Thermochemical characterisation of straws and high yielding perennial grasses», *Industrial Crops and Products*, vol. 36, n° 1, p. 449–459, ISSN 0926-6690. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669011004158>. 70
- HARRIS, P. J. 2006, «Primary and secondary plant cell walls : a comparative overview», *New Zealand Journal of Forestry Science*, vol. 36, n° 1, p. 36. URL <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.710.1367&rep=rep1&type=pdf>. 69
- HERMAN, E. M. et B. A. LARKINS. 1999, «Protein storage bodies and vacuoles», *The Plant Cell*, vol. 11, n° 4, p. 601–613. URL <http://www.plantcell.org/content/11/4/601.fullStorage>. 70
- IGATHINATHANE, C., L. PORDESIMO, E. COLUMBUS, W. BATCHELOR et S. SOKHANSANJ. 2009, «Sieveless particle size distribution analysis of particulate materials through computer vision», *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 66, n° 2, p. 147–158, ISSN 0168-1699. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168169909000088>. 72
- ILDEFONSE, B., C. ALLAIN et P. COUSSOT. 1997, *Des grands écoulements naturels à la dynamique du tas de sable : Introduction aux suspensions en géologie et en physique*, Editions Quae, ISBN 978-2-85362-485-5. URL <https://www.quae.com/produit/21/9782759202508/des-grands-ecoulements-naturels-a-la-dynamique-du-tas-de-sable>. 86
- JEONG, T. S. et K. K. OH. 2011, «Optimization of fermentable sugar production from rape straw through hydrothermal acid pretreatment», *Bioresource Technology*, vol. 102, n° 19, p. 9261–9266, ISSN 0960-8524. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0960852411009199>. 71
- JOHNSON, B. et D. KERR. 2015, «Flax straw and fibre», dans *Growing flax*, Flax council of Canada. URL <https://flaxcouncil.ca/growing-flax/chapters/flax-straw-and-fibre/>. 63
- JONES, W. D. 1960, *Fundamental principles of powder metallurgy*, E. Arnold. 87
- KAWAKITA, K. et K.-H. LÜDDE. 1971, «Some considerations on powder compression equations», *Powder Technology*, vol. 4, n° 2, p. 61–68, ISSN 0032-5910. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0032591071800013>. 87
- KYMÄLÄINEN, H.-R. et A.-M. SJÖBERG. 2008, «Flax and hemp fibres as raw materials for thermal insulations», *Building and Environment*, vol. 43, n° 7, p. 1261–1269, ISSN 0360-1323. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0360132307001102>. 68, 71
- MAGNIONT, C., G. ESCADEILLAS, M. COUTAND et C. OMS-MULTON. 2012, «Use of plant aggregates in building ecomaterials», *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 16, n° sup1, p. s17–s33, ISSN 1964-8189. URL <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/19648189.2012.682452>. 81
- MANARA, P., A. ZABANIOTOU, C. VANDERGHEN et A. RICHEL. 2014, «Lignin extraction from Mediterranean agro-wastes : Impact of pretreatment conditions on lignin chemical structure and thermal degradation behavior», *Catalysis Today*, vol. 223, p. 25–34, ISSN 0920-5861. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0920586113005518>. 66, 67
- MEIRHAEGHE, C. 2011, «Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usage matériaux en France», rapport, ADEME. 58

- MIKROSCOPIA. 2013, «Le lin», URL <http://forum.mikroskopia.com/topic/12934-le-lin/>. 63
- MIKROSCOPIA. 2014, «Tige de chanvre», URL <http://forum.mikroskopia.com/topic/14107-tige-de-chanvre-naissance-d'une-feuille/>. 63
- NGUYEN, T. T. 2010, *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*, thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01017510/>. 77
- NGUYEN, T. T., V. PICANDET, T. LECOMPTE, P. CARRE, S. AMZIANE et C. BALEY. 2009, «étude de la compacité du béton de chanvre sur leurs caractéristiques mécaniques et thermiques», dans *XXVIIème Rencontre AUGC*, Saint-Malo, France. URL https://www.researchgate.net/publication/265728831_Etude_de_la_compacite_du_beton_de_chanvre_sur_leurs_caracteristiques_mecaniques_et_thermiques. 74, 77, 81
- NOZAHIC, V., S. AMZIANE, G. TORRENT, K. SAÏDI et H. DE BAYNAST. 2012, «Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder», *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, n° 2, p. 231–241, ISSN 0958-9465. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946511001594>. 74, 77, 81
- PICANDET, V., P. TRONET et C. BALEY. 2012, «Caractérisation granulométrique des chènevottes», dans *XXXème Rencontres AUGC-IBPSA*, Chambéry, France. URL https://www.polytech.univ-savoie.fr/fileadmin/polytech_autres_sites/sites/augc2012/actes/Contribution1411.pdf. 72
- PINTO, J., D. CRUZ, A. PAIVA, S. PEREIRA, P. TAVARES, L. FERNANDES et H. VARUM. 2012, «Characterization of corn cob as a possible raw building material», *Construction and Building Materials*, vol. 34, p. 28–33, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061812000918>. 63
- POINTNER, M., P. KUTTNER, T. OBRLIK, A. JAGER et H. KAHR. 2014, «Composition of corncobs as a substrate for fermentation of biofuels», *Agronomy Research*, vol. 12, n° 2, p. 391–396. URL http://agronomy.emu.ee/vol122/2014_2_10_b5.pdf. 70, 71
- PÉREZ, S. et E. BERTOFT. 2010, «The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules : A comprehensive review», *Starch - Stärke*, vol. 62, n° 8, p. 389–420, ISSN 1521-379X. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/star.201000013/abstract>. 65
- RAHIM, M., O. DOUZANE, A. TRAN LE, G. PROMIS et T. LANGLET. 2016a, «Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete», *Construction and Building Materials*, vol. 102, p. 679–687, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061815306486>. 77
- RAHIM, M., O. DOUZANE, A. D. TRAN LE et T. LANGLET. 2016b, «Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials», *Construction and Building Materials*, vol. 111, n° Supplement C, p. 119–127, ISSN 0950-0618. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061816301180>. 77, 82, 83
- RODE, C., R. PEUHKURI, L. H. MORTENSEN, K. K. HANSEN, B. TIME, G. ARILD, T. OJANEN, J. AHONEN, K. SVENNBERG, L.-E. HARDERUP et J. ARFVIDSSON. 2005, «Moisture buffering of building materials», rapport, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering. URL http://orbit.dtu.dk/fedora/objects/orbit:75984/datastreams/file_2415500/content. 84

- ROSS, K. et G. MAZZA. 2010, «Characteristics of lignin from flax shives as affected by extraction conditions», *International Journal of Molecular Sciences*, vol. 11, n° 10, p. 4035–4050, ISSN 1422-0067. URL <http://www.mdpi.com/1422-0067/11/10/4035/>. 70
- SAIN, M. et D. FORTIER. 2002, «Flax shives refining, chemical modification and hydrophobisation for paper production», *Industrial Crops and Products*, vol. 15, n° 1, p. 1–13. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669001000905>. 70
- SHROOMERY. 2007, «Short straw», URL <https://www.shroomery.org/forums/showflat.php/Number/7591839>. 63
- SILVA, A. S., C. NUNES, M. A. COIMBRA et L. F. GUIDO. 2014, «Composition of pectic polysaccharides in a Portuguese apple (*Malus domestica* Borkh. cv Bravo de Esmolfe)», *Scientia Agricola*, vol. 71, n° 4, p. 331–336, ISSN 0103-9016. URL http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0103-90162014000400011&lng=en&nrm=iso&tlng=en. 70
- SORIEUL, M., A. DICKSON, S. HILL et H. PEARSON. 2016, «Plant fibre : Molecular structure and biomechanical properties, of a complex living material, influencing its deconstruction towards a biobased composite», *Materials*, vol. 9, n° 8, p. 618, ISSN 1996-1944. URL <http://www.mdpi.com/1996-1944/9/8/618>. 68, 69
- SUN, R.-C. et J. TOMKINSON. 2000, «Appendix 1 : Essential guides for isolation/purification of polysaccharides», dans *Encyclopedia of Separation Science*, vol. 6, Academic Press, ISBN 978-0-12-226770-3, p. 4568–4574. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B0122267702072719>. 70
- TAIZ, L. et E. ZEIGER. 2002, *Plant physiology, 3rd edition*, Sinauer Associates, ISBN 0-87893-823-0. URL <https://academic.oup.com/aob/article-lookup/doi/10.1093/aob/mcg079>. 61
- TERPÁKOVÁ, E., L. KIDALOVÁ, A. EŠTOKOVÁ, J. ČIGÁŠOVÁ et N. ŠTEVULOVÁ. 2012, «Chemical modification of hemp shives and their characterization», *Procedia Engineering*, vol. 42, p. 931–941, ISSN 1877-7058. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1877705812028937>. 66, 67
- VAN DER REYDEN, D. 1992, «Recent scientific research in paper conservation», *Journal of the American Institute for Conservation*, vol. 31, n° 1, p. 117–138, ISSN 0197-1360. URL <http://www.jstor.org/stable/3179619>. 92
- VIGNON, M. R., C. GARCIA-JALDON et D. DUPEYRE. 1995, «Steam explosion of woody hemp», *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 17, n° 6, p. 395–404, ISSN 0141-8130. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0141813096818526>. 61, 68, 70, 71
- VORAGEN, A. G. J., G.-J. COENEN, R. P. VERHOEF et H. A. SCHOLS. 2009, «Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls», *Structural Chemistry*, vol. 20, n° 2, p. 263, ISSN 1040-0400. URL <https://link.springer.com/article/10.1007/s11224-009-9442-z>. 69
- WALKER, E. E. 1923, «The properties of powders. Part VI. The compressibility of powders», *Transactions of the Faraday Society*, vol. 19, p. 73–82. URL <http://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/1923/TF/TF9231900073>. 87
- XU, F., J.-X. SUN, R. SUN, P. FOWLER et M. S. BAIRD. 2006, «Comparative study of organosolv lignins from wheat straw», *Industrial Crops and Products*, vol. 23, n° 2, p. 180–193, ISSN 0926-6690. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926669005000695>. 66, 67

- XU, F., J. YU, T. TESSO, F. DOWELL et D. WANG. 2013, «Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques : A mini-review», *Applied Energy*, vol. 104, p. 801–809, ISSN 0306-2619. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0306261912009014>. 66, 67
- ZHANG, P., S.-J. DONG, H.-H. MA, B.-X. ZHANG, Y.-F. WANG et X.-M. HU. 2015, «Fractionation of corn stover into cellulose, hemicellulose and lignin using a series of ionic liquids», *Industrial Crops and Products*, vol. 76, p. 688–696, ISSN 0926-6690. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926669015302600>. 66, 67

Chapitre 4

Liants verts

Sommaire

4.1 Développement d'un liant bio-sourcé	102
4.1.1 Étude préliminaire	102
4.1.1.1 Fabrication de composites chanvre-paille	102
4.1.1.2 Caractérisation du pouvoir liant de la paille de blé	103
4.1.1.3 Cohésion des composites chanvre paille	105
4.1.2 Extraction des solubles	107
4.1.2.1 Nature du solvant	108
4.1.2.2 Concentration du solvant	108
4.1.2.3 Temps de macération	109
4.1.2.4 Granulométrie de l'agro-ressource	110
4.1.2.5 Type d'agro-ressources	110
4.1.2.6 Valorisation des résidus d'extraction	115
4.1.2.7 Sélection des extraits	116
4.2 Liants industriels	116
4.2.1 Liqueur noire	116
4.2.2 Lignine kraft BioChoice®	118
4.2.3 Mélasse	118
4.2.4 PLA	119
4.3 Conclusion	119
Bibliographie	121

Les travaux liés à la production et la sélection de liants dédiés à la production de composites bio-sourcés sont rassemblés dans cette partie de mémoire. Ils conduisent à la sélection de six liants. D'une part, deux liants verts sont développés et obtenus par extraction à partir des agro-ressources. D'autre part, quatre liants, également issus d'agro-ressource, proviennent de l'industrie (co-produits ou ressources renouvelables).

4.1 Développement d'un liant bio-sourcé

Les panneaux de paille compressée LigniCell®, exploités dans le cadre du projet ISOBIO, constituent un exemple de composite bio-sourcé très intéressant. Dans ce produit, aucun composant additionnel n'est ajouté pour assurer une cohésion minimale entre les brins de paille. La matière première est juste nettoyée et comprimée entre deux plaques chauffantes où elle subit un traitement hydrothermique à 200°C (GLASSCO et NOBLE [1987]). La cohésion du matériau obtenu est donc assurée par la lignine (entre 8 et 17 %), l'hémicellulose (entre 28 et 33 %) et la cellulose (entre 33 et 42 %) contenues dans la paille de blé (SUN et TOMKINSON [2000]). De plus, l'humidité contrôlée du système permet d'apporter l'eau suffisante à la réaction. Il apparaît donc possible de développer un liant bio-sourcé en utilisant les composants contenus dans les agro-ressources et en appliquant une sollicitation thermique.

4.1.1 Étude préliminaire

4.1.1.1 Fabrication de composites chanvre-paille

Dans l'esprit du mode de fabrication des panneaux de paille compressée, une étude préliminaire est réalisée afin de vérifier la faisabilité d'un liant issu d'agro-ressources. Des composites sont fabriqués avec des chènevottes (intervenant comme granulats) et de la paille de blé (jouant le rôle de liant). Les propriétés de collage sont analysées d'un point de vue chimique (analyse Van Soest), vérifiées d'un point de vue morphologique (MEB) et testées d'un point de vue mécanique (essai de compression).

Pour la fabrication des composites, la paille de blé est utilisée de plusieurs manières différentes. Tout d'abord, la paille de blé est finement hachée et mélangée à du chanvre. Le mélange sec est ensuite humidifié, avec un rapport mélange sec/eau de 1, et mis en forme sous pression à 0.1 MPa puis chauffé à 180°C pendant 100 minutes. Il est observé expérimentalement que pour assurer une bonne cohésion en utilisant toujours le même traitement thermique à 180°C, un minimum de 15 % de paille de blé est requis dans le mélange sec (Figure 4.1). Finalement, le mélange sélectionné est composé de 80 % de chènevottes et 20 % de paille broyée en poudre (composite A).

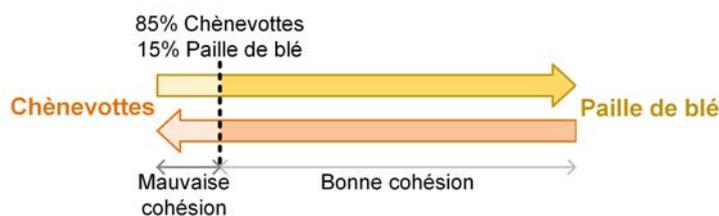


FIGURE 4.1 – Cohésion des composites par rapport au ratio chènevottes/paille de blé d'après les observations expérimentales.

Une fois les propriétés de collage de la paille broyée en poudre vérifiées, d'autres essais sont effectués après avoir fait infuser la paille de blé. Elle est infusée pendant 24 heures et chauffée à

80°C afin de permettre l'extraction des composants solubles. Dans un premier temps, l'infusion de paille de blé est directement mélangée avec les chènevottes et le mélange est traité comme précédemment (composite B). Dans un second temps, la paille de blé infusée est filtrée et seuls les extraits en solution sont mélangés avec les chènevottes. Le mélange est ensuite traité comme précédemment (composite C). Ce procédé permet de réduire la quantité de paille de blé tout en assurant l'effet de collage. Un composite de référence est également fabriqué avec un liant polysaccharide (composite D). Le Tableau 4.1 récapitule la formulation des différents composites fabriqués.

TABLEAU 4.1 – Formulation des composites : masse des composants (g) et préparation du liant.

Composition	A	B	C	D
Chènevottes	192	192	192	190
Paille de blé	Broyée 48	Infusée et Extraits 48	Extraits 30	- -
Polysaccharide	-	-	-	20
Eau	240	360	320	200

Pour chaque formulation, trois échantillons de 10 centimètres de diamètre et d'environ 7 cm de haut sont fabriqués (Figure 4.2). Les composites développés ont une masse volumique apparente assez faible, allant de 166 à 188 kg/m³ à (23°C; 50 %HR) (Tableau 4.2). Leur masse volumique réelle est d'environ 1500 kg/m³, ce qui conduit à une porosité totale très élevée, environ 89 %. Pour les composites chanvre-paille, le composite ayant la plus forte teneur en chanvre présente la masse volumique la plus faible et la porosité la plus élevée (C vs A et B).



FIGURE 4.2 – Photo des différents composites développés lors de l'étude préliminaire.

TABLEAU 4.2 – Masse volumique apparente des composites à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec) : valeur moyenne et écart-type.

Composites	A	B	C	D
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	179.8 ± 13.2	187.9 ± 3.6	165.9 ± 3.4	181.6 ± 2.8
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m ³)	166.5 ± 12.1	174.1 ± 3.3	153.9 ± 3.4	168.8 ± 2.7
ρ_s (kg/m ³)	1529.4 ± 6.0	1509.8 ± 16.9	1496.7 ± 21.2	1475.8 ± 8.0
n_{tot} (%)	89.1	88.5	89.7	88.6

4.1.1.2 Caractérisation du pouvoir liant de la paille de blé

4.1.1.2.a Composition chimique de la paille de blé

L'évolution de la composition chimique de la paille de blé en fonction des différents traitements : sans traitement, puis après infusion à 80°C (traitement hydrothermique 1) et ensuite après infusion à 80°C et chauffage à 180°C (traitement hydrothermique 2), est étudiée à l'aide de la méthode Van Soest.

Les traitements hydrothermiques induisent une perte de poids de la paille de blé qui augmente avec la température de traitement. Après le traitement et le séchage, la perte de poids est de 3.46 % après le traitement hydrothermique 1 (infusion à 80°C) et de 5.86 % après le traitement hydrothermique 2 (infusion à 80°C puis cuisson à 180°C). Le Tableau 4.3 et la Figure 4.3 donnent la composition chimique relative de la paille de blé avant et après les traitements hydrothermiques 1 et 2. Les teneurs en hémicellulose et en minéraux restent inchangées quel que soit le traitement. Cependant, les teneurs relatives en cellulose et en lignine ont respectivement augmenté de 15.25 % et de 18.74 % suite à l'infusion, tandis que la teneur en solubles a diminué de 30.56 %. Ces différences s'expliquent, d'une part, par la perte de poids après les traitements. En effet, les composants solubles dans l'eau sont éliminés pendant les traitements. Ces derniers sont principalement composés de lignine, de minéraux, d'hémicellulose et de pectines (elles sont comprises dans les solubles). D'autre part, la chaleur permet la dépolymérisation des composants solubles et insolubles dans l'eau et donc la libération des molécules d'acide qui peuvent déclencher des réactions de repolymérisation (GARROTE et al [1999]; MERALI et al [2013]; XIAO et al [2012]). Ces polymères peuvent donc tout à fait jouer le rôle de liant dans les composites.

TABLEAU 4.3 – Composition chimique de la paille de blé avant et après les traitements hydrothermiques : (1) infusion à 80°C et (2) infusion à 80°C puis cuisson à 180 °C (C : Cellulose, H : Hémicellulose, L : Lignine, S : Solubles et M : Minéraux).

Agro-ressources	C (%)	H (%)	L (%)	S (%)	M (%)
Sans traitement	38.56 ± 1.47	32.45 ± 0.54	4.43 ± 0.26	22.38 ± 0.89	1.11 ± 0.15
Traitement hydrothermique 1	44.44 ± 1.26	33.11 ± 0.62	5.26 ± 0.55	15.54 ± 0.98	1.14 ± 0.12
Traitement hydrothermique 2	44.52 ± 1.07	33.45 ± 0.42	5.49 ± 0.48	16.51 ± 1.94	1.16 ± 0.22

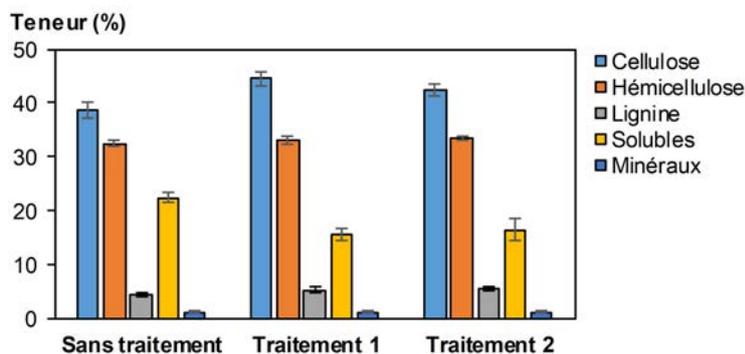


FIGURE 4.3 – Composition chimique de la paille de blé avant et après les traitements hydrothermiques : (1) infusion à 80°C et (2) infusion à 80°C puis cuisson à 180 °C.

Ces résultats sont comparés à ceux qui se trouvent dans la littérature. Rajput et al ont également effectué des traitements hydrothermiques sur la paille de blé à différentes températures. Ils notent une augmentation relative de la cellulose, une diminution de l'hémicellulose, de la lignine et des autres composants avec la température (RAJPUT et al [2018]). Quant à Ran et al, ils ont fait un traitement hydrothermique sur les résidus de vinaigre lavé et ont constaté une augmentation de la cellulose, une légère augmentation de la lignine et une diminution de l'hémicellulose avec la température (RAN et al [2018]). Ces résultats sont différents de ceux obtenus dans la présente étude. Ainsi comme constaté dans le chapitre précédent, la composition chimique de la paille de blé dépend de son origine, notamment de la zone de production, des conditions météorologiques (soleil, humidité relative, température, précipitations et vent) ainsi que de la variété et de la maturité de la plante. De plus, les agro-ressources ne réagissent pas toujours de la même manière pendant le traitement hydrothermique car l'hémicellulose, la lignine et les pectines sont composées d'unités monomères différentes qui ne sont pas forcément ramifiées et randomisées de la même manière. Ainsi, les polymères ont des propriétés différentes.

4.1.1.2.b Morphologie de surface de la paille de blé

La Figure 4.4 présente des micrographies MEB de la surface de la paille de blé, avant et après le traitement hydrothermique 2. L'infusion permet d'éliminer les composants solubles tels que la lignine, l'hémicellulose, les pectines, les cires et les graisses de la paroi cellulaire. Ainsi, ces composants peuvent facilement réagir entre eux en milieu liquide sous l'effet de la chaleur. En effet, sur les micrographies MEB de la Figure 4.4.a, la surface externe de la paille de blé est parfaitement lisse à l'exception de la présence de quelques granules d'amidon alors que la surface externe est légèrement endommagée après le traitement hydrothermique 2 comme le montrent les micrographies MEB des Figures 4.4.b et 4.4.c.

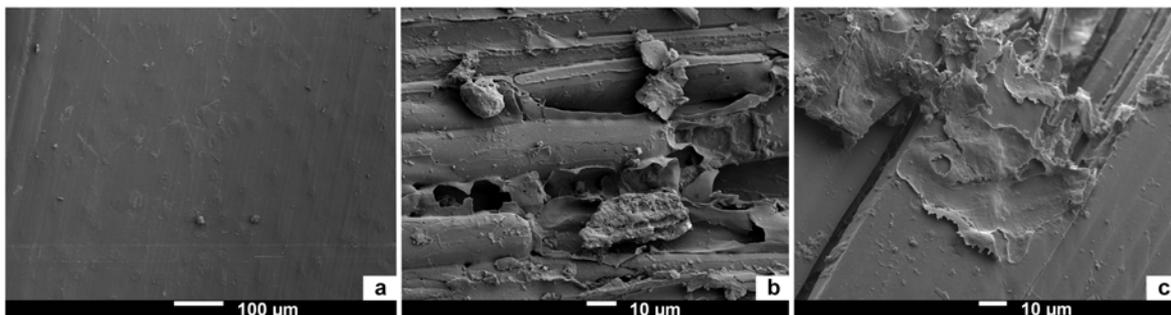


FIGURE 4.4 – Micrographies MEB de la surface de la paille de blé : (a) sans traitement, (b) et (c) après le traitement hydrothermique 2.

4.1.1.3 Cohésion des composites chanvre paille

4.1.1.3.a Morphologie de surface des composites

La Figure 4.5 présente des micrographies MEB de l'interface entre les chènevottes et le liant. Pour tous les composites, l'analyse MEB montre plusieurs chènevottes enrobées et collées ensemble, ce qui signifie qu'il y a une bonne adhérence entre les granulats et le liant. Cependant, il y a une différence micro-structurale à l'interface entre les chènevottes et les différents liants.

La surface du composite A n'a pas pu être observée avec un grossissement plus important car l'échantillon s'est chargé sous le faisceau d'électrons. Cependant, la micrographie MEB (Figure 4.5.a) montre des chènevottes et de la paille de blé collées ensemble. Il est supposé que l'aspect de surface est similaire au composite B avec toutefois des chènevottes qui sont probablement moins enrobées. En effet, les deux composites contiennent de la paille de blé dans leur formulation mais dans le composite A, la paille de blé n'a pas été infusée préalablement.

La surface du composite B (Figures 4.5.b et 4.5.c) est rugueuse et bien enrobée par le liant.

La surface du composite C (Figures 4.5.d et 4.5.e) a une rugosité similaire à celle du composite B. Cependant, un film lisse et fragile, sur lequel plusieurs zones de fracture sont visibles, entoure une petite chènevotte. Certains grains de liant variant de 10 à 20 µm de diamètre sont visibles sur la surface du composite. Ainsi, la répartition du liant est moins homogène que pour le composite B.

La surface du composite D (Figures 4.5.f et 4.5.g) a également une rugosité similaire à celle du composite B, même si la densité du liant est inférieure à celle du composite B. En outre, certains grains de liant, dont le diamètre varie de 2 - 20 µm, sont également visibles sur la surface du composite D comme pour le composite C. Ainsi, la distribution du liant est aussi homogène mais plus grenue que pour le composite B et plus homogène que pour le composite C.

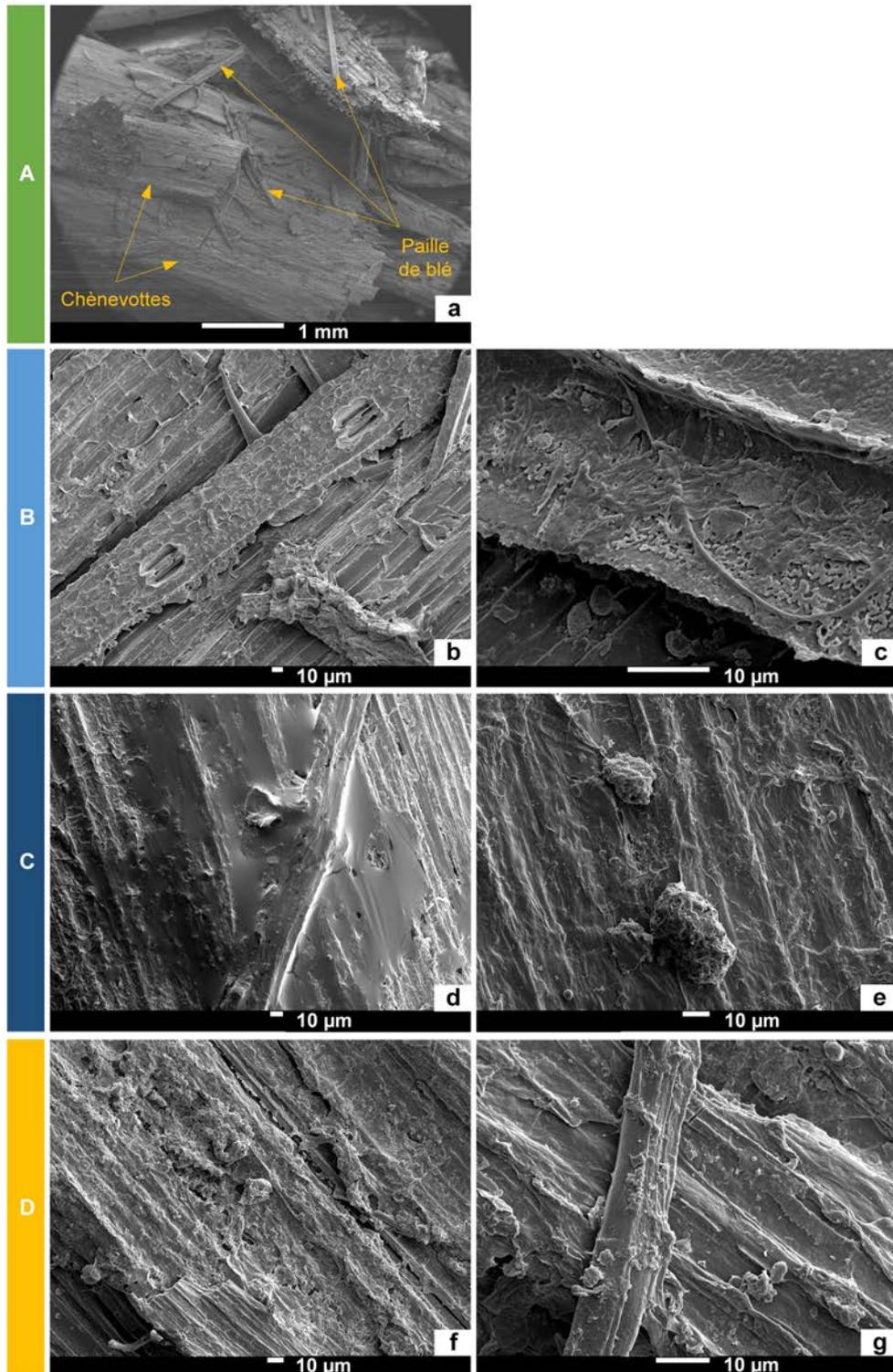


FIGURE 4.5 – Micrographies MEB de l'interface entre les chènevottes et le liant : (a) composite A, (b) et (c) composite B, (d) et (e) composite C ainsi que (f) et (g) composite D.

4.1.1.3.b Propriétés mécaniques des composites

Les composites développés présentent un comportement compactant. Ainsi, les propriétés mécaniques sont interprétées avec la résistance à la compression obtenue pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ (AFNOR [2013]). Les propriétés mécaniques des composites sont présentées par la Figure 4.6 et le Tableau 4.4. Pour chaque formulation, les valeurs expérimentales sont très proches les unes des autres. Le coefficient de variation est inférieur à 5 % entre les trois échantillons. La résistance à la compression varie entre 260 et 339 kPa pour les quatre composites. Le composite B a la résistance à la compression la plus élevée et le composite A la plus faible. Comme le montre la Figure 4.6, la résistance à la compression augmente avec la masse volumique apparente ainsi que la densité de réticulation (MERLE et al [2016]) qui sont induites par la quantité de liant, dans le cas des composites B, C et D. Le composite A ne correspond pas à cette courbe parce que la paille de blé n'a pas été infusée préalablement. Il est donc plus difficile d'avoir une densité de réticulation homogène puisque les solubles qui permettent le collage ne sont pas en solution.

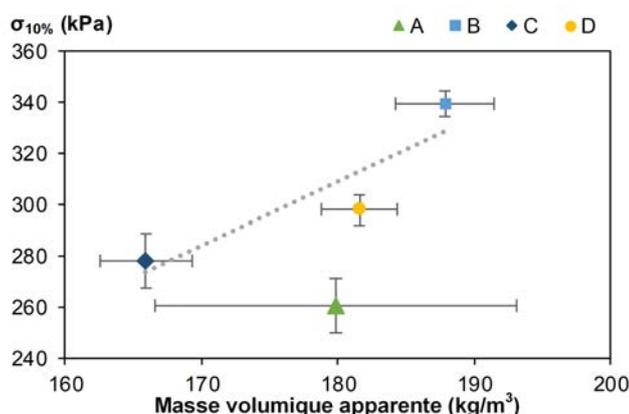


FIGURE 4.6 – Contrainte à 10 % de déformation versus la masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) des composites.

La résistance à la compression à 10 % de déformation de tous les composites est supérieure à 250 kPa. Pour une contrainte induite par la masse volumique apparente des composites et correspondant à un mur de 3 mètres de hauteur, les déformations obtenues ($\epsilon_{h=3m}$) sont inférieures à 0.20 % (Tableau 4.4). Ainsi, la résistance mécanique et la rigidité obtenues par de tels composites, sont suffisantes pour une utilisation comme panneaux isolants auto-porteurs.

TABLEAU 4.4 – Contrainte à 10 % de déformation de chaque composite.

Composites	A	B	C	D
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	179.84 ± 13.22	187.85 ± 3.63	165.92 ± 3.40	181.57 ± 2.81
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	260.72 ± 10.49	339.07 ± 5.35	276.62 ± 12.71	298.05 ± 5.99
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.19	0.15	0.16	0.16

4.1.2 Extraction des solubles

Un deuxième procédé est étudié afin d'obtenir un liant vert en extrayant les composés solubles des agro-ressources. Le processus d'extraction consiste à infuser l'agro-ressource dans un solvant pendant plusieurs heures. Ensuite, elle est pressée afin de recueillir tout le solvant. Ce solvant est partiellement évaporé afin de contrôler la concentration de la solution (Figure 4.7). L'agro-ressource après l'extraction est appelée résidu et le liant obtenu est quant à lui nommé extrait.

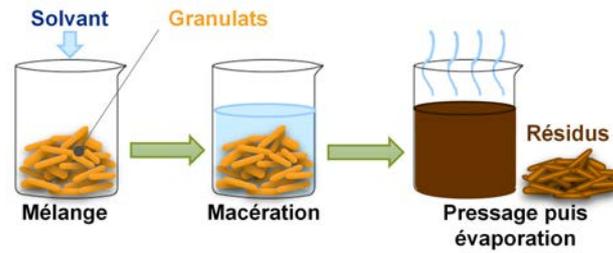


FIGURE 4.7 – Procédé d'extraction des composés solubles contenus dans les agro-ressources.

Cette méthode est d'abord testée dans le cas de la paille de blé afin d'étudier l'impact de la nature du solvant ainsi que sa concentration, le temps de macération et la granulométrie de l'agro-ressource sur le rendement d'extrait obtenu. Puis, une fois tous ces paramètres déterminés, l'extraction est testée sur l'ensemble des agro-ressources à disposition.

4.1.2.1 Nature du solvant

Trois solvants de deux natures différentes sont testés : l'eau, la soude et le silicate de sodium. La solution de soude est concentrée à 3 % tandis que la solution de silicate de sodium est à 5 % afin d'avoir la même concentration massique de sodium en solution. Les agro-ressources sont infusées pendant 48 h à température ambiante. Lorsque le solvant est mélangé avec la paille de blé, une coloration de la solution, plus ou moins rapide, est constatée. Cette dernière est due à la libération de lignine suite à la rupture de la liaison ester entre la lignine et les autres composants constituant la paille de blé comme l'hémicellulose, la cellulose ou les polysaccharides. Sur la base de l'évaluation du rendement (% d'extrait sec en fonction de la masse initiale de paille de blé), davantage d'extraits sont obtenus lors de l'utilisation des solvants alcalins (Tableau 4.5), cela étant dû à une réactivité plus importante de la paille de blé avec les solvants alcalins.

TABLEAU 4.5 – Quantité d'extrait obtenu en fonction du solvant utilisé lors de l'extraction des solubles de la paille de blé.

Solvant	Eau	Soude 3%	Silicate de sodium 5%
Quantité extraite (%)	2.7	39.7	46.2

Il est donc préférable d'utiliser des solvants alcalins pour réaliser les extractions. En effet, les solvants alcalins sont les plus efficaces pour l'extraction de l'hémicellulose, la lignine et la pectine. Ces derniers vont ainsi favoriser l'augmentation de la surface exposée des sites réactionnels pour une polymérisation ultérieure. Cependant, ce type de traitement a l'inconvénient de former du sel et de générer une dégradation si le temps de traitement est trop long. Ces dégradations peuvent conduire à des ruptures des liaisons glycosidiques (O entre deux cycles aromatiques dans la cellulose, l'hémicellulose et les pectines) qui peuvent venir changer la structure suite à la repolymérisation des unités monomères libérées ou par le gonflement de la cellulose induisant sa décristallisation partielle (Figure 4.8, MARTELLI-TOSI et al [2017]; MOSIER et al [2005]; SONG et al [2018]; TIAN et al [2018]).

4.1.2.2 Concentration du solvant

Étant donné que les extractions sont plus efficaces lors de l'utilisation de solvants alcalins, il faut donc définir la concentration idéale. Cinq tests sont effectués avec des concentrations de soude différentes : 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 et 4.0 %. L'infusion est toujours réalisée pendant 48h à température

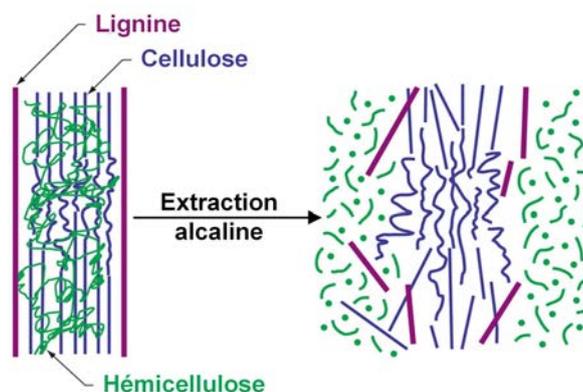


FIGURE 4.8 – Schéma des effets de l'extraction alcaline sur les agro-ressources (MOSIER et al [2005]).

ambiante. Le rendement augmente avec la quantité de sel en solution (Tableau 4.6). En revanche, lorsque la solution de soude est trop concentrée, des marques blanches apparaissent à la surface des échantillons fabriqués avec le liant issu de l'extraction en question (Figure 4.9). Ces traces blanches correspondent à du carbonate de sodium issu de la réaction de carbonatation qui a eu lieu entre le solvant et l'air. La solution de soude doit donc être suffisamment concentrée afin que le rendement de l'extraction réalisée sur l'agro-ressource soit le plus intéressant possible sans pour autant être trop élevé afin d'éviter la formation de sels. La concentration de 2.5 % est retenue pour la solution de soude puisqu'au-delà de cette concentration, il y a formation du carbonate de sodium.

TABLEAU 4.6 – Quantité d'extrait obtenu en fonction de la concentration en soude du solvant utilisé lors de l'extraction des solubles de la paille de blé.

Concentration de la soude (%)	1.5	2.0	2.5	3.0	4.0
Quantité extraite (%)	27.58	33.9	40.9	44.0	77.6
Formation de sel	non	non	non	oui	oui



FIGURE 4.9 – Photographie de la surface d'un échantillon fabriqué avec des chènevottes et un liant issu d'une extraction entre la paille de blé et une solution de soude à 4 %, comportant des marques blanches dues à la réaction de carbonatation entre la soude et l'air.

4.1.2.3 Temps de macération

Le temps de macération va également jouer sur le rendement de l'extraction. La paille de blé est donc laissée à macérer dans une solution de soude à 2.5 % à température ambiante pendant 20, 30, 48 et 67 heures. Le Tableau 4.7 et la Figure 4.10 donnent la quantité d'extrait recueillie en fonction du temps de macération. Le rendement augmente linéairement avec le temps de macération. Par contre, 20 heures sont tout de même nécessaires pour obtenir un rendement d'environ 30 %, ce

qui peut paraître long d'un point de vue industriel. Or dans la littérature et notamment dans le projet Biosynergy (projet européen, [GOSSELINK et al \[2010\]](#)), les agro-ressources mélangées à un solvant alcalin (principalement de la soude) sont chauffées au cours de l'étape de macération afin d'en limiter la durée. En effet, des essais sont réalisés à 90°C pendant 4 heures dans une solution de soude. Ces paramètres sont donc testés sur la paille de blé et un rendement de 30.6 % est ainsi obtenu. Ces paramètres sont donc retenus pour le reste de l'étude.

TABLEAU 4.7 – Quantité d'extrait obtenu en fonction du temps de macération lors de l'extraction des solubles de la paille de blé.

Temps de macération (h)	20	30	48	67
Quantité extraite (%)	30.46	33.92	43.96	60.33

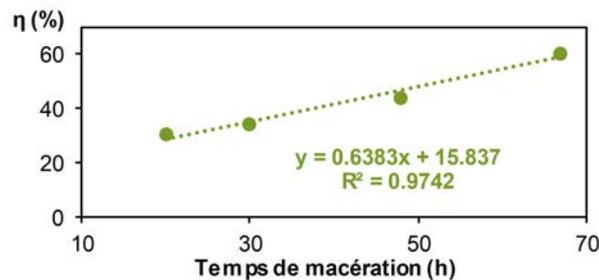


FIGURE 4.10 – Quantité d'extrait obtenu en fonction du temps de macération de la paille de blé dans une solution de soude à 2.5 % à température ambiante.

4.1.2.4 Granulométrie de l'agro-ressource

La granulométrie de l'agro-ressource joue également un rôle sur le rendement de l'extraction. En effet, cette dernière peut-être plus ou moins broyée. Des essais sont donc réalisés avec différentes granulométries : non broyées, G7, G8 et G14, dans une solution de soude à 2.5 % pendant 4 heures à 90°C. Le rendement de l'extraction est légèrement plus élevé lorsque la granulométrie de la paille de blé augmente (Tableau 4.8).

TABLEAU 4.8 – Quantité d'extrait obtenu en fonction de la granulométrie de la paille de blé utilisée lors de l'extraction des solubles de cette dernière.

Granulométrie n°	Non broyée	G7	G8	G14
Quantité extraite (%)	22.6	39.2	39.3	40.7

En fait, plus la granulométrie de la paille de blé est petite et plus les composés chimiques de la paille de blé ont été mécaniquement endommagés. Cependant, lorsque la paille de blé n'a pas été préalablement broyée, le rendement est moins bon. En effet, le solvant s'infiltré plus difficilement au sein de l'agro-ressources puisque pour une même quantité de matière, la surface de contact disponible est moins importante. Il est donc plus difficile d'y extraire les composés chimiques étant donné qu'ils sont moins accessibles. Avant de réaliser une extraction alcaline sur une agro-ressource, il est donc préférable de la broyer au moins grossièrement au préalable.

4.1.2.5 Type d'agro-ressources

Suite aux observations précédentes, le processus d'extraction est appliqué sur chacune des agro-ressources à disposition avec les conditions opératoires suivantes : macération dans de la soude à

2.5 % pendant 4 heures à 90°C. Lorsque les extraits obtenus présentent de bonnes propriétés de collage et que les agro-ressources ont au moins perdu 30 % de leur masse initiale, de nouvelles extractions sont réalisées avec deux autres solvants : eau et silicate de sodium à 0.5 % ainsi qu'à 5 %. La concentration de la solution de silicate de sodium à 5 % permet de conserver une concentration massique de sodium en solution proche de celle obtenue avec la solution de soude à 3 %. La performance de collage est testée via la fabrication d'un petit composite de $4 \times 2 \times 16 \text{ cm}^3$ avec l'utilisation de chènevottes comme granulats et les extraits en solution comme liant (solution concentrée à 30 % d'extrait et qui représente 15 % du poids des chènevottes). Une fois que le mélange liant-granulats est bien homogène, il est introduit dans un moule métallique. Ensuite, le mélange est comprimé puis maintenu sous pression constante pendant l'étape de la cuisson (15 min à 190°C) et est finalement démoulé.

Les extraits issus des chènevottes et des anas de lin ne permettent pas d'obtenir une bonne cohésion des composites fabriqués. Ces agro-ressources ne sont donc pas retenues pour la fabrication d'un liant vert.

La méthode Van Soest décrite dans le chapitre 2 (section 2.1.3.3, page 30), permet de déterminer la composition chimique des agro-ressources avant et après les différentes extractions (Tableau 4.11 et Figures 4.11 et 4.12). Le Tableau 4.11 donne également la perte de masse des agro-ressources due aux extractions.

Les fines de lin, la paille de blé et les rafles de maïs sont les trois agro-ressources pour lesquelles l'extraction du plus de composants chimiques (au moins 30 % en masse) est obtenue lors de l'utilisation d'une solution basique concentrée à au moins 2.5 %. D'une manière générale, plus la solution servant à l'extraction est basique et plus la perte de masse des agro-ressources est importante.

L'extraction à l'eau ne permet donc pas d'extraire beaucoup de composés. En effet, la perte de masse n'excède pas 7 %. De plus, les composants extraits sont principalement des pectines (inclus dans les solubles).

Les extractions réalisées avec une solution de silicate de sodium à 0.5 % modifient très peu les teneurs en cellulose et minéraux, diminuent légèrement les teneurs en hémicellulose et lignine et diminuent un peu plus la teneur en solubles des agro-ressources testées. Ces faibles changements de composition entraînent une faible perte de masse des agro-ressources (< 10 %).

En revanche les extractions réalisées avec une solution de silicate de sodium à 5 % (soit 10 fois plus concentrée que précédemment) peuvent entraîner une perte de masse des agro-ressources qui peut aller jusqu'à 40 %. Une forte diminution des teneurs en hémicellulose et lignine est observée. Une diminution moins importante de la cellulose est également notée. La teneur en minéraux est restée quasiment identique. Quant à la teneur en solubles, elle augmente ou elle diminue légèrement en fonction des agro-ressources.

Pour ce qui est des extractions réalisées avec une solution de soude à 2.5 %, les teneurs en cellulose, en hémicellulose et en lignine diminuent plus ou moins fortement en fonction de l'agro-ressource. Quant à la teneur en solubles, elle diminue légèrement dans le cas des anas de lin, de la paille de blé et des rafles de maïs tandis qu'elle augmente plus ou moins fortement dans le cas des fines de lin, des chènevottes et de la paille de colza.

A noter que dans le cas où la teneur d'un composé chimique augmente, cela signifie que les chaînes de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine extraites se sont repolymérisées entre elles pour former des polysaccharides de plus faible masse molaire.

Afin de vérifier que les extraits contiennent des pectines, de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine, une analyse thermique des extraits est réalisée jusqu'à 800°C. La Figure 4.13 donne les courbes TG (perte de masse) et DTG (dérivées de la perte de masse) des extraits issus des rafles de

TABLEAU 4.9 – Composition chimique relative des agro-ressources et de leurs résidus après les différentes extractions (C : Cellulose, H : Hémicellulose, L : Lignine, S : Solubles et M : Minéraux) ainsi que la perte de masse (PM) subit par les agro-ressources.

Traitement	C (%)	H (%)	L (%)	S (%)	M (%)	PM (%)
Chènevottes						
Sans	49.97 ± 0.81	21.42 ± 0.71	9.52 ± 0.11	17.75 ± 0.51	0.67 ± 0.02	-
Soude 2.5%	44.30 ± 0.41	11.59 ± 0.54	9.99 ± 0.24	33.06 ± 0.81	0.53 ± 0.06	17.6
Anas de lin						
Sans	44.63 ± 0.64	24.41 ± 0.64	20.98 ± 0.21	7.56 ± 0.66	1.48 ± 0.16	-
Soude 2.5%	43.00 ± 0.10	11.71 ± 0.55	19.55 ± 0.22	23.78 ± 0.96	0.98 ± 0.08	26.5
Fines de lin						
Sans	28.51 ± 0.79	15.80 ± 0.26	18.14 ± 0.28	29.15 ± 0.35	4.20 ± 0.07	-
Eau	42.61 ± 2.16	18.87 ± 1.10	19.83 ± 0.73	14.99 ± 0.74	1.85 ± 0.07	7.0
Soude 2.5%	28.00 ± 0.58	7.04 ± 0.59	10.77 ± 0.29	48.20 ± 0.97	2.99 ± 0.22	35.9
Silicate 0.5 %	31.64 ± 1.42	15.18 ± 1.28	17.00 ± 0.80	30.69 ± 2.37	2.74 ± 0.18	10.8
Silicate 5%	20.78 ± 1.09	7.48 ± 0.71	9.28 ± 0.47	54.99 ± 3.60	3.74 ± 1.09	24.3
Paille de colza						
Sans	53.06 ± 0.57	18.13 ± 0.59	9.63 ± 0.32	17.68 ± 0.81	0.79 ± 0.07	-
Soude 2.5%	36.34 ± 0.39	8.21 ± 1.05	8.30 ± 0.12	45.97 ± 1.12	0.59 ± 0.05	21.3
Paille de blé						
Sans	43.04 ± 0.16	29.66 ± 0.86	5.24 ± 0.01	20.43 ± 0.78	0.82 ± 0.02	-
Eau	47.56 ± 0.12	32.07 ± 0.52	6.52 ± 0.32	12.34 ± 0.69	0.76 ± 0.07	6.4
Soude 2.5%	53.42 ± 0.60	15.81 ± 0.59	5.35 ± 0.29	24.40 ± 1.33	0.51 ± 0.03	30.6
Silicate 0.5%	48.01 ± 0.90	29.39 ± 0.77	6.70 ± 0.17	14.23 ± 0.40	0.84 ± 0.02	7.8
Silicate 5%	36.30 ± 0.57	11.88 ± 0.42	3.19 ± 0.05	45.06 ± 1.19	1.784 ± 0.32	38.2
Rafles de maïs						
Sans	36.78 ± 0.96	38.81 ± 0.72	3.30 ± 0.10	19.30 ± 1.74	0.46 ± 0.01	-
Eau	42.95 ± 0.65	43.75 ± 0.84	3.31 ± 0.12	9.20 ± 1.26	0.39 ± 0.02	5.5
Soude 2.5%	50.23 ± 1.01	17.59 ± 0.67	0.13 ± 0.13	31.48 ± 1.63	0.29 ± 0.09	41.5
Silicate 0.5%	43.47 ± 0.61	40.64 ± 0.50	3.61 ± 0.18	11.48 ± 0.36	0.40 ± 0.04	9.7
Silicate 5%	45.16 ± 0.47	23.11 ± 0.86	1.07 ± 0.09	29.2 ± 1.23	0.72 ± 0.07	39.5

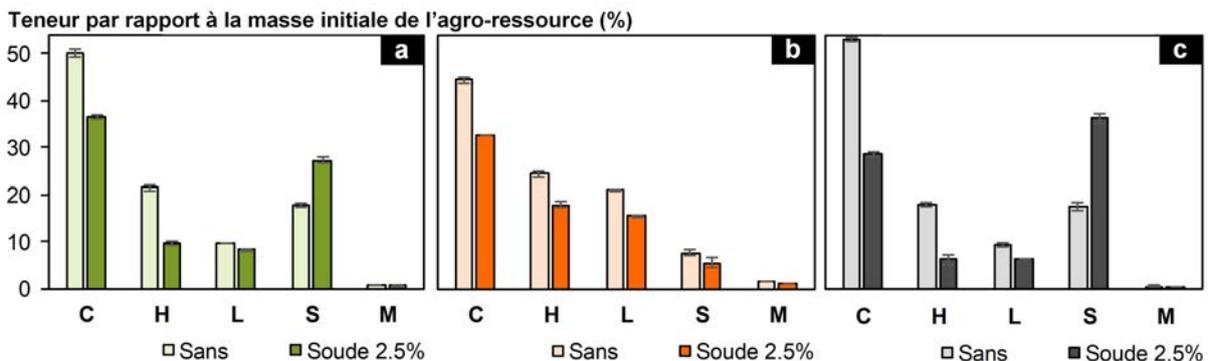


FIGURE 4.11 – Composition chimique des chènevottes (a), des anas de lin (b) et de la paille de colza (c) avant et après les extractions à la soude à 5% (C : Cellulose, H : Hémicellulose, L : Lignine, S : Solubles et M : Minéraux).

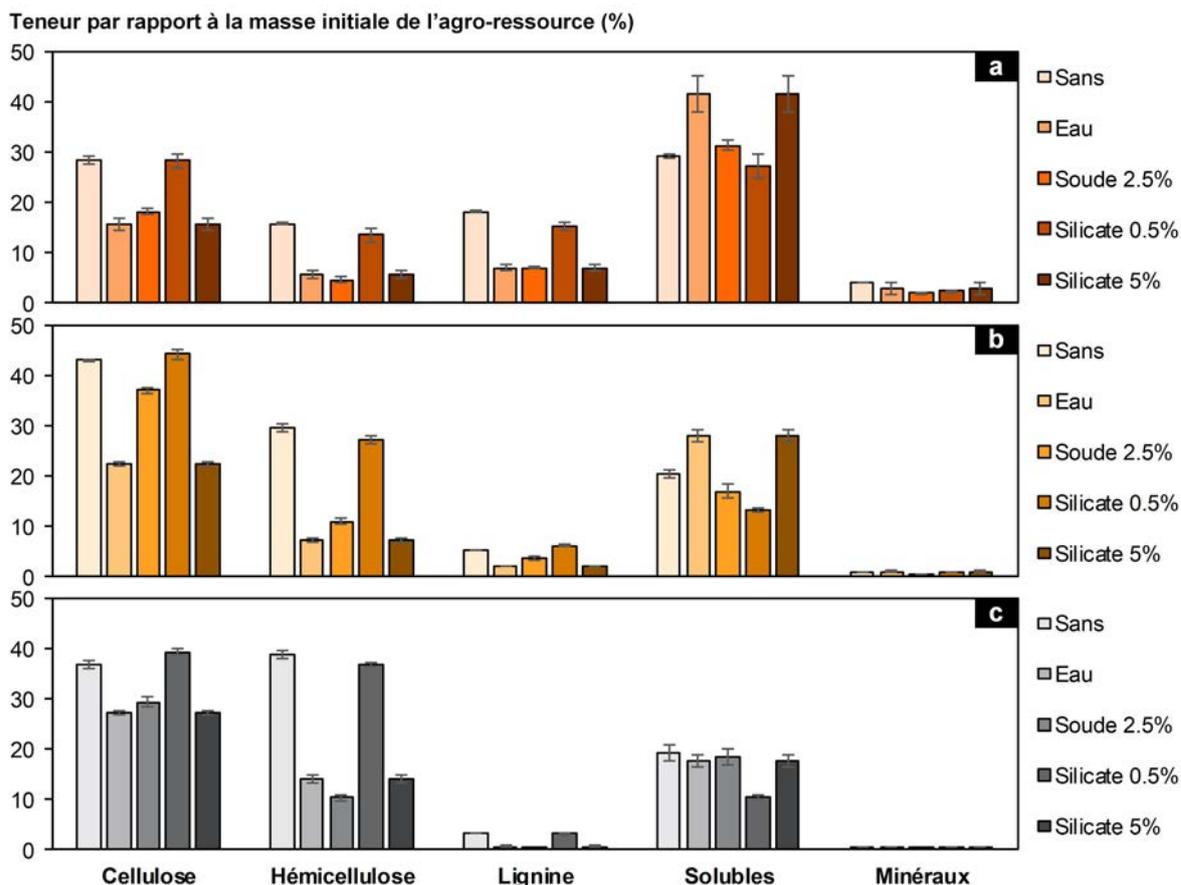


FIGURE 4.12 – Composition chimique des fines de lin (a), de la paille de blé (b) et des rafles de maïs (c) avant et après les différentes extractions.

maïs avec une solution de soude à 2.5 % ainsi qu'avec une solution de silicate de sodium à 5 % et des fines de lin avec une solution de silicate de sodium à 5 %.

La composition des extraits issus des agro-ressources dépend du végétal ainsi que du solvant utilisé. En effet, les pertes de masses entraînées par l'analyse thermique diffèrent d'un extrait à l'autre. Les extraits issus des rafles de maïs mélangées avec une solution de soude à 2.5 % ont perdu 27.1 % de leur masse initiale. Les extraits issus des rafles de maïs mélangés avec une solution de silicate de sodium à 5 % ont perdu 30.3 % de leur masse initiale. Les rafles de maïs ont donc une perte de masse plus importante lors d'une extraction réalisée avec une solution de silicate de sodium à 5 % plutôt qu'avec une solution de soude à 2.5 %. Les extraits issus des fines de lin mélangées avec une solution de silicate de sodium à 5 % ont perdu 16.1 % de leur masse initiale.

Une perte de masse inférieure ou égale à 3.1 % est observée entre 50 et 150°C, elle correspond à l'évaporation de l'eau présente dans les extraits. Cette faible perte de masse est due au fait que les extraits ont été séchés à 60°C jusqu'à leur stabilisation en masse avant d'être analysés. Entre 150 et 200°C, seuls quelques constituants volatils s'évaporent des extraits d'où une perte de masse inférieure ou égale à 4.4 %. En revanche, ce type d'analyse ne permet pas de mettre en exergue les réactions chimiques entraînant des transformations structurales sans perte de masse significative. Il est probable qu'une réaction de Maillard (action des pectines sur les protéines) ou une condensation des acides phénoliques avec des protéines se produisent (SAEED et CHERYAN [1989]). A partir de 200°C, la perte de masse devient plus importante. En effet, les hémicelluloses et les pectines se dégradent de 200 à 320°C. Ensuite, les celluloses se décomposent de 320 à 400°C. Quant à la lignine, elle se dégrade entre 100 et 900°C avec une dégradation plus importante entre 200 et 600°C (GENEAU [2006]; KALOUSTIAN et al [1996]; LE TROEDER [2009]; TERPÁKOVÁ et al [2012];

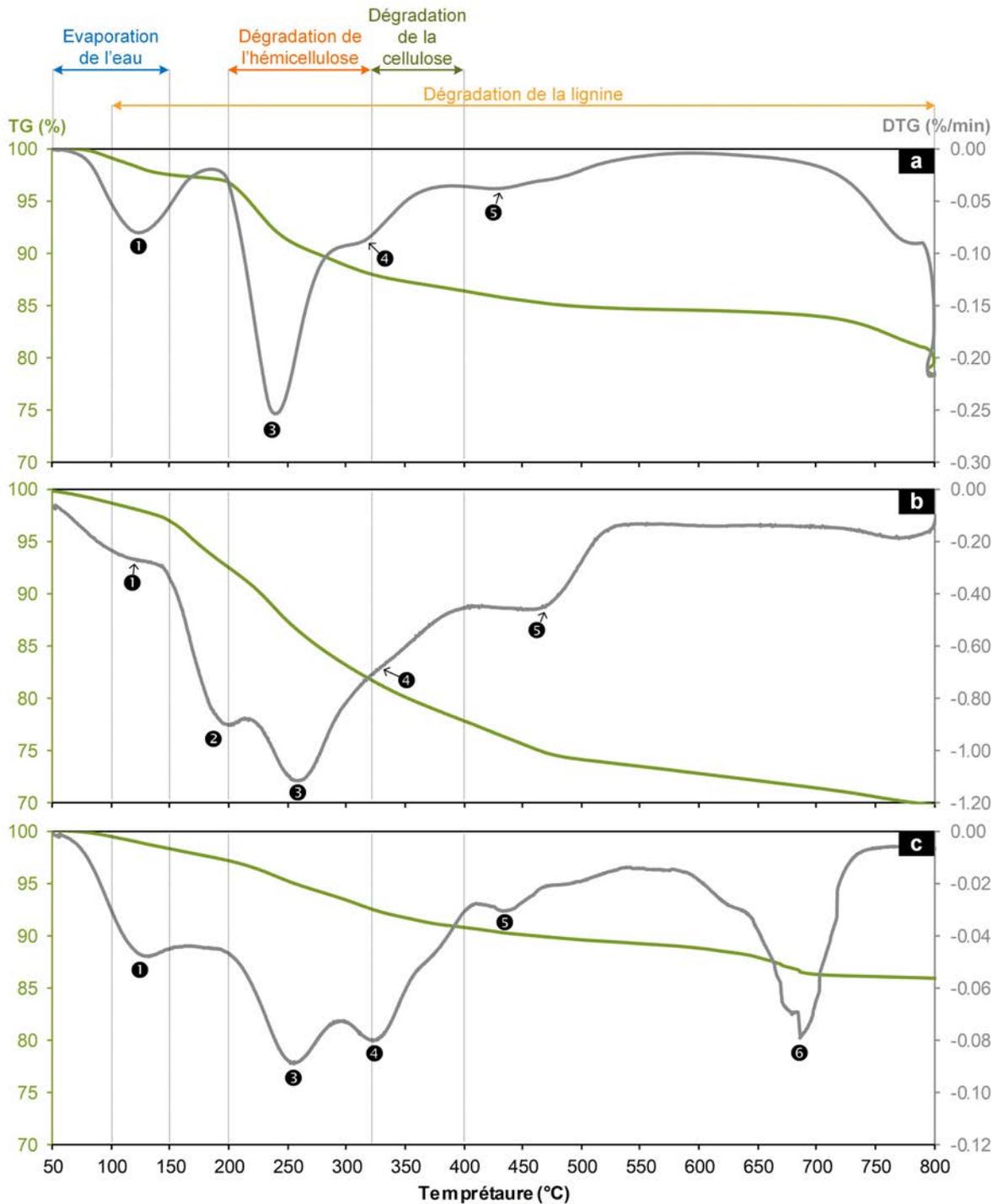


FIGURE 4.13 – Courbes TG (variation de masse) et DTG (dérivée de la variation de masse) des extraits issus : (a) des rafles de maïs avec une solution de soude à 2.5 %, (b) des rafles de maïs avec une solution de silicate de sodium à 5 % et (c) des fines de lin avec une solution de silicate de sodium à 5 %.

WANITWATTANARUMLUG et al [2012]; YANG et al [2007]).

Les courbes DTG mettent en évidence plusieurs pics endothermiques liés à l'évaporation de l'eau (pic ❶ sur la Figure 4.13 à ~ 125°C) ainsi qu'à la dégradation des pectines (pic ❷ sur la Figure 4.13 à ~ 200°C), des hémicelluloses (pic ❸ sur la Figure 4.13 à ~ 245°C), des celluloses (pic ❹ sur la Figure 4.13 à ~ 315°C) et des lignines (pics ❺ et ❻ sur la Figure 4.13 à ~ 440°C et à ~ 690°C) (GENEAU [2006]; KALOUSTIAN et al [1996]; LE TROEDEC [2009]; TERPÁKOVÁ et al [2012]; WANITWATTANARUMLUG et al [2012]; YANG et al [2007]).

Ainsi, les extraits en solution issus des différentes agro-ressources sont composés principalement d'hémicellulose, de lignine et de pectines ou de leurs unités monomères, repolymérisées ou non, suite à l'extraction alcaline. Ces composants jouent le rôle de liant lors de l'étape de la cuisson des composites (2 heures à 190°C), ce qui permet d'initier les réactions de repolymérisation.

4.1.2.6 Valorisation des résidus d'extraction

Au cours de ces différents essais d'extraction sur les agro-ressources, des propriétés d'auto-collage sont observées dans le cas de certains résidus (l'agro-ressource après l'extraction). En effet, les résidus de fines de lin après une extraction avec une solution de silicate de sodium à 5 % ainsi que les résidus de paille de colza après une extraction avec une solution de soude à 2.5 % restent agglomérés entre eux suite à leur séchage. Il est donc envisageable d'utiliser ces résidus d'agro-ressources pour fabriquer des composites sans liant.

Un autre résidu s'avère avoir des propriétés intéressantes suite à l'extraction réalisée avec une solution de silicate de sodium à 5 %, il s'agit des résidus de rafles de maïs (Figure 4.14).



FIGURE 4.14 – Photographies des rafles de maïs avant et après l'extraction des solubles avec une solution de silicate de sodium à 5 %.

L'extraction alcaline a engendré une diminution de la masse volumique apparente ainsi qu'une augmentation de la porosité totale du granulat. Ces changements induisent donc une diminution de la conductivité thermique ainsi qu'une augmentation de la capacité tampon hygrique. En revanche, une légère détérioration des propriétés d'absorption d'eau est notée (valeur de K1 plus élevée pour les résidus de rafles de maïs). Toutefois, la diminution du taux d'absorption d'eau initial (IRA) rend l'agro-ressource plus intéressante pour une utilisation sur un procédé de fabrication court. L'ensemble de ces propriétés est récapitulé dans le Tableau 4.10.

Des micrographies MEB des rafles de maïs, avant et après l'extraction, permettent de mettre en évidence les changements structuraux et chimiques subis par l'agro-ressource (Figure 4.15). En effet, les clichés montrent l'apparition d'un dépôt blanc sur les parois cellulaires dû à l'extraction. Il s'agit de sel de silicate. De plus, les parois cellulaires paraissent plus fragilisées voire perforées après l'extraction alcaline.

TABLEAU 4.10 – Propriétés physiques, thermiques et hygriques des rafles de maïs avant et après l'extraction des solubles avec une solution de silicate de sodium à 5 %.

Propriétés	Rafles de maïs	Résidus de rafles de maïs
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m ³)	372.7 ± 3.7	341.9 ± 7.1
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%}$ (kg/m ³)	390.9 ± 5.3	364.6 ± 5.9
ρ_s (kg/m ³)	1333.4	1395.9
n_t (%)	72.0	75.5
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (mW/(m.K))	92.6 ± 1.7	85.1 ± 2.2
MBV_{ads} (g/(m ² .%HR))	2.98 ± 0.16	3.46 ± 0.06
MBV_{des} (g/(m ² .%HR))	3.23 ± 0.15	2.96 ± 0.07
MBV_{moy} (g/(m ² .%HR))	3.11 ± 0.15	3.21 ± 0.07
IRA (%)	71.7 ± 8.3	61.3 ± 7.5
KI (%/log(min))	31.8 ± 4.8	34.2 ± 1.3

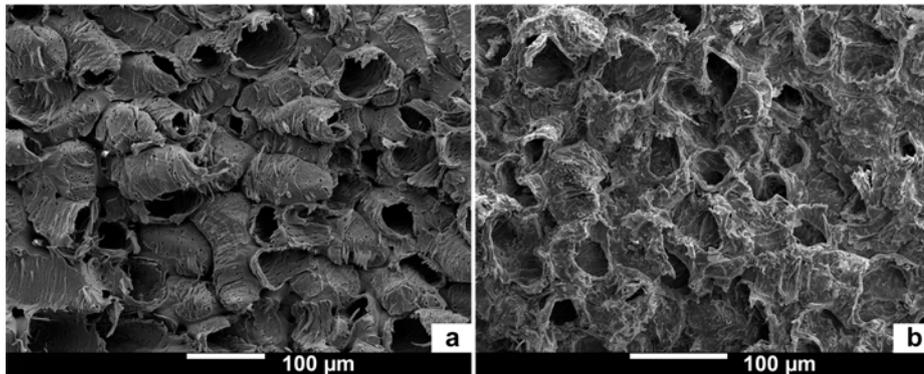


FIGURE 4.15 – Micrographies MEB des rafles de maïs avant et après l'extraction des solubles avec une solution de silicate de sodium à 5 %.

4.1.2.7 Sélection des extraits

Finalement, les deux liants sélectionnés sont ceux issus des extractions réalisées sur les rafles de maïs et sur les fines de lin avec une solution de silicate de sodium à 5 % car elles permettent d'obtenir un rendement satisfaisant (supérieur à 30 %). De plus, les résidus d'agro-ressources peuvent être utilisés comme granulats combinés avec un liant ou pas, dans la fabrication des composites.

Le liant issu de l'extraction sur la paille de colza avec une solution de soude à 2.5 % n'a pas été retenu bien que les résidus de colza soient valorisables comme granulats. Cependant, les extraits sont susceptibles de réagir avec l'air environnant pour former du carbonate de sodium à la surface des composites.

4.2 Liants industriels

4.2.1 Liqueur noire

La liqueur noire est issue de la fabrication du papier kraft. Il s'agit d'une solution aqueuse composée des résidus de lignine et d'hémicellulose dissous de la pâte à papier, ainsi que des autres composés chimiques inorganiques utilisés dans le processus de dissolution. La liqueur noire utilisée au cours

de ces travaux est issue du procédé Kraft. Celui-ci consiste, tout d’abord, à passer des rondins de bois dans des tambours écorceurs s’entrechoquant les uns contre les autres afin de détacher l’écorce du bois. Ensuite, le bois écorcé est dirigé vers des coupeuses pour être transformé en copeaux. La cellulose contenue dans le bois est récupérée lors de la cuisson dans une liqueur dite blanche (eau, soude (NaOH) et sulfure de sodium (Na₂S)). L’utilisation du sulfure de sodium permet de faciliter la pénétration de la liqueur dans la matière végétale, de favoriser l’élimination de la lignine tout en catalysant les différentes réactions de délignification. Il permet ainsi de limiter la dégradation de la cellulose en assurant une régénération continue de la soude par hydrolyse. Puis la pâte est lavée et séchée (pâte marchande) ou directement envoyée sur machine à papier. Quant à la liqueur après cuisson, également appelée liqueur noire, elle est ensuite concentrée (évaporation d’une partie de l’eau) à environ 70 % de matière sèche. Le schéma suivant (Figure 4.16) détaille les principales étapes de ce procédé Kraft (HUET [2015]).

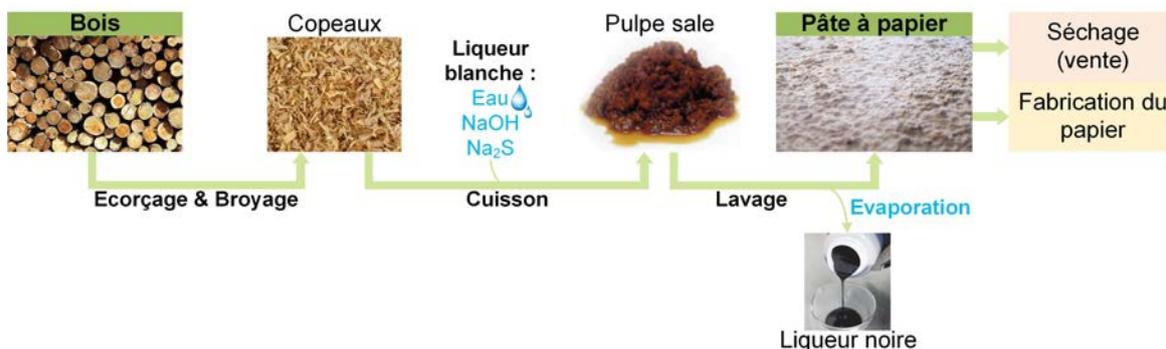


FIGURE 4.16 – Procédé de fabrication de la pâte à papier.

La lignine et l’hémicelluloses contenues dans la liqueur noire ont donc subi des réactions de dégradation au cours de la cuisson. La liqueur noire va donc contenir de nombreux composés aromatiques (acides phénoliques) et aliphatiques (acides carboxyliques, acétiques, formiques et hydroxydes) de faible masse moléculaire provenant de cette dégradation. De plus, de petites quantités de polysaccharides (oligomères de sucre) peuvent se trouver dans la liqueur noire. L’alcalinité de la solution (pH = 10.3) est moins importante que celle de la liqueur blanche de départ. Cela est dû à la neutralisation des acides organiques par la soude. La fraction inorganique (47 %) de la solution est principalement composée de carbonate de sodium, des dérivés du sulfate de sodium ainsi que de faibles quantités de certains minéraux provenant du bois (Ca, Mg, Cl et K). Ainsi, il n’est pas possible de donner une composition chimique exacte et détaillée de chaque espèce chimique présente dans la liqueur noire. Cependant les principales familles des composés chimiques ainsi que leur proportion sont données dans le Tableau 4.11 (HUET [2015]).

TABLEAU 4.11 – Composition de la liqueur noire kraft utilisée au cours de ces travaux.

Composés	Quantité (%)
Lignine alcaline	14.1
Acide carboxylique	1.1
Acide acétique	4.0
Acide formique	10.0
Acide hydroxyde	2.8
Polysaccharide	5.4
Sulfate	3.4
Sulfure	8.3
Sodium	15.9
Autres composés	35.0

4.2.2 Lignine kraft BioChoice®

La lignine kraft provient de la solution de liqueur noire décrite dans la section précédente. En effet, cette dernière est principalement utilisée comme combustible. Elle est brûlée afin de régénérer les réactifs suite à l'étape de la cuisson dans la liqueur blanche et produire de l'énergie. Les lignines kraft peuvent être isolées de la liqueur noire par précipitation en milieu acide (CONDASSAMY [2015]). Le procédé utilisé dans le cas de la lignine kraft BioChoice® est le procédé LignoBoost® (Société Metso, Suède) qui permet d'obtenir de la lignine de haute qualité (pureté > 95 %) par précipitation de la liqueur noire avec du dioxyde de carbone (CO_2) et un lavage avec de l'acide sulfurique (H_2SO_4). Le procédé est synthétisé ci-dessous par la Figure 4.17 (TOMANI [2010]).

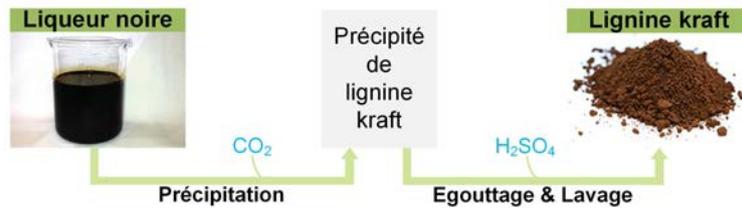


FIGURE 4.17 – Procédé de fabrication de la lignine kraft à partir de la liqueur noire.

4.2.3 Mélasse

La mélasse est un co-produit de l'industrie sucrière. La Figure 4.18 schématise le procédé de fabrication du sucre.

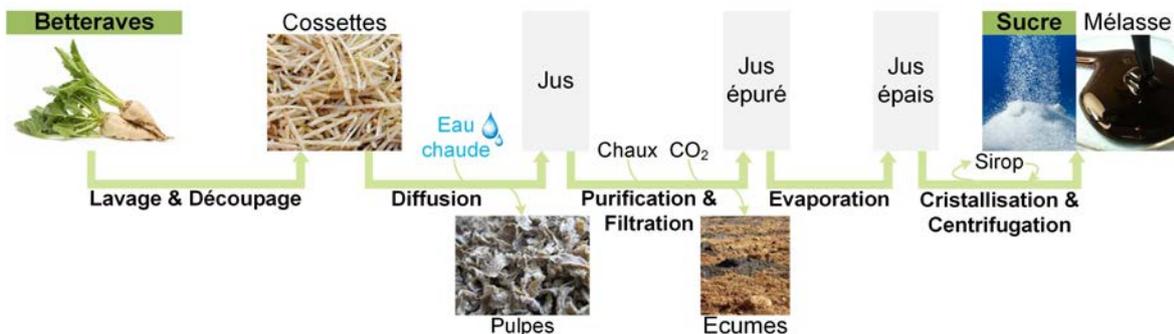


FIGURE 4.18 – Procédé de fabrication du sucre.

Les betteraves à sucre sont récoltées à l'automne puis expédiées dans une usine afin d'y être transformées en sucre. Une fois lavées, elles sont découpées en fines lamelles appelées cossettes. Ensuite, elles sont introduites dans un long cylindre qu'elles traversent à contre-courant d'une eau à 70°C afin que le sucre qu'elles contiennent y soit extrait. Les cossettes épuisées de leur sucre sont désormais appelées pulpes et vont être utilisées pour l'alimentation du bétail. Quant au jus obtenu suite à l'étape de la diffusion, il va être chauffé, mélangé à une solution de chaux vive puis à du dioxyde de carbone. Cette étape permet d'éliminer les impuretés qui vont réagir avec la chaux dans un premier temps puis avec le dioxyde de carbone pour former du carbonate de calcium solide. La solution est donc filtrée et est appelé jus épuré. Les résidus de la filtration appelés écumes sont récupérés pour être épandus dans les champs et ainsi servir d'engrais. Le jus épuré contient moins de 20 % de sucre, il est donc concentré par évaporation d'afin d'obtenir une teneur finale en sucre d'environ 70%. Le jus épais est ensuite transformé en sucre granulé par cristallisation. Cette étape correspond à une évaporation sous vide. Puis le mélange est introduit dans une centrifugeuse afin de séparer les cristaux de sucres du sirop. Le sirop qui reste après le

procédé de cristallisation initial doit subir encore deux fois le procédé. Enfin, tout sirop résiduel ayant subi trois cristallisations successives est appelé mélasse de betterave. Cette dernière est principalement valorisée en bioéthanol, en alcool (alimentaire) ou encore comme supplément alimentaire pour animaux (DÉCLOUX [2002, 2003]). A titre indicatif, une tonne de betterave donne environ 150 kg de sucre et 30 kg de mélasse (?).

Il est intéressant d'essayer de valoriser la mélasse comme liant car la France est l'un des plus gros producteurs mondiaux de betterave sucrière (STASSI [2017]).

4.2.4 PLA

Le dernier liant considéré est un thermoplastique biodégradable issu des ressources renouvelables : l'acide polylactique (PLA fourni par Galactic - Belgique). Il est fabriqué à partir de ressources végétales riches en sucre telle que le maïs ou la betterave.

Le procédé de fabrication du PLA repose sur la fermentation de l'amidon et des sucres simples contenus dans les agro-ressources, sous l'action de bactéries synthétisant l'acide lactique. Ensuite, une réaction de condensation est réalisée afin de produire le dimère cyclique : le lactide. Enfin, le PLA est obtenu à partir du lactide par polymérisation à ouverture de cycle (ROP : Ring Opening Polymerization, MURARIU et DUBOIS [2016]; PENU et HELOU [2017]; WERTZ [2016]). A titre indicatif, une tonne de maïs permet de fabriquer 350 kg de PLA (LA FRANCE AGRICOLE [2002]).

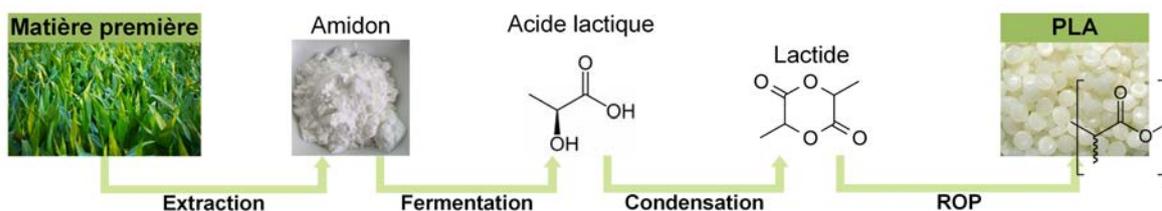


FIGURE 4.19 – Procédé de fabrication du PLA (ROP : Ring Opening Polymerization).

Ce polymère se caractérise par des propriétés mécaniques élevées (contrainte à la flexion de 17.8 MPa et à la compression supérieure à 50 MPa, module d'élasticité d'environ 3500 MPa) et une température de fusion autour de 180°C (WERTZ [2016]). Le PLA est commercialisé sous forme de granulés. Pour être utilisé, il est réduit en copeaux millimétriques par usinage (tournage).

4.3 Conclusion

Ce chapitre présente les six liants (Figure 4.20) qui vont être utilisés dans la fabrication des composites au cours de cette thèse. Ils sont tous issus d'agro-ressource.



FIGURE 4.20 – Différents liants sélectionnés (RM : Rafles de maïs et FL : Fines de lin).

Une étude préliminaire a été réalisée afin de montrer la faisabilité d'un liant issu de la paille de blé. Afin d'assurer une bonne cohésion aux composites fabriqués, le mélange sec doit contenir au moins

15 à 20 % de paille de blé (et donc 80 à 85 % de chènevottes). En effet, les composants solubles de la paille de blé jouent le rôle de liant suite au traitement hydrothermique qui permet de déclencher leurs réactions de dépolymérisation et de repolymérisation. Ces composés sont essentiellement des pectines, de la lignine et de l'hémicellulose. Premièrement, ces composants sont solubilisés dans l'eau à 80°C. Deuxièmement, les polysaccharides se dégradent, se condensent, puis se recombinent pendant le traitement hydrothermique à 180°C. Les performances mécaniques des composites produits avec ces liants sont suffisantes afin d'être utilisés comme panneaux isolants rigides. De plus, les performances mécaniques augmentent avec la masse volumique apparente et la densité de réticulation qui sont induites par la quantité de liant dans le cas de liants similaires.

Une deuxième étude a permis de développer deux liants à partir d'extractions alcalines réalisées sur les rafles de maïs ainsi que les fines de lin. Ce procédé permet d'extraire des agro-ressources de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine et des pectines, repolymérisées ou non. La teneur de chacun de ces composants dépend essentiellement de la composition chimique initiale de l'agro-ressource et de sa granulométrie, de la nature et de la concentration du solvant utilisé ainsi que du temps de macération (Figure 4.21). Ces extraits peuvent jouer le rôle de liant puisque lors de la fabrication des composites et plus précisément pendant l'étape de la cuisson, les composants contenus dans les extraits vont être repolymérisés sous l'effet de la chaleur. Les extractions réalisées permettent également la réutilisation de trois résidus d'agro-ressources (paille de colza, fines de lin et rafles de maïs) comme granulats à combiner avec un liant ou pas pour la fabrication des composites.

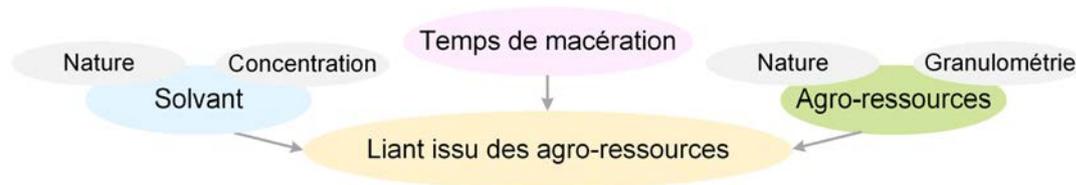


FIGURE 4.21 – Synthèse des paramètres étudiés qui influent les propriétés des extraits issus des agro-ressources.

Un autre liant, issu cette fois de l'industrie papetière, possède une composition ainsi que des propriétés similaires aux deux liants précédents. Il s'agit de la liqueur noire qui est obtenue suite à l'extraction de la cellulose du bois avec une liqueur blanche (solution alcaline). La lignine contenue dans la liqueur noire, appelée lignine kraft, peut-être précipitée par acidification et ainsi récupérée afin d'être testée seule en tant que liant. Il est également possible de tester seules les pectines en utilisant de la mélasse qui est un co-produit de l'industrie sucrière suite à l'extraction réalisée sur des betteraves avec de la chaux. Enfin, un dernier liant issu de la repolymérisation de l'amidon de maïs ou de betterave est également sélectionné. Il s'agit de l'acide polylactique (PLA).

Bibliographie

- AFNOR. 2013, «NF EN 826 - Produits isolants thermiques destinés aux applications du bâtiment - Détermination du comportement en compression», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-826/produits-isolants-thermiques-destines-aux-applications-du-batiment-determination-du-comportement-en-compression/article/803085/fa177329>. 107
- CONDASSAMY, O. 2015, *Valorisation d'une lignine alcaline industrielle : vers le développement de nouveaux synthons et oligomères bio-sourcés issus de la lignine*, thèse de doctorat, Université de Bordeaux. URL https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01256622/file/CONDASSAMY_OLIVIA_2015.pdf. 118
- DÉCLOUX, M. 2002, «Procédés de transformation en sucrerie (partie 1)», *Techniques de l'Ingénieur*, vol. F6150 VI, p. 1–18. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/filiere-de-production-produits-d-origine-vegetale-42433210/procedes-de-transformation-en-sucrerie-partie-1-f6150/>. 119
- DÉCLOUX, M. 2003, «Procédés de transformation en sucrerie (partie 2)», *Techniques de l'Ingénieur*, vol. F6151 VI, p. 1–16. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/filiere-de-production-produits-d-origine-vegetale-42433210/procedes-de-transformation-en-sucrerie-partie-2-f6151/>. 119
- GARROTE, G., H. DOMÍNGUEZ et J. C. PARAJÓ. 1999, «Hydrothermal processing of lignocellulosic materials», *Holz als Roh- und Werkstoff*, vol. 57, n° 3, p. 191–202, ISSN 0018-3768. URL <https://link.springer.com/article/10.1007/s001070050039>. 104
- GENEAU, C. 2006, *Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tournesol*, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse. URL <http://ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000325/01/geneau.pdf>. 113, 115
- GLASSCO, R. B. et R. L. NOBLE. 1987, «Modular building construction and method of building assembly», URL <http://www.google.fr/patents/W01987003031A1>. 102
- GOSSELINK, R., H. VAN DER KOLK, P. HARMSSEN et R. BAKKER. 2010, «Alkaline pretreatment of wheat straw», dans *COST FP0901 meeting*, Hamburg. URL http://web.abo.fi/fak/tkf/spk/costfp0901/Hamburg_2010/11_Hamburg_presentation_Gosselink.pdf. 110
- HUET, M. 2015, *Valorisation hydrothermales de la liqueur noire à des fins énergétiques et de chimie verte*, thèse de doctorat, Université de Grenoble Alpes, Grenoble. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01268144/document>. 117
- KALOUSTIAN, J., A. M. PAULI et J. PASTOR. 1996, «Caractérisation par analyse thermique de la lignine, de la cellulose et de quelques uns de ses dérivés etherifiés», *Journal of thermal analysis*, vol. 46, n° 1, p. 91–104. URL <http://link.springer.com/article/10.1007/BF01979950>. 113, 115
- LA FRANCE AGRICOLE. 2002, «L'amidon de maïs devient plastique», URL <http://www.lafranceagricole.fr/article/l-amidon-de-mais-devient-plastique-1,0,71287259.html>. 119

- LE TROEDEC, M. 2009, *Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres végétales*, thèse de doctorat, Université de Limoges. URL <http://aurore.unilim.fr/theses/nxfile/default/e24c28f9-a650-4203-a4d0-a9fe7302ca00/blobholder:0/2009LIM04055.pdf>. 113, 115
- MARTELLI-TOSI, M., O. B. G. ASSIS, N. C. SILVA, B. S. ESPOSTO, M. A. MARTINS et D. R. TAPIA-BLÁCIDO. 2017, «Chemical treatment and characterization of soybean straw and soybean protein isolate/straw composite films», *Carbohydrate Polymers*, vol. 157, p. 512–520, ISSN 0144-8617. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861716311729>. 108
- MERALI, Z., J. D. HO, S. R. A. COLLINS, G. L. GALL, A. ELLISTON, A. KÄSPER et K. W. WALDRON. 2013, «Characterization of cell wall components of wheat straw following hydrothermal pretreatment and fractionation», *Bioresource Technology*, vol. 131, p. 226–234, ISSN 0960-8524. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852412018780>. 104
- MERLE, J., M. BIROT, H. DELEUZE, C. MITTERER, H. CARRÉ et F. C.-E. BOUHTOURY. 2016, «New biobased foams from wood byproducts», *Materials & Design*, vol. 91, p. 186–192, ISSN 0264-1275. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0264127515308170>. 107
- MOSIER, N., C. WYMAN, B. DALE, R. ELANDER, Y. Y. LEE, M. HOLTZAPPLE et M. LADISCH. 2005, «Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass», *Bioresource Technology*, vol. 96, n° 6, p. 673–686, ISSN 0960-8524. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852404002536>. 108, 109
- MURARIU, M. et P. DUBOIS. 2016, «PLA composites : From production to properties», *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 107, p. 17–46, ISSN 0169-409X. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169409X16301028>. 119
- PENU, C. et M. HELOU. 2017, «Acide polylactique (PLA)», *Techniques de l'Ingénieur*, vol. AM3317 V1, p. 1–15. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/matieres-thermoplastiques-monographies-42147210/acide-poly lactique-pla-am3317/>. 119
- RAJPUT, A. A., ZESHAN et C. VISVANATHAN. 2018, «Effect of thermal pretreatment on chemical composition, physical structure and biogas production kinetics of wheat straw», *Journal of Environmental Management*, vol. 221, p. 45–52, ISSN 0301-4797. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301479718305309>. 104
- RAN, G., D. LI, T. ZHENG, X. LIU, L. CHEN, Q. CAO et Z. YAN. 2018, «Hydrothermal pretreatment on the anaerobic digestion of washed vinegar residue», *Bioresource Technology*, vol. 248, p. 265–271, ISSN 0960-8524. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852417309720>. 104
- SAEED, M. et M. CHERYAN. 1989, «Chlorogenic acid interactions with sunflower proteins», *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 37, n° 5, p. 1270–1274, ISSN 0021-8561. URL <https://doi.org/10.1021/jf00089a015>. 113
- SONG, J., C. CHEN, S. ZHU, M. ZHU, J. DAI, U. RAY, Y. LI, Y. KUANG, Y. LI, N. QUISPE, Y. YAO, A. GONG, U. H. LEISTE, H. A. BRUCK, J. Y. ZHU, A. VELLORE, H. LI, M. L. MINUS, Z. JIA, A. MARTINI, T. LI et L. HU. 2018, «Processing bulk natural wood into a high-performance structural material», *Nature*, vol. 554, n° 7691, p. 224–228, ISSN 0028-0836. URL <http://www.nature.com/doi/10.1038/nature25476>. 108
- STASSI, F. 2017, «Vers une production record de betteraves et de sucre en France», *L'Usine Nouvelle*. URL <https://www.usinenouvelle.com/article/vers-une-production-record-de-betteraves-et-de-sucre-en-france.N624578>. 119

- SUN, R.-C. et J. TOMKINSON. 2000, «Appendix 1 : Essential guides for isolation/purification of polysaccharides», dans *Encyclopedia of Separation Science*, vol. 6, Academic Press, ISBN 978-0-12-226770-3, p. 4568–4574. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B0122267702072719>. 102
- TERPÁKOVÁ, E., L. KIDALOVÁ, A. EŠTOKOVÁ, J. ČIGÁŠOVÁ et N. ŠTEVULOVÁ. 2012, «Chemical modification of hemp shives and their characterization», *Procedia Engineering*, vol. 42, p. 931–941, ISSN 1877-7058. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1877705812028937>. 113, 115
- TIAN, S.-Q., R.-Y. ZHAO et Z.-C. CHEN. 2018, «Review of the pretreatment and bioconversion of lignocellulosic biomass from wheat straw materials», *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 91, p. 483–489, ISSN 1364-0321. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S136403211830203X>. 108
- TOMANI, P. 2010, «The lignoboost process», *Cellulose Chemistry and Technology*, vol. 44, n° 1, p. 53–58. URL <https://pdfs.semanticscholar.org/0812/1594360601ae6c8eab8a7616e452ad458fde.pdf>. 118
- WANITWATTANARUMLUG, B., A. LUENGNARUEMITCHAI et S. WONGKASEMJIT. 2012, «Characterization of corn cobs from microwave and potassium hydroxide pretreatment», *International Journal of Chemical and Biological Engineering*, vol. 6, p. 354–358. URL <https://waset.org/publications/6352/characterization-of-corn-cobs-from-microwave-and-potassium-hydroxide-pretreatment>. 115
- WERTZ, J.-L. 2016, «Polymères biobasés : Amidon, PLA, PHA, PE et PET», rapport, ValBiom. URL <https://monprojet.labiomasseenwallonie.be/download/file/fid/558>. 119
- XIAO, L.-P., Z.-J. SHI, F. XU et R.-C. SUN. 2012, «Hydrothermal carbonization of lignocellulosic biomass», *Bioresource Technology*, vol. 118, p. 619–623, ISSN 0960-8524. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852412008048>. 104
- YANG, H., R. YAN, H. CHEN, D. H. LEE et C. ZHENG. 2007, «Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis», *Fuel*, vol. 86, n° 12, p. 1781–1788, ISSN 0016-2361. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S001623610600490X>. 115

Chapitre 5

Développement et caractérisation des composites

Sommaire

5.1 Préparation des composites	127
5.1.1 Fabrication des échantillons	127
5.1.2 Plans d'expériences	127
5.2 Influence du liant	130
5.2.1 Caractérisation des propriétés physiques	130
5.2.2 Morphologie de surface	131
5.2.3 Caractérisation mécanique	132
5.2.4 Caractérisation thermique	133
5.2.5 Caractérisation hygrique	136
5.2.6 Synthèse	140
5.3 Influence du type de granulats	140
5.3.1 Caractérisation des propriétés physiques	141
5.3.2 Morphologie de surface	141
5.3.3 Caractérisation mécanique	141
5.3.4 Caractérisation thermique	143
5.3.5 Caractérisation hygrique	145
5.3.6 Synthèse	146
5.4 Influence de la granulométrie des granulats	147
5.4.1 Caractérisation des propriétés physiques	147
5.4.2 Caractérisation mécanique	147
5.4.3 Caractérisation thermique	148
5.4.4 Caractérisation hygrique	150
5.4.5 Synthèse	150
5.5 Influence d'un traitement basique sur les granulats	151
5.5.1 Caractérisation des propriétés physiques	151
5.5.2 Morphologie de surface	152
5.5.3 Caractérisation mécanique	152
5.5.4 Caractérisation thermique	154
5.5.5 Caractérisation hygrique	155
5.5.6 Synthèse	156
5.6 Influence de la pression de compactage	157
5.6.1 Caractérisation des propriétés physiques	157
5.6.2 Caractérisation mécanique	158

5.6.3	Caractérisation thermique	159
5.6.4	Caractérisation hygrique	159
5.6.5	Synthèse	161
5.7	Comparaison à des composites de la littérature et à des composites de référence	161
5.7.1	Les composites de la littérature	161
5.7.2	Les composites de référence	163
5.7.3	Comparaison des différents composites	164
5.8	Intérêt d'un composite bi-couches	166
5.8.1	Caractérisation thermique	166
5.8.2	Caractérisation hygrique	167
5.9	Conclusion	168
	Bibliographie	171

5.1 Préparation des composites

5.1.1 Fabrication des échantillons

Tous les composites qui ont été développés au cours de cette thèse, ont été produits de la même manière. Le liant est dissout dans l'eau, puis les granulats bio-sourcés sont humidifiés avec la solution, sauf dans deux cas : lors de l'utilisation du PLA comme liant et lorsqu'aucun liant n'est utilisé. Dans le cas du PLA, les copeaux de PLA sont mélangés avec les granulats et le mélange est ensuite humidifié avec de l'eau. Dans le cas où les granulats sont traités et qu'aucun liant n'est utilisé, les granulats sont directement introduits dans le moule après avoir été pressés afin d'éliminer au maximum le solvant ayant servi au traitement de l'agro-ressource. En présence de liant, pour assurer une bonne cohésion, une teneur en liant de 15 % (masse sèche) est utilisée. Afin de produire une série de trois échantillons par formulation, le mélange est divisé en trois parts égales (A, B et C) qui sont ensuite introduites dans l'une des trois alvéoles du moule. Puis, le mélange est compacté en une seule couche 5 fois directement dans le moule. La pression de compactage est de façon générale de 250 kPa. Elle varie de 15.6 à 1000 kPa pour l'étude de l'effet de compactage. L'ensemble est ensuite placé dans une étuve à 190°C pendant 2 heures en maintenant la pression. Les trois composites de dimensions 100 x 100 x 100 mm³ sont démoulés à froid (Figure 5.1). Cette première série de composite permet de réaliser les caractérisations des propriétés physiques et hygrothermiques. Une seconde série est produite afin d'effectuer la caractérisation des propriétés mécaniques.

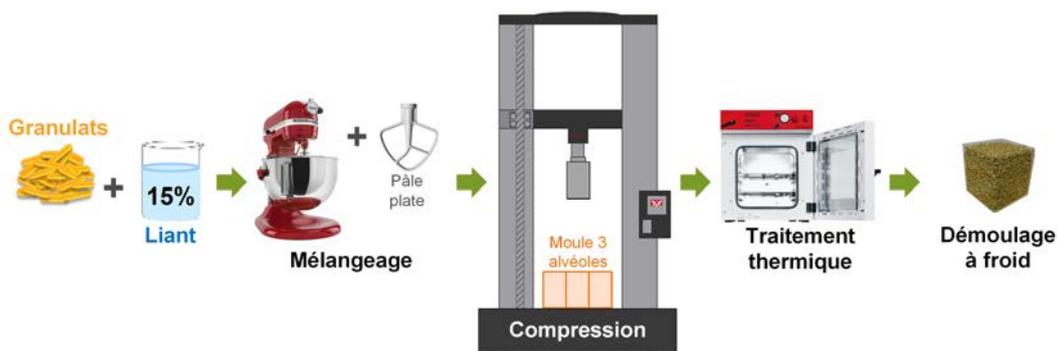


FIGURE 5.1 – Fabrication des composites.

5.1.2 Plans d'expériences

La fabrication des composites est réalisée avec cinq agro-ressources transformées en dix-sept granulats bio-sourcés ainsi que six liants bio-sourcés présentés dans les chapitres précédents (chapitres 3 et 4). Pour minimiser le nombre d'expériences, cinq plans d'expériences sont réalisés en fonction de paramètres susceptibles d'influencer les propriétés mécaniques ainsi que les performances hygrothermiques. Les plans d'expériences sont récapitulés dans le Tableau 5.1 et dépendent :

- **Du type de liant** : Deux granulats sont sélectionnés afin de tester la fabrication de composites avec les six liants à disposition. Il s'agit des chènevottes (commerciales) qui sont les granulats les plus utilisés dans la littérature pour la fabrication de matériaux pour le bâtiment (LIU et al [2017]) et des résidus de rafles de maïs. Il est intéressant d'utiliser ce granulat afin que les extraits issus des rafles de maïs génèrent zéro déchet ;
- **Du type de granulats** : Les cinq types de granulats à disposition (chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs) sont testés avec deux granulométries différentes

TABLEAU 5.1 – Récapitulatif de toutes les formulations de composites étudiées au cours de ces travaux.

Composite	Granulats	Traitement	Liant	Pression
Influence du liant				
1	Chènevottes Bio'fibat	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
2	Chènevottes Bio'fibat	-	Extraits de fines de lin	250 kPa
3	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	250 kPa
4	Chènevottes Bio'fibat	-	Lignine BioChoice®	250 kPa
5	Chènevottes Bio'fibat	-	Mélasses	250 kPa
6	Chènevottes Bio'fibat	-	PLA	250 kPa
7	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
8	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Extraits de fines de lin	250 kPa
9	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Liqueur noire	250 kPa
10	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Lignine BioChoice	250 kPa
11	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Mélasses	250 kPa
12	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	PLA	250 kPa
Influence des granulats				
13	Fines de chanvre et Chènevottes G8	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
14	Chènevottes G14	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
15	Anas de lin G8	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
16	Anas de lin G14	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
17	Paille de colza G7	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
18	Paille de colza G14	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
19	Paille de blé G7	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
20	Paille de blé G12	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
21	Rafles de maïs	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
Influence de la granulométrie des granulats				
22	Fines de chanvre	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
13	Fines de chanvre et Chènevottes G8	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
1	Chènevottes Bio'fibat	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
14	Chènevottes G14	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
Influence du traitement des granulats				
21	Rafles de maïs	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
7	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
8	Résidus de rafles de maïs	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Extraits de fines de lin	250 kPa
18	Paille de colza G14	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
23	Résidus de paille de colza G14	NaOH 2.5 %	Sans	250 kPa
24	Fines de lin	-	Extraits de rafles de maïs	250 kPa
25	Fines de lin	-	Extraits de fines de lin	250 kPa
26	Fines de lin traitées	Na ₂ SiO ₃ 5 %	Sans	250 kPa
Influence de la pression de compression lors de la fabrication				
27	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	1000 kPa
28	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	500 kPa
3	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	250 kPa
29	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	125 kPa
30	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	62.5 kPa
31	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	31.2 kPa
32	Chènevottes Bio'fibat	-	Liqueur noire	15.6 kPa

(la plus petite et la plus grande sauf dans le cas des rafles de maïs). Le liant utilisé est l'extrait issu des rafles de maïs;

- **De la granulométrie des granulats** : Plusieurs granulométries de chènevottes sont testées afin de vérifier s'il est intéressant de valoriser les fines de chanvre ainsi que de calibrer les chènevottes;
- **Du traitement subi par les granulats** : Trois résidus d'agro-ressources (rafles de maïs, paille de colza et fines de lin) issus des extractions alcalines servant à la fabrication des liants, sont utilisés comme granulats avec ou sans liant pour la fabrication de composites. Ces derniers sont comparés aux composites fabriqués avec la même agro-ressource;
- **De la pression de compactage appliquée sur le composite lors de sa fabrication** : Six pressions de compactage différentes (15.6, 31.2, 62.5, 125, 250, 500 et 1000 kPa) sont appliquées sur les composites fabriqués à partir de chènevottes commerciales avec de la liqueur noire.

La Figure 5.2 présente les composites produits. Les composites n°11 et n°12 montrent une mauvaise cohésion entre les liants (mélasse et PLA) et les granulats (résidus de rafles de maïs). Ils n'ont donc pas pu être produits et caractérisés.

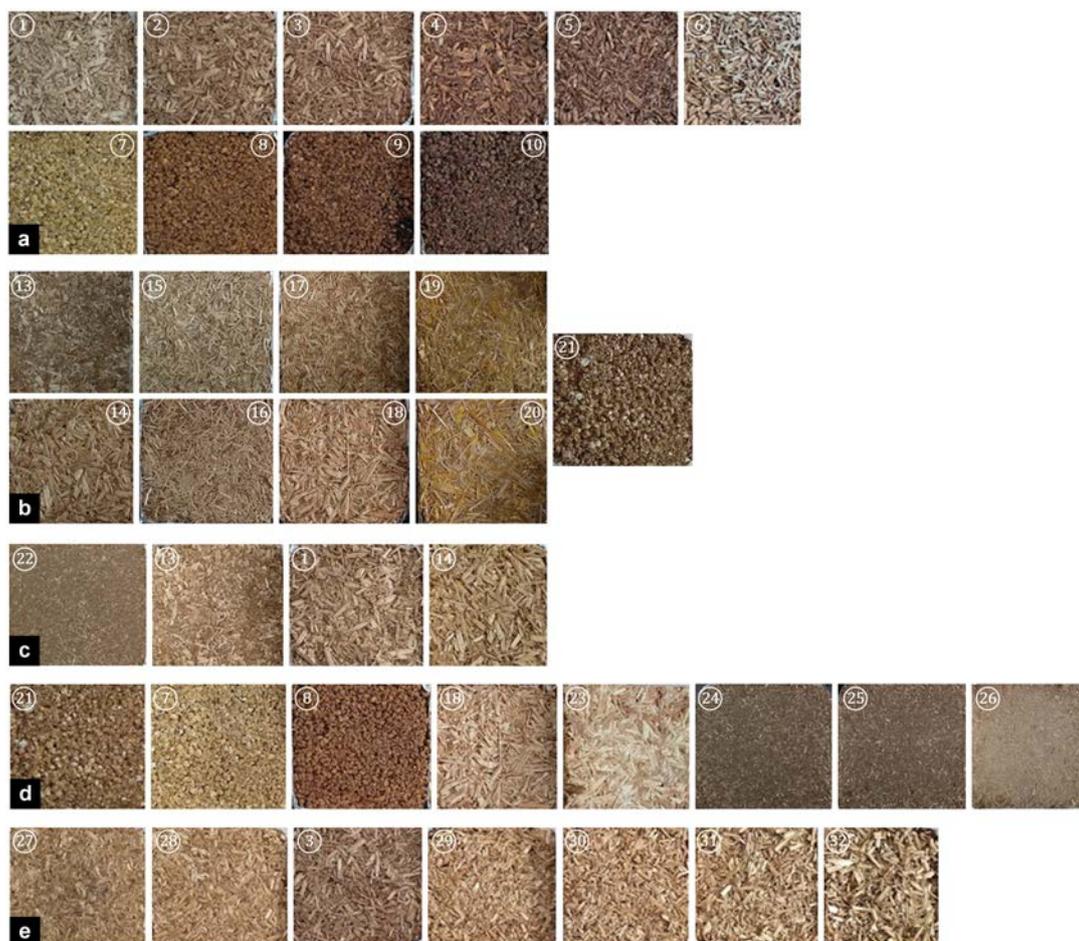


FIGURE 5.2 – Photos des 32 composites développés afin de déterminer l'influence : (a) du liant, (b) du granulat, (c) de la taille des granulats, (d) d'un traitement alcalin sur les granulats et (e) de la contrainte de compression lors de la fabrication des composites sur les propriétés mécaniques et les performances hygrothermiques des composites.

5.2 Influence du liant

Dans cette section, l'influence du liant est testée sur deux types de granulats : des chènevottes (commerciales) ainsi que des résidus de rafles de maïs, pour la fabrication de composites. Les différents liants utilisés sont : l'extrait de rafles de maïs, l'extrait de fines de lin, la liqueur noire, la lignine BioChoice®, la mélasse et le PLA. Les composites n°11 et n°12 qui devaient être formulés à partir de résidus de rafles de maïs mélangés avec de la mélasse ou du PLA n'ont pu être fabriqués à cause d'une mauvaise cohésion entre les granulats et ces 2 liants.

5.2.1 Caractérisation des propriétés physiques

Le Tableau 5.2 donne les masses volumiques apparentes à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), la masse volumique du squelette ainsi que la porosité totale des différents composites fabriqués à partir de chènevottes ou de résidus de rafles de maïs et collés avec différents liants verts (extrait de rafles de maïs, extrait de fines de lin, liqueur noire, lignine BioChoice®, mélasse ou PLA).

TABLEAU 5.2 – Masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), masse volumique du squelette et porosité totale des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	177.7 ± 2.4	179.6 ± 5.7	191.4 ± 0.9	179.0 ± 1.3	187.4 ± 1.4	272.9 ± 18.9	519.9 ± 9.8	556.9 ± 9.7	527.0 ± 5.4	457.3 ± 15.3
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m ³)	167.0 ± 2.1	168.8 ± 5.3	180.7 ± 0.9	170.9 ± 1.1	177.4 ± 1.1	267.2 ± 19.0	481.4 ± 8.6	515.0 ± 7.8	488.4 ± 4.7	427.0 ± 14.0
ρ_s (kg/m ³)	1130.9 ± 7.3	1178.0 ± 12.5	1211.0 ± 7.2	1150.1 ± 2.4	1124.6 ± 16.9	1186.9 ± 57.7	1249.8 ± 1.4	1286.7 ± 9.8	1310.0 ± 1.4	1238.8 ± 6.4
n_{tot}	87.5%	85.7%	85.1%	85.1%	84.2%	77.5%	61.5%	60.0%	62.7%	65.5%

À l'exception du composite n°6, les composites à base de chènevottes ont des masses volumiques apparentes très proches allant de 177 à 191 kg.m³ à l'état sec. Le composite à base de chènevottes et de PLA (n°6) a la masse volumique apparente la plus élevée (273 kg/m³ à l'état sec) des composites fabriqués à partir de chènevottes. Les composites à base de résidus de rafles de maïs ont une masse volumique apparente beaucoup plus élevée que les composites à base de chènevottes, en raison de la masse volumique en vrac beaucoup plus élevée des granulats. Les trois composites qui ont pour liants les extraits des agro-ressources et la liqueur noire, ont des masses volumiques apparentes très proches allant de 520 à 557 kg/m³ à l'état sec. Le composite avec la lignine a la plus faible masse volumique apparente (457 kg/m³ à l'état sec) des composites fabriqués à partir des résidus de rafles de maïs. L'augmentation de la masse volumique apparente entre l'état sec et l'état à (23°C; 50 %HR) varie de 2.09 % (pour le composite fabriqué à partir de chènevottes et de PLA) à 7.52 % (pour le composite fabriqué à partir de résidus de rafles de maïs et d'extrait de fines de lin).

Les composites fabriqués à partir de chènevottes ont une masse volumique du squelette allant de 1124.6 à 1211.0 kg/m³. Les composites faits de résidus de rafles de maïs ont une masse volumique du squelette variant de 1238.8 à 1310.0 kg/m³.

Les composites fabriqués à partir de chènevottes ont des porosités totales très proches puisqu'elles varient de 84.2 % à 87.5 % sauf celui fabriqué avec du PLA. En effet, il a la porosité totale la plus faible (77.5 %) des composites fabriqués à partir de chènevottes. Cependant, les composites réalisés avec des résidus de rafles de maïs ont une porosité totale plus faible que les composites fabriqués avec des chènevottes. En effet, ils ont des porosités totales très proches allant de 60.0 % à 65.5 %. Ce résultat est logique puisque la porosité du composite inclut la porosité inter et intra-particulaire ainsi que la porosité du liant. Ainsi, les chènevottes (92.87 %) présentant une porosité plus forte que

les résidus de rafles de maïs (72.05 %), il est logique que les composites réalisés avec les chènevottes aient une porosité plus importante que celle des composites réalisés avec des résidus de rafles de maïs (section 3.4.2 de la page 75 du chapitre 3).

5.2.2 Morphologie de surface

La Figure 5.3 présente des micrographies MEB à l'interface granulat - liant. Pour tous les composites, l'analyse MEB met en évidence une bonne adhérence à l'interface montrant plusieurs chènevottes ou résidus de rafles de maïs bien enrobés et collés ensemble. Il existe une différence micro-structurale à l'interface entre les granulat et les différents types de liants.

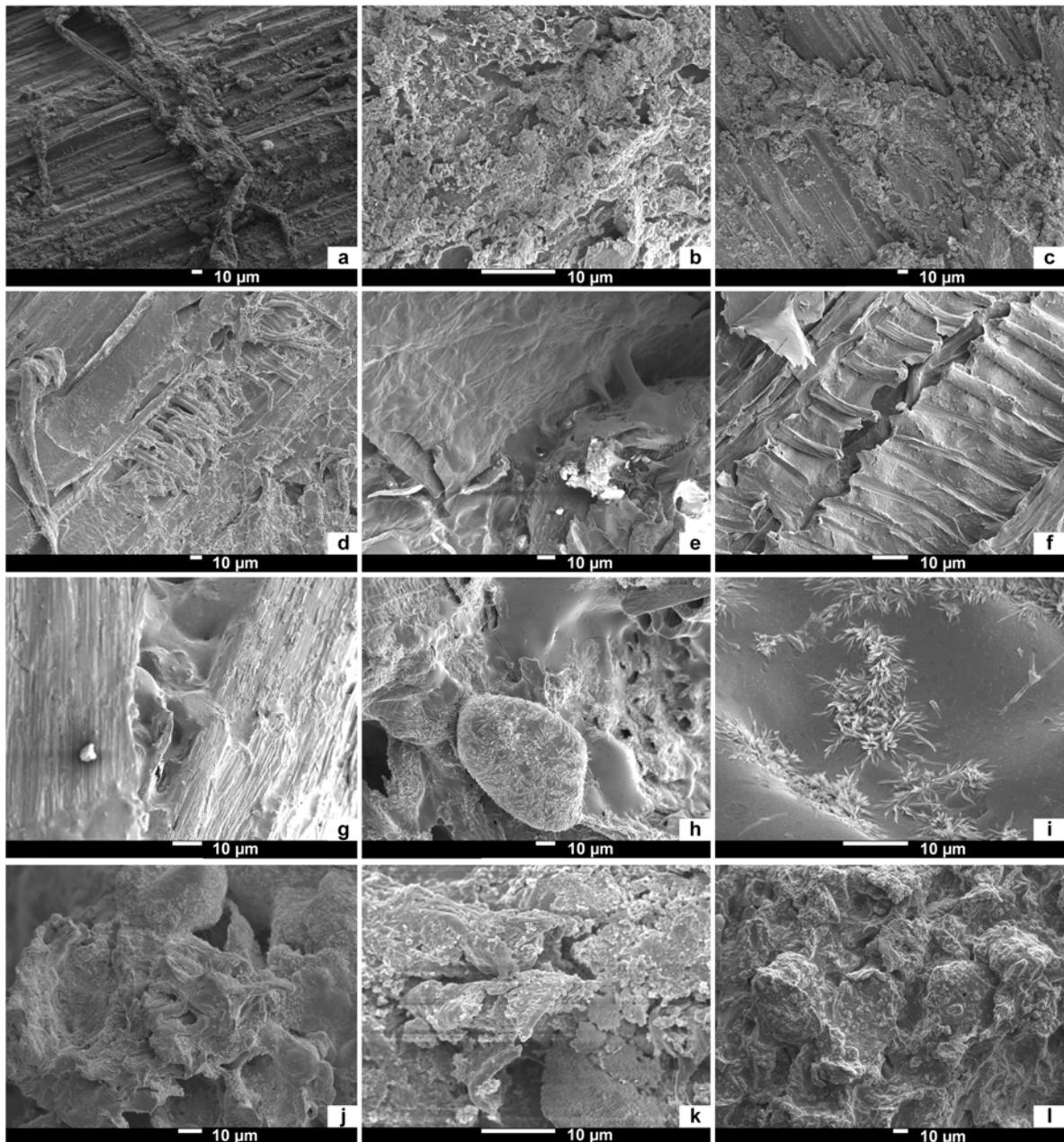


FIGURE 5.3 – Micrographies MEB de l'interface granulat - liant : (a) et (b) composite n°1, (c) composite n°2, (d) composite n°3, (e) composite n°4, (f) composite n°5, (g) composite n°6, (h) et (i) composite n°7, (j) composite n°8, (k) composite n°9 et (l) composite n°10.

La surface des composites n°1 et 2 et 3 (Figures 5.3.a à 5.3.d) sont similaires. Les liants conduisent à un dépôt sous forme de grains sur les chènevottes.

Pour le composite n°4 (Figure 5.3.e), les chènevottes sont bien enrobées par endroits d'un film lisse plus ou moins fin de mélasse. Ainsi, l'adhérence entre les granulats et le liant est bonne. En revanche, les zones où l'épaisseur du liant est plus importante, peuvent sceller les pores des chènevottes.

Pour le composite n°5 (Figure 5.3.f), les chènevottes sont bien enrobées d'une fine pellicule rugueuse de lignine.

Pour le composite n°6 (Figure 5.3.g), les chènevottes sont enduites par endroits d'un épais film lisse de PLA. Ainsi, l'adhérence entre les granulats et le liant est bonne. En revanche, l'épaisseur du liant vient sceller certaines pores des chènevottes. En effet, la porosité ouverte totale est de 77.5 % alors qu'elle est de 85.5 % pour les autres composites à base de chènevottes.

Les surfaces des composites n°7 et 8 (Figures 5.3.h à 5.3.j) sont similaires mais différentes de celles des composites fabriqués avec des chènevottes pour un même liant. Cela peut s'expliquer par la composition des agro-ressources qui est différente. En effet, les résidus de rafles de maïs ont déjà été traités avec une solution alcaline à 90°C. Ainsi, leur surface est plus réactive (MOSIER et al [2005]; TIAN et al [2018]) que celle des chènevottes pour un même liant. Les résidus de rafles de maïs sont recouverts par endroit d'une mince couche lisse qui comporte plusieurs zones de fracture. De plus, les surfaces des composites n°7 et 8 sont parsemées de cristaux de silicate de sodium. Une surface similaire a été observée par El Hajj et al pour leurs composites faits d'anas de lin et de liant protéique (EL HAJJ et al [2012]).

Pour le composite n°9 (Figure 5.3.k), les résidus de rafles de maïs sont bien enrobés de liqueur noire par un épais film rugueux. Les rugosités correspondent probablement à des sels minéraux contenant des silicates. L'adhérence entre les résidus de rafles de maïs et la liqueur noire semble être moins bonne qu'avec les extraits.

Pour les composites n°10 (Figure 5.3.l), les résidus de rafles de maïs sont bien enrobés de lignine d'un film épais rugueux qui comprend plusieurs zones de fracture. Les rugosités correspondent probablement à des sels minéraux contenant des silicates.

5.2.3 Caractérisation mécanique

Les composites fabriqués à base de chènevottes présentent un comportement mécanique de type compactant qui est différent de celui observé dans le cas des composites à base de résidus de rafles de maïs. En effet, ces derniers présentent une rupture ductile au cours du test de compression. Cette différence de comportement s'explique principalement par la forme des granulats (rectangulaire à fort allongement pour les chènevottes et ovoïde pour les résidus de rafles de maïs) ainsi que la porosité totale des composites (environ 84.2 % pour ceux fabriqués avec des chènevottes contre environ 62.4 % pour ceux réalisés avec des résidus de rafles de maïs). Ainsi, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression obtenue pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ ($\sigma_{10\%}$) pour tous les composites sauf pour les composites n°9 et n°10 où elle est donnée par la contrainte maximale σ_m (comme décrit dans la section 2.1.6.2 à la page 40 du chapitre 2).

Les propriétés mécaniques des composites sont présentées dans le Tableau 5.3 et sur la Figure 5.4. Les valeurs expérimentales sont plus proches les unes des autres pour les composites fabriqués avec les chènevottes que pour ceux fabriqués avec les résidus de rafles de maïs. Comme le montre la Figure 5.4, la résistance à la compression pour les composites fabriqués avec les chènevottes et les extraits des agro-ressources, est d'environ 239 kPa alors que les autres composites fabriqués avec les chènevottes ont une meilleure résistance à la compression grâce à une meilleure adhérence entre les chènevottes et les autres liants (de 297 à 421 kPa). Les composites réalisés avec des chènevottes

et du PLA ont la plus haute résistance à la compression parmi tous les composites fabriqués avec des chènevottes. La résistance à la compression à 10 % de déformation, varie entre 492 et 696 kPa pour les deux formulations réalisées avec des résidus de rafles de maïs et les extraits issus des agro-ressources. Les composites n°7 ont la résistance à la compression la plus élevée. Ainsi, les résidus de rafles de maïs ont une bonne adhérence avec les extraits (extraits de rafles de maïs et extraits de fines de lin). Le meilleur résultat est obtenu avec les extraits de rafles de maïs. Cependant, les résidus de rafles de maïs ont une faible cohésion avec les autres liants (liqueur noire et lignine BioChoice®) car la contrainte de compression maximale est respectivement de 202 et 32 kPa pour une déformation inférieure à 7.4 %.

TABLEAU 5.3 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale des composites développés.

Composites	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	184.2 ± 4.1	181.9 ± 3.1	203.2 ± 1.1	184.4 ± 0.7	175.6 ± 2.1	271.7 ± 26.0	534.5 ± 3.5	526.8 ± 4.8	573.4 ± 6.7	445.9 ± 6.5
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	259.7 ± 34.2	227.5 ± 9.9	230.0 ± 6.7	297.3 ± 4.2	313.7 ± 2.4	420.8 ± 25.7	695.7 ± 42.7	491.8 ± 48.0	-	-
σ_m (kPa)	-	-	-	-	-	-	-	-	202.3 ± 32.7	31.9 ± 7.4
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.20	0.22	0.22	0.16	0.14	0.13	0.36	0.47	0.47	2.95

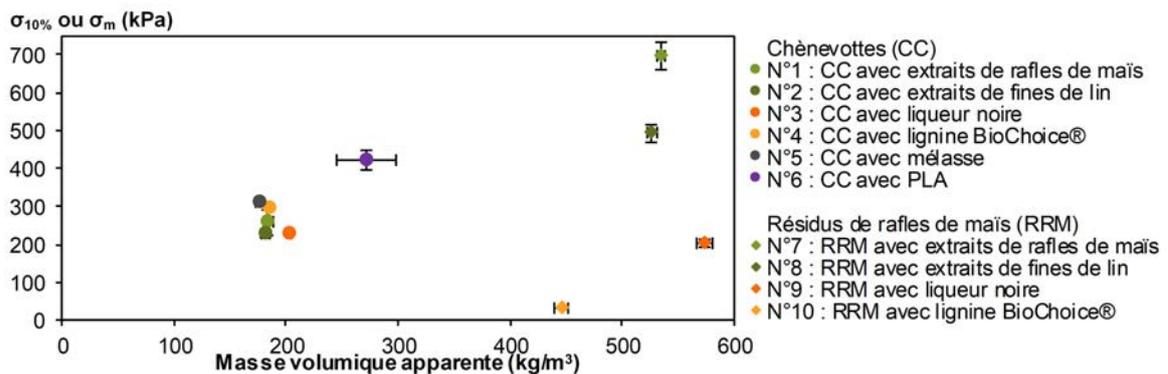


FIGURE 5.4 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale versus masse volumique apparente des composites à (23°C; 50 %HR).

La résistance à la compression pour une déformation longitudinale de $\epsilon = 10\%$ est supérieure à 227 kPa pour tous les composites excepté les n°9 (résidus de rafles de maïs et liqueur noire) et 10 (résidus de rafles de maïs et lignine BioChoice®). Pour une contrainte correspondant à 3 mètres de hauteur, les déformations calculées ($\epsilon_{h=3m}$) restent inférieures à 0.50 %. Ainsi, les propriétés mécaniques sont suffisantes pour une application en tant que panneaux isolants.

5.2.4 Caractérisation thermique

La mesure est réalisée selon la méthode du fil chaud (section 2.1.5.1 de la page 36 du chapitre 2). Pour valider la pertinence de la méthode de mesure de la conductivité thermique, une photo de thermographie infrarouge est prise pour chaque composite immédiatement après la mesure. Pour tous les échantillons, l’empreinte thermique due au flux de chaleur généré par la sonde est visible sur la surface sollicitée de l’échantillon, comme montré à titre d’exemples sur la Figure 5.5 pour les formulations n°5 (gauche, chènevottes collées avec de la mélasse) et n°8 (droite, résidus de rafles de maïs collés avec de l’extrait de fines de lin) pour lesquelles la puissance de chauffage est respectivement de 142 mW et 205 mW. L’empreinte thermique montre que ① : le flux

de chaleur reste inscrit dans le volume de l'échantillon au cours de l'essai et que ② : le volume sondé est représentatif du matériau. Ainsi, les mesures sont correctement réalisées et le protocole expérimental est validé pour tous les composites fabriqués au cours de ces travaux.

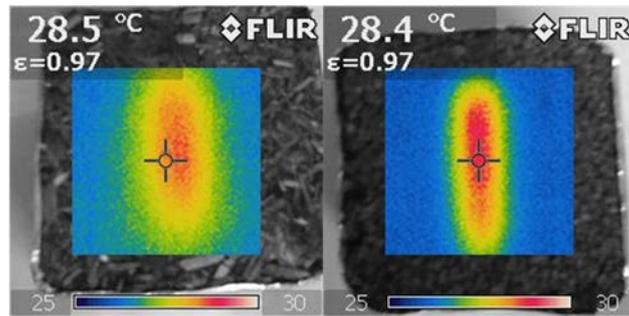


FIGURE 5.5 – Photos de thermographie infrarouge des échantillons n°5 (à gauche, chènevottes collées avec de la mélasse) et n°8 (à droite, résidus de rafles de maïs collés avec de l'extrait de fines de lin) immédiatement après la mesure de la conductivité thermique.

La Figure 5.6 donne un exemple de l'augmentation de la température par rapport au logarithme népérien du temps de chauffage pendant la mesure avec la sonde fil.

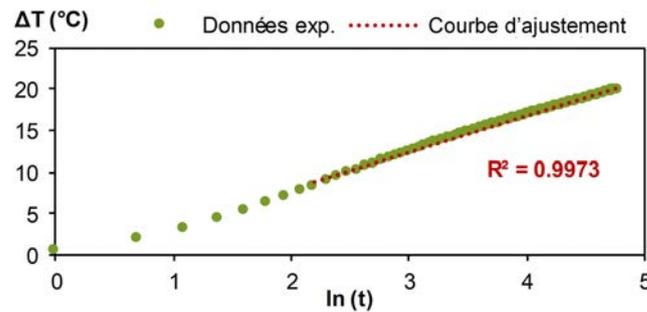


FIGURE 5.6 – Exemple d'augmentation de la température par rapport au logarithme népérien du temps.

Le Tableau 5.4 rassemble la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation de la conductivité thermique des composites étudiés. La Figure 5.7 permet de visualiser la conductivité moyenne en fonction de la masse volumique apparente des différents composites. Pour tous les tests, le coefficient de corrélation entre les données expérimentales et la courbe d'ajustement est supérieur à 0.997. De plus, pour chaque composite caractérisé au cours de ces travaux, les valeurs expérimentales sont très proches les unes des autres. Le coefficient de variation est inférieur à 4 % entre les neuf mesures (trois paires d'échantillons et trois mesures par paire). Ce qui induit une grande confiance dans les valeurs de conductivité thermique.

TABLEAU 5.4 – Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; 50%HR) et à (23°C; point sec).

Composites	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m ³)	176.4 ± 2.1	178.5 ± 5.6	190.4 ± 1.0	178.1 ± 1.3	186.1 ± 1.1	272.7 ± 19.3	513.0 ± 8.7	547.5 ± 7.9	521.5 ± 5.4	455.7 ± 17.0
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (mW/(m.K))	78.5 ± 1.3	78.1 ± 1.8	78.2 ± 3.3	75.7 ± 1.8	77.8 ± 1.6	81.2 ± 4.0	156.9 ± 5.3	171.6 ± 4.5	157.7 ± 5.1	143.5 ± 2.8
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (kg/m ³)	167.0 ± 2.1	168.8 ± 5.3	180.7 ± 0.9	170.9 ± 1.2	177.4 ± 1.1	267.2 ± 19.0	481.4 ± 8.6	515.0 ± 7.9	488.4 ± 4.7	427.0 ± 14.0
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (mW/(m.K))	70.8 ± 0.9	70.2 ± 1.2	71.1 ± 1.5	67.5 ± 1.3	70.5 ± 0.8	78.6 ± 1.7	140.3 ± 4.1	147.9 ± 4.7	136.5 ± 4.8	128.4 ± 4.7

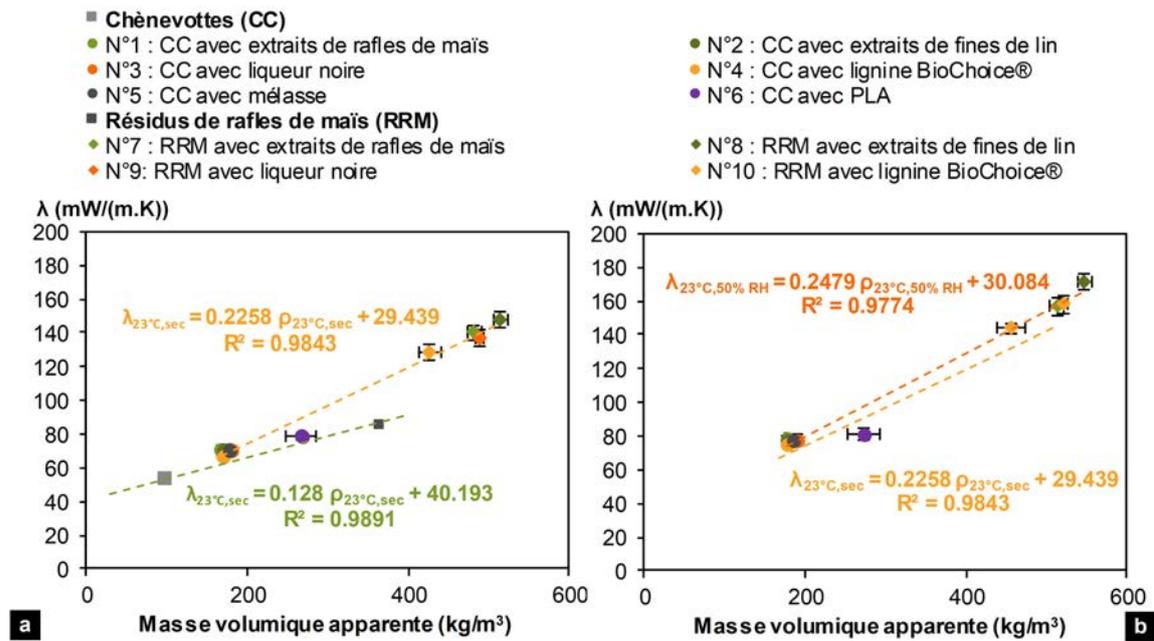


FIGURE 5.7 – Conductivité thermique des composites et des granulats versus leur masse volumique apparente à : (a) (23°C; point sec) et (b) (23°C; 50 %HR).

Les conductivités thermiques des composites développés, à l'état sec, sont comprises entre 67.5 et 147.9 mW/(m.K) tandis que celles des agro-ressources sont de 53.5 mW/(m.K) pour les chènevottes et de 85.1 mW/(m.K) pour les résidus de rafles de maïs. Les composites fabriqués à partir des chènevottes ont les conductivités thermiques les plus faibles (entre 67.5 et 78.6 mW/(m.K)). Le composite réalisé avec du PLA a une conductivité thermique légèrement plus élevée que les autres fabriqués avec des chènevottes. Les composites obtenus à partir des résidus de rafles de maïs en tant que granulats ont les conductivités thermiques les plus élevées (entre 128.4 et 147.9 mW/(m.K)). Le composite avec la lignine BioChoice® a une conductivité thermique légèrement inférieure à celle des autres composites réalisés avec des résidus de rafles de maïs.

Comme montré sur la Figure 5.7.a, la conductivité thermique des composites augmente linéairement avec la masse volumique apparente. Le coefficient de corrélation de la courbe d'ajustement est très proche de 1. La pente de la droite de régression pour les composites (courbe jaune) est plus importante que la pente de la droite de régression pour les granulats (courbe verte - **VIEL et al [2018]**). Ainsi, la conductivité thermique augmente plus rapidement avec la masse volumique apparente dans le cas des composites.

Comme le montre la Figure 5.7.b, la conductivité thermique des composites est plus élevée à (23°C; 50 %HR) qu'à (23°C; point sec). Les droites de régression linéaire de la conductivité thermique par rapport à la masse volumique apparente à l'état sec et à 23°C et 50 %HR sont presque parallèles bien que l'ordonnée à l'origine de la droite de régression des composites à l'état sec (courbe jaune), est moins importante que l'ordonnée à l'origine de la droite de régression des composites à 23°C et 50 %HR (courbe orange). En effet, la masse volumique apparente des composites augmente avec l'augmentation de l'humidité ambiante du fait d'une teneur en eau plus élevée des matériaux. Ceci entraîne une augmentation de la conductivité thermique des composites du fait que la conductivité thermique de l'eau (607 mW/(m.K) à 25°C) est beaucoup plus importante que celle de l'air (25.8 mW/(m.K) à 25°C).

Pour obtenir des informations supplémentaires, les valeurs de conductivité thermique obtenues à l'état sec, sont exploitées à l'aide d'un plan d'expériences (Matrice d'Hadamard). Après le test Fisher (analyse de variance), le modèle à 6 coefficients est significatif et a le meilleur coefficient de

corrélation ajusté ($R_a^2 = 0.9319$) ainsi que le meilleur coefficient de corrélation ($R^2 = 0.9437$). Ainsi, l'équation pour prédire la conductivité thermique à l'état sec est la suivante :

$$\lambda_i = 38.56 + 60.97 \times x_1 + 36.35 \times x_2 + 40.13 \times x_3 + 34.75 \times x_4 + 28.88 \times x_5 \quad (5.1)$$

avec les x_i qui correspond à un niveau du facteur granulats/liant induit par la matrice du modèle.

La Figure 5.8 montre les interactions entre les granulats et les liants (extrait de rafles de maïs, extrait de fines de lin, liqueur noire et lignine BioChoice®). Les lignes de l'extrait de rafles de maïs et de la liqueur noire sont superposées. Leur impact est le même sur la conductivité thermique pour les deux granulats. La pente des lignes pour les composites, quel que soit le liant, est plus importante que la pente de la ligne dans le cas du vrac (sans liant). L'interaction entre les chènevottes et les différents liants est similaire. L'interaction entre les résidus de rafles de maïs et les liants n'est pas la même. En effet, il est plus important pour l'extrait de fines de lin et moins important pour la lignine BioChoice®.

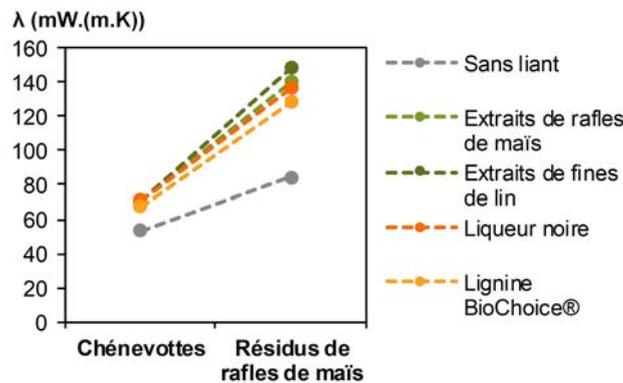


FIGURE 5.8 – Diagramme des interactions pour la conductivité thermique au point sec (mW/(m.K)).

La Figure 5.9 montre que la conductivité thermique augmente lorsque les chènevottes sont remplacées par les résidus de rafles de maïs (coefficient B1) et lorsque l'on passe du vrac aux composites (coefficients B2, B3, B4 et B5). En effet, la masse volumique des composites augmente lors de l'utilisation de résidus de rafles de maïs comme granulats. Le liant ayant l'impact le moins important est la lignine (coefficient B5). L'extrait de rafles de maïs (coefficient B2) et la liqueur noire (coefficient B4) ont un impact élevé sur la conductivité thermique (presque identique). Le diagramme à barres montre que l'extrait de fines de lin est le liant qui a le plus d'impact sur la conductivité thermique. Cependant, l'impact de l'extrait de fines de lin est beaucoup plus important sur les composites fabriqués avec des rafles de maïs que sur ceux fabriqués avec des chènevottes. En effet, l'impact induit par l'extrait de fines de lin n'est pas seulement dû au type de liant mais aussi à son effet sur la masse volumique apparente du composite.

5.2.5 Caractérisation hygrique

La Figure 5.10 montre l'humidité relative ambiante et la température dans l'enceinte climatique pendant l'essai MBV. La valeur moyenne de l'humidité relative est légèrement inférieure à 75 % pendant l'absorption (environ 71.4 %) et légèrement supérieure à 33 % pendant la désorption (environ 35.5 %) car la porte de la chambre climatique est régulièrement ouverte afin de peser les échantillons (pic dans la courbe). Le relevé d'humidité relative et de température est similaire pour toutes les campagnes MBV qui ont été menées au cours de ces travaux.

La Figure 5.11 donne comme exemple de l'absorption et de la désorption de l'humidité de l'échantillon n°1-A. Pour tous les composites testés au cours de ces travaux, la variation de masse montre

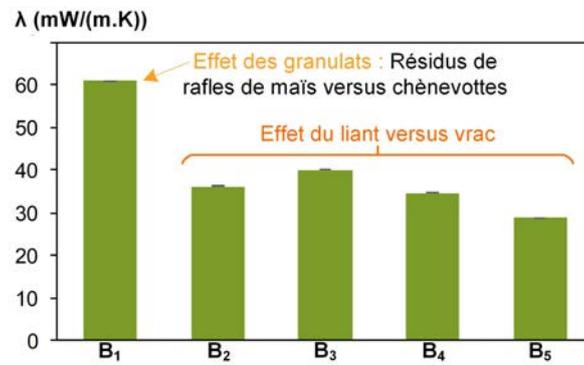


FIGURE 5.9 – Diagramme à barres pour la conductivité thermique au point sec (mW.(m.K)).

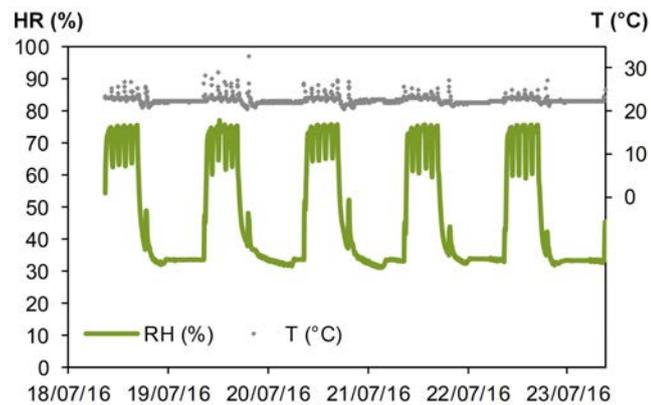


FIGURE 5.10 – Relevé de l'humidité relative et de la température dans l'enceinte climatique pendant le test MBV.

moins de 5 % de différence pour les cycles 3 à 5. La valeur tampon d'humidité est ainsi calculée pour les cycles 3 à 5.

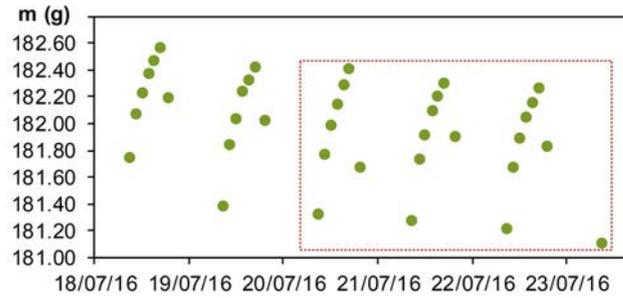


FIGURE 5.11 – Absorption et désorption de l'humidité pour l'échantillon n°1-A.

Le Tableau 5.5 et la Figure 5.12 récapitulent les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu'en moyenne. Les écarts-types sont faibles, conduisant à des coefficients de variation inférieurs à 5 %.

TABLEAU 5.5 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
MBV _{abs.}	3.05	3.10	2.96	2.00	2.02	1.84	4.70	4.69	4.98	3.89
g/(m ² .%HR)	± 0.11	± 0.11	± 0.14	± 0.06	± 0.05	± 0.07	± 0.07	± 0.06	± 0.21	± 0.04
MBV _{des.}	3.19	3.23	3.09	1.89	2.09	1.89	4.88	4.95	5.19	4.10
g/(m ² .%HR)	± 0.10	± 0.13	± 0.14	± 0.06	± 0.04	± 0.09	± 0.10	± 0.07	± 0.16	± 0.07
MBV _{av.}	3.12	3.16	3.03	2.05	2.05	1.86	4.79	4.82	5.08	3.99
g/(m ² .%HR)	± 0.09	± 0.11	± 0.14	± 0.06	± 0.04	± 0.07	± 0.08	± 0.06	± 0.18	± 0.05

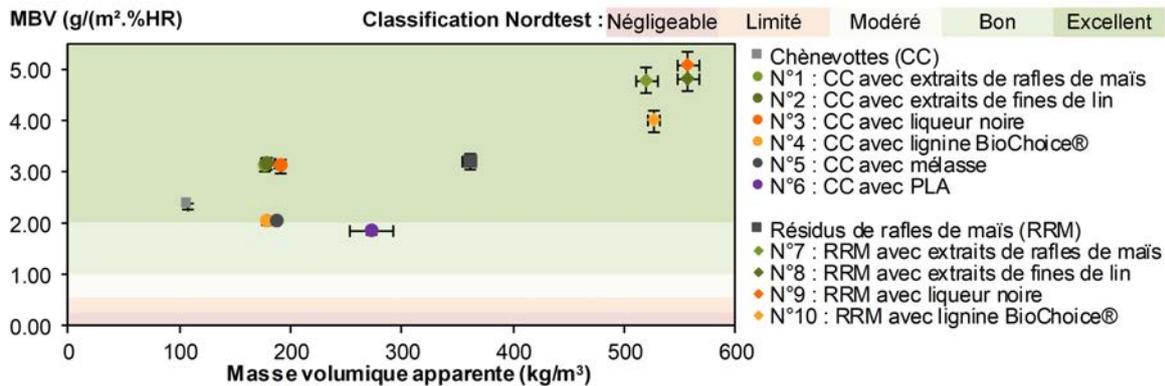


FIGURE 5.12 – Valeur MBV (g/(m².%HR)) moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente.

La plage de la valeur MBV moyenne va de 1.86 à 5.08 g/(m².%HR). Selon la classification Nordtest (RODE et al [2005]), seul le composite n°6 est un bon régulateur hygrique (1 < MBV < 2 g/(m².%HR)). Les autres composites sont tous d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)).

Pour un même liant, les composites fabriqués avec des résidus de rafles de maïs ont une meilleure valeur MBV que les composites fabriqués avec des chènevottes. Ce résultat est cohérent avec les résultats préalablement obtenus dans le cas du vrac. En effet, les résidus de rafles de maïs en vrac (3.11 ± 0.15 g/(m².%HR)) ont une meilleure valeur MBV que les chènevottes (2.21 ± 0.12 g/(m².%HR)).

Les composites fabriqués à partir de liants similaires (extrait de rafles de maïs, extrait de fines de lin et liqueur noire) et de chènevottes, ont une valeur MBV proche de 3.14 g/(m².%HR). Ces composites ont la meilleure valeur MBV des composites fabriqués avec des chènevottes probablement en raison du dépôt sous forme de grain du liant qui permet d'augmenter la surface disponible pour l'adsorption de l'humidité. Le composite n°6, qui a la valeur MBV le plus bas (1.86 g/(m².%HR)), est fait de chènevottes et de PLA. Les autres composites fabriqués à partir de chènevottes ont une valeur MBV légèrement supérieure autour de 2.05 g/(m².%HR). Comme dans le cas des composites fabriqués avec des chènevottes, les composites faits de liants similaires (extrait de rafles de maïs, extrait de fines de lin et liqueur noire) et de résidus de rafles de maïs ont une valeur MBV proche de 4.90 g/(m².%HR).

Ainsi, la valeur MBV est essentiellement fonction du type de granulats ainsi que de son interaction avec le liant.

Pour obtenir des informations supplémentaires, les résultats sont exploités à l'aide d'un plan d'expériences (Matrice d'Hadamard).

Après le test de Fischer (analyse de variance), le modèle à 8 coefficients est significatif et a le meilleur coefficient de corrélation ajusté ($R_a^2 = 0.9886$) ainsi que le meilleur coefficient de régression ($R^2 = 0.9909$) qui sont proches de 1. Ainsi, l'équation qui permet de prévoir la valeur tampon hygrique est la suivante :

$$MBV_i = 2.38 + 0.86 \times x_1 + 1.16 \times x_2 + 1.20 \times x_3 + 1.26 \times x_4 + 0.23 \times x_5 - 0.30 \times x_6 - 0.48 \times x_7 \quad (5.2)$$

avec les x_i qui correspond à un niveau du facteur granulat/liant induit par la matrice du modèle.

La Figure 5.13 montre les interactions entre les granulats et les liants. Les droites correspondants aux deux extraits sont confondues. Leur impact est le même sur la valeur MBV pour les deux granulats. La pente des droites de la liqueur noire ainsi que de la lignine BioChoice® sont les mêmes. Cependant, l'interaction entre la liqueur noire et les granulats est meilleure que celle de la lignine BioChoice®. L'interaction entre les chènevottes ainsi que les liants extraits et la liqueur noire, est la même. L'interaction entre les chènevottes et les autres liants est moins importante car la synergie est négative. L'interaction entre les résidus de rafles de maïs et les liants n'est pas la même. En effet, la meilleure interaction a lieu avec la liqueur noire et la moins bonne avec la lignine BioChoice®.

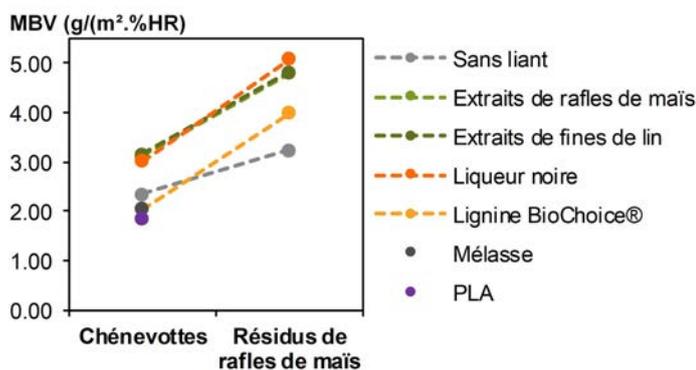


FIGURE 5.13 – Diagramme des interactions pour la valeur tampon hygrique (g/(m².%HR)).

La Figure 5.14 montre que la valeur MBV augmente lorsque les chènevottes sont remplacées par les résidus de rafles de maïs (coefficient B1) et lorsque le vrac est transformé en composites (coefficients B2, B3, B4 et B5). Pour les coefficients B6 et B7, lorsque le vrac est converti en composites, la valeur MBV diminue. Ces liants scellent les pores des agro-ressources car les chènevottes sont recouvertes d'un film épais de liant. Le liant qui a l'impact le plus important sur l'augmentation de la valeur

MBV est la liqueur noire (coefficient B4). Le liant ayant l'impact positif le moins important est la lignine BioChoice® (coefficient B5). L'extrait de rafles de maïs (coefficient B2) et l'extrait de fines de lin (coefficient B3) ont à peu près le même impact sur la valeur MBV. Cet impact est un peu moins important que celui de la liqueur noire.

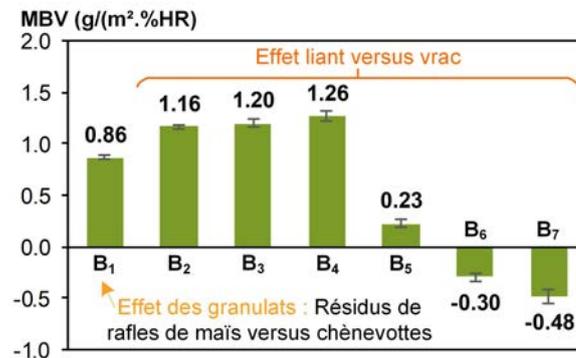


FIGURE 5.14 – Diagramme à barres pour la valeur tampon hygrique (g/(m².%HR)).

5.2.6 Synthèse

Une mauvaise cohésion entre les résidus de rafles de maïs et les liants mélasse et PLA n'a pas permis la fabrication de ces deux composites. La masse volumique apparente des composites développés varie de 177 à 273 kg/m³ pour les composites fabriqués avec des chènevottes, et varie de 457 à 557 kg/m³ pour ceux fabriqués avec des résidus de rafles de maïs.

Leurs propriétés mécaniques sont suffisantes pour être utilisés comme matériaux autoporteurs.

La conductivité thermique varie de 67.5 à 147.9 mW/(m.K) au point sec. Elle dépend principalement de la masse volumique apparente, mais elle est aussi légèrement influencée par le type de liant. Ainsi, les composites à base de chènevottes ont une conductivité thermique inférieure à celle des composites à base de résidus de rafles de maïs. De plus, les composites à base de chènevottes peuvent être considérés comme isolants car ils ont une conductivité thermique très proche de 65.0 mW/(m.K). En effet, il est tout à fait possible de diminuer la pression de compactage lors de leur fabrication afin de diminuer leur masse volumique apparente et donc leur conductivité thermique.

Les composites sont tous d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)) sauf le composite réalisé avec du PLA, qui n'est qu'un bon régulateur hygrique. Pour un même liant, les composites à base de résidus de rafles de maïs ont une meilleure valeur MBV que les composites à base de chènevottes. De plus, l'utilisation de la mélasse et du PLA diminue la valeur MBV car ces liants bouchent les pores des agro-ressources.

5.3 Influence du type de granulats

Des composites sont fabriqués avec les cinq types de granulats à disposition (chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs) afin d'en déterminer l'influence sur les performances hygrothermiques et les propriétés mécaniques des composites développés. Deux granulométries différentes (la plus petite et la plus grande sauf dans le cas des rafles de maïs) sont testées. Le liant utilisé est l'extrait issu des rafles de maïs.

5.3.1 Caractérisation des propriétés physiques

Le Tableau 5.6 donne les masses volumiques apparentes à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), la masse volumique du squelette ainsi que la porosité totale des différents composites fabriqués à partir de différents granulats (chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé ou rafles de maïs) et collés uniquement avec de l'extrait de rafles de maïs.

TABLEAU 5.6 – Masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), masse volumique du squelette et porosité totale des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	13	14	15	16	17	18	19	20	21
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	226.9 ± 5.7	170.3 ± 2.9	199.6 ± 1.6	203.3 ± 3.3	234.5 ± 4.4	213.6 ± 2.1	254.7 ± 5.2	234.5 ± 4.4	390.7 ± 0.9
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m ³)	210.2 ± 4.8	158.1 ± 2.8	186.1 ± 1.2	188.9 ± 3.1	197.8 ± 1.6	189.5 ± 1.7	234.6 ± 4.5	215.2 ± 3.9	365.9 ± 1.2
ρ_s (kg/m ³)	1478.0 ± 10.7	1111.0 ± 11.3	1428.3 ± 37.4	1506.9 ± 67.8	1292.0 ± 5.9	1211.4 ± 14.0	1438.8 ± 7.4	1535.7 ± 43.1	1113.5 ± 2.5
n_{tot}	85.8%	85.8%	87.0%	87.5%	84.7%	84.4%	83.7%	86.0%	67.1%

Le composite fabriqué à partir des rafles de maïs a la masse volumique la plus importante (366 kg/m³ au point sec) alors que le composite fabriqué à partir des chènevottes G14 a la plus faible (158 kg/m³ au point sec). Les autres composites ont une masse volumique autour de 200 kg/m³ au point sec. Les composites formulés avec des anas de lin ou de la paille de colza ont une masse volumique légèrement inférieure à 200 kg/m³ au point sec alors que ceux formulés avec des fines de chanvre ou de la paille de blé ont une masse volumique légèrement supérieure à cette valeur.

Les composites fabriqués ont une masse volumique du squelette variant de 1111.0 (composite à base de chènevottes G14) à 1535.7 kg/m³ (composite à base de paille de blé G12).

Les composites fabriqués à partir de chènevottes, de fines de chanvre, d'anas de lin, de paille de colza et de paille de blé ont des porosités totales très proches puisqu'elles varient de 83.7 % à 87.5 % alors que le composite avec des rafles de maïs a une porosité totale plus faible que les autres composites. En effet, il a une porosité totale de 67.1 %.

5.3.2 Morphologie de surface

La Figure 5.15 présente des micrographies MEB à l'interface granulats - liant. Pour tous les composites, l'analyse MEB montre un dépôt sous forme de grains du liant (extrait de rafles de maïs) sur les différents granulats (chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs). Les grains de liant sont parfois agglomérés les uns aux autres (de 10 à 100 µm) sur la surface des composites. Un film de liant enrobe également les granulats avec une texture différente en fonction du granulat : un film lisse plus ou moins fin comportant quelques fissures pour les chènevottes et un film plus ou moins rugueux pour les autres. Sur la micrographie MEB 5.15.e de la surface d'un composite fabriqué avec des anas de lin, une structure cristalline faite d'une multitude de sphères blanches parfaitement ordonnées (non identifiée en l'absence d'analyse chimique) est également visible (probablement dû à une réaction avec le silicate de sodium).

5.3.3 Caractérisation mécanique

Les composites présentent un comportement mécanique de type compactant sauf le composite fabriqué avec des rafles de maïs. Ainsi, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression obtenue pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ pour tous les composites sauf

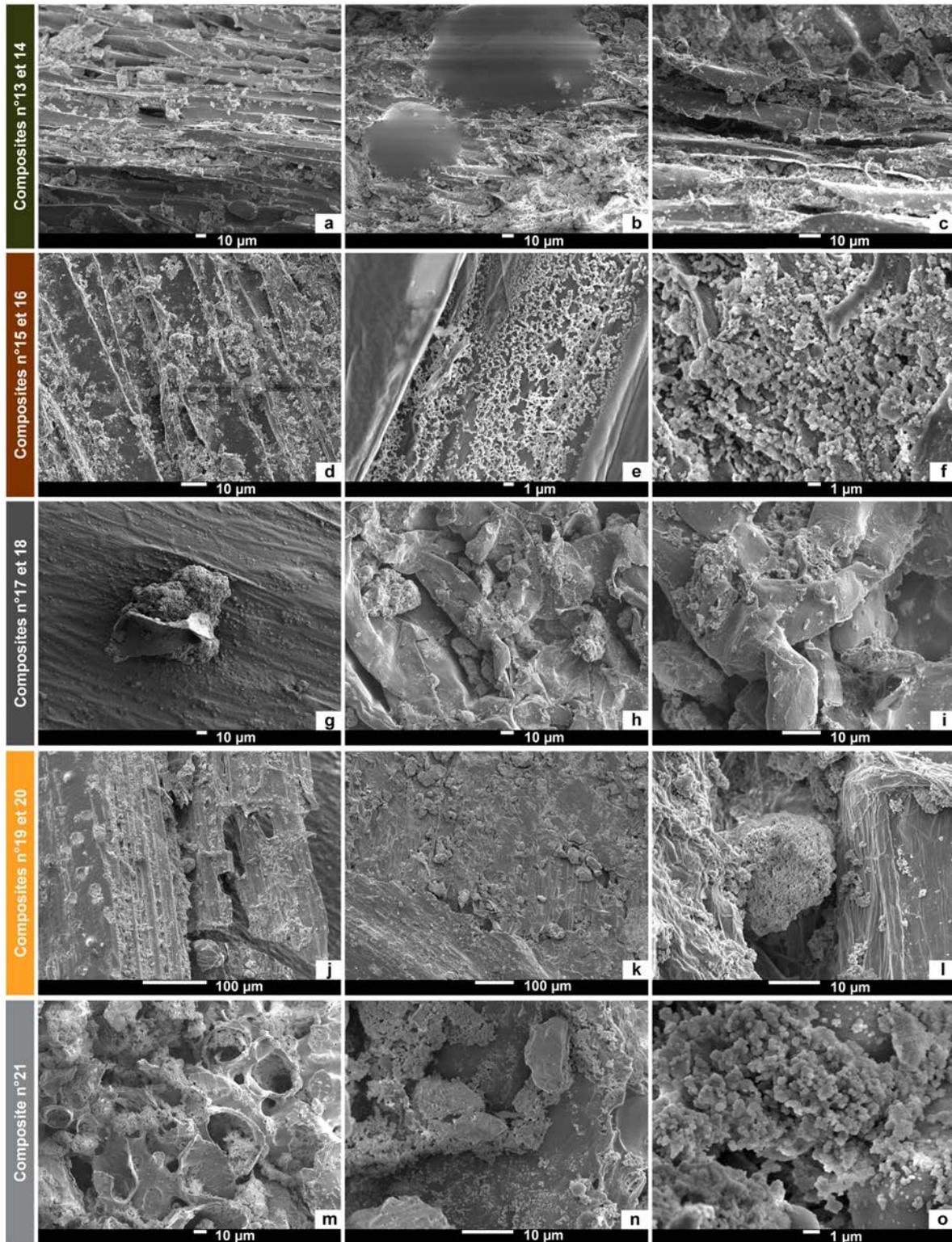


FIGURE 5.15 – Micrographies MEB de l'interface granulats - liant : (a), (b) et (c) composites chènevottes-extrait de rafles de maïs, (d), (e) et (f) composites anas de lin-extrait de rafles de maïs, (g), (h) et (i) composites paille de colza-extrait de rafles de maïs, (j), (k) et (l) composites paille de blé-extrait de rafles de maïs ainsi que (m), (n) et (o) composite rafles de maïs-extrait de rafles de maïs.

pour celui formulé avec des rafles de maïs. Pour ce dernier, la performance mécanique est donnée par la contrainte maximale σ_m . Les propriétés mécaniques des composites sont présentées dans le Tableau 5.7 et sur la Figure 5.16.

TABLEAU 5.7 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale des composites développés.

Composites	13	14	15	16	17	18	19	20	21
$\rho_{23^\circ\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m^3)	215.3 ± 2.9	166.4 ± 1.5	208.8 ± 1.3	200.1 ± 1.7	224.7 ± 2.6	198.8 ± 6.4	260.8 ± 1.6	238.2 ± 2.0	412.4 ± 6.6
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	266.3 ± 14.2	200.8 ± 5.9	178.8 ± 10.0	189.3 ± 11.2	244.2 ± 7.1	177.5 ± 9.3	216.4 ± 10.4	168.8 ± 1.2	- -
σ_m (kPa)	-	-	-	-	-	-	-	-	173.9 ± 59.1
ϵ_m (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	7.84
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.24	0.24	0.34	0.33	0.29	0.33	0.36	0.42	0.44

La résistance à la compression pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ varie de 169 (composite fabriqué avec des pailles de blé G12, n°20) à 266 kPa (composite fabriqué avec des fines de chanvre et des chènevottes G8, n°13). Globalement, les composites fabriqués avec les granulats de petites granulométries ont une meilleure résistance à la compression (environ plus 30 %) sauf dans le cas des anas de lin (composites n°15 et 16). Ainsi, la cohésion entre les granulats et le liant est bonne. Cependant, les rafles de maïs ont une faible cohésion avec les extraits de rafles car la contrainte de compression maximale est de 173 kPa pour une déformation équivalent à 7.8 % (composite n°21).

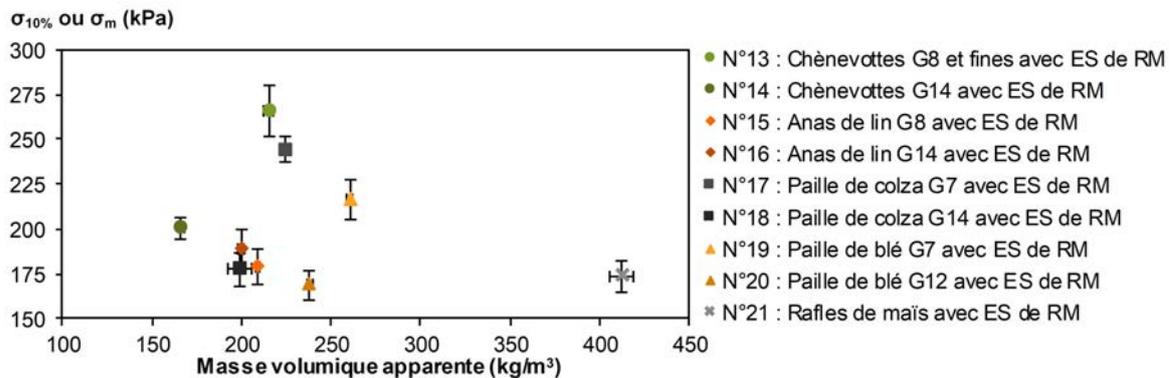


FIGURE 5.16 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale versus masse volumique apparente des composites à (23°C; 50 %HR) (ES de RM : Extrait de rafles de maïs).

La résistance à la compression pour une déformation longitudinale de 10 % est supérieure à 168 kPa pour tous les composites. Pour une contrainte correspondant à 3 mètres de hauteur, les déformations obtenues ($\epsilon_{h=3m}$) sont inférieures à 0.42 %. Ainsi, les propriétés mécaniques sont suffisantes pour une application en tant que panneaux isolants.

5.3.4 Caractérisation thermique

Le Tableau 5.8 rassemble la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation de la conductivité thermique des composites étudiés. La Figure 5.17 permet de visualiser la conductivité moyenne en fonction de la masse volumique apparente des différents composites.

Les conductivités thermiques des composites développés sont comprises entre 66.1 (composite avec des chènevottes G14, n°14) et 110.3 mW/(m.K) à l'état sec (composite avec des rafles de maïs, n°21). Les autres composites ont une conductivité thermique d'environ 72 mW/(m.K) excepté les

TABLEAU 5.8 – Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; 50%HR) et à (23°C; point sec).

Composites	13	14	15	16	17	18	19	20	21
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m ³)	224.9 ± 5.4	169.9 ± 2.8	198.2 ± 1.9	202.7 ± 3.4	212.5 ± 1.8	202.7 ± 2.6	250.8 ± 4.9	230.8 ± 3.9	387.3 ± 1.2
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (mW/(m.K))	85.4 ± 2.0	74.9 ± 2.2	78.2 ± 1.4	81.0 ± 2.2	82.4 ± 2.7	77.7 ± 3.4	102.0 ± 2.6	110.7 ± 3.6	126.3 ± 5.9
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (kg/m ³)	210.2 ± 4.8	158.1 ± 2.8	186.1 ± 1.2	188.9 ± 3.1	197.8 ± 1.6	189.5 ± 1.7	234.6 ± 4.5	215.2 ± 3.9	365.9 ± 1.2
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (mW/(m.K))	76.2 ± 1.1	66.1 ± 1.5	71.4 ± 1.8	71.3 ± 1.5	73.8 ± 1.7	67.5 ± 1.7	88.3 ± 2.2	98.2 ± 2.9	110.3 ± 2.0

deux composites fabriqués avec de la paille de blé (n°19 et 20) qui ont une conductivité thermique d'environ 93.3 mW/(m.K).

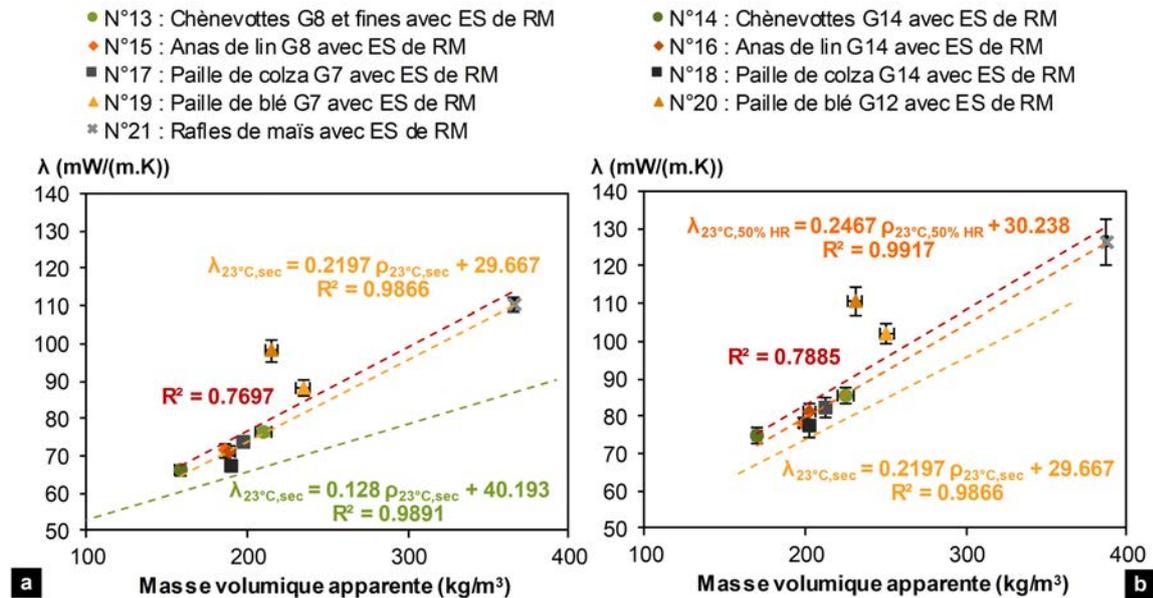


FIGURE 5.17 – Conductivité thermique des composites et des granulats versus leur masse volumique apparente à : (a) (23°C; point sec) et (b) (23°C; 50 %HR) (ES de RM : Extrait de rafles de maïs).

Comme montré sur la Figure 5.17.a, la conductivité thermique des composites augmente linéairement avec la masse volumique apparente (courbes jaune). Par contre, les composites fabriqués avec de la paille de blé (n°19 et 20), ne sont pas compris dans cette droite de régression. En effet, le composite n°19 (paille de blé G7) qui a une masse volumique plus importante (234.6 kg/m³ au point sec) a une conductivité thermique (88.3 mW/(m.K) au point sec) plus faible que le composite n°20 (paille de blé G12) qui a pourtant une masse volumique plus faible (215.2 kg/m³ au point sec) pour un λ de 98.2 mW/(m.K) au point sec). De plus, si ces deux composites ne sont pas inclus dans la régression linéaire, le coefficient de corrélation passe de 0.7697 (courbe rouge) à 0.9866 (courbe jaune). Ce dernier coefficient de corrélation est très proche de 1. Cette différence peut s'expliquer par l'anisotropie des composites qui est beaucoup plus marquée dans le cas de la paille à cause des longueurs plus importantes de cette dernière par rapport aux autres granulats (5.18). Ceci peut induire des ponts thermiques entre les particules ou une orientation des particules accentuée.

La pente de la droite de régression pour les composites (courbe jaune) est plus importante que la pente de la droite de régression pour les granulats (courbe verte, VIEL et al [2018]). Ainsi, la conductivité thermique augmente plus rapidement avec la masse volumique apparente dans le cas



FIGURE 5.18 – Photos des composites (a) n°19 et (b) n°20, fabriqués avec de la paille de blé et de l'extrait de rafles de maïs.

des composites comme dans la partie précédente.

Comme le montre la Figure 5.17.b, la conductivité thermique des composites est plus élevée à (23°C; 50 %HR) qu'à (23°C; point sec). Les droites des régressions linéaires de la conductivité thermique par rapport à la masse volumique apparente à l'état sec et à 23°C et 50 %HR sont quasiment parallèles.

Par contre, la conductivité thermique des agro-ressources et des composites fabriqués à partir de ces différentes agro-ressources, n'évolue pas dans le même ordre. En effet, les classements observés sont les suivants :

- **Dans le cas du vrac :** Paille de blé - Paille de colza - Chènevottes - Anas de lin - Rafles de maïs;
- **Dans le cas des composites :** Chènevottes - Paille de colza - Anas de lin - Paille de blé - Rafles de maïs.

Cette différence de classement s'explique principalement par la différence de géométrie des particules (longueur, largeur et élongation - section 3.4.1 de la page 71 du chapitre 3). La présence du liant et la mise en œuvre par compactage induisent des empilements granulaires différents et donc une porosité intra-particulaire différente.

5.3.5 Caractérisation hygrique

Le Tableau 5.9 et la Figure 5.19 récapitulent les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu'en moyenne.

TABLEAU 5.9 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	13	14	15	16	17	18	19	20	21
MBV _{abs.}	2.61	2.35	2.17	2.94	2.24	2.17	2.30	2.41	4.39
g/(m ² .%HR)	± 0.13	± 0.04	± 0.09	± 0.09	± 0.15	± 0.06	± 0.03	± 0.13	± 0.25
MBV _{des.}	2.81	2.48	2.33	3.14	2.39	2.35	2.51	2.64	4.63
g/(m ² .%HR)	± 0.15	± 0.04	± 0.09	± 0.10	± 0.14	± 0.05	± 0.03	± 0.11	± 0.23
MBV _{moy.}	2.71	2.42	2.25	3.04	2.31	2.26	2.41	2.52	4.51
g/(m ² .%HR)	± 0.14	± 0.04	± 0.09	± 0.09	± 0.14	± 0.05	± 0.02	± 0.12	± 0.24

La plage de la valeur MBV moyenne va de 2.25 à 4.51 g/(m².%HR). Selon la classification Nord-test (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)).

Le composite fabriqué avec des rafles de maïs possède les meilleures propriétés hygriques (n°21, 4.51 g/(m².%HR) tandis que le composite fabriqué avec des anas de lin G8 possède les moins bonnes (n°15, 2.25 g/(m².%HR). Les autres composites ont une valeur MBV d'environ 2.43 g/(m².%HR) excepté le composite fabriqué avec des anas de lin G14 (n°16) qui a une valeur MBV légèrement supérieure de 3.04 g/(m².%HR).

Comme dans le cas de la conductivité thermique, la valeur MBV des agro-ressources et des composites fabriqués à partir de ces différentes agro-ressources, n'évolue pas dans le même ordre. En effet, le classement observé dans le cas des agro-ressources était le suivant : paille de blé (1.92 g/(m².%HR)), chènevottes, paille de colza, anas de lin et rafles de maïs (3.11 g/(m².%HR)). Bien que les chènevottes, la paille de colza et les anas de lin ont quasiment la même valeur MBV qui est d'environ 2.23 g/(m².%HR). Les composites fabriqués présentent des valeurs MBV beaucoup plus disparates d'une agro-ressource à l'autre et d'une granulométrie à l'autre, essentiellement dues à la géométrie initiale des granulats (longueur, largeur et élongation) qui induit un empilement granulaire caractéristique.

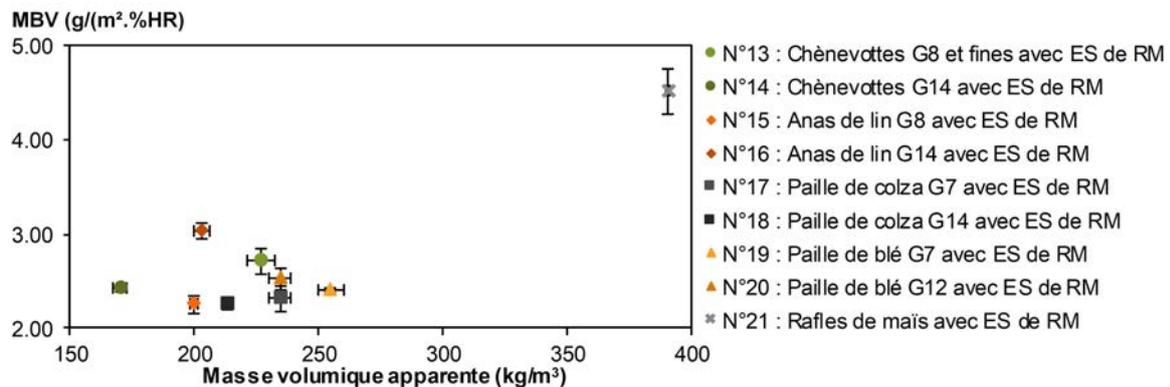


FIGURE 5.19 – Valeur MBV (g/(m².%HR)) moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente (ES de RM : Extrait de rafles de maïs).

5.3.6 Synthèse

Les composites développés dans cette partie de chapitre, ont été fabriqués à partir de différents granulats (chènevottes, anas de lin, paille de colza, paille de blé et rafles de maïs) collés avec de l'extrait de rafles de maïs.

L'analyse MEB de l'interface liant - granulat, a montré que le liant se dépose sous forme d'une matière grenue sur les différents granulats.

La masse volumique apparente de ces composites varie de 158 à 366 kg/m³ au point sec. Leurs propriétés mécaniques sont suffisantes pour une utilisation comme matériaux autoporteurs. Leur conductivité thermique varie de 66.1 à 110.3 mW/(m.K) au point sec. Les composites sont tous d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)) puisque la valeur moyenne du MBV varie de 2.25 à 4.51 g/(m².%HR). Le composite qui a la plus faible conductivité thermique (n°14, chènevottes G14) est aussi celui qui a la plus faible valeur MBV. Le composite qui a la plus forte valeur MBV (n°21, rafles de maïs) est aussi le composite qui a la plus forte conductivité thermique.

La géométrie des particules (longueur, largeur et élongation) induit un empilement granulaire et donc une porosité intra-particulaire spécifique à une granulométrie d'une agro-ressource donnée. Cela va influencer les propriétés mécaniques et hygrothermiques des composites.

5.4 Influence de la granulométrie des granulats

Plusieurs granulométries de chènevottes sont testées afin de vérifier s'il est intéressant de valoriser les fines de chanvre ainsi que de calibrer les chènevottes pour la fabrication de panneaux isolants. Le liant utilisé est l'extrait issu des rafles de maïs.

5.4.1 Caractérisation des propriétés physiques

Le Tableau 5.10 donne les masses volumiques apparentes à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), la masse volumique du squelette ainsi que la porosité totale des différents composites fabriqués à partir de différentes granulométries de particules de chanvre (fines et/ou chènevottes) et collées uniquement avec de l'extrait de rafles de maïs.

TABLEAU 5.10 – Masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), masse volumique du squelette et porosité totale des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	22	13	1	14
Granulométrie des chènevottes	Fines	G8 et Fines	Bio'fibat	G14
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m ³)	334.6 ± 2.8	226.9 ± 5.7	177.7 ± 2.4	170.3 ± 2.9
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (kg/m ³)	313.4 ± 2.5	210.2 ± 4.8	167.0 ± 2.1	158.1 ± 2.8
ρ_s (kg/m ³)	1611.1 ± 6.1	1478.0 ± 10.7	1330.9 ± 7.3	1111.0 ± 11.3
n_{tot}	80.5%	85.8%	87.5%	85.8%

La masse volumique apparente des composites augmente avec la diminution de la granulométrie des particules de chanvre, comme dans le cas du vrac. En effet, le composite fabriqué avec des fines de chanvre a la plus haute masse volumique qui est de 313 kg/m³ au point sec alors que celui qui est fabriqué avec des chènevottes G14 (plus grosse granulométrie) a la plus petite masse volumique (158 kg/m³ au point sec).

Comme pour la masse volumique apparente et le vrac, la masse volumique du squelette augmente lorsque la granulométrie des particules de chanvre diminue. En effet, les composites fabriqués ont une masse volumique du squelette variant de 1111.0 (composite n°14 à base de chènevottes G14) à 1611.1 kg/m³ (composite n°22 à base de fines de chanvre).

Le composite fabriqué à partir de fines de chanvre a une porosité totale de 80.5 % alors que les composites fabriqués avec des chènevottes ont une porosité totale d'environ 86.4 %. Pourtant, la porosité totale des particules de chanvre lorsqu'elles sont en vrac, est d'environ 92.0 %. Cela signifie que la porosité intra-particulaire est réduite lorsque l'on passe des granulats aux composites, de façon d'autant plus marquée sur le composite fabriqué avec des fines de chanvre.

5.4.2 Caractérisation mécanique

Les composites développés présentent un comportement mécanique de type compactant. Ainsi, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression obtenue pour la déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$. Le Tableau 5.11 et La Figure 5.20 présentent les propriétés mécaniques obtenus par les composites.

Globalement, les composites fabriqués avec des particules de chanvre ont une résistance à la compression à 10 % de déformation d'environ 266 kPa (droite en pointillé rouge sur la Figure 5.20)

TABLEAU 5.11 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale des composites développés.

Composites	22	13	1	14
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m^3)	340.7 ± 1.7	215.3 ± 2.9	184.16 ± 4.1	166.4 ± 1.5
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	273.4 ± 3.7	266.3 ± 14.2	259.7 ± 34.2	200.8 ± 5.9
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.33	0.24	0.20	0.24

excepté pour le composite formulé avec des chènevottes G14. En effet, ce dernier a une résistance à la compression à 10 % de déformation de 200 kPa. Cette moins bonne résistance est probablement dû à une plus faible masse volumique apparente des composites ainsi qu'à la granulométrie plus importante des chènevottes.

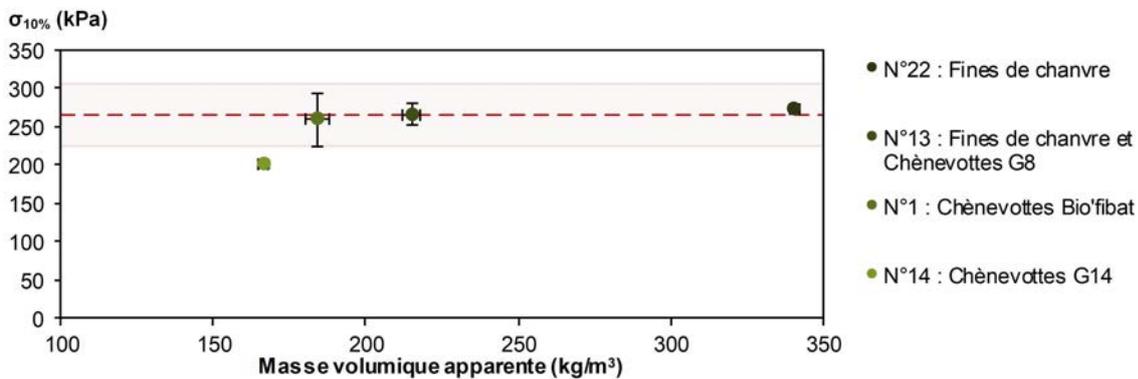


FIGURE 5.20 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale versus masse volumique apparente des composites à (23°C; 50 %HR).

De plus, les composites développés présentent une faible déformation lorsque $\epsilon_{h=3m} (> 0.33 \%)$. Ainsi, les échantillons sont considérés comme auto-porteur.

5.4.3 Caractérisation thermique

Le Tableau 5.12 rassemble la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation de la conductivité thermique des composites étudiés. La Figure 5.21 permet de visualiser la conductivité moyenne en fonction de la masse volumique apparente des différents composites.

TABLEAU 5.12 – Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; 50%HR) et à (23°C; point sec).

Composites	22	13	1	14
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m^3)	330.3 ± 2.7	224.9 ± 5.4	176.4 ± 2.1	169.9 ± 2.8
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ ($\text{mW}/(\text{m.K})$)	101.5 ± 1.0	85.4 ± 2.0	78.5 ± 1.3	74.9 ± 2.2
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m^3)	313.4 ± 2.5	210.2 ± 4.8	167.0 ± 2.1	158.1 ± 2.8
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ ($\text{mW}/(\text{m.K})$)	88.8 ± 1.4	76.2 ± 1.1	70.8 ± 0.9	66.1 ± 1.5

Les conductivités thermiques des composites fabriqués à partir de chanvre, sont comprises entre 66.1 et 88.8 $\text{mW}/(\text{m.K})$ à l'état sec et entre 74.9 et 101.5 $\text{mW}/(\text{m.K})$ à 23°C et 50 %HR.

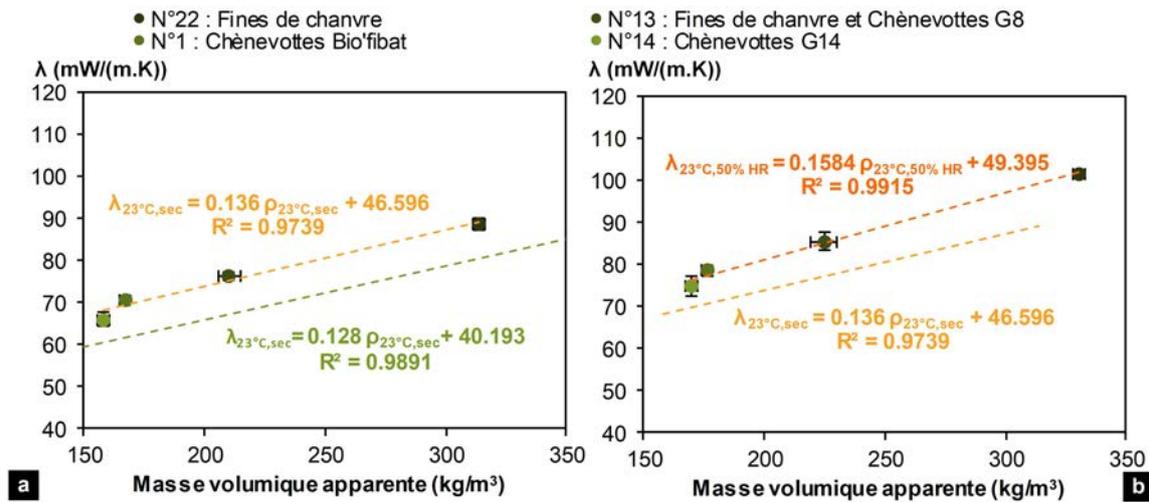


FIGURE 5.21 – Conductivité thermique des composites et des granulats versus leur masse volumique apparente à : (a) (23°C; point sec) et (b) (23°C; 50 %HR).

Comme montré sur les Figures 5.21.a et 5.21.b, la conductivité thermique des composites augmente linéairement avec la masse volumique apparente qui diminue avec la granulométrie des particules de chanvre. Le coefficient de corrélation de la courbe d'ajustement est très proche de 1. Les droites de régression des composites (courbes jaune et orange) sont quasiment parallèles à la droite de régression des granulats (courbe verte, VIEL et al [2018]). L'impact de la granulométrie des particules de chanvre sur la conductivité thermique des composites est différent de celui constaté pour les liants ou les agro-ressources. Pourtant, l'augmentation de la granulométrie des particules de chanvre va induire une diminution de la masse volumique apparente des composites fabriqués. Or, la conductivité thermique des composites développés avec les différentes granulométries de particules de chanvre présente une pente plus faible que dans les autres cas vus précédemment (influences du liant et des granulats). Cela signifie que l'anisotropie des composites va augmenter avec la granulométrie des particules de chanvre (Figure 5.22).



FIGURE 5.22 – Photos des composites (a) n°22, (b) n°13, (c) n°1 et (d) n°14, fabriqués avec différentes granulométries de particules de chanvre et de l'extrait de rafles de maïs.

De plus, cette différence est également due à la faible variation de la conductivité thermique des particules de chanvre en fonction de leur granulométrie. En effet, cette dernière est de 54.2 mW/(m.K) avec une variation de ± 2.20 % alors que la masse volumique apparente du vrac varie de 87.9 à 133.21 kg/m³ au point sec.

5.4.4 Caractérisation hygrique

Le Tableau 5.13 et la Figure 5.23 récapitulent les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu'en moyenne.

TABLEAU 5.13 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	22	13	1	14
MBV _{abs.}	3.29	2.61	3.05	2.35
g/(m ² .%HR)	± 0.12	± 0.13	± 0.11	± 0.04
MBV _{des.}	3.50	2.81	3.19	2.48
g/(m ² .%HR)	± 0.13	± 0.15	± 0.10	± 0.04
MBV _{moy.}	3.40	2.71	3.12	2.42
g/(m ² .%HR)	± 0.12	± 0.14	± 0.09	± 0.04

La plage de la valeur MBV moyenne va de 2.42 à 3.40 g/(m².%HR). Selon la classification Nord-test (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)). La valeur MBV des composites n°22, 13 et 14 augmente linéairement avec la masse volumique. Le composite n°22 (fines de chanvre) a la valeur MBV la plus importante tandis que le composite n°14 (chênevottes G14) a la valeur MBV la plus faible. Le composite n°1 qui est fabriqué avec du chanvre commercial Bio'fibat n'est pas inclus dans la droite de régression linéaire. En effet, sa valeur MBV est beaucoup plus importante que celles des autres composites vis à vis de sa masse volumique apparente. Cette valeur MBV plus importante est peut-être due à la répartition granulométrique des chènevottes commerciales qui est plus distribuée que celle des autres composites. Ce mélange de chènevottes possède certainement une surface spécifique plus grande, ce qui induit une plus grande capacité de sorption. Des mesures de la surface spécifique ainsi que de la perméabilité à la vapeur permettrait de vérifier cette hypothèse. La répartition granulométrique des granulats a un effet sur la régulation hygrique des matériaux finaux.

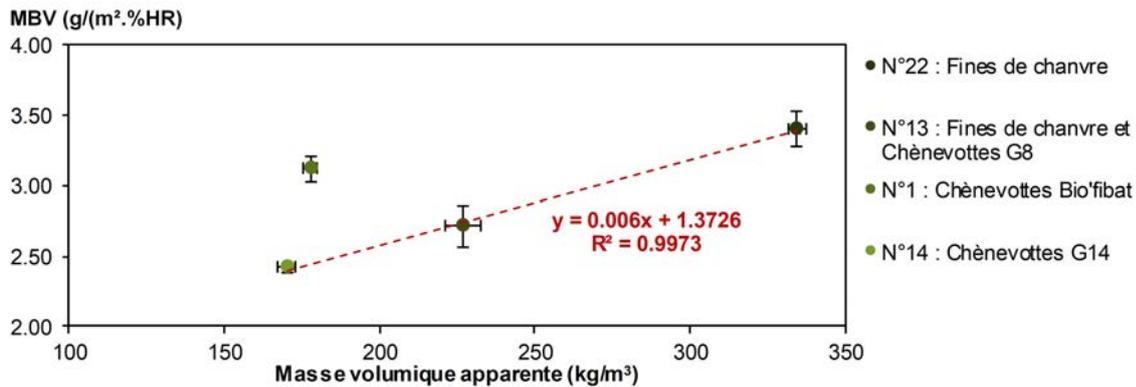


FIGURE 5.23 – Valeur MBV (g/(m².%HR)) moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente.

5.4.5 Synthèse

Les composites développés dans cette partie de chapitre, ont été fabriqués à partir de différentes granulométries de particules de chanvre (fines et chènevottes) et collées avec de l'extrait de rafles de maïs (même proportion de liant).

La masse volumique apparente de ces composites varie de 158 à 313 kg/m³ au point sec. Les composites testés ont des propriétés mécaniques similaires jusqu'à atteindre une masse volumique

seuil en dessous de laquelle les propriétés se dégradent. Toutefois, les propriétés mécaniques de tous les composites étudiés sont suffisantes pour qu'ils soient considérés autoporteurs.

Leur conductivité thermique évolue linéairement de 66.1 à 88.8 mW/(m.K) au point sec en fonction de la masse volumique apparente. Elle augmente également plus lentement que lors de la modification du liant ou de l'agro-ressource. Cela étant principalement dû à l'anisotropie du composite qui augmente avec la granulométrie des particules.

Les composites sont tous d'excellents régulateurs hygriques ($MBV > 2 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \%HR)$) puisque la valeur moyenne du MBV varie de 2.42 à 3.40 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \%HR)$. La valeur MBV augmente linéairement en fonction de la masse volumique apparente des composites excepté dans le cas de l'utilisation des chènevottes commerciales. En effet, sa valeur MBV est beaucoup plus importante que celles des autres composites vis à vis de sa masse volumique apparente. La répartition granulométrique plus distribuée de ces chènevottes permet certainement d'augmenter la surface spécifique du matériau et donc sa capacité de sorption. Des mesures supplémentaires de surface spécifique et de perméabilité à la vapeur sont donc nécessaires afin de conforter cette hypothèse.

Comme vu précédemment, le composite qui a la plus faible conductivité thermique est aussi celui qui a la plus faible valeur MBV et inversement.

5.5 Influence d'un traitement basique sur les granulats

Trois résidus d'agro-ressources (rafles de maïs, paille de colza et fines de lin) issus des extractions alcalines servant à la fabrication des liants, sont utilisés comme granulats avec ou sans liant pour la fabrication de composites. Ces derniers sont comparés aux composites fabriqués avec la même agro-ressource afin de déterminer l'impact du traitement sur les performances hygrothermiques et les propriétés mécaniques des composites développés.

5.5.1 Caractérisation des propriétés physiques

Le Tableau 5.14 donne les masses volumiques apparentes à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), la masse volumique du squelette ainsi que la porosité totale des différents composites fabriqués à partir de granulats traités ou non (rafles de maïs, paille de colza ou fines de lin) et collées avec ou sans extraits issus des agro-ressources (rafles de maïs ou fines de lin).

TABLEAU 5.14 – Masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), masse volumique du squelette et porosité totale des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	21	7	8	18	23	24	25	26
$\rho_{23^\circ\text{C}-50\%HR}$ (kg/m^3)	390.7 ± 0.9	519.9 ± 9.8	556.9 ± 9.7	213.63 ± 2.1	244.9 ± 20.4	370.9 ± 3.7	381.3 ± 3.9	434.5 ± 5.1
$\rho_{23^\circ\text{C}-sec}$ (kg/m^3)	365.9 ± 1.2	481.4 ± 8.6	515.0 ± 7.9	189.5 ± 1.7	222.1 ± 18.3	345.4 ± 3.5	354.5 ± 3.5	398.6 ± 4.5
ρ_s (kg/m^3)	1113.5 ± 2.5	1249.8 ± 1.4	1286.7 ± 9.8	1211.4 ± 14.0	1548.9 ± 9.3	1329.6 ± 15.5	1499.2 ± 24.7	1674.2 ± 17.7
n_{tot}	67.1%	61.5%	60.0%	84.4%	85.7%	73.3%	73.4%	79.4%

La masse volumique apparente des composites varie de 189 (composite à base de paille de colza) à 515 kg/m^3 (composite à base de résidu de rafles de maïs) au point sec. Dans le cas des rafles de maïs, la masse volumique apparente des composites augmente en moyenne de 36 % suite au traitement alcalin subit par l'agro-ressources. Alors que pour la paille de colza et les fines de lin, la masse volumique apparente augmente en moyenne de 15.5 % suite au traitement alcalin.

La masse volumique du squelette varie de 1113.5 (composites à base de rafles de maïs) à 1674.2 kg/m³ (composite à base de résidus de fines de lin). Dans le cas de la paille de colza, la masse volumique du squelette des composites augmente en moyenne de 28 % suite au traitement alcalin subit par l'agro-ressources. Alors que pour les rafles de maïs et les fines de lin, la masse volumique du squelette augmente en moyenne de 16 % suite au traitement alcalin.

Les composites fabriqués à partir de rafles de maïs ou des résidus de rafles ont une porosité totale autour de 62.9 %. Ceux formulés avec des paille de colza ou des résidus de paille ont une porosité totale d'environ 85.0 %. Alors que les composites faits à partir de fines de lin ou des résidus de fines ont une porosité totale d'à peu près 75.4 %.

Globalement, le traitement alcalin augmente les masses volumiques apparente ainsi que celle du squelette des composites fabriqués avec les trois agro-ressources traitées. Cela est dû au traitement alcalin qui augmente la masse volumique du squelette des agro-ressources. En effet, la masse volumique du squelette des rafles de maïs est de 1333.4 kg/m³ alors qu'elle est de 1395.9 kg/m³ pour les résidus de rafles de maïs. La masse volumique du squelette des rafles de maïs a donc augmenté de 4.7 % suite au traitement alcalin subit par l'agro-ressource. Cette augmentation est due à l'élimination des solubles, de la lignine ainsi que de l'hémicellulose. En effet, ces substances ont une masse volumique du squelette plus faible que celle de la cellulose. La masse volumique du squelette de la cellulose est de 1559 kg/m³ dans le cas de l'épicéa étudié par Ehrnrooth alors que celle de la lignine est de 1397 kg/m³ et celle de l'hémicellulose est de 1520 kg/m³ (EHRNROOTH [1984]). Des valeurs similaires ont été trouvées par Youssefian et Rahbar, soit 1333 kg/m³ pour la lignine et 1520 kg/m³ pour l'hémicellulose dans le cas du bambou (YOUSSEFIAN et RAHBAR [2015]).

Dans le cas de la paille de colza et des fines de lin, le traitement alcalin augmente légèrement la porosité totale des composites alors qu'elle diminue dans le cas des rafles de maïs.

5.5.2 Morphologie de surface

La Figure 5.24 présente des micrographies MEB des composites à base de rafles de maïs, de paille de colza et de fines de lin traitées ou non.

Comme décrit dans la partie 5.3.2 de ce chapitre, le liant (l'extrait de rafles de maïs) se dépose sous forme d'une matrice grenue sur les agro-ressources non traitées (Figures 5.24.a, 5.24.b et 5.24.c) tandis que sur les agro-ressources traitées, les granulats sont collés les uns aux autres par un film lisse (comme c'est le cas pour les résidus de rafles de maïs) ou rugueux (comme c'est le cas des résidus de paille de colza et de fines de lin). Dans le cas des résidus de rafles de maïs, les composés chimiques qui permettent d'assurer la bonne cohésion des granulats les uns aux autres (et qui sont contenus dans l'extrait de rafles de maïs) réagissent donc avec la surface des résidus. Dans le cas des résidus de paille de colza et des fines de lin, les surfaces des granulats traités réagissent les unes avec les autres.

5.5.3 Caractérisation mécanique

Les composites présentent un comportement mécanique de type compactant sauf le composite fabriqué avec des rafles de maïs. Ainsi, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression obtenue pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ pour tous les composites sauf pour celui formulé avec des rafles de maïs. Pour ce dernier, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression maximale. Le Tableau 5.15 et La Figure 5.25 présentent les propriétés mécaniques obtenues par les composites.

La résistance à la compression pour une déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$ varie de 70 (composite

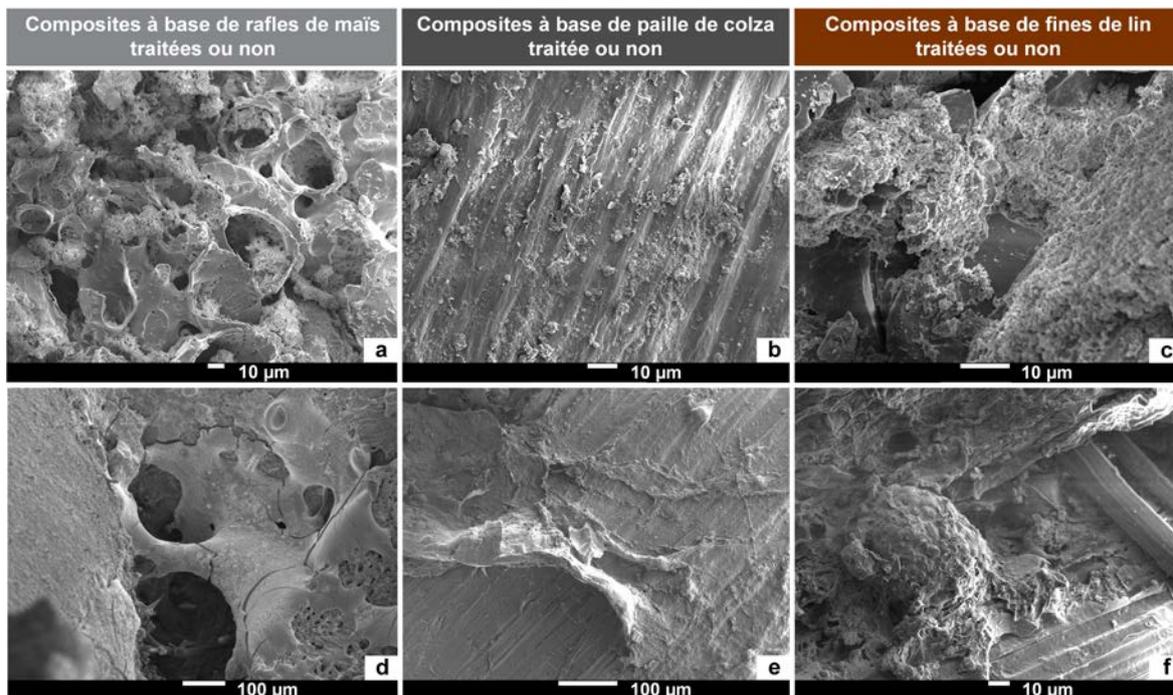


FIGURE 5.24 – Micrographies MEB des composites avec et sans traitement : (a) composite à base de rafles de maïs et d'extrait de rafles de maïs, (b) composite à base de paille de colza et d'extrait de rafles de maïs, (c) composite à base de fines de lin et d'extrait de rafles de maïs, (d) composite à base de résidus de rafles de maïs et d'extrait de rafles de maïs (e) composite à base de résidus de paille de colza et (f) composite à base de résidus de fines de lin.

fabriqué avec les résidus de paille de colza G14, n°23) à 696 kPa (composite fabriqué avec des résidus de rafles de maïs et de l'extrait de rafles de maïs, n°7).

TABLEAU 5.15 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale des composites développés.

Composites	21	7	8	18	23	24	25	26
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m^3)	412.4 ± 6.6	534.5 ± 3.5	526.8 ± 4.8	198.8 ± 6.4	238.8 ± 3.4	375.1 ± 3.4	380.8 ± 0.9	313.0 ± 7.8
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	-	695.7 ± 42.7	491.8 ± 48.0	177.5 ± 9.3	70.2 ± 3.5	494.8 ± 19.2	544.3 ± 17.7	108.6 ± 4.9
σ_m (kPa)	173.9 ± 59.1	-	-	-	-	-	-	-
ϵ_m (%)	7.84	-	-	-	-	-	-	-
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.44	0.36	0.47	0.33	0.99	0.23	0.21	0.85

Dans le cas de l'utilisation de rafles de maïs pour la fabrication de composites, le traitement alcalin sur les granulats permet d'améliorer les propriétés mécaniques des composites. De plus, les propriétés mécaniques sont également améliorées lorsque les résidus de rafles sont collés avec de l'extrait de rafles de maïs plutôt qu'avec de l'extrait de fines de lin.

Ratiarisoa et al (RATIARISOA et al [2016]) ont fait le même constat lors de la fabrication de composites avec des pailles de lavande traitées ou non. En effet, les composites formulés avec des pailles de lavande ont une résistance à la compression à 10 % de déformation longitudinale de 70 kPa alors qu'elle est de 220 kPa lorsque les pailles de lavande sont traitées.

En revanche, dans le cas de l'utilisation de paille de colza ou de fines de lin pour la fabrication de composites, le traitement alcalin sur les granulats détériore les propriétés mécaniques des

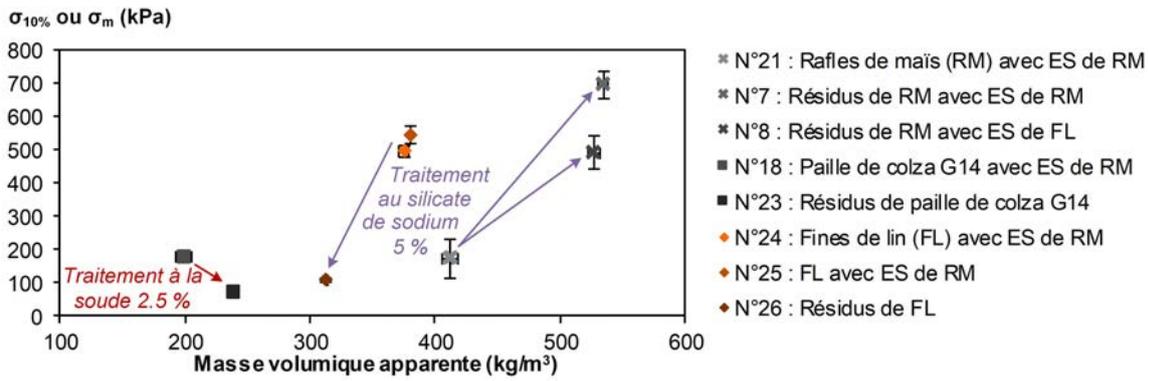


FIGURE 5.25 – Contrainte à 10 % de déformation ou contrainte maximale versus masse volumique apparente des composites à (23°C; 50 %HR).

composites. Cette diminution de performances est principalement due à l'absence de liant dans les composites n°23 et 26.

Par contre, les performances mécaniques des composites fabriqués avec des fines de lin non traitées sont légèrement améliorées lorsque le liant utilisé est de l'extrait de fines de lin plutôt que de l'extrait de rafles de maïs.

Malgré cela, tous les composites développés dans cette partie ont des propriétés mécaniques suffisantes pour une application en tant que panneaux isolants. En effet, ($\epsilon_{h=3m}$) est inférieur à 0.47 %.

5.5.4 Caractérisation thermique

Le Tableau 5.16 rassemble la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation de la conductivité thermique des composites étudiés. La Figure 5.26 permet de visualiser la conductivité moyenne en fonction de la masse volumique apparente des différents composites.

TABLEAU 5.16 – Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; 50%HR) et à (23°C; point sec).

Composites	21	7	8	18	23	24	25	26
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	387.3 ± 1.2	513.0 ± 8.7	547.5 ± 7.9	202.7 ± 2.6	240.9 ± 20.2	363.1 ± 3.6	373.4 ± 3.7	423.9 ± 4.7
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (mW/(m.K))	126.3 ± 5.9	156.9 ± 5.3	171.6 ± 4.5	77.7 ± 3.4	97.9 ± 2.3	108.5 ± 1.6	110.8 ± 2.0	136.8 ± 4.0
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (kg/m ³)	365.9 ± 1.2	481.4 ± 8.6	515.0 ± 7.9	189.5 ± 1.7	222.1 ± 18.3	345.4 ± 3.5	354.5 ± 3.5	398.6 ± 4.5
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-sec}$ (mW/(m.K))	110.3 ± 2.0	140.3 ± 4.1	147.9 ± 4.7	67.5 ± 1.7	81.5 ± 3.3	97.1 ± 1.1	99.8 ± 1.6	118.4 ± 2.5

Les conductivités thermiques des composites développés, à l'état sec, sont comprises entre 67.5 (composite avec de la paille de colza G14, n°18) et 147.9 mW/(m.K) (composite avec des résidus de rafles de maïs, n°8).

La conductivité thermique des composites augmente de 20 % lorsque la paille de colza ou les fines de lin sont traitées et de 30 % lorsque ce sont les rafles de maïs qui sont traitées. Cette observation est logique puisque le traitement alcalin des agro-ressources a entraîné une augmentation de la masse volumique des composites (comme vue dans la section 5.5.1 de ce chapitre).

Ratiarisoa et al (RATIARISOA et al [2016]) ont fait le même constat lors de la fabrication de composites avec des pailles de lavande traitées ou non. En effet, les composites formulés avec des pailles de lavande ont une conductivité thermique de 142 mW/(m.K) alors qu'elle est de 162 mW/(m.K) lorsque les pailles de lavande sont traitées.

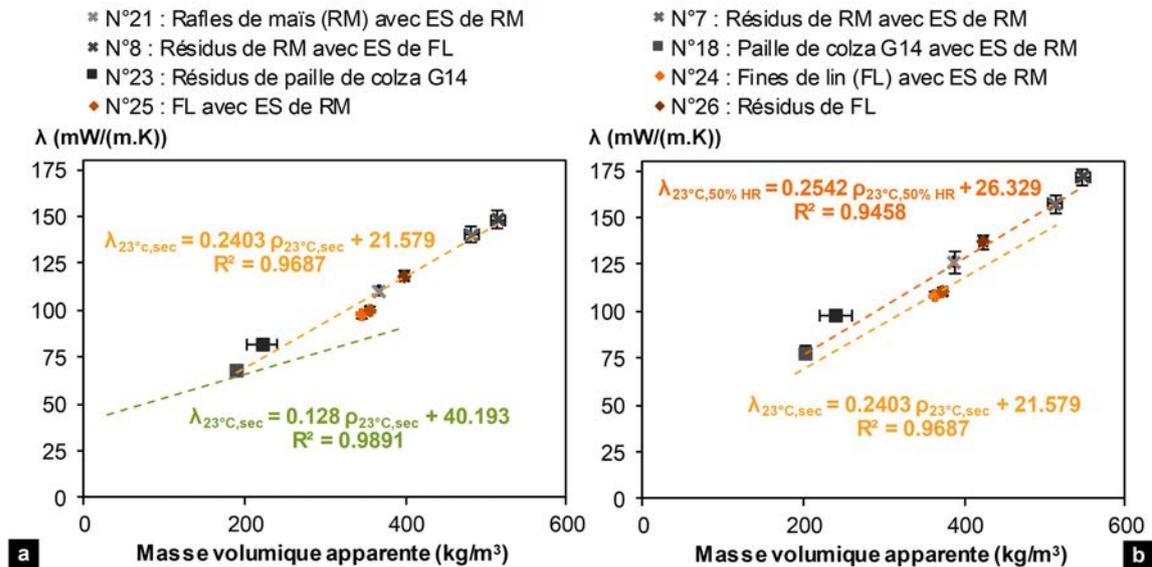


FIGURE 5.26 – La conductivité thermique des composites et des granulats versus leur masse volumique apparente à : (a) (23°C; point sec) et (b) (23°C; 50 %HR).

Comme montré sur la Figure 5.26.a, la conductivité thermique des composites augmente linéairement avec la masse volumique apparente. Le coefficient de corrélation de la courbe d’ajustement est proche de 1. La pente de la droite de régression pour les composites (courbe jaune) est plus importante que la pente de la droite de régression pour les granulats (courbe verte, VIEL et al [2018]). Ainsi, la conductivité thermique augmente plus rapidement avec la masse volumique apparente dans le cas des composites.

Comme le montre la Figure 5.26.b, la conductivité thermique des composites est plus élevée à (23°C; 50 %HR) qu’à (23°C; point sec). Les droites de régression linéaire de la conductivité thermique par rapport à la masse volumique apparente à l’état sec et à 23°C et 50 %HR sont presque parallèles.

5.5.5 Caractérisation hygrique

Le Tableau 5.17 et la Figure 5.27 récapitulent les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu’en moyenne.

TABLEAU 5.17 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	21	7	8	18	23	24	25	26
MBV _{abs.}	4.39	4.70	4.69	2.17	3.53	3.26	3.32	4.09
g/(m ² .%HR)	± 0.25	± 0.07	± 0.06	± 0.06	± 0.42	± 0.12	± 0.03	± 0.04
MBV _{des.}	4.63	4.88	4.95	2.35	2.38	3.60	3.60	2.48
g/(m ² .%HR)	± 0.23	± 0.10	± 0.07	± 0.05	± 0.43	± 0.14	± 0.04	± 0.06
MBV _{moy.}	4.51	4.79	4.82	2.26	3.64	3.39	3.46	4.26
g/(m ² .%HR)	± 0.24	± 0.08	± 0.06	± 0.05	± 0.43	± 0.13	± 0.04	± 0.05

La plage de la valeur MBV moyenne va de 2.26 (composite fabriqué avec de la paille de colza

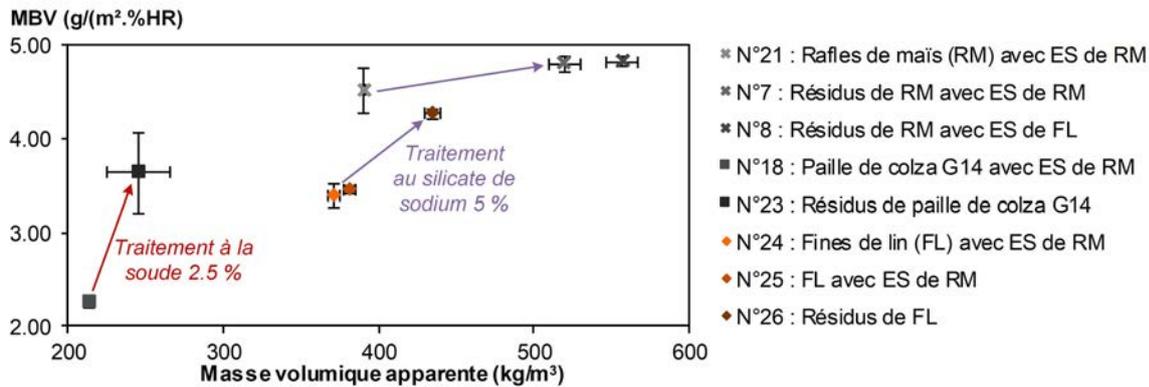


FIGURE 5.27 – Valeur MBV (g/(m².%HR)) moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente.

G14, n°18) à 4.82 g/(m².%HR) (composite fabriqué avec des résidus de rafles de maïs, n°8). Selon la classification Nordtest (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)).

La valeur MBV des composites augmente de 6.7 % lorsque les rafles de maïs sont traitées, de 24.5 % lorsque ce sont les fines de lin et de 60.0 % lorsque ce sont les pailles de colza. Cette augmentation de la performance hygrique vient certainement de l'augmentation de la surface spécifique des granulats. Cette dernière est due à l'élimination d'une partie des composés chimiques (pectines, hémicellulose, cellulose et lignine) présents dans les granulats.

Ratiarisoa et al (RATIARISOA et al [2016]) ont fait le même constat lors de la fabrication de composites avec des pailles de lavande traitées ou non. En effet, les composites formulés avec des pailles de lavande ont une valeur MBV de 3.5 g/(m².%HR) alors qu'elle est de 3.8 g/(m².%HR) lorsque les pailles de lavande sont traitées.

Maalouf et al (MAALOUF et al [2014]) ont également fait cette observation sur des composites chanvre-amidon. En effet, les composites ont une valeur MBV de 2.4 g/(m².%HR) lorsque les chènevottes ne sont pas traitées alors qu'elle est de 3.4 g/(m².%HR) lorsque les chènevottes sont traitées par alcalinisation (solution de soude à 1 %) puis par un agent de couplage silane).

5.5.6 Synthèse

Dans une perspective de zéro déchet, les résidus de rafles de maïs, de paille de colza et de fines de lin qui restent après l'extraction alcaline sont utilisés comme granulats dans cette étude. Ils ont l'avantage d'avoir une surface exposée avec des sites réactionnels permettant d'amorcer une polymérisation plus importante que dans le cas de granulats non traités. Leur cohésion avec le liant est meilleure et donc les propriétés mécaniques des composites sont améliorées.

Cependant, les résidus de paille de colza et de fines de lin ont également l'avantage de se coller les uns aux autres lors de leur séchage. Deux composites ont donc été fabriqués avec comme seul constituants des résidus de paille de colza traités avec une solution de soude à 2.5 % dans un cas et des résidus de fines de lin traités avec une solution de silicate de sodium à 5 % dans l'autre cas. Les propriétés mécaniques de ces composites sont inférieures à celles obtenues par un composite fabriqué avec un granulat non traité et collé avec un extrait issu d'agro-ressource.

Traiter les granulats avec une solution alcaline augmente la masse volumique des composites fabriqués et donc la conductivité thermique.

En revanche, le traitement alcalin des agro-ressources améliore la valeur MBV des composites

formulés puisqu'il entraîne l'élimination de certains composés chimiques et donc l'augmentation de la surface spécifique.

5.6 Influence de la pression de compactage

Six pressions de compactage différentes (15.6, 31.2, 62.5, 125, 250, 500 et 1000 kPa) sont appliquées sur les composites fabriqués à partir de chènevottes commerciales avec de la liqueur noire afin d'en évaluer l'effet sur les propriétés mécaniques et hygrothermiques des composites développés.

5.6.1 Caractérisation des propriétés physiques

Le Tableau 5.2 donne les masses volumiques apparentes à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), la masse volumique du squelette ainsi que la porosité totale des différents composites fabriqués à partir de chènevottes commerciales collées avec de la liqueur noire et compactés avec les différentes pressions.

TABLEAU 5.18 – Masse volumique apparente à (23°C; 50 %HR) et à (23°C; point sec), masse volumique du squelette et porosité totale des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	27	28	3	29	30	31	32
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m ³)	265.9 ± 1.3	229.4 ± 3.3	191.4 ± 0.9	171.6 ± 1.2	155.0 ± 2.8	144.4 ± 3.8	135.8 ± 3.7
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (kg/m ³)	247.0 ± 1.6	213.7 ± 0.9	180.7 ± 3.1	160.3 ± 1.2	144.9 ± 2.7	135.3 ± 3.6	127.6 ± 3.7
ρ_s (kg/m ³)	1283.0 ± 11.0	1269.9 ± 2.1	1211.0 ± 7.2	1282.9 ± 6.7	1294.2 ± 5.4	1325.2 ± 11.4	1345.2 ± 46.4
n_{tot}	80.7%	83.2%	85.1 %	87.5%	88.8%	89.8%	90.5%

Les composites développés ont une masse volumique apparente qui varie de 128 à 247 kg/m³ et qui dépend de la pression appliquée sur le composite lors de sa mise en forme (Figure 5.28). D'autre part, la masse volumique apparente augmente de 7 % lorsque les composites passent du point sec à (23°C; 50 %HR).

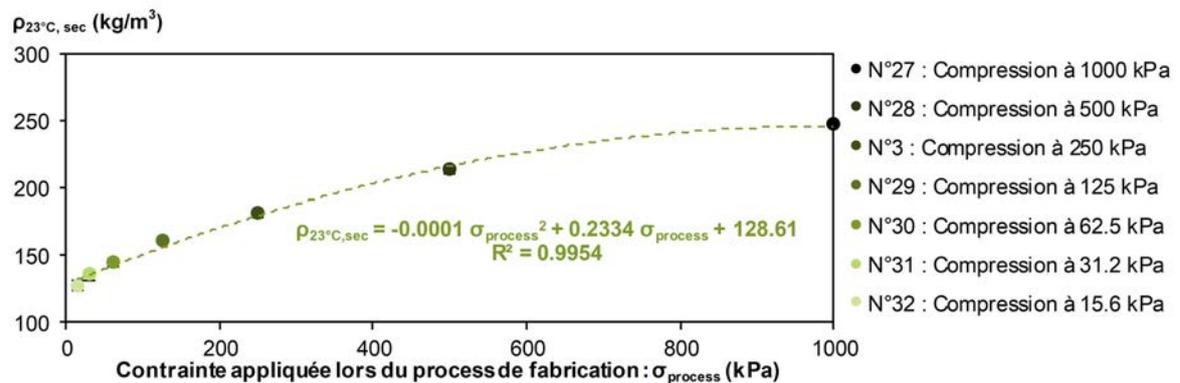


FIGURE 5.28 – Masse volumique apparente à (23°C; point sec) en fonction de la pression appliquée lors de la mise en forme des composites.

Les composites développés ont des masses volumiques du squelette très proches puisqu'elles varient de 1210 à 1345 kg/m³. La moyenne de ces valeurs est de 1300 kg/m³ avec une variation de ± 3.33 %. Les formulations des six composites développés dans cette partie sont toutes identiques, il est donc logique de retrouver la même masse volumique du squelette.

Puisque la masse volumique du squelette est identique pour tous les composites, la porosité totale des composites évolue linéairement avec leur masse volumique apparente au point sec et varie de 80.7 % à 90.5 %. La porosité totale évolue donc conformément à la relation entre ces 3 grandeurs (Équation (2.8) à la page 35 du chapitre 2). La Figure 5.29 montre la porosité totale en fonction de la masse volumique apparente à (23°C; point sec) des composites développés.

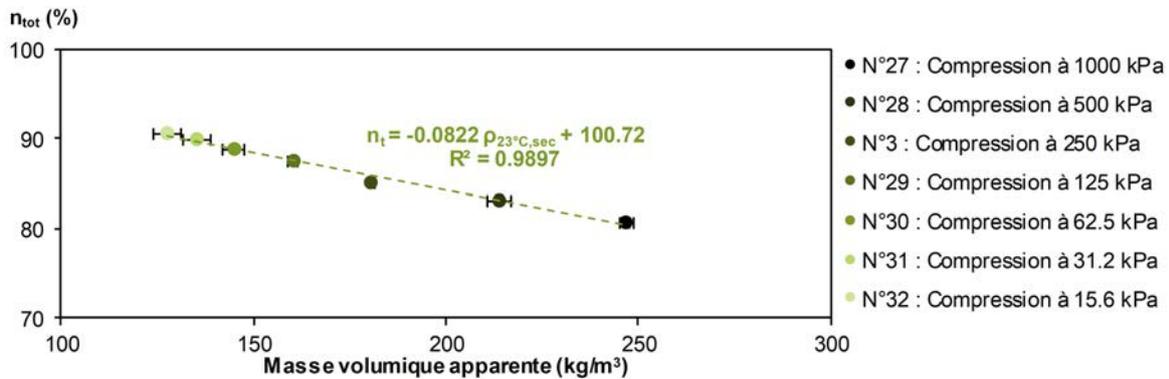


FIGURE 5.29 – Porosité totale des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente à (23°C; point sec).

5.6.2 Caractérisation mécanique

Les composites développés présentent un comportement mécanique de type compactant. Ainsi, la performance mécanique est donnée par la résistance à la compression obtenue pour la déformation longitudinale $\epsilon = 10\%$. Le Tableau 5.19 et La Figure 5.30 présentent les propriétés mécaniques obtenues par les composites.

TABLEAU 5.19 – Contrainte à 10 % de déformation des composites développés.

Composites	27	28	3	29	30	31	32
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%HR}$ (kg/m ³)	270.8 ± 16.7	221.8 ± 3.8	203.2 ± 1.1	169.1 ± 1.4	150.6 ± 0.4	144.9 ± 1.2	134.7 ± 3.0
$\sigma_{10\%}$ (kPa)	802.7 ± 131.2	613.3 ± 7.8	230.1 ± 6.5	194.8 ± 12.9	105.7 ± 6.2	87.7 ± 0.1	54.6 ± 10.8
$\epsilon_{h=3m}$ (%)	0.09	0.09	0.22	0.19	0.24	0.38	0.50

Pour chaque formulation, les valeurs expérimentales sont très proches les unes des autres excepté dans le cas du composite n°27 à cause d'une variation importante des masses volumiques apparentes. Pour tous les autres composites, le coefficient de variation est inférieur à 5 % entre les trois échantillons. La résistance à la compression varie entre 55 et 803 kPa. Le composite n°27 a la résistance à la compression la plus élevée et le composite n°32, la plus faible. Comme le montre la Figure 5.30, la résistance à la compression évolue linéairement avec la masse volumique apparente.

Balčiūnas et al (BALČIŪNAS et al [2016]) ont également fait cette observation sur des composites chanvre-sapobel. En effet, les composites ont une résistance à la compression (cassés avant mesure à 2080 kPa) qui augmente avec la masse volumique apparente des composites (157 à 401 kg/m³).

De plus, tous les composites testés sont auto-porteurs puisque leur déformation est inférieure à 0.50 % pour $\epsilon_{h=3m}$.

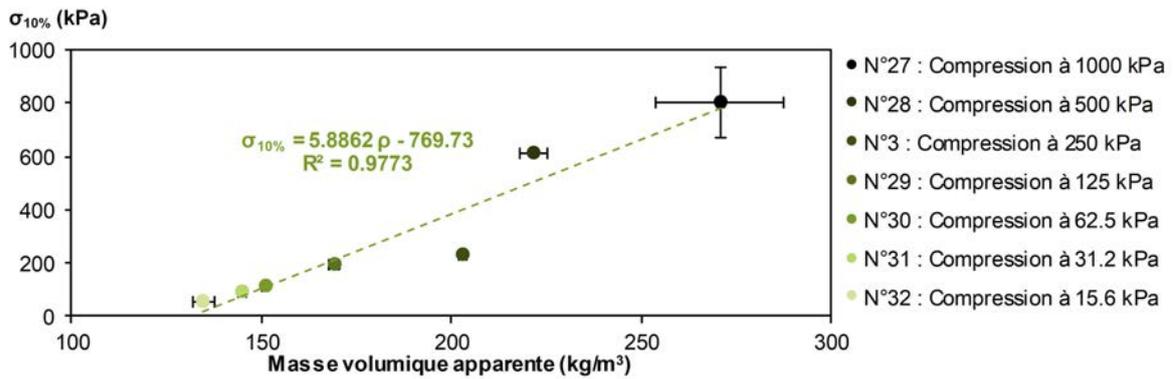


FIGURE 5.30 – Contrainte à 10 % de déformation des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente.

5.6.3 Caractérisation thermique

Le Tableau 5.20 rassemble la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation de la conductivité thermique des composites étudiés. La Figure 5.31 permet de visualiser la conductivité moyenne en fonction de la masse volumique apparente des différents composites.

TABLEAU 5.20 – Conductivité thermique des composites en fonction de leur masse volumique apparente à (23°C; 50%HR) et à (23°C; point sec).

Composites	27	28	3	29	30	31	32
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (kg/m ³)	258.8 ± 1.6	225.4 ± 3.4	190.4 ± 1.0	170.1 ± 1.1	153.7 ± 2.7	143.3 ± 3.9	134.6 ± 3.4
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-50\%\text{HR}}$ (mW/(m.K))	101.5 ± 1.8	91.0 ± 1.9	78.2 ± 3.3	77.8 ± 1.0	72.7 ± 1.0	73.1 ± 1.8	71.0 ± 1.1
$\rho_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (kg/m ³)	247.0 ± 1.6	213.7 ± 3.1	180.7 ± 0.9	160.3 ± 1.2	144.9 ± 2.7	135.3 ± 3.6	127.6 ± 3.7
$\lambda_{23^{\circ}\text{C}-\text{sec}}$ (mW/(m.K))	93.2 ± 1.9	79.8 ± 2.8	71.1 ± 1.5	68.9 ± 0.9	65.6 ± 1.3	65.7 ± 1.9	62.8 ± 1.1

La conductivité thermique des composites développés varie de 62.8 à 93.2 mW/(m.K) à (23°C; point sec) et de 71.0 à 101.5 mW/(m.K) à (23°C; 50 %HR). Comme le montre la Figure 5.31, la conductivité thermique augmente linéairement avec la masse volumique apparente et donc avec la pression appliquée lors de la fabrication des composites. Le composite n°32 est considéré selon la norme NF P75-101 (AFNOR [1983]) comme un isolant thermique puisque sa conductivité thermique est de 62.8 mW/(m.K).

Balčiūnas et al (BALČIŪNAS et al [2016]) ont également fait cette observation sur des composites chanvre-sapobel. En effet, les composites ont une conductivité thermique (de 53 à 73 mW/(m.K)) qui augmente avec la masse volumique apparente des composites (147 à 401 kg/m³).

5.6.4 Caractérisation hygrique

Le Tableau 5.21 et la Figure 5.32 récapitulent les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu'en moyenne.

La plage de la valeur MBV moyenne va de 2.40 à 2.94 g/(m².%HR). Selon la classification Nord-test (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques (MBV > 2 g/(m².%HR)). La plus faible valeur MBV est atteinte par les 2 composites ayant les deux plus fortes

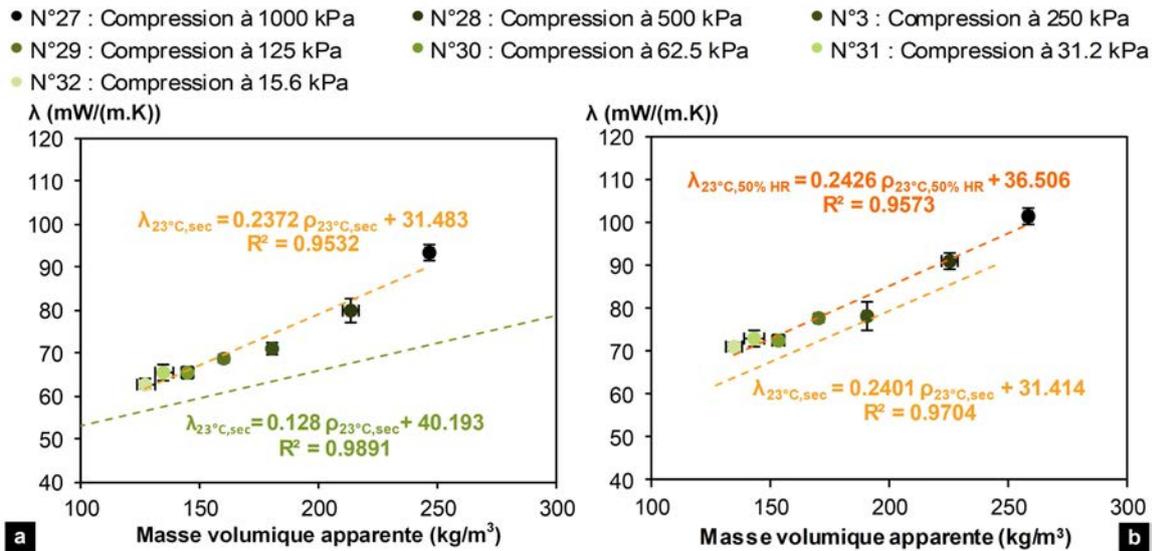


FIGURE 5.31 – Conductivité thermique moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente à : (a) (23°C; point sec) et (b) (23°C; 50 %HR).

TABLEAU 5.21 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites : valeur moyenne et écart-type.

Composites	27	28	3	29	30	31	32
$MBV_{abs.}$	2.31	2.31	2.96	2.63	2.82	2.60	2.50
$g/(m^2.\%HR)$	± 0.12	± 0.01	± 0.14	± 0.07	± 0.11	± 0.09	± 0.03
$MBV_{des.}$	2.49	2.49	3.09	2.87	3.06	2.86	2.77
$g/(m^2.\%HR)$	± 0.10	± 0.01	± 0.14	± 0.06	± 0.11	± 0.09	± 0.02
$MBV_{moy.}$	2.40	2.40	3.03	2.75	2.94	2.73	2.63
$g/(m^2.\%HR)$	± 0.11	± 0.01	± 0.14	± 0.06	± 0.11	± 0.09	± 0.02

pressions de compaction (500 et 1000 kPa) tandis que la plus haute valeur de MBV est atteinte par le composite ayant été compacté à 62.5 kPa.

Le composite compacté à 250 kPa est écarté de l'interprétation de l'effet de la masse volumique sur la valeur MBV. En effet, d'une part il est réalisé avec un batch différent de chènevottes. D'autre part, il a été testé dans une campagne expérimentale différente, son histoire hygrique est donc différente et peut impacter le résultat sur la valeur MBV.

La valeur MBV est fonction de la masse volumique du composite. En effet, la valeur MBV augmente linéairement en fonction de la masse volumique apparente des composites jusqu'à environ 170 kg/m^3 où la valeur MBV semble présenter un optimum. A partir de cette masse volumique, elle va diminuer au-delà de 200 kg/m^3 pour stagner à 2.40 $g/(m^2.\%HR)$. Un tel comportement peut s'expliquer par :

- L'augmentation de la surface développée par unité de volume avec la masse volumique qui doit conduire à une augmentation de la valeur de MBV;
- La diminution de la perméabilité à la vapeur induite par une fermeture de la porosité interparticulaire qui doit conduire à une diminution de la valeur de MBV.

La conjonction de ces deux paramètres conduit à identifier un compactage optimum et donc une masse volumique de composite optimale. Pour confirmer ces hypothèses, des mesures supplémentaires pour déterminer la perméabilité à la vapeur ainsi que la surface spécifique sont nécessaires.

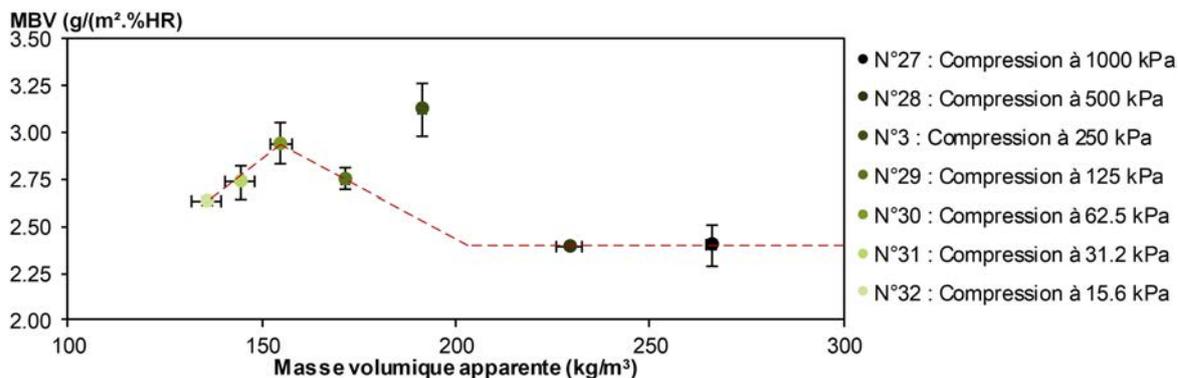


FIGURE 5.32 – Valeur MBV ($\text{g}/(\text{m}^2.\%HR)$) moyenne des composites fabriqués versus leur masse volumique apparente.

5.6.5 Synthèse

Les composites développés dans cette partie de chapitre, ont été fabriqués à partir de chènevottes commerciales collées avec de la liqueur noire et compactés avec différentes pressions.

La masse volumique apparente de ces composites varie de 128 à $347 \text{ kg}/\text{m}^3$ au point sec et est fonction de la pression appliquée lors de leur fabrication. Quant à la porosité totale des composites, elle est inversement proportionnelle à leur masse volumique apparente.

La conductivité thermique augmente linéairement de 62.8 à $93.2 \text{ mW}/(\text{m.K})$ au point sec en fonction de la masse volumique apparente des composites.

Les composites fabriqués sont tous d'excellents régulateurs hygriques ($MBV > 2 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$) puisque la valeur moyenne du MBV varie de 2.40 à $2.94 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$. La masse volumique apparente des composites influe sur la valeur du MBV lorsque cette dernière est inférieure à $200 \text{ kg}/\text{m}^3$ dans le cas de composites chanvre-liqueur noire. En effet, la valeur MBV maximale est atteinte pour une masse volumique de $170 \text{ kg}/\text{m}^3$.

Le composite n°32, pour lequel la pression de compactage appliquée lors de sa fabrication était la plus faible (15.6 kPa), est considéré comme un isolant par la norme NF P75-101 puisqu'il a une conductivité thermique inférieure à $65.0 \text{ mW}/(\text{m.K})$ ($62.8 \text{ mW}/(\text{m.K})$ au point sec). De plus, ce composite est un excellent régulateur hygrique (sa valeur MBV est de $2.77 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$) et possède des propriétés mécaniques suffisantes à son utilisation (auto-porteur).

5.7 Comparaison à des composites de la littérature et à des composites de référence

5.7.1 Les composites de la littérature

Dans la littérature, quelques données sur des panneaux à base de granulats bio-sourcés sont disponibles. Elles sont synthétisées dans les Tableaux 5.22 et 5.23.

Latif et al ont testé les performances hygrothermiques de panneaux en fibre de chanvre déjà commercialisés en Angleterre (LATIF et al [2014]).

Balčiūnas et al ont fabriqué des panneaux à base de chènevottes et de sédiments riches en matière organique (Saprobél) avec différents taux de compaction ainsi que différentes granulométries de chènevottes. Les composites ont été caractérisés d'un point de vue mécanique et thermique. La

TABLEAU 5.22 – Récapitulatif des formulations des composites présents dans la littérature.

Réf.	Granulats	Liant	Compression	Référence
A	Panneaux de fibres de chanvre commercialisés en UK			LATIF et al [2014]
B	Chènevottes	Sapobel	60% du V_i	BALČIŪNAS et al [2016]
C	Chènevottes	Sapobel	40% du V_i	BALČIŪNAS et al [2016]
D	Chènevottes	Sapobel	20% du V_i	BALČIŪNAS et al [2016]
E	Chènevottes	Amidon	0.25 MPa	MAALOUF et al [2014]
F	Chènevottes traitées	Amidon	0.25 MPa	MAALOUF et al [2014]
G	Chènevottes	Amidon	0.25 MPa	BOURDOT et al [2017]
H	Anas de lin	Protéique	sans	EL HAJJ et al [2012]
I	Fibres de bambou	Protéique	15 MPa	NGUYEN et al [2017]
J	Paille de lavande	Pouzzolanique	0.6 MPa	RATIARISOA et al [2016]
K	Résidus de paille de lavande	Pouzzolanique	0.6 MPa	RATIARISOA et al [2016]

TABLEAU 5.23 – Récapitulatif des propriétés mécaniques et hygrothermiques des composites présents dans la littérature.

Réf.	ρ_{app} (kg/m ³)	σ_c (kPa)	λ (mW/(m.K))	MBV (g/(m ² .%HR))
A	39 à 60	-	38 à 43 (23°C; point sec)	1.5 à 2.7
B	297 à 401 (point sec)	1120 à 2080 ($\epsilon = 10\%$)	66 à 73 (10°C; point sec)	-
C	213 à 281 (point sec)	360 à 930 ($\epsilon = 10\%$)	58 à 64 (10°C; point sec)	-
D	157 à 167 (point sec)	Cassés avant mesure	53 à 55 (10°C; point sec)	-
E	170	-	-	2.4
F	210	-	-	3.4
G	126 à 143 (23°C; point sec)	570 à 630 ($\epsilon = 25\%$)	63 à 74 (23°C; point sec)	2.6 à 2.7
H	450 à 570 (point sec)	3100 à 5800 ($\epsilon = 10\%$)	102 à 146 (point sec)	-
I	311 à 538 (23°C; 57 %HR)	2700 à 14 200 ($\epsilon = 10\%$)	55 à 88 (25°C; 57 %HR)	1.7 à 3.9
J	577 (point sec)	70 ($\epsilon = 10\%$)	142 (point sec)	3.5
K	661 (point sec)	220 ($\epsilon = 10\%$)	162 (point sec)	3.8

masse volumique des composites et la contrainte pour une déformation à 10 % augmentent avec l'augmentation du taux de compaction du composite alors que la conductivité thermique diminue (BALČIŪNAS et al [2016]).

Des panneaux à base de chènevottes et d'amidon ont été fabriqués par Maalouf et al ainsi que par Bourdot et al. Maalouf et al ont montré que traiter les chènevottes avec une solution de soude à 1 % puis avec un agent de couplage silane permettait d'augmenter le MBV des composites (MAALOUF et al [2014]). Tandis que Bourdot et al ont caractérisé le composite d'un point de vue hygrothermique et mécanique (BOURDOT et al [2017]).

El Hajj et al ont mis en forme des panneaux à base d'anas de lin collés avec un liant protéique sans compression. Globalement, les panneaux possèdent d'importantes masses volumiques et conductivités thermiques ainsi que de très bonnes performances mécaniques (EL HAJJ et al [2012]).

Nguyen et al ont produit des panneaux avec des fibres de bambou mélangées à un liant protéique. Les panneaux possèdent de bonnes résistances mécaniques ainsi que des propriétés hygrothermiques intéressantes pour la fabrication d'isolant (NGUYEN et al [2017]).

Enfin, Ratiarisoa et al ont fabriqué des panneaux avec des pailles de lavandes ainsi que leurs résidus issus de la distillation des huiles essentielles et un liant pouzzolanique. L'utilisation des résidus augmente la masse volumique apparente et donc la conductivité thermique. Elle augmente également la contrainte à la compression pour une déformation à 10 % ainsi que la valeur MBV (RATIARISOA et al [2016]).

5.7.2 Les composites de référence

Cinq autres panneaux sont également utilisés comme références.

Un de ces panneaux est fabriqué au sein du laboratoire à partir d'un liant issu d'un brevet (KAI-CHANG [2010]). Le liant est composé d'oxyde de magnésium (9.2 %) et de déchets de protéine de soja (90.2 %) et est mélangé avec des chènevottes. Les composites contiennent 15 % de liant pour 85 % de granulats.

Deux autres panneaux sont fabriqués avec un liant qui est couramment utilisé dans l'industrie et qui est issu du pétrole : le PVAC (polyacétate de vinyle, AXILAT HP 8510, Synthomer). Un panneau est réalisé avec des chènevottes comme granulats et un autre avec des résidus de rafles de maïs, toujours avec 85 % de granulats pour 15 % de liant.

Les deux derniers panneaux sont des produits commerciaux : du béton de chanvre CANAPAlithos® (caractérisé pour les besoins du projet ISOBIO, ISOBIO [2015]) et un panneau de paille LigniCell® (GLASSCO et NOBLE [1987]). C'est ce panneau de paille qui a permis de comprendre que les solubles compris dans les agro-ressources pouvaient jouer le rôle de liant.

Tous ces panneaux ont été caractérisés au sein du laboratoire. Leur formulation ainsi que leurs propriétés sont récapitulées dans le Tableau 5.24.

Le composite fabriqué avec des chènevottes et le liant MgO/protéine breveté (L) possède des propriétés thermiques proches de celles du composite constitué de chènevottes et de PVAC (M). Cependant, le composite M a une masse volumique apparente ainsi qu'une valeur MBV plus élevée. En effet, le composite M est un excellent régulateur hygrique alors que le composite L est un bon régulateur hygrique. Par contre, le composite L possède de meilleures propriétés mécaniques.

Quant au composite fabriqué avec des résidus de rafles de maïs et du PVAC (N), il a de meilleures propriétés mécaniques et hygrothermiques que le composite M.

Les deux panneaux commerciaux : le panneau de paille LigniCell® ainsi que le béton de chanvre

TABLEAU 5.24 – Récapitulatif des propriétés mécaniques et hygrothermiques des composites commerciaux ou fabriqués au laboratoire à partir de liant breveté ou commerciaux (RRM : résidus de rafles de maïs).

Réf.	Granulats	Liant	ρ_{app} (kg/m ³)	$\sigma_{10\%}$ (kPa)	λ (mW/(m.K))	MBV (g/(m ² .%HR))
L	Chènevottes	MgO/protéine	190	656	82 (23°C; sec)	1.7
M	Chènevottes	PVAC	204	340	85 (23°C; sec)	2.3
N	RRM	PVAC	378	1142	207 (23°C; sec)	3.2
O	Panneau de paille LigniCell®		458	-	147 (23°C; sec)	0.9
P	Béton CANAPAlithos®		333	-	104 (23°C; sec)	1.8

CANAPAlithos® ont une conductivité thermique plus importante que les 3 autres composites. Le panneau de paille LigniCell® a la moins bonne valeur MBV (certainement du fait de la présence d'un parement en carton sur le panneau), c'est un régulateur hygrique modéré tandis que le béton de chanvre CANAPAlithos® est un bon régulateur hygrique.

5.7.3 Comparaison des différents composites

La Figure 5.33 synthétise la résistance mécanique ($\sigma_{10\%}$ ou σ_m) en fonction de la masse volumique apparente, la conductivité thermique ($\lambda_{23^\circ\text{C}-\text{sec}}$) en fonction de la masse volumique apparente et la capacité hygrique tampon (MBV_{moy}) en fonction de la masse volumique apparente des composites développés et de référence.

La Figure 5.33.a montre que les composites développés ont des performances mécaniques similaires à celles des composites qui sont cités dans la littérature. Cependant, le composite résidus de rafles de maïs - lignine BioChoice® possède une résistance mécanique plus faible. De plus, les composites chanvre-sapobel (pour une compression à 60 % du volume initial, B), lin-protéine (H), bambou-protéine (I) et résidus de rafles de maïs-PVAC ont des résistances mécaniques bien supérieures à celles des composites développés (> 1000 kPa).

La Figure 5.33.b rappelle que la conductivité thermique des composites développés évolue en fonction de la masse volumique apparente avec un coefficient de régression linéaire de 0.9567. Certains des composites de référence sont inclus dans cette courbe de tendance. Il s'agit des panneaux de chanvre commerciaux (A), des composites chanvre-sapobel (pour une compression de 20 % de son volume initiale, D), chanvre-amidon (G), chanvre-MgO/protéine (L), chanvre-PVAC (M) et du béton de chanvre (P). Les autres composites de la littérature (B, C, H, I, J et K) ont une conductivité thermique plus faible que celle donnée par la courbe de tendance pour une masse volumique spécifique. Cette différence est en partie due à l'utilisation de la méthode de la plaque chaude (BALČIŪNAS et al [2016]; RATIARISOA et al [2016]) ou de la méthode de la source plane transitoire (EL HAJJ et al [2012]; NGUYEN et al [2017]) pour la mesure de la conductivité thermique. Tandis que les autres composites de référence (N et O) ont une conductivité thermique plus élevée que celle prévue par la courbe de tendance pour une masse volumique donnée.

La Figure 5.33.c montre que les composites développés possèdent une capacité tampon hygrique similaire à celle des composites qui se trouvent dans la littérature. Cependant, certains composites développés ont une meilleure capacité tampon hygrique que celle des composites de référence dès que la valeur MBV est supérieure à 3.8 g/(m².%HR) (valeur obtenu par le composite K : résidus de paille de lavande mélangé avec un liant pouzzolanique). Il s'agit principalement des composites fabriqués avec les résidus de rafles de maïs, des rafles de maïs et des fines de lin. En revanche, quelques composites de référence ont une valeur MBV inférieure à celle des composites développés (< 1.9 g/(m².%HR)). Il s'agit du composite chanvre-MgO/protéine (L), du panneau de paille LigniCell®(O) et du béton de chanvre CANAPAlithos®(P).

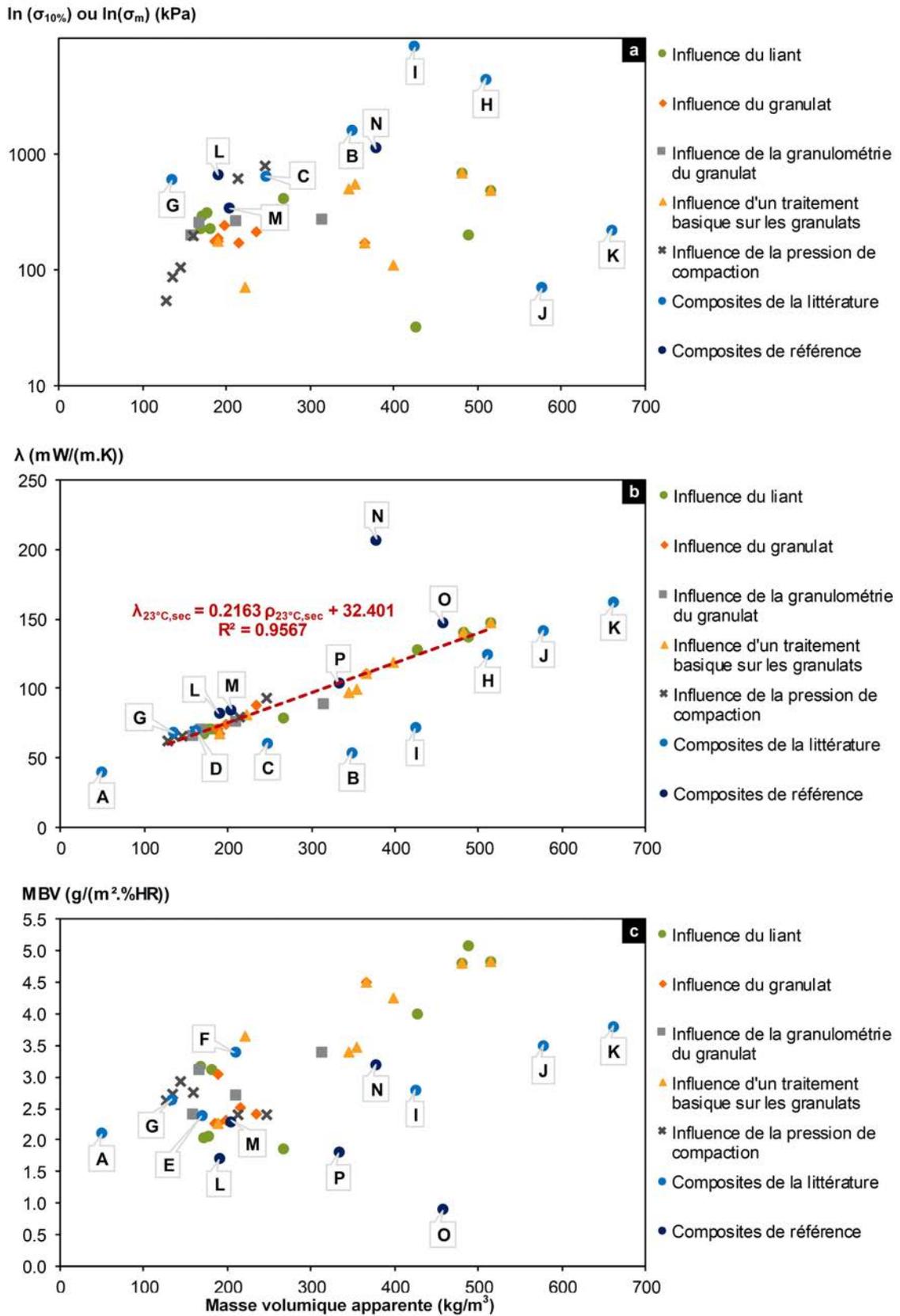


FIGURE 5.33 – Comparaison des propriétés mécaniques (a), de la conductivité thermique (b) ainsi que de la capacité tampon hygrique (c) des composites développés avec les composites de la littérature et de référence.

5.8 Intérêt d'un composite bi-couches

Au regard des performances hygrique et thermique de tous les composites, le composite idéal est un panneau d'isolation thermique bi-couches. En effet, les composites à base de chènevottes peuvent être utilisés comme isolation répartie car ils ont une conductivité thermique autour de $70 \text{ mW}/(\text{m.K})$. De plus, elle peut être diminuée davantage si la masse volumique apparente des composites est plus faible ($62.8 \text{ mW}/(\text{m.k})$) lorsque la pression appliquée est de 15.6 kPa). Il est également intéressant d'ajouter une deuxième couche réalisée à partir de résidus de rafles de maïs et d'extraits d'agro-ressources, d'un ou deux centimètres d'épaisseur, en raison de son excellente capacité à modérer les variations d'humidité relative de l'air ambiant (Figure 5.34).

Ce composite est réalisé de la manière suivante :

- Les mélanges liant-granulats de chacune des deux couches sont réalisés séparément;
- La couche composée de chènevottes et d'extrait de rafles de maïs (de 8 ou 9 cm d'épaisseur) est introduite dans le moule 3 alvéoles;
- La couche composée de résidus de rafles de maïs et d'extrait de rafles de maïs (de 1 ou 2 cm d'épaisseur) est introduite dans le moule 3 alvéoles;
- Les 3 composites préparés sont compactés 5 fois à 0.25 MPa dans le moule;
- Les composites (qui sont toujours dans le moule) sont placés dans une étuve à 190°C pendant 2 heures;
- Les 3 composites fabriqués sont démoulés à froid puis stabilisés pour être caractérisés.

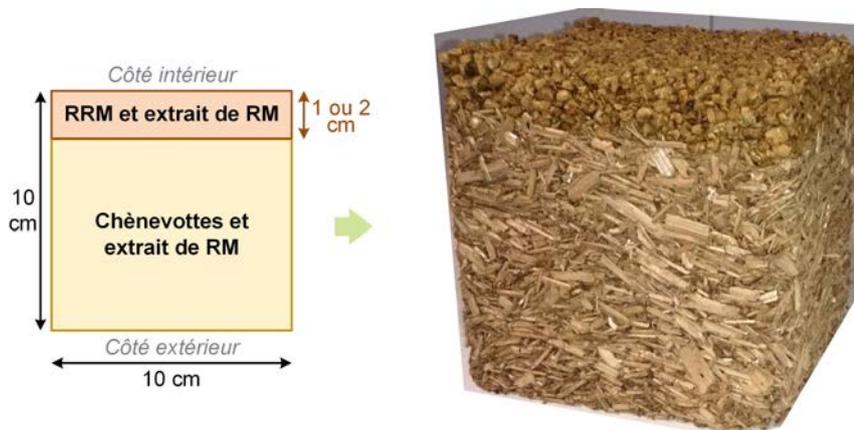


FIGURE 5.34 – Composite bi-couche lié avec de l'extrait de rafles de maïs (RM) et dont la première couche de 8 ou 9 cm, est composée de chènevottes et la deuxième de 1 ou 2 cm, est composée de résidus de rafles de maïs (RRM).

5.8.1 Caractérisation thermique

Le Tableau 5.25 donne les résistances thermiques obtenues par les 2 composites bi-couches pour 10 et 20 cm d'épaisseur et qui sont comparés aux composites n°1 (composite fabriqué avec des chènevottes et de l'extrait de rafles de maïs) et 7 (composite fabriqué avec des résidus de rafles de maïs et de l'extrait de rafles de maïs). Les résistances thermiques ont été déterminées par le calcul à partir des conductivités thermiques obtenues pour les composites n°1 et 7.

La résistance thermique du composite qui a la couche de résidus de rafles de maïs de 1 cm d'épaisseur, est de $1.34 \text{ m}^2.\text{K}/\text{W}$ si le composite fait 10 cm d'épaisseur et de $2.75 \text{ m}^2.\text{K}/\text{W}$ si le composite est de 20 cm. Tandis que le composite qui a la couche de résidus de rafles de maïs de 2 cm d'épaisseur

TABLEAU 5.25 – Résistance thermique des composites bi-couches pour 10 et 20 cm d'épaisseur, comparés aux composites n°1 et 7 (RM : Rafles de maïs et RRM : Résidus de rafles de maïs).

Composite	$R_{e=10cm}$ (m ² .K/W)	$R_{e=20cm}$ (m ² .K/W)
N°1 : Chènevottes avec extrait de RM	1.41	2.82
N°7 : RRM avec extrait de RM	0.71	1.43
Bi-couche avec couche de 1 cm de RRM	1.34	2.75
Bi-couche avec couche de 2 cm de RRM	1.27	2.68

a une résistance thermique de 1.27 m².K/W si le composite fait 10 cm d'épaisseur et de 2.68 m².K/W si le composite est de 20 cm.

Lorsque les composites font 10 cm d'épaisseur, le composite qui a la couche de résidus de rafles de maïs de 1 cm d'épaisseur a une résistance thermique qui est 5 % plus faible que celle obtenue par le composite fabriqué avec des chènevottes uniquement. Pour le composite bi-couche réalisé avec 2 cm de rafles de maïs, la diminution de résistance thermique par rapport au composite monocouche chanvre est de 10 %. La diminution de résistance thermique est divisée par deux lorsque les composites font 20 cm d'épaisseur.

L'ajout d'une couche de résidus de rafles de maïs de faible épaisseur à une couche de chènevottes permet de conserver une résistance thermique suffisamment élevée pour fabriquer un système d'isolation répartie.

5.8.2 Caractérisation hygrique

L'essai MBV a été réalisé sur la surface composée de résidus de rafles de maïs et d'extrait de rafles de maïs (côté intérieur du composite). Le Tableau 5.26 donne les valeurs MBV obtenues en absorption, en désorption ainsi qu'en moyenne.

TABLEAU 5.26 – Capacité Tampon Hygrique en absorption, en désorption et en moyenne des composites bi-couches comparés aux composites n°1 et 7 : valeur moyenne et écart-type (RM : Rafles de maïs et RRM : Résidus de rafles de maïs).

Composite	MBV_{ads} (g/(m ² .%HR))	MBV_{des} (g/(m ² .%HR))	MBV_{moy} (g/(m ² .%HR))
N°1 : Chènevottes avec extrait de RM	3.05 ± 0.11	3.19 ± 0.10	3.12 ± 0.09
N°7 : RRM avec extrait de RM	4.70 ± 0.07	4.88 ± 0.10	4.76 ± 0.08
Bi-couche avec couche de 1 cm de RRM	4.74 ± 0.11	5.06 ± 0.10	4.90 ± 0.11
Bi-couche avec couche de 2 cm de RRM	5.14 ± 0.08	5.56 ± 0.16	5.35 ± 0.11

Selon la classification Nordtest (RODE et al [2005]), les 2 composites bi-couches fabriqués sont d'excellents régulateurs hygriques ($MBV > 2$ g/(m².%HR)). Le composite ayant une couche de résidus de rafles de maïs d'un centimètre d'épaisseur a la valeur MBV la moins importante (4.90 g/(m².%HR)). L'autre composite qui a une couche résidus de rafles de maïs de 2 cm d'épaisseur, a une valeur MBV de 5.35 g/(m².%HR).

Ces deux valeurs MBV sont supérieures à celle obtenue par le composite n°7 (100 % de résidus de rafles de maïs) alors que cette dernière était attendue comme valeur limite. Cette différence peut-être due au changement de batch de rafles de maïs (récolte 2017 contre 2015 précédemment) entre les deux productions. Cela induit un changement de granulométrie du granulat qui peut se traduire par un changement de surface spécifique (et donc de capacité de sorption) ainsi qu'un changement de perméabilité. L'effet conjugué pouvant se traduire pour une augmentation de la

valeur MBV. De plus, un changement de la composition chimique des rafles de maïs entre les deux batches, est fort probable.

Il serait intéressant d'évaluer la constance de la valeur MBV et plus largement des propriétés multi-physiques des rafles de maïs voire de l'ensemble des agro-ressources.

D'autres tests de caractérisation hygrique sont donc nécessaires afin de déterminer le véritable impact de la diminution de l'épaisseur de la couche de résidus de rafles de maïs sur les performances hygriques finales du composite. Une étude complémentaire sur l'amélioration de la cohésion entre les 2 couches serait également intéressante.

Toutefois, la réalisation d'un composite bi-couches a bien l'avantage de permettre la fabrication d'un composite qui a une valeur MBV élevée (au minimum supérieure à $4 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$) tout en gardant une masse volumique apparente peu élevée et donc une résistance thermique intéressante pour la fabrication d'une solution d'isolation répartie.

5.9 Conclusion

Cette étude montre qu'il est possible de produire des composites entièrement biosourcés. En effet, l'utilisation de ces combinaisons de liants et de granulats est très intéressante du point de vue environnemental car l'agriculture locale est prioritaire. De plus, les co-produits agricoles sont utilisés dans la production de ces liants où aucun additif n'est utilisé hormis des solvants alcalins pour les extractions.

Les différents plans d'expériences réalisés ont permis de montrer que plusieurs paramètres ont un impact sur les performances mécaniques et hygrothermiques des composites produits (Figure 5.35).



FIGURE 5.35 – Synthèse des paramètres étudiés qui influent sur les propriétés hygrothermiques et mécaniques des composites développés.

Il s'agit de :

- **La nature du liant :** Selon la forme sous laquelle va se déposer le liant sur les granulats biosourcés, les pores des agro-ressources peuvent se boucher, ce qui conduit à diminuer la valeur MBV du composite. De plus, un dépôt sous forme de film épais va également augmenter la masse volumique des composites et donc pénaliser leur conductivité thermique. Parmi les liants testés, ceux qui présentent la meilleure compatibilité avec les agro-ressources sont les extraits végétaux à savoir l'extrait de rafles de maïs, l'extrait de fines de lin et la liqueur noire ;
- **La nature de l'agro-ressource :** Les granulats qui ont les masses volumiques apparentes les plus faibles, permettent d'obtenir les composites qui ont les conductivités thermiques les plus faibles mais aussi les valeurs MBV les plus faibles (qui restent tout de même supérieures à $2 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$). Quant aux granulats qui ont les masses volumiques apparentes les plus importantes, ils permettent d'obtenir les composites qui ont les meilleures valeurs MBV mais aussi les conductivités thermiques les plus élevées. De plus, le choix d'une agro-ressource

induit un empilement granulaire caractéristique qui conduit à des propriétés mécaniques et hygrothermiques spécifiques;

- **La granulométrie de l'agro-ressource :** Il est possible d'avoir une valeur MBV élevée sans pour autant avoir une conductivité thermique élevée, si la répartition granulométrique du granulat s'étend sur un spectre suffisamment large;
- **Traiter avec un solvant alcalin ou non l'agro-ressource :** Traiter les granulats avec une solution alcaline augmente la masse volumique des composites fabriqués et donc la conductivité thermique. En revanche, le traitement alcalin des agro-ressources améliore la valeur MBV des composites formulés puisqu'il entraîne l'élimination de composés chimiques et donc l'augmentation de la surface spécifique. De plus, le traitement alcalin permet de récupérer les solubles présents dans les agro-ressources afin de les réutiliser comme liant pour la fabrication des composites;
- **La pression de compactage lors de la fabrication des composites :** La pression de compactage a une incidence directe sur la masse volumique des composites. Ceci conduit à une variation de la conductivité thermique. Celle-ci augmente linéairement avec la masse volumique apparente du composite. La masse volumique influe sur la valeur du MBV lorsqu'elle est inférieure à 200 kg/m³ dans le cas de composites chanvre-liqueur noire. En effet, la valeur MBV optimum est atteinte pour une masse volumique de 170 kg/m³.

La Figure 5.36 donne la capacité hygrique tampon des composites testés en fonction de leur conductivité thermique.

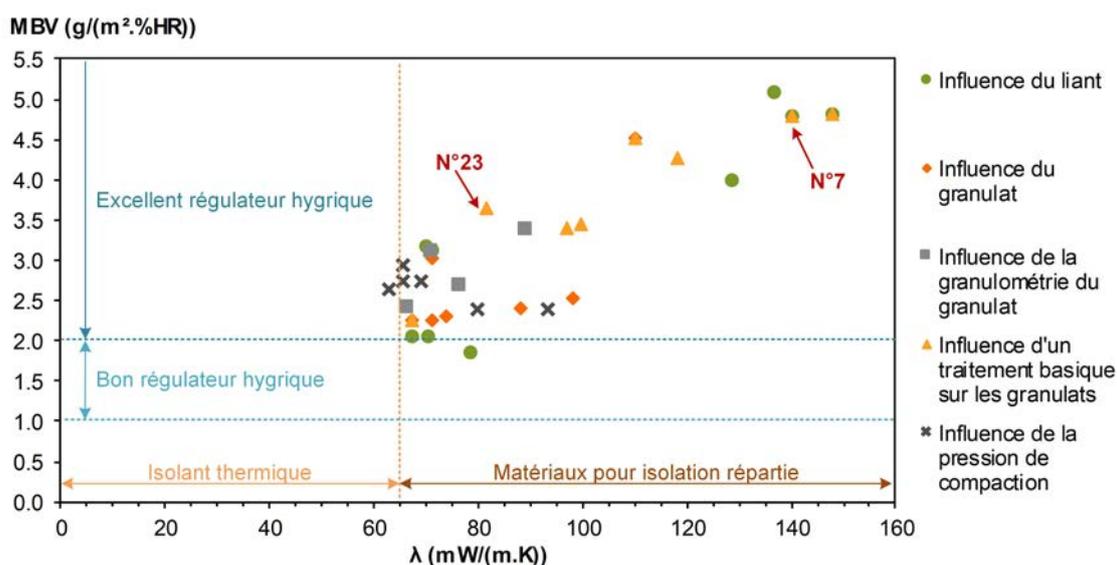


FIGURE 5.36 – Capacité tampon hygrique ($\text{g}/(\text{m}^2.\% \text{HR})$) des composites développés versus leur conductivité thermique.

Selon la classification Nordtest (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques ($\text{MBV} > 2 \text{ g}/(\text{m}^2.\% \text{HR})$) excepté celui qui est composé de chènevottes et de PLA. Les composites à base de résidus de rafles de maïs possèdent les meilleures performances hygriques. Par contre, tous les composites testés ont une conductivité thermique supérieure à 65 mW/(m.K) excepté le composite n°32 qui possède une conductivité thermique de 62.8 mW/(m.K). Il est donc le seul à pouvoir être considéré comme un isolant thermique du bâtiment d'après la norme NF P75-101 (AFNOR [1983]). Toutefois, les investigations mériteraient d'être poursuivies pour atteindre des masses volumiques encore plus faibles. Les autres composites peuvent être utilisés dans un système d'isolation répartie.

La fabrication d'un composite bi-couche avec une couche de résidus de rafles de maïs (composite

n°7) de faible épaisseur ainsi qu'une couche plus épaisse d'une agro-ressource ayant une masse volumique apparente plus faible telle que des chènevottes par exemple, permet de conserver une résistance thermique suffisamment élevée ainsi qu'une valeur MBV élevée (au minimum supérieure à $4 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$).

De plus, le composite fabriqué avec des pailles de colza traitées avec une solution de soude à 2.5 % et recollées avec elles-mêmes (n°23) peut se révéler être intéressant pour ce genre d'emploi. Le traitement alcalin a permis de nettement améliorer la valeur MBV du composite (+ 60 % par rapport à un composite produit avec des pailles de colza non traitées soit une valeur MBV de $3.64 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \% \text{HR})$) tout en gardant une masse volumique apparente raisonnable ($222.1 \text{ kg}/\text{m}^3$ au point sec) afin de conserver une faible conductivité thermique ($81.5 \text{ mW}/(\text{m} \cdot \text{K})$ au point sec).

Ces deux composites (bi-couche et n°23) possèdent une résistance thermique correcte ainsi qu'une excellente aptitude à réguler l'humidité de l'air environnant. Ils ont également pour avantage d'utiliser les solubles compris dans les agro-ressources pour liant. Il est donc nécessaire d'évaluer la durabilité de tels composites en testant leur résistance à l'immersion accidentelle et à l'humidité ainsi que leur réaction au feu.

Bibliographie

- AFNOR. 1983, «NF P75-101 - Isolants thermiques destinés au bâtiment - Définition», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-p75-101/isolants-thermiques-de-stines-au-batiment-definition/article/692898/fa018774>. 159, 169
- BALČIŪNAS, G., J. ŽVIRONAITĖ, S. VĖJELIS, A. JAGNIATINSKIS et S. GAIDUČIS. 2016, «Ecological, thermal and acoustical insulating composite from hemp shives and spropel binder», *Industrial Crops and Products*, vol. 91, p. 286–294, ISSN 0926-6690. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926669016304320>. 158, 159, 162, 163, 164
- BOURDOT, A., T. MOUSSA, A. GACOIN, C. MAALOUF, P. VAZQUEZ, C. THOMACHOT-SCHNEIDER, C. BLIARD, A. MERABTINE, M. LACHI, O. DOUZANE, H. KARAKY et G. POLIDORI. 2017, «Characterization of a hemp-based agro-material : Influence of starch ratio and hemp shive size on physical, mechanical, and hygrothermal properties», *Energy and Buildings*, vol. 153, p. 501–512, ISSN 0378-7788. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378778817312446>. 162, 163
- EHRNROOTH, E. M. L. 1984, «Change in pulp fibre density with acid-chlorite delignification», *Journal of Wood Chemistry and Technology*, vol. 4, n° 1, p. 91–109, ISSN 0277-3813. URL <https://doi.org/10.1080/02773818408062285>. 152
- EL HAJJ, N., R. M. DHEILLY, A. GOULLIEUX, Z. ABOURA, M. L. BENZEGGAGH et M. QUÉNEUDEC. 2012, «Innovant agromaterials formulated with flax shaves and proteinic binder : Process and characterization», *Composites Part B : Engineering*, vol. 43, n° 2, p. 381–390, ISSN 1359-8368. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135983681100240X>. 132, 162, 163, 164
- GLASSCO, R. B. et R. L. NOBLE. 1987, «Modular building construction and method of building assembly», URL <http://www.google.fr/patents/W01987003031A1>. 163
- ISOBIO. 2015, «ISOBIO - Naturally High Performance Insulation», URL <http://isobioproject.com/>. 163
- KAICHANG, L. 2010, «Soy adhesives and composites made from the adhesives», URL <http://www.google.com/patents/EP2619277A1>. 163
- LATIF, E., S. TUCKER, M. A. CIUPALA, D. C. WIJESEKERA et D. NEWPORT. 2014, «Hygric properties of hemp bio-insulations with differing compositions», *Construction and Building Materials*, vol. 66, p. 702–711, ISSN 0950-0618. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061814006369>. 161, 162
- LIU, L., H. LI, A. LAZZARETTO, G. MANENTE, C. TONG, Q. LIU et N. LI. 2017, «The development history and prospects of biomass-based insulation materials for buildings», *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 69, p. 912–932, ISSN 1364-0321. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032116308887>. 127
- MAALOUF, C., B. S. UMURIGIRWA, N. VIENS, M. LACHI et T. H. MAI. 2014, «Study of the hygric behaviour and moisture buffering performance of a hemp–starch composite panel for buildings», *BioResources*, vol. 10, n° 1, p. 336–347, ISSN 1930-2126. URL http://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_10_1_336_Maalouf_Hygric_Behaviour_Moisture_Buffering. 156, 162, 163
- MOSIER, N., C. WYMAN, B. DALE, R. ELANDER, Y. Y. LEE, M. HOLTZAPPLE et M. LADISCH. 2005, «Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass», *Bioresour*

- Technology*, vol. 96, n° 6, p. 673–686, ISSN 0960-8524. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852404002536>. 132
- NGUYEN, D. M., A.-C. GRILLET, T. M. H. DIEP, C. N. HA THUC et M. WOLOSZYN. 2017, «Hygrothermal properties of bio-insulation building materials based on bamboo fibers and bio-glues», *Construction and Building Materials*, vol. 155, p. 852–866, ISSN 0950-0618. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061817316665>. 162, 163, 164
- RATIARISOA, R. V., C. MAGNIONT, S. GINESTET, C. OMS et G. ESCADEILLAS. 2016, «Assessment of distilled lavender stalks as bioaggregate for building materials : Hygrothermal properties, mechanical performance and chemical interactions with mineral pozzolanic binder», *Construction and Building Materials*, vol. 124, p. 801–815, ISSN 0950-0618. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061816312739>. 153, 155, 156, 162, 163, 164
- RODE, C., R. PEUHKURI, L. H. MORTENSEN, K. K. HANSEN, B. TIME, G. ARILD, T. OJANEN, J. AHONEN, K. SVENNBERG, L.-E. HARDERUP et J. ARFVIDSSON. 2005, «Moisture buffering of building materials», rapport, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering. URL http://orbit.dtu.dk/fedora/objects/orbit:75984/datastreams/file_2415500/content. 138, 145, 150, 156, 159, 167, 169
- TIAN, S.-Q., R.-Y. ZHAO et Z.-C. CHEN. 2018, «Review of the pretreatment and bioconversion of lignocellulosic biomass from wheat straw materials», *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 91, p. 483–489, ISSN 1364-0321. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S136403211830203X>. 132
- VIEL, M., F. COLLET et C. LANOS. 2018, «Chemical and multi-physical characterization of agro-resources' by-product as a possible raw building material», *Industrial Crops and Products*, vol. 120, p. 214–237, ISSN 0926-6690. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669018303364>. 135, 144, 149, 155
- YOUSSEFIAN, S. et N. RAHBAR. 2015, «Molecular Origin of Strength and Stiffness in Bamboo Fibrils», *Scientific Reports*, vol. 5, p. 11 116, ISSN 2045-2322. URL <https://www.nature.com/articles/srep11116>. 152

Chapitre 6

Durabilité des composites

Sommaire

6.1	Résistance à l'immersion	174
6.2	Résistance à l'humidité	175
6.2.1	Formulation des composites	176
6.2.2	Visualisations macroscopiques	178
6.2.3	Suivi de masse	178
6.2.4	Analyse d'image	181
6.2.5	Visualisations microscopiques	184
6.2.6	Synthèse	187
6.3	Réaction au feu	188
6.3.1	Temps d'ignition	188
6.3.2	Perte de masse	188
6.3.3	Synthèse	190
6.4	Conclusion	190
	Bibliographie	192

Avant de mettre sur le marché des matériaux de construction bio-sourcés, leur résistance suite à une immersion accidentelle, face au développement fongique ainsi que face à l'exposition au feu doit être éprouvée. Ces trois aspects, en particulier, expliquent actuellement la faible utilisation des compositions bio-sourcés dans le secteur de la construction. Il est donc important de rassurer les consommateurs (professionnels et particuliers) ainsi que les industriels du secteur quant aux performances de durabilité de ces nouveaux matériaux.

Dans cette partie, seulement les deux composites sélectionnés dans le chapitre précédent sont testés :

- **C1** : Paille de colza traitée avec une solution de soude à 2.5 % (composite n°23 dans le chapitre 5);
- **C2** : Rafles de maïs traitées avec une solution de silicate de sodium à 5 % et collées avec des extraits de rafles de maïs (composite n°7 dans le chapitre 5).

6.1 Résistance à l'immersion

Un test d'immersion accidentelle dans l'eau est réalisé sur les composites. Ce test permet de simuler une fuite ou une infiltration d'eau au sein de l'enveloppe du bâtiment et ainsi, d'évaluer la résistance des matériaux développés face à ce genre de problème. La Figure 6.1 montre les échantillons C1 et C2 avant, pendant et après le test d'immersion accidentelle.



FIGURE 6.1 – Photographies des échantillons C1 et C2 avant, pendant et après le test d'immersion accidentelle (5 minutes dans l'eau).

Lors de l'immersion de la formulation C1, l'eau se colore légèrement. L'échantillon ressort de l'eau intact. Après le test d'immersion, les échantillons C1 sont séchés puis les nouvelles masses volumiques apparentes et conductivités thermiques sont mesurées et comparées aux valeurs initiales (Tableau 6.1).

TABEAU 6.1 – Masse volumique apparente et conductivité thermique de l'échantillon C1 avant et après le test d'immersion accidentelle.

Échantillon	$\rho_{23^{\circ}\text{C-sec}}$ (kg/m ³)	$\lambda_{23^{\circ}\text{C-sec}}$ (mW/(m.K))
C1 avant immersion	240.9 ± 20.2	97.9 ± 2.2
C1 après immersion	238.0 ± 7.7	87.7 ± 2.0

La masse volumique de l'échantillon reste quasiment inchangée. En revanche, la conductivité thermique de l'échantillon a diminué de 10 % suite à l'essai d'immersion. Cette diminution est peut-être induite par l'élimination de composés solubles présents à la surface des résidus de paille de colza (coloration de l'eau) lors du test d'immersion. De plus, le léger gonflement des résidus de paille de colza causé par le test d'immersion accidentelle a probablement modifié la porosité inter et intra-particulaire ainsi que l'arrangement particulaire (orientation des résidus de paille de colza). Pour vérifier ces hypothèses, il faudrait déterminer la masse volumique du squelette ainsi que vérifier la répartition de la porosité en utilisant la théorie de Brunauer, Emmett et Teller (BET - [SUN et al \[2016\]](#)) par exemple. L'immersion accidentelle du composite C1 permet donc d'améliorer ses propriétés thermiques. Inversement, il est probable que les propriétés mécaniques du composites se soient dégradées même si le matériau ne présente pas de dégradations apparentes. Des tests supplémentaires sont donc nécessaires pour vérifier cette hypothèse.

Quant à l'immersion de la formulation C2, les échantillons conservent leur forme bien que l'eau se colore fortement. Par contre lorsque les échantillons sont retirés de l'eau, ils se désagrègent complètement. La formulation C2 n'est donc pas résistante à l'eau. En effet, les extraits de rafles de maïs qui servent de liant sont solubles dans l'eau. Pour améliorer leur résistance à l'eau, quelques modifications chimiques doivent être apportées afin de rendre les chaînes polymères hydrophobes, en ajoutant un agent de réticulation par exemple. Une telle approche a été mise en œuvre dans le cadre du projet ISOBIO par le partenaire industriel : CAVAC Biomatériaux.

6.2 Résistance à l'humidité

Cette section est consacrée à l'étude de la résistance fongique des composites. Les matériaux biosourcés sont en effet très sensibles à la croissance des moisissures en raison de leur composition chimique : cellulose, hémicellulose, pectine, lignine et protéines.

Les moisissures sont produites par une grande variété de micro-organismes, principalement des champignons microscopiques et des levures. Ceux-ci jouent un rôle important dans la décomposition des matières végétales. Ces micro-organismes se développent et se reproduisent très rapidement, répandant spores et mycélium.

Ces micro-organismes peuvent déjà être présents à l'intérieur des matériaux de construction (murs, cloisons, plafonds) ou peuvent être introduits directement dans les maisons par la ventilation. Leur croissance est liée à différents facteurs, tels que : les inondations, les fuites d'eau (toiture ou tuyauterie), les espaces mal ventilés (dans la cuisine, dans la salle de bains) et les joints d'étanchéité des bâtiments ([NEVALAINEN et SEURI \[2005\]](#); [NIELSEN et al \[2004\]](#)). Dans tous les cas, les moisissures se développent lorsque les matériaux contiennent de l'eau libre. Pour le bois, la teneur en eau au point de saturation des fibres varie de 20 à 30 %. L'apparition des moisissures induit une perte de masse comprise entre 5 et 10 % et les propriétés mécaniques diminuent entre 20 et 80 % selon le type de matériau ([ANAGNOST \[2011\]](#)). Les moisissures puisent l'eau, les substances nutritives et les minéraux nécessaires à leur croissance dans le milieu environnant et les matériaux ([HOANG et al \[2010\]](#); [MURTONIEMI et al \[2003\]](#); [NIELSEN et al \[2004\]](#); [PASANEN et al \[2001\]](#); [YANG et CLAUSEN \[2007\]](#)).

Bien que des moisissures soient présentes dans l'atmosphère, des concentrations élevées peuvent avoir des effets néfastes sur la santé. En effet, de nombreux composants fongiques sont nocifs pour les personnes exposées. Des fragments de mycélium peuvent être présents dans l'air ambiant et pourraient être inhalés. Leurs parois contiennent des glucanes (sucre complexe) aux propriétés inflammatoires. Les spores peuvent aussi causer des réactions allergiques comme la rhinite allergique ou l'aggravation des symptômes d'asthme. De plus, les moisissures libèrent des toxines dont la toxicité peut persister après que les moisissures aient cessé de croître. Le seuil de sensibilité

varie d'un individu à l'autre, et selon le type de moisissure chaque personne est potentiellement concernée. Les nourrissons, les enfants, les personnes âgées, les femmes enceintes et les personnes souffrant de maladies respiratoires, d'allergies, d'asthme et d'affaiblissement du système immunitaire sont généralement plus sensibles à l'exposition aux moisissures. De même, la gravité n'est pas nécessairement proportionnelle à l'ampleur de l'exposition. La prévention et l'élimination des moisissures dans les logements neufs et existants n'est donc pas seulement une question esthétique, mais aussi une question de santé publique et d'hygiène (EZEONU et al [1994]; KLAMER et al [2004]; MURTONIEMI et al [2003]; NEVALAINEN et SEURI [2005]).

Il est donc nécessaire de classer les matériaux en fonction de leur résistance fongique afin de les utiliser de manière appropriée. Pour qualifier la durabilité des matériaux, il existe différentes méthodes et normes telles que : la méthode de Johansson (JOHANSSON et al [2012]), la norme AWPA E24-06 (AWPA [2006]), la norme ASTM 2012 (ASTM [2012]) ou encore la norme BSI EN ISO 846-1997 (BSI [1997]), évaluant la résistance fongique des échantillons après inoculation des moisissures. Pour chacune de ces méthodes, l'intensité de la croissance des moisissures sur la surface de l'échantillon est évaluée visuellement à l'aide d'une échelle de notation pendant la période d'essai. Il s'agit donc d'un type d'évaluation quelque peu subjectif.

Le but de cette section est donc de développer une méthode pour qualifier les composites bio-sourcés en ce qui concerne leur résistance au développement de moisissures.

6.2.1 Formulation des composites

De nombreuses formulations ont été étudiées dans le cadre du projet ISOBIO (ISOBIO [2015]) et seulement les formulations les plus performantes au regard du critère de la conductivité thermique sont sélectionnées pour subir un test de vieillissement accéléré. Plusieurs axes de recherche ont été étudiés dans le but de produire, à partir des granulats bio-sourcés et d'un liant vert, un panneau isolant rigide. Les principaux axes de recherche sont les suivants :

- Utiliser les propriétés adhésives des granulats après traitement ;
- Utiliser des réticulants dans les liants pour améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à l'eau des composites ;
- Utiliser un traitement sol-gel pour améliorer la résistance à l'eau des composites.

Deux formulations développées au cours de cette thèse ont été retenues : les composites C1 et C2. Les autres formulations sélectionnées ont été développées par des partenaires du projet notamment la CAVAC, le fournisseur des granulats utilisés dans le projet, ainsi que l'Université de Bath. Cela permet de comparer la sensibilité des composites développés, face au développement fongique lors d'une exposition à de fortes humidités, en fonction de l'axe de recherche étudié. Cet essai a été réalisé au sein de l'Université de Rennes. L'ensemble des formulations testées est résumé dans le Tableau 6.2.

Les composites C3 sont constitués de chènevottes mélangées à un liant formulé à l'aide d'un dérivé d'amidon et d'un agent réticulant. L'amidon et ses dérivés ont de bonnes propriétés adhésives sur les substrats lignocellulosiques. Cependant, les liaisons chimiques à faible énergie (liaisons Van der Waals et liaisons hydrogène), qui assurent la cohésion de l'amidon, peuvent être facilement hydrolysés par l'eau. Cela entraîne une mauvaise résistance à l'eau du composite. C'est pourquoi un agent de réticulation est ajouté pour créer, après une activation thermique, des liaisons covalentes entre les chaînes macromoléculaires d'amidon et ainsi former un réseau tridimensionnel afin d'améliorer la résistance mécanique et la résistance à l'eau du composite. Les composites C4 sont fabriqués en utilisant la même formulation que les composites C3, mais 2% de paraffine est ajoutée afin d'améliorer sa résistance à l'eau.

TABLEAU 6.2 – Composition des échantillons (UR1 : Université de Rennes et UoB : Université de Bath).

N°	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Partenaire	UR1	UR1	CAVAC	CAVAC	UoB	UoB
Granulats	100% Paille de colza	85% Rafles de maïs	90% Chênevottes	90% Chênevottes	100% Chênevottes	90% Chênevottes
Traitement	NaOH 2.5%	Na ₂ SiO ₃	Sans	Sans	Sol-gel	Sol-gel
Liant	Sans	15% Extrait de rafles de maïs	8% Dérivé d'amidon 2% Réticulant	8% Dérivé d'amidon 2% Réticulant	Sans	8% Dérivé d'amidon 2% Réticulant
Additif	Sans	Sans	Sans	2% Paraffine	Sans	Sans
Solvant	Sans	Eau (33% de la masse sèche)	Eau (33% de la masse sèche)	Eau (33% de la masse sèche)	Sans	Eau (33% de la masse sèche)

Les composites C5 sont fabriqués à partir de chènevottes enduites d'un traitement sol-gel qui doit améliorer leur imperméabilité à l'eau. Pour la préparation du sol-gel, 1 M de TEOS a été ajouté à un mélange de 4 M d'eau distillée, 4 M d'éthanol absolu et 0,005 M d'acide nitrique. 0,015 M de HDTMS a été ajouté au mélange ci-dessus pour jouer le rôle d'agent hydrophobe. La solution a ensuite été vigoureusement agitée à 40°C et à pression atmosphérique pendant près de 2 heures. Puis les solutions sont stabilisées pendant 96 heures dans un récipient fermé à température ambiante avant d'être mélangés avec les chènevottes afin de les enrober. Dans le cas des composites C5, ce revêtement sol-gel sert également de liant. Quant aux composites C6, ils sont constitués des mêmes granulats enrobés que les composites C5 et du même liant que les composites C3. Par rapport aux composites C5, l'ajout du liant améliore les propriétés mécaniques.

Les composites C1, C2, C3, C4 et C6 sont fabriqués selon le protocole décrit dans le chapitre précédent (section 5.1.1, page 127). Quant à la formulation C5, les chènevottes (75% en volume) et la solution liante (25% en volume), ont été mélangées manuellement pour obtenir un mélange uniforme. Puis le mélange est placé dans un moule et laissé au four à 80°C toute la nuit. Les échantillons de dimensions 100 x 100 x 50 mm³ ont été démoulés et conditionnés dans une salle de stockage à 19°C et 50 %HR.

Le Tableau 6.3 donne la masse volumique apparente des composites ainsi que leur pH de surface. Les composites à base de chènevottes ont des masses volumiques apparentes très proches allant de 173 à 203 kg/m³. Les composites à base de paille de colza (C1) ont une masse volumique apparente plus élevée (288 kg/m³) en raison de la masse volumique beaucoup plus élevée du granulat après le traitement alcalin, ce qui réduit la porosité intra et inter-particulaire. Les composites à base de rafles de maïs traités (C2) ont la masse volumique apparente la plus importante (460 kg/m³) due au granulat qui a une masse volumique apparente plus importante que les autres granulats. Les composites C1 et C2 ont le pH de surface le plus élevé (10) en raison du traitement alcalin réalisé sur les granulats. Les composites collés avec le liant à base d'amidon et le réticulant (C3, C4 et C6) ont un pH de surface acide de 6, les composites collés au sol-gel (C5) ont le pH le plus bas (4).

TABLEAU 6.3 – Masse volumique apparente et pH de surface des composites.

N°	C1	C2	C3	C4	C5	C6
ρ_{23°C-50%HR} (kg/m ³)	287.66 ± 9.49	460.28 ± 8.92	181.02 ± 2.82	184.21 ± 1.51	173.92 ± 6.11	203.10 ± 4.20
CoV	3.30%	1.94%	1.56%	0.82%	3.51%	2.07%
pH	10	10	6	6	4	6

6.2.2 Visualisations macroscopiques

Les Figures 6.3 et 6.4 montrent les photographies des échantillons C1 à C6 à différents moments lors de la période d'essai. L'inspection visuelle montre qu'au cours de cet essai, les composites C1 et C2 ne présentent aucun développement fongique. Les autres composites montrent une croissance des moisissures, plus ou moins rapide. Les surfaces des composites C3, C4 et C5 ne sont pas fortement contaminées contrairement au composite C6 qui a la surface la plus contaminée. Les premiers champignons apparaissent principalement entre les chènevottes sur les composites C3, C4, C5 et C6 entre le quatrième et le septième jour. Les multiples couleurs des moisissures (gris, blanc et jaune) suggèrent qu'au moins deux types de moisissures ont contaminé les surfaces des composites.

La Figure 6.2 donne les notes moyennes de l'évaluation visuelle données par huit personnes à l'aide de l'échelle de notation de la norme BSI EN ISO 846 - 1997 (BSI [1997]) à la fin de l'essai. Le composite C1 n'a pas de champignons visibles. Le composite C4 a moins de 25 % de sa surface contaminée. Les composites C3 et C5 ont entre 25 et 50 % de leur surface contaminée, le composite C5 étant probablement le plus contaminé des deux. Enfin, le composite C6 a plus de 75 % de sa surface contaminée.

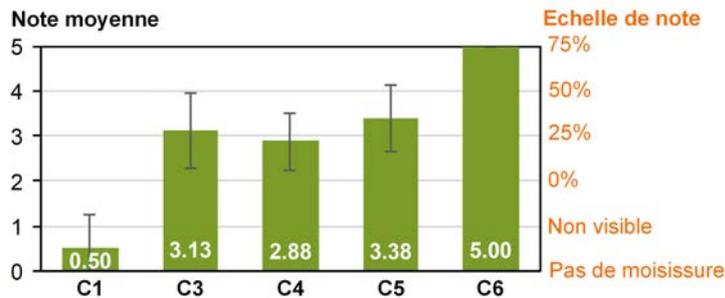


FIGURE 6.2 – Notes moyennes de la surface contaminée des composites par les moisissures obtenues avec l'échelle de notation de la norme BSI EN ISO 846 - 1997 (BSI [1997]) après 12 semaines à 30°C et 90 %HR.

6.2.3 Suivi de masse

La Figure 6.6 donne la variation de masse à 30°C et 90 %HR par rapport au point d'équilibre (23°C; 50 %HR), en fonction de la surface d'échange (comprenant les surfaces supérieures et latérales des échantillons). Au cours de la première semaine d'exposition, tous les échantillons présentent une augmentation de masse due à l'adsorption de la vapeur d'eau, ce qui donne une teneur en eau d'environ 20 % dans les échantillons. A partir du huitième jour, la masse du composite C6 diminue légèrement. A partir du neuvième jour, les composites C3, C4 et C5 diminuent légèrement en masse. La perte de masse est liée au développement des moisissures. Le composite C6 présente la perte de masse la plus élevée et le composite C4, la perte de masse la plus faible. Quant aux deux autres composites (C1 et C2), ils ne présentent pas de perte de masse au cours de l'essai. En effet, à partir du dix-huitième jour, la formulation C1 se stabilise à une teneur en eau d'environ 54 % jusqu'à la fin de l'essai. La formulation C2 augmente en masse jusqu'au cinquante-sixième jour, avant de se stabiliser à une teneur en eau d'environ 48 %.

La Figure 6.6 et le Tableau 6.4 (relative à la masse maximale de l'échantillon notée autour de 7 jours) donnent la perte de masse pour les composites C3, C4, C5 et C6 pendant l'essai. La perte de masse augmente linéairement avec le temps pour les quatre formulations après la première semaine. Cette semaine correspond certainement au temps nécessaire pour atteindre une teneur en eau suffisante dans les échantillons afin de déclencher la croissance des moisissures. Les coefficients de corrélation des courbes d'ajustement sont bons car ils sont supérieurs à 0.93. Le composite C6 présente la perte de masse la plus élevée et le composite C4, la perte de masse la plus faible.

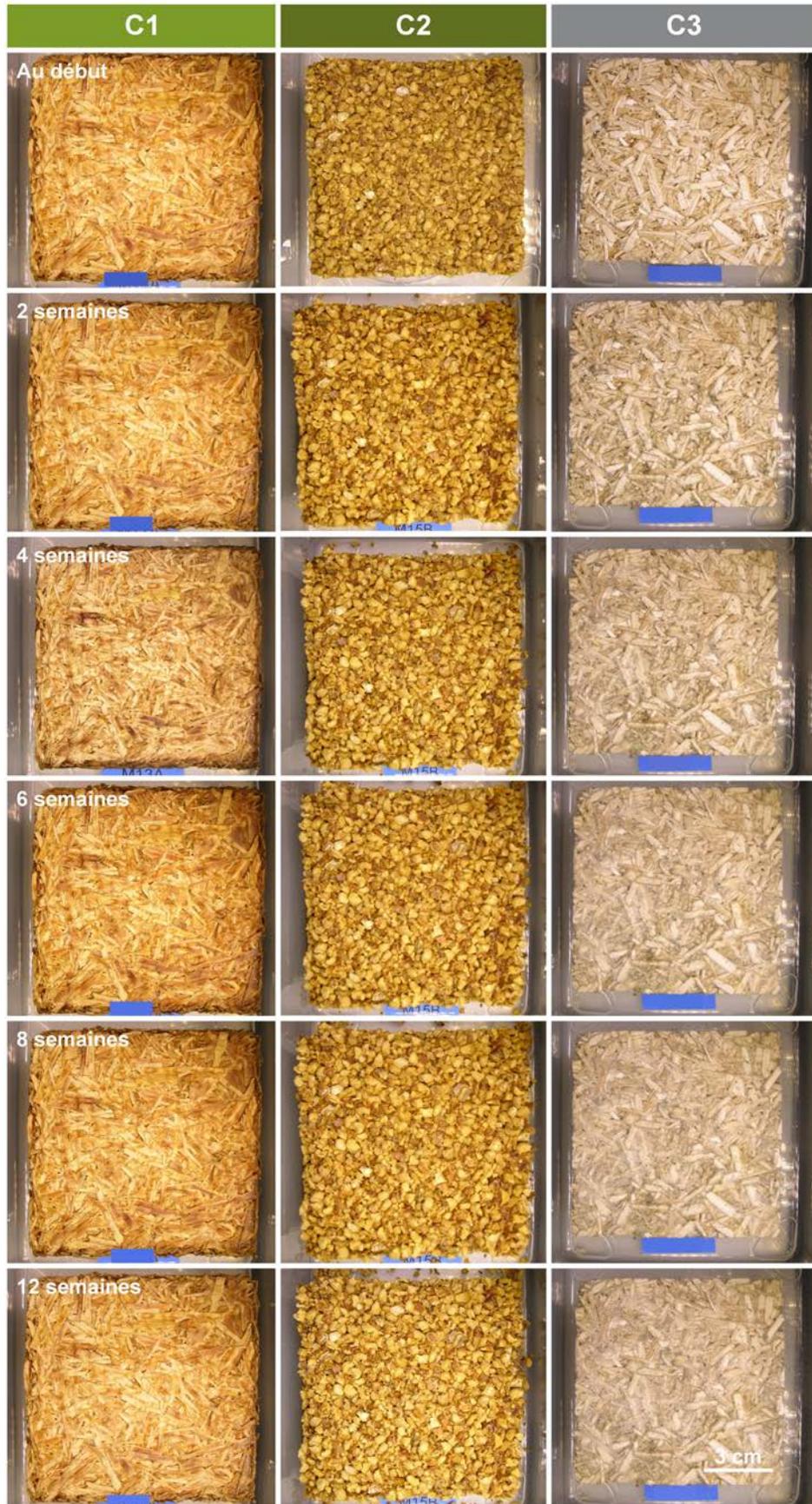


FIGURE 6.3 – Photographies des échantillons C1, C2 et C3 aux semaines 0, 2, 4, 6, 6, 8 et 12 du test de vieillissement.

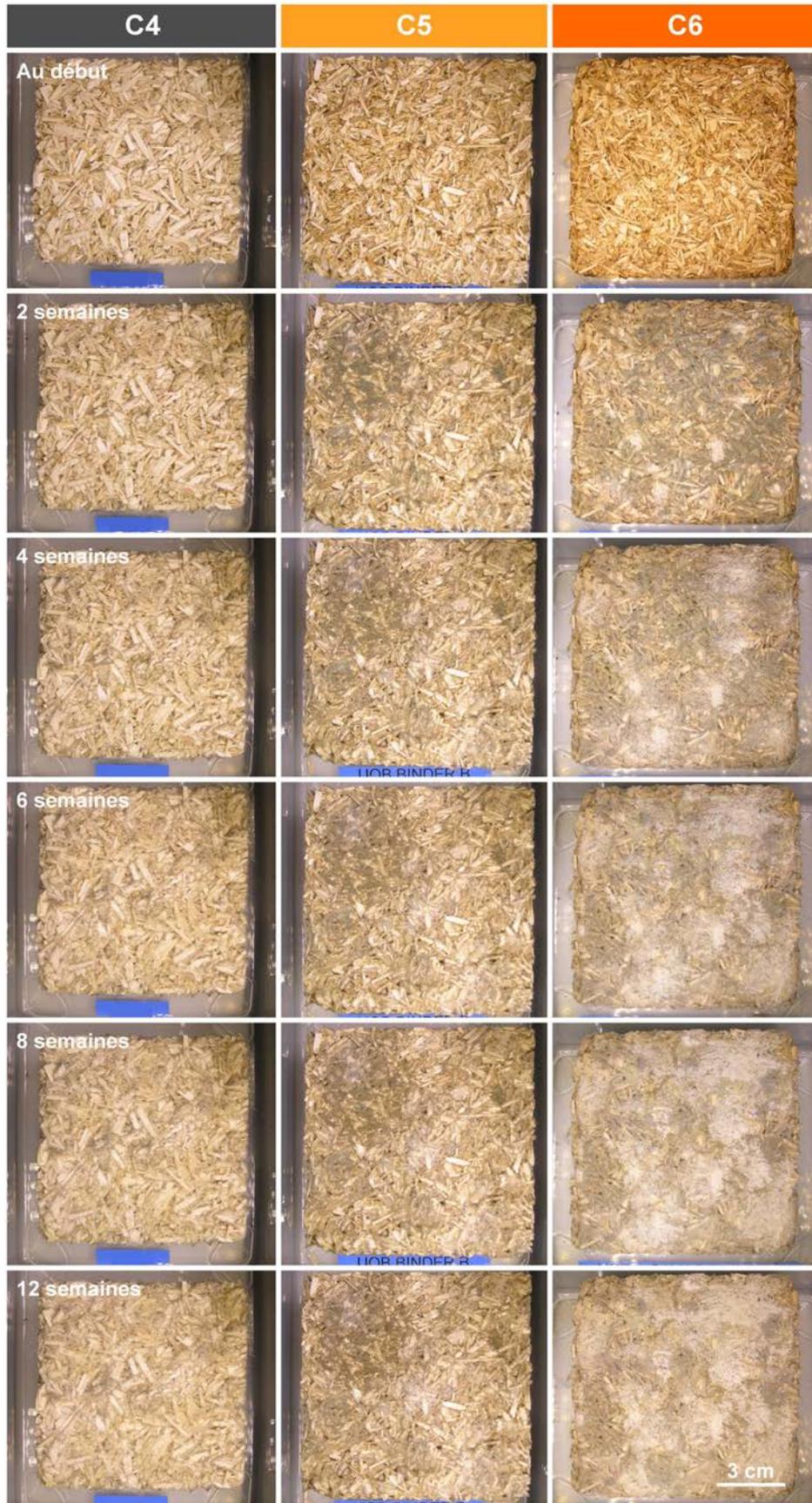


FIGURE 6.4 – Photographies des échantillons C4, C5 et C6 aux semaines 0, 2, 4, 6, 6, 8 et 12 du test de vieillissement.

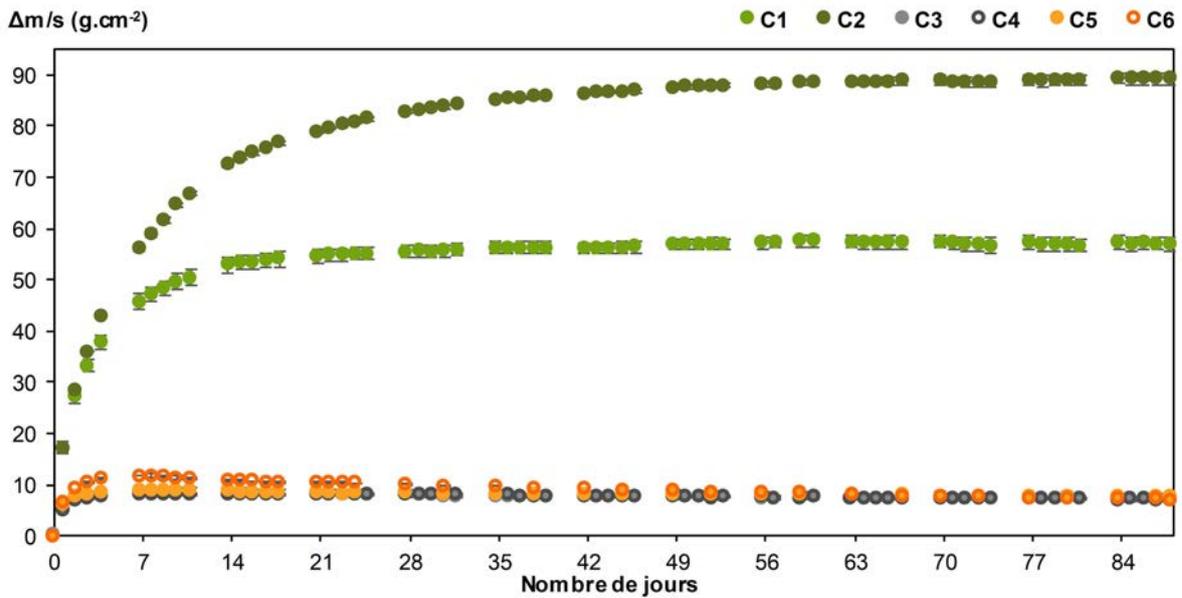


FIGURE 6.5 – Variation de la masse (à 30°C; 90 %HR) par rapport à l'état d'équilibre à (23°C; 50 %HR) des échantillons en fonction de la surface d'échange.

Ceci est probablement dû à l'ajout de paraffine, ce qui permet d'augmenter l'hydrophobie des chènevottes. De plus, la quantité d'eau adsorbée par le composite C4 est inférieure à celle des autres composites. Les composites C3 et C5 ont une perte de masse presque similaire. Ainsi le revêtement sol-gel n'a pas d'impact sur la cinétique d'absorption de la vapeur d'eau. A la fin de l'essai, ces trois formulations ont une perte de masse d'environ 1.15 % alors que le composite C6 a la perte de masse la plus élevée (4.28 %).

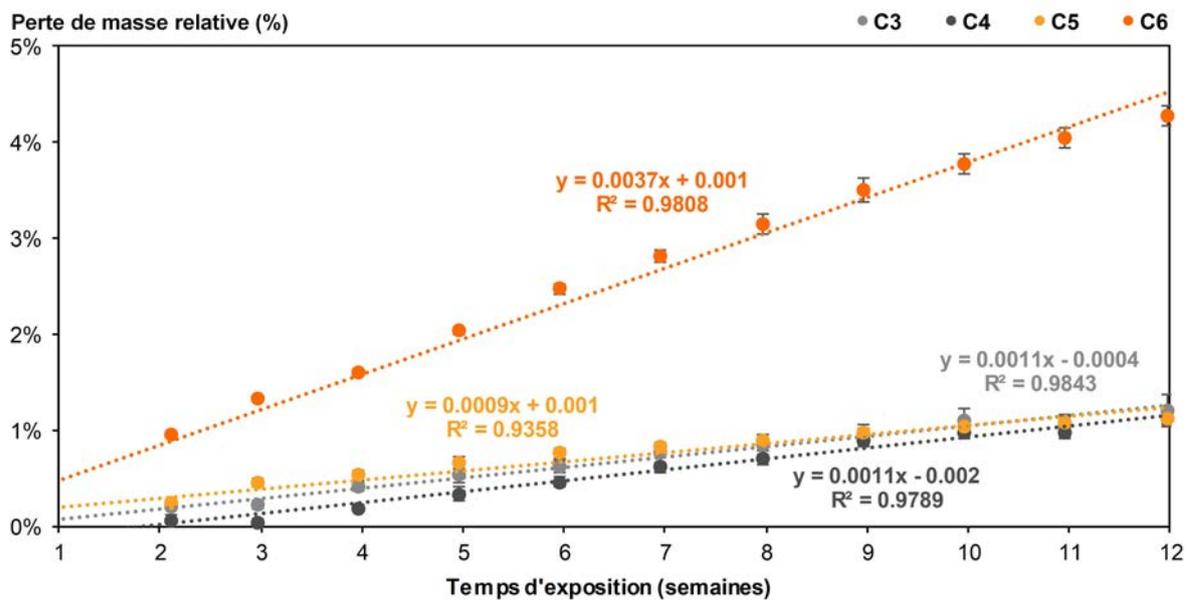


FIGURE 6.6 – Perte de masse des composites testés lors de l'essai de vieillissement.

6.2.4 Analyse d'image

La Figure 6.7 montre les photographies prises à la fin de l'essai qui sont utilisées pour obtenir le pourcentage de surface contaminée par les moisissures.

TABLEAU 6.4 – Perte de masse (PM, %) pour les composites testés en fonction du temps d'exposition (semaines).

Temps (semaines)	PM C3	PM C4	PM C5	PM C6
0.96	0.00 ± 0.00%	0.00 ± 0.00%	0.00 ± 0.00%	0.00 ± 0.00%
2.11	0.21 ± 0.02%	0.06 ± 0.06%	0.23 ± 0.02%	0.94 ± 0.01%
2.96	0.23 ± 0.04%	0.03 ± 0.04%	0.45 ± 0.04%	1.33 ± 0.00%
3.96	0.42 ± 0.05%	0.19 ± 0.04%	0.53 ± 0.05%	1.61 ± 0.02%
4.96	0.53 ± 0.07%	0.33 ± 0.07%	0.66 ± 0.06%	2.03 ± 0.03%
5.96	0.62 ± 0.07%	0.46 ± 0.05%	0.76 ± 0.06%	2.47 ± 0.05%
6.96	0.76 ± 0.10%	0.62 ± 0.05%	0.82 ± 0.06%	2.81 ± 0.07%
7.96	0.85 ± 0.10%	0.71 ± 0.08%	0.89 ± 0.06%	3.15 ± 0.10%
8.96	0.95 ± 0.10%	0.90 ± 0.08%	0.97 ± 0.05%	3.50 ± 0.12%
9.96	1.10 ± 0.13%	0.97 ± 0.06%	1.04 ± 0.07%	3.78 ± 0.11%
10.96	1.05 ± 0.11%	0.98 ± 0.07%	1.08 ± 0.07%	4.04 ± 0.10%
11.96	1.21 ± 0.16%	1.13 ± 0.06%	1.12 ± 0.08%	4.28 ± 0.10%

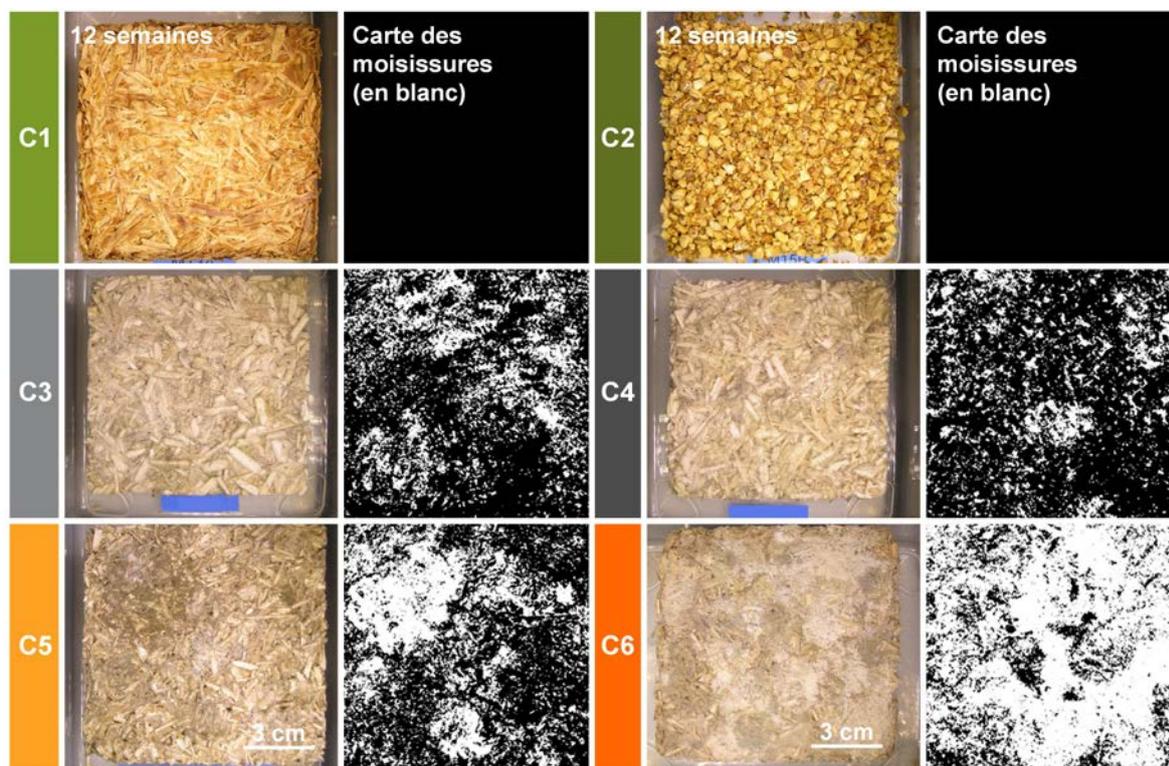


FIGURE 6.7 – Photographies avant et après le traitement DIC après douze semaines de test.

L'analyse d'image conduit à l'estimation du pourcentage de surface contaminée par la croissance fongique pendant la période d'essai à 30°C et 90 %HR (Figure 6.8). Différentes cinétiques de croissance des moisissures entre les formulations sont observées. Dans l'ensemble, les composites C6 ont une croissance fongique plus importante. Les résultats sont caractérisés par un écart-type plus élevé entre les trois échantillons. Les composites C4 ont la cinétique de croissance la plus lente au cours de la période d'essai de douze semaines. Pour tous les échantillons, une augmentation substantielle de la croissance fongique est observée au cours de la deuxième semaine. Cela correspond à la phase exponentielle de la croissance fongique. Pendant cette période, les nutriments sont en excès. Ainsi, la première semaine correspond au temps requis pour que les conditions de croissance deviennent favorables. La teneur en eau des échantillons est d'environ 10 % au début de l'essai. Une semaine est nécessaire pour doubler cette valeur. Cette phase est appelée phase de latence. Au cours de la troisième semaine, l'intensité de la croissance diminue. Cette phase correspond à la phase de ralentissement. Celle-ci est due à l'épuisement du milieu de culture (surface des composites) et à l'accumulation de déchets. Cette phase dure deux semaines dans le cas du composite C6. Après la phase de ralentissement, le pourcentage de surface contaminée atteint un plateau jusqu'à la fin de l'essai. Cela signifie que la croissance devient nulle et donc que les moisissures qui se multiplient, remplacent celles qui meurent. Cela correspond à la phase stationnaire. A la fin de l'essai, la surface moyenne contaminée est de 22 % pour les échantillons C4, 28 % pour les échantillons C3, 35 % pour les échantillons C5 et 77 % pour les échantillons C6. La cinétique de croissance observée ici est conforme à ce qui est décrit dans la littérature en biologie (LEVEAU et al [2001]). Ces résultats suggèrent que la méthode d'analyse d'image fournit des résultats cohérents et exploitables pour cette étude.

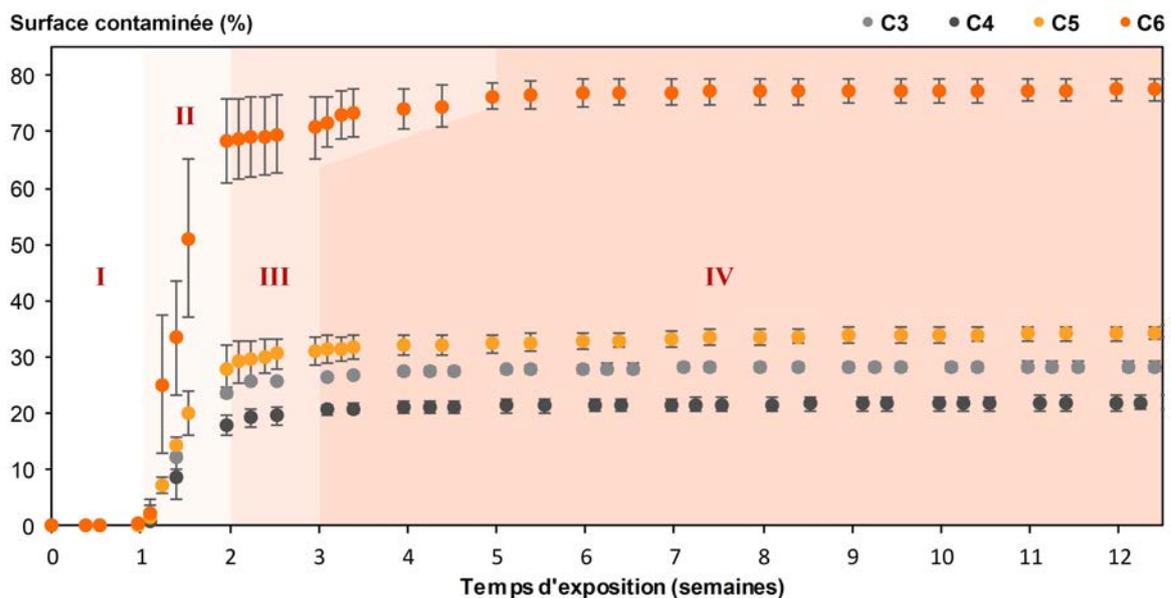


FIGURE 6.8 – Analyse d'images : évaluation de la surface contaminée de composites C3, C4, C5 et C6 exposés à 30°C et 90 % d'humidité relative pendant la période d'essai, corrélés aux phases de croissance fongique avec I : Phase de latence, II : Phase exponentielle, III : Phase de ralentissement et IV : Phase stationnaire.

Le Tableau 6.5 compare les résultats obtenus par l'évaluation visuelle et par l'analyse d'image de la surface contaminée des échantillons à la fin de l'essai. Les notes moyennes de l'évaluation visuelle et de l'analyse d'images sont proches. Cependant, l'évaluation visuelle montre un écart important (jusqu'à 0.83 %) en raison de son caractère subjectif. L'analyse d'image conduit à des valeurs représentatives car elle n'est pas soumise à un effet subjectif. Elle semble donc être plus précise et permet un suivi des échantillons en quasi continu.

TABLEAU 6.5 – Notes moyennes de la surface contaminée des composites par les moisissures obtenues par évaluation visuelle comparée à celles obtenues par analyse d'image après 12 semaines à 30°C et 90 %HR.

N°	C1	C3	C4	C5	C6
Évaluation visuelle	0.50 ± 0.76	3.13 ± 0.83	2.88 ± 0.64	3.38 ± 0.74	5.00 ± 0.00
Analyse d'image	0	3.13	2.93	3.43	5
Échelle de notation	Pas de moisissure	> 50 %	> 25 %	> 50 %	> 75 %

6.2.5 Visualisations microscopiques

Après la période d'essai, un échantillon de moisissures est prélevé afin d'identifier les différentes moisissures responsables des dommages subis par les échantillons. La Figure 6.9 montre quelques photographies d'une chènevotte contaminée prises au microscope optique à différents grossissements. Le Tableau 6.6 résume les caractéristiques des moisissures qui ont contaminé les échantillons pendant l'essai. Sur la photographie 6.9.a, trois espèces différentes de moisissures sont présentes. Celle qui a une longue tige à tête sphérique blanche pelucheuse est l'*Aspergillus ruber* (AR). Cet organisme apparaît plus en détail sur la photographie 6.9.d. Sous ces têtes blanches, un cleistothecium sphérique jaune vif est à peine perceptible. Il s'agit de l'*Eurotium rubrum* (ER), la forme sexuelle de l'*Aspergillus ruber* (AR) qui est une forme asexuée. Toujours sous ces têtes blanches, des pycnides globulaires noires lisses et brillantes sont légèrement visibles. Ils appartiennent certainement au genre *Phoma* sp. et pourraient être de l'espèce *Leptosphaeria maculans* (LM). Ces deux champignons apparaissent plus en détail sur la photographie 6.9.e. Sur les photographies 6.9.b et 6.9.c, une seule espèce est présente. Au bout d'une longue tige, il y a un grand éventail blanc. C'est le *Penicillium brevicompactum* (PB). Sur les photographies des échantillons (Figures 6.3 et 6.4), les zones colorées en gris-brun correspondent à cette moisissure. Tous les composites contaminés (de C3 à C6) sont infectés par ces quatre espèces de moisissures.

Les moisissures sont divisées en trois types de colonisateurs qui ont besoin d'un minimum d'eau disponible afin de permettre leur croissance fongique sur la surface des matériaux. L'eau disponible dans les composites est définie par l'activité de l'eau (a_w), qui correspond à l'humidité relative d'équilibre (ERH de l'anglais Equilibrium Relative Humidity) en pourcentage dans les matériaux. Les trois types de colonisateurs sont : primaire ($a_w \leq 0.80$), secondaire ($0.80 < a_w \leq 0.90$) et tertiaire ($a_w > 0.90$) (HESELTINE et ROSEN [2009]; STEFANOWSKI et al [2017]). *Penicillium brevicompactum* (PB), *Eurotium rubrum* (ER) et *Aspergillus ruber* (AR) sont des colonisateurs primaires tandis que *Leptosphaeria maculans* (LM) est un colonisateur secondaire et peut progressivement devenir la moisissure dominante. Cela signifie que les moisissures appartenant aux colonisateurs primaires sont apparues dès que l'activité de l'eau dans les échantillons a été suffisante. Les colonisateurs secondaires sont apparus plus tard, certainement vers la fin de l'essai, car ces colonisateurs ont besoin d'une activité de l'eau plus élevée que les colonisateurs primaires (GRIFFITH et BODDY [1988]; LI et WADSÖ [2013]). Cependant, ils sont susceptibles de créer plus de dommages que les colonisateurs primaires puisqu'ils se nourrissent des sucres plus complexes comme la cellulose par exemple (SHARMA [2012]). Une surveillance continue de la masse, après les 3 mois de test, aurait pu être intéressante pour vérifier cette hypothèse.

Enfin, toutes ces moisissures sont potentiellement allergènes. En effet, ces moisissures sont associées à des réactions allergiques telles que la rhinite allergique ou l'aggravation des symptômes d'asthme. Le seuil de sensibilité varie d'un individu à l'autre, et selon le type de moisissures pour une même personne. La réponse individuelle et les symptômes ressentis varient considérablement en fonction de la sensibilité individuelle et de la durée d'exposition aux moisissures. De plus, toutes les moisissures contiennent des substances inflammatoires qui peuvent produire une inflammation à degrés variable.

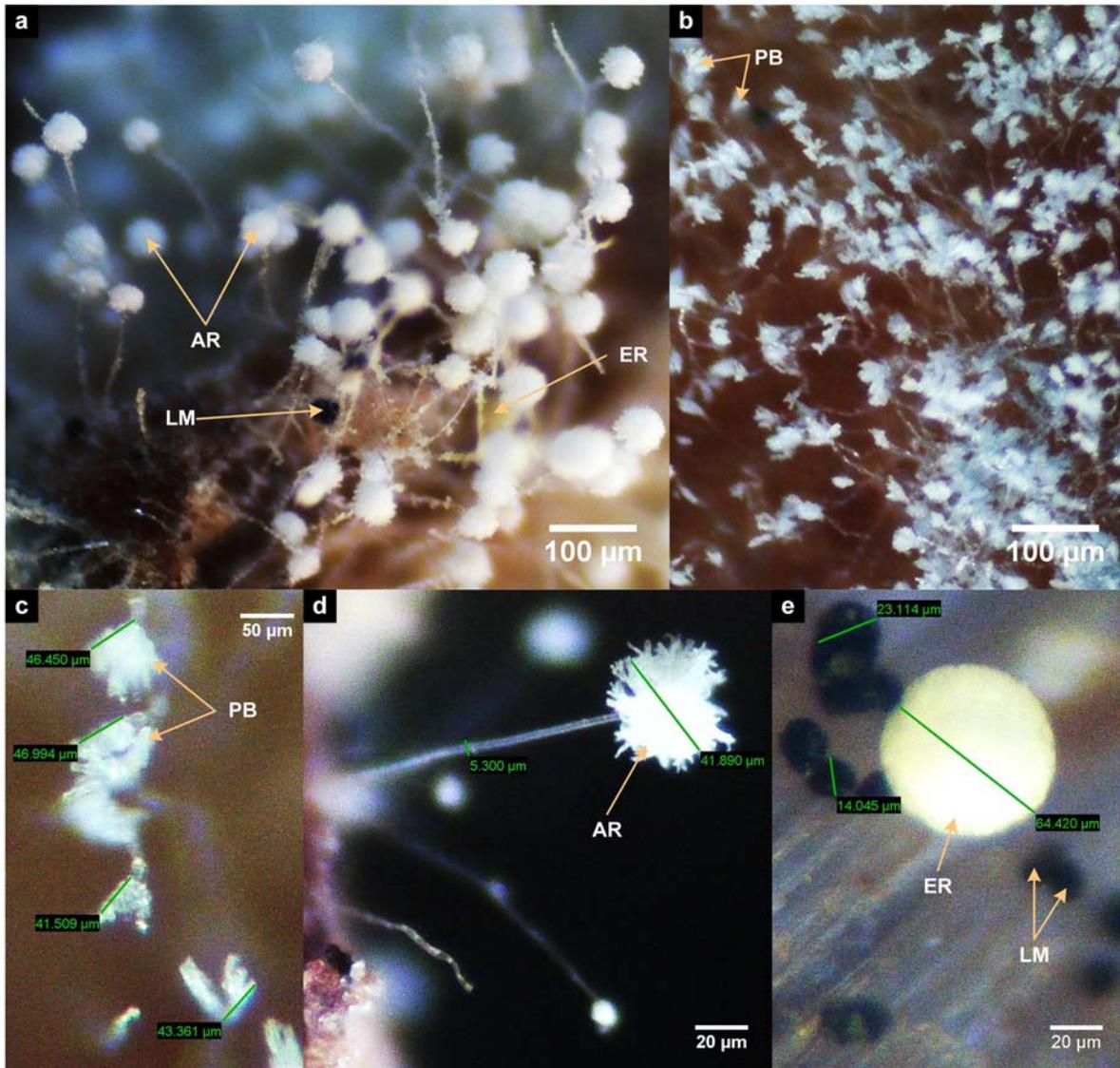
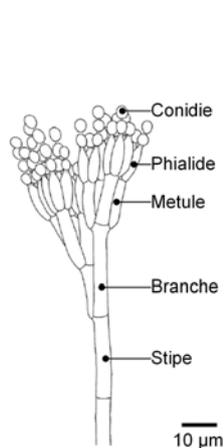


FIGURE 6.9 – Visualisations au microscope optique des surfaces contaminées observées aux grossissements 50x (a, b et c) et 125x (d et e) (AR : *Aspergillus ruber*, ER : *Eurotium rubrum*, LM : *Leptosphaeria maculans* et PB : *Penicillium brevicompactum*).

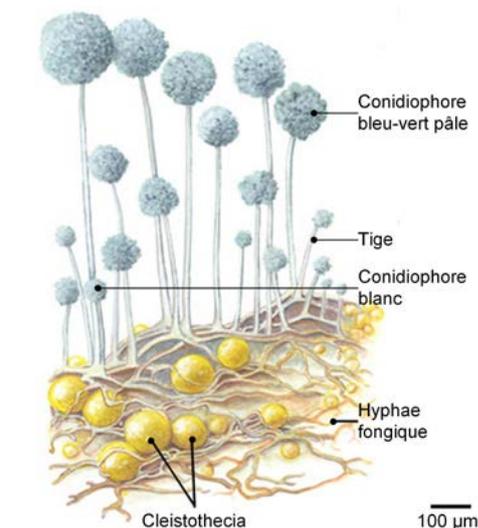
TABLEAU 6.6 – Tableau récapitulatif des caractéristiques des différentes moisissures qui se sont développées sur la surface des composites.

Espèce :	<i>Penicillium brevicompactum</i>	<i>Eurotium rubrum</i> (forme sexuée)	<i>Aspergillus ruber</i> (forme asexuée)	<i>Leptosphaeria maculans</i>
Genre :	Penicillium sp.	Trichocomaceae	Aspergillus sp.	Phoma sp.
Ordre :	Moniliale	Eurotiale	Moniliale	Sphaeropsidale
Classe :	Hyphomycetes	Eurotiomycetes	Hyphomycetes	Coelomycetes
Division :	Deuteromycota	Ascomycota	Deuteromycota	Deuteromycota
Croissance :	Peut croître entre -2 et 30°C avec un optimum à 23°C.	Peut croître entre 5 et 37°C avec un optimum à 25°C.	Peut croître entre 5 et 37°C avec un optimum à 25°C.	Peut croître entre 15 et 32°C avec un optimum à 22°C.

Schéma :

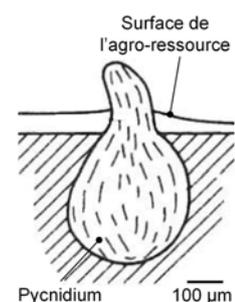


Stipes à paroi lisse d'environ 500 à 800 µm de longueur. Large pénicilline terverticillaire de moins de 40 µm de long et de 40 à 50 µm de large entre chaque phialide extrême.



Cleistothecium sphérique jaune vif d'environ 60 à 150 µm de diamètre.

Têtes conidiennes blanches radiées avec un diamètre d'environ 30 à 50 µm. Tige lisse longue jusqu'à 750 µm et avec un diamètre compris entre 5 et 6.5 µm.



Pycnidium globulaire noir brillant et lisse avec un diamètre qui peut aller jusqu'à 500 µm. Il se développe sous l'épiderme avant de se déchirer à maturité.

Toxicité :	Acide mycophénolique (allergène)	Pigments quinonoïdes (allergène)	Pigments quinonoïdes (allergène)	Allergène
-------------------	----------------------------------	----------------------------------	----------------------------------	-----------

Références :

BOTTON et al [1985]; VISAGIE et al [2014]

BOTTON et al [1985]; HERRERA et al [1990]; THOM et RAPER [1941]

MITROVIĆ et MARINKOVIĆ [2007]; TRAVADON [2008]

6.2.6 Synthèse

Un protocole d'évaluation de la résistance à la contamination des moisissures des composites bio-sourcés est proposé dans cette section. Il est facilement reproductible puisqu'il nécessite des équipements courants (armoire climatique, appareil photo et microscope optique). Le test de vieillissement accéléré consiste à placer les composites dans un environnement favorable au développement des moisissures pendant 3 mois (30°C; 90 %HR). La résistance à la colonisation des composites est ensuite évaluée dans le temps à l'aide de trois tests :

- Suivi de la surface externe contaminée par les moisissures;
- Suivi de masse;
- Analyse microscopique.

Le suivi de masse prend en compte l'adsorption d'eau ainsi que la dégradation induite par le développement fongique. Il fournit des informations sur la dégradation à long terme des composites. De plus, il a été possible de déterminer la cinétique de la perte de masse apparente. Les composites C1 et C2 ne présentent pas de développement fongique et la masse des échantillons augmente jusqu'à ce qu'ils atteignent respectivement une teneur en eau d'équilibre d'environ 54 % et 48 % à la fin de l'essai. Les composites C1 absorbent plus d'eau que les composites C2 car le taux initial d'absorption d'eau de la paille de colza non traitée est de 208 % tandis que celle des rafles de maïs non traitées est de 72 %. Pour les composites C3, C4, C5 et C6, la cinétique de la perte de masse évolue linéairement après la première semaine. Cette semaine correspond certainement au temps nécessaire pour obtenir une teneur en eau suffisante dans les échantillons afin de déclencher la croissance des moisissures.

Le pourcentage de la surface externe contaminée par les composites est surveillé par l'analyse des photographies des composites prises au cours de l'essai. La méthode proposée est basée sur l'adaptation d'un algorithme DIC. La cinétique de croissance observée pendant l'essai est conforme à ce qui est décrit dans la littérature en biologie et suggère que la méthode proposée fournit des résultats cohérents et exploitables. Cette technique de suivi totalement non intrusive diffère des méthodes actuelles d'évaluation de la croissance fongique. En effet, ces dernières sont intrusives et/ou basées sur des évaluations visuelles subjectives. La surveillance de la surface extérieure contaminée des composites permet une évaluation rapide et quantitative de la croissance des moisissures, essentiellement pendant les 20 premiers jours.

L'analyse microscopique permet d'identifier les espèces qui se sont développées sur les composites au cours de l'essai. Toutes les moisissures identifiées sont des allergènes potentiels. Il s'agit principalement de moisissures provenant des colonisateurs primaires. L'observation de quelques individus issus de colonisateurs secondaires suggère que le processus de dégradation des composites est toujours en cours après 3 mois d'essais. En effet, ces colonisateurs doivent progressivement devenir les moisissures dominantes si des nutriments sont encore disponibles sur le substrat. De plus, ils sont susceptibles de créer davantage de dommages que les colonisateurs primaires puisqu'ils se nourrissent de sucres plus complexes. Une surveillance continue de la masse, après les 3 mois d'essai, aurait pu être intéressante pour vérifier cette hypothèse.

Ce test permet également d'établir un lien entre la formulation chimique des composites et leur résistance à la colonisation fongique. Les résultats suggèrent que le pH d'un matériau de construction donné est un indicateur important de sa sensibilité au développement fongique. En effet, les formulations C1 et C2 sont les plus résistantes au développement fongique. Ceci est dû à un pH de surface de 10. Les autres formulations ont un pH de surface inférieur ou égal à 6 et ont un développement fongique plus ou moins important suite à une exposition à 30°C et 90 %HR pendant trois mois. Un autre indicateur important est la composition chimique des échantillons. En effet, la formulation C4 contient de la paraffine afin d'augmenter sa résistance à l'eau. Ainsi, la teneur en

eau des échantillons C4 est inférieure à celle des autres échantillons, ce qui entraîne une cinétique de la croissance des moisissures sur sa surface exposée moins rapide.

6.3 Réaction au feu

Le risque d'incendie est un risque majeur de la vie domestique quotidienne en raison de l'utilisation massive de matériaux combustibles dans l'habitat. L'utilisation accrue des systèmes de prévention ou d'arrêt des incendies, comme par exemple les détecteurs de fumée ou les extincteurs, a permis de réduire considérablement le nombre de décès par incendie depuis la fin des années 1900. Malgré ces améliorations, les incendies demeurent un problème important, qui cause plusieurs milliers de décès en Europe (COSTES et al [2017]). Afin de minimiser les risques d'incendie, les matériaux développés doivent répondre à certaines exigences de sécurité incendie. Or, le risque d'incendie est l'un des facteurs limitant à l'utilisation de matériaux bio-sourcés dans le secteur de la construction (FREIVALDE et al [2014]). En effet, ces matériaux sont facilement inflammables à cause de leurs composants lignocellulosiques. Améliorer leur réaction au feu est donc essentielle pour élargir leur domaine d'application (LAZKO et al [2013]).

6.3.1 Temps d'ignition

La résistance à l'inflammation d'un matériau est caractérisée par le temps d'ignition (temps nécessaire au matériau pour qu'une flamme continue se maintienne à sa surface) lorsque ce dernier est exposé à une source de chaleur (VINCENT [2016]).

L'échantillon C1 a un temps d'ignition de 19 secondes alors que l'échantillon C2 ne présente aucune inflammation après les 20 secondes d'exposition à une flamme d'ignition. En revanche, il s'auto-enflamme lors du test au cône calorimètre, à partir de 780 secondes d'exposition à une source de chaleur à 750°C.

Quant à l'échantillon C1' (composite n°18 dans le chapitre 5 : paille de colza G14 avec extraits de rafles de maïs), son temps d'ignition est de 8 secondes. Le traitement à la soude de la paille de colza permet donc d'augmenter le temps d'ignition des composites.

6.3.2 Perte de masse

Au cours du test au cône calorimètre, aucun des composites n'a émit de flammèche (particule enflammée qui se détache du matériau). En revanche, les échantillons ont subi un retrait au cours du test qui est probablement dû à la vaporisation (Figure 6.10).



FIGURE 6.10 – Photographies des échantillons C1 et C2 avant et après le test au cône calorimètre.

La Figure 6.11 présente la perte de masse des échantillons C1, C1' et C2 en fonction du temps lors du test au cône calorimètre.

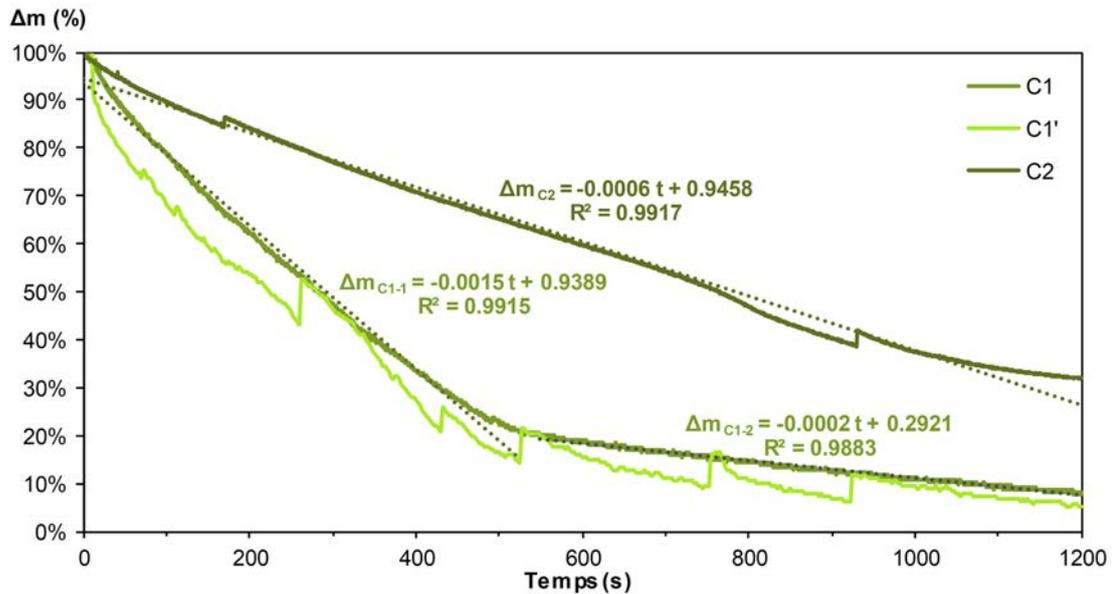


FIGURE 6.11 – Perte de masse des échantillons en fonction du temps lors du test avec le cône calorimètre.

Les échantillons C1 et C1' ont perdu respectivement 91.8 et 94.7 % de leur masse initiale. Les deux courbes de perte de masse sont quasiment similaires bien que la courbe de l'échantillon C1' présente un bruit de mesure plus important dû à une plus grande quantité de flamme sur la surface exposée. Les échantillons fabriqués à partir de paille de colza ou de leurs résidus ont une perte de masse en deux temps. En effet, la perte de masse des échantillons est rapide et linéaire jusqu'à 550 secondes (soit une perte de masse supérieure à 75 % en environ 9 minutes) puis la cinétique de dégradation ralentit jusqu'à la fin du test.

Quant à l'échantillon C2, il s'agit de l'échantillon qui a la perte de masse la plus faible (68.6 %) au cours du test au cône calorimètre. Sa perte de masse est linéaire avec le temps.

La Figure 6.12 donne la température de la surface exposée ainsi que celle au dos des échantillons C1 et C2 lors du test au cône calorimètre.

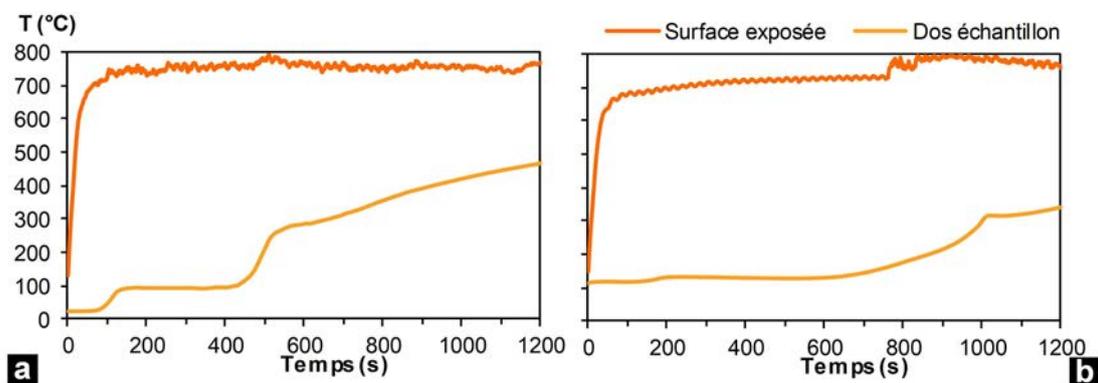


FIGURE 6.12 – Température en fonction du temps de la surface exposée au feu ainsi que du dos des échantillons : (a) C1 et (b) C2.

La surface exposée de l'échantillon C1 met environ 100 secondes à atteindre une température de 750°C puis elle fluctue autour de cette température à cause de la présence des flammes. Quant à la

température au dos de l'échantillon, elle va commencer à augmenter légèrement à 100°C à partir du moment où la surface exposée a atteint les 750°C puis elle va stagner. Cette phase correspond à la phase de dégradation progressive (VINCENT [2016]) couplée à la perte d'eau du matériau sur toute son épaisseur. Puis, la température va recommencer à augmenter jusqu'à 300°C à partir de 450 secondes et de nouveau se stabiliser vers 600 secondes. Cette phase correspond à l'accélération de la dégradation (VINCENT [2016]) et plus particulièrement à la fin de la vaporisation. Enfin, la température va augmenter continuellement jusqu'à la fin du test où elle va atteindre 465°C. Cela correspond à la phase de décélération qui est dû à la lente dégradation de la matière combustible sur sa face exposée et qui tend à terme à réduire l'épaisseur de l'échantillon jusqu'à l'extinction du feu (VINCENT [2016]).

Comme dans le cas de l'échantillon C1, la surface exposée de l'échantillon C2 met environ 100 secondes à atteindre une température de 700°C. Cette température va ensuite augmenter à 800°C dès l'auto-inflammation de l'échantillon à 780 secondes et jusqu'à 1000 secondes. Ensuite, la température va se stabiliser vers 750°C jusqu'à la fin de l'essai. A la fin du test au cône calorimètre, l'échantillon se trouve dans la phase de combustion progressive (VINCENT [2016]). Le temps requis pour la vaporisation de l'eau de l'échantillon C2 est doublé par rapport à l'échantillon C1.

6.3.3 Synthèse

L'échantillon C2 présente une meilleure réaction au feu que le composite C1. En effet, le composite C2 ne s'enflamme pas lors de son exposition à une flamme et il a une perte de masse moins importante (68.6 % pour le composite C2 contre 91.8 % pour le composite C1). Cela est en partie dû au traitement des rafles de maïs avec une solution de silicate de sodium, qui permet de les ignifuger. En revanche, le traitement des pailles de colza avec une solution de soude ne diminue pas vraiment la réaction au feu du composite C1 par rapport à celui du composite C1'. En effet, les courbes de perte de masse des deux composites obtenues suite au test du cône calorimètre, sont quasiment identiques. Pour déterminer la classification au feu de ces composites, un essai d'objet isolé au feu (SBI) est nécessaire.

6.4 Conclusion

Ce chapitre de thèse a permis d'évaluer la résistance à l'immersion et à l'humidité des échantillons C1 et C2 ainsi que leur réaction au feu. Le Tableau 6.7 récapitule l'ensemble des résultats obtenus.

TABLEAU 6.7 – Récapitulatif des résistances à l'immersion et à l'humidité des composites C1 et C2 ainsi que leur réaction au feu.

Composite	C1	C2
Résistance à l'immersion	Bonne	Mauvaise
Résistance à l'humidité	Excellente	Excellente
Réaction au feu	Mauvaise	Bonne

Le composite C1, fabriqué avec des résidus de paille de colza, possède une bonne résistance à l'immersion. Cette dernière permet même d'améliorer ses propriétés thermiques. Par contre, des essais supplémentaires, pour déterminer sa porosité totale ainsi que la répartition de la taille de ses pores, sont nécessaires afin de bien comprendre les mécanismes qui rentrent en jeu. Quant au composite C2, fabriqué avec des résidus de rafles de maïs et des extraits de rafles de maïs, il a une très mauvaise résistance à l'immersion. En effet, le liant à base d'extraits de rafles de maïs est soluble dans l'eau. Des modifications chimiques des chaînes polymères sont impératives afin de

les rendre hydrophobes.

La basicité du pH de surface des composites C1 et C2, leur confère une excellente résistance fongique.

Le traitement des rafles de maïs avec une solution de silicate de sodium permet d'ignifuger les granulats qui auront donc une bonne réaction au feu. Par contre, le traitement des pailles de colza avec une solution de soude ne permet pas d'améliorer la réaction au feu du granulat. La réaction au feu du composite C1 est plutôt mauvaise. Cependant des essais supplémentaires sont nécessaires, comme un essai d'objet isolé au feu (SBI), afin de déterminer l'Euroclasse respective des deux composites testés.

Bibliographie

- ANAGNOST, S. E. 2011, «Wood decay, fungi, stain and mold», URL https://www.esf.edu/nekda/documents/WoodDecay-Anagnostsmallversion_000.pdf. 175
- ASTM. 2012, «ASTM D3273-12 : Standard test method for resistance to growth of mold on the surface of interior coatings in an environmental chamber», URL <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D3273-12.htm>. 176
- AWPA. 2006, «AWPA Standard E24-06 : Standard method of evaluating the resistance of wood product surfaces to mold growth», URL <http://www.awpa.com/standards/updates/E24-06.pdf>. 176
- BOTTON, B., A. BRETON, M. FEVRE, P. GUY, J. P. LARPENT et P. VEAU. 1985, *Moisissures utiles et nuisibles : importance industrielle*, Masson, Paris, ISBN 978-2-225-80535-6. 186
- BSI. 1997, «BSI EN ISO 846 : Plastics : Evaluation of the action of microorganisms», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/bs-en-iso-8461997/plastiques-evaluation-de-l-action-des-micro-organismes/article/705700/eu081699>. 176, 178
- COSTES, L., F. LAOUTID, S. BROHEZ et P. DUBOIS. 2017, «Bio-based flame retardants : When nature meets fire protection», *Materials Science and Engineering : R : Reports*, vol. 117, p. 1–25, ISSN 0927-796X. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927796X16301516>. 188
- EZEONU, I. M., D. L. PRICE, R. B. SIMMONS, S. A. CROW et D. G. AHEARN. 1994, «Fungal production of volatiles during growth on fiberglass», *Applied and Environmental Microbiology*, vol. 60, n° 11, p. 4172–4173, ISSN 0099-2240. URL <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC201954/>. 176
- FREIVALDE, L., S. KUKLE, M. ANDŽS, E. BUKŠĀNS et J. GRĀVĪTIS. 2014, «Flammability of raw insulation materials made of hemp», *Composites Part B : Engineering*, vol. 67, p. 510–514, ISSN 1359-8368. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836814003187>. 188
- GRIFFITH, G. S. et L. BODDY. 1988, «Fungal communities in attached ash (*Fraxinus excelsior*) twigs», *Transactions of the British Mycological Society*, vol. 91, n° 4, p. 599–606, ISSN 0007-1536. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0007153688800330>. 184
- HERRERA, T., M. ULLOA et M. R. OROÑOZ. 1990, *El reino de los hongos : micología básica y aplicada*, Universidad Nacional Autónoma de México, ISBN 978-968-16-3051-5. 186
- HESELTINE, E. et J. ROSEN. 2009, *Who guidelines for indoor air quality : dampness and mould*, World Health Organization, Copenhagen, ISBN 978-92-890-4168-3. URL http://www.euro.who.int/__data/assets/pdf_file/0017/43325/E92645.pdf?ua=1. 184
- HOANG, C. P., K. A. KINNEY, R. L. CORSI et P. J. SZANISZLO. 2010, «Resistance of green building materials to fungal growth», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 64, n° 2, p. 104–113, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S096483050900198X>. 175
- ISOBIO. 2015, «ISOBIO - Naturally High Performance Insulation», URL <http://isobioproject.com/>. 176

- JOHANSSON, P., A. EKSTRAND-TOBIN, T. SVENSSON et G. BOK. 2012, «Laboratory study to determine the critical moisture level for mould growth on building materials», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 73, p. 23–32, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830512001230>. 176
- KLAMER, M., E. MORSING et T. HUSEMOEN. 2004, «Fungal growth on different insulation materials exposed to different moisture regimes», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 54, n° 4, p. 277–282, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830504000629>. 176
- LAZKO, J., N. LANDERCY, F. LAOUTID, L. DANGREAU, M. H. HUGUET et O. TALON. 2013, «Flame retardant treatments of insulating agro-materials from flax short fibres», *Polymer Degradation and Stability*, vol. 98, n° 5, p. 1043–1051, ISSN 0141-3910. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014139101300027X>. 188
- LEVEAU, J.-Y., J.-P. LARPENT et M. BOUIX. 2001, «Sécurité microbiologique des procédés alimentaires», *Techniques de l'ingénieur Agroalimentaire : risques, sécurité, qualité et environnement*, vol. TIB427DUO, n° f1120. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/agroalimentaire-risques-securite-qualite-et-environnement-42427210/securite-microbiologique-des-procedes-alimentaires-f1120/>. 183
- LI, Y. et L. WADSÖ. 2013, «Fungal activities of indoor moulds on wood as a function of relative humidity during desorption and adsorption processes», *Engineering in Life Sciences*, vol. 13, n° 6, p. 528–535, ISSN 1618-2863. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/elsc.201200100>. 184
- MITROVIĆ, P. et R. MARINKOVIĆ. 2007, «Phoma lingam - a rapeseed parasite in Serbia», dans *Proc 12th Intern Rapeseed Congr*, Wuhan (China), p. 217–219. URL <http://gcirc.org/fileadmin/documents/Proceedings/IRCWuhan2007vol4/217-219.pdf>. 186
- MURTONIEMI, T., M.-R. HIRVONEN, A. NEVALAINEN et M. SUUTARI. 2003, «The relation between growth of four microbes on six different plasterboards and biological activity of spores», *Indoor Air*, vol. 13, n° 1, p. 65–73, ISSN 1600-0668. URL <https://onlinelibrary-wiley-com.passerelle.univ-rennes1.fr/doi/abs/10.1034/j.1600-0668.2003.01126.x>. 175, 176
- NEVALAINEN, A. et M. SEURI. 2005, «Of microbes and men», *Indoor Air*, vol. 15 Suppl 9, p. 58–64, ISSN 0905-6947. URL <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1600-0668.2005.00344.x>. 175, 176
- NIELSEN, K. F., G. HOLM, L. P. UTTRUP et P. A. NIELSEN. 2004, «Mould growth on building materials under low water activities. Influence of humidity and temperature on fungal growth and secondary metabolism», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 54, n° 4, p. 325–336, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830504000782>. 175
- PASANEN, A.-L., S. RAUTIALA, J.-P. KASANEN, P. RAUNIO, J. RANTAMÄKI et P. KALLIOKOSKI. 2001, «The relationship between measured moisture conditions and fungal concentrations in water-damaged building materials», *Indoor Air*, vol. 10, n° 2, p. 111–120, ISSN 0905-6947. URL <https://onlinelibrary-wiley-com.passerelle.univ-rennes1.fr/doi/10.1034/j.1600-0668.2000.010002111.x>. 175
- SHARMA, P. D. 2012, *Ecology and environment*, Rastogi Publications, ISBN 978-81-7133-905-1. 184

- STEFANOWSKI, B. K., S. F. CURLING et G. A. ORMONDROYD. 2017, «A rapid screening method to determine the susceptibility of bio-based construction and insulation products to mould growth», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 116, n° Supplement C, p. 124–132, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830516305509>. 184
- SUN, L.-M., F. MEUNIER, N. BRODU et M.-H. MANERO. 2016, «Adsorption - Aspects théoriques», *Techniques de l'Ingénieur*, vol. J2730 V2, p. 1–19. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/operations-unitaires-extractions-fluide-fluide-et-fluide-solide-42332210/adsorption-j2730/>. 175
- THOM, C. et K. B. RAPER. 1941, *The Aspergillus glaucus group*, Washington, D.C. : U.S. Dept. of Agriculture. URL <http://archive.org/details/aspergillusglauc426thom>. 186
- TRAVADON, R. 2008, *Facteurs épidémiologiques contribuant à l'adaptation des populations de Leptosphaeria maculans aux résistances spécifiques de Brassica napus : dispersion des pycnidiospores et des ascospores et progression systémique du champignon*, thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure agronomique de Rennes. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00333477/document>. 186
- VINCENT, C. 2016, *Caractérisation du comportement au feu des matériaux de l'habitat : Influence de l'effet d'échelle.*, thèse de doctorat, Université de Montpellier. URL <https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01444795/document>. 188, 190
- VISAGIE, C. M., J. HOUBRAKEN, J. C. FRISVAD, S.-B. HONG, C. H. W. KLAASSEN, G. PERRONE, K. A. SEIFERT, J. VARGA, T. YAGUCHI et R. A. SAMSON. 2014, «Identification and nomenclature of the genus Penicillium», *Studies in Mycology*, vol. 78, p. 343–371, ISSN 0166-0616. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0166061614000074>. 186
- YANG, V. W. et C. A. CLAUSEN. 2007, «Antifungal effect of essential oils on southern yellow pine», *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 59, n° 4, p. 302–306, ISSN 0964-8305. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830506001508>. 175

Conclusion générale et Perspectives

Ce travail de thèse a contribué au développement de panneaux rigides d'isolation thermique fabriqués à partir de granulats bio-sourcés (co-produits de l'agriculture locale) collés avec un liant vert d'origine végétale. Trois types de liants ont été sélectionnés : extraction végétale, co-produit de l'industrie ou liant industriel agro-sourcé recyclable. L'utilisation de telles combinaisons est particulièrement intéressante du point de vue environnemental car elle favorise l'agriculture locale.

La première partie de ce travail consiste à caractériser les cinq agro-ressources (chanvre, lin, colza, blé et maïs) à valoriser comme granulats et/ou liant. Plusieurs distributions granulométriques sont identifiées. Globalement, les caractérisations physiques et hygrothermiques montrent que tous les granulats sont classés comme granulats légers caractérisés par une porosité élevée. D'une manière générale, cela leur confère une grande capacité d'absorption d'eau, une faible conductivité thermique et une valeur tampon hygrique élevée.

La confrontation entre la conductivité thermique et la valeur tampon hygrique conduit à des constats très intéressants vis-à-vis de la sélection des ressources. En effet, en vrac, les chènevottes, les fines de chanvre, les anas de lin, les fines de lin, la paille de colza et la paille de blé peuvent être considérés comme des isolants thermiques (conductivité thermique inférieure ou égale à 58 mW/(m.K)). La conductivité thermique des agro-ressources mesurée en vrac évolue linéairement avec la masse volumique ce qui, en soit apparaît logique pour un ensemble de ressources celluloseuses. Les agro-ressources sont toutes d'excellents régulateurs hygriques (valeur MBV supérieure à 2.00 g/(m².%HR)) hormis la paille de blé qui est un bon régulateur hygrique (valeur MBV comprise entre 1.88 et 1.97 g/(m².%HR)). L'évolution de la valeur MBV en fonction de la masse volumique est également linéaire. Les rafles de maïs présentent la meilleure performance hygrique (valeur MBV de 3.11 g/(m².%HR)) mais la conductivité thermique la plus élevée (92.6 mW/(m.K)).

La caractérisation chimique des agro-ressources montre qu'il existe une grande variabilité dans la composition chimique de ces matériaux lignocellulosiques. La teneur élevée en polysaccharides permet d'envisager d'utiliser ces agro-ressources comme colles ou matières premières servant à la production de liants verts. Afin d'évaluer la faisabilité, une étude préliminaire a été réalisée afin d'évaluer l'aptitude de la paille de blé à lier d'autres agro-ressources. Une proportion minimale de 15 % de paille a été identifiée. Une deuxième étude a été développée pour évaluer l'aptitude de chaque agro-ressources à produire un extrait. Le procédé d'extraction proposé permet d'extraire des agro-ressources de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine et des pectines, repolymérisées ou non. La teneur de chacun de ces composants dépend essentiellement de la composition chimique initiale de l'agro-ressource et de sa granulométrie, de la nature et de la concentration du solvant utilisé ainsi que du temps de macération. Ces extraits peuvent jouer le rôle de liant puisque lors de la fabrication des composites et plus précisément pendant l'étape de la cuisson, les composants contenus dans les extraits vont être repolymérisés sous l'effet de la chaleur. A l'issue de cette étude, deux agro-ressources sont sélectionnées pour produire des liants à partir d'extractions alcalines : les rafles de maïs et les fines de lin. A l'issue des essais d'extraction, il apparaît que certains résidus peuvent être intéressants à valoriser comme granulats à combiner avec un liant ou pas pour la fabrication des composites : paille de colza, fines de lin et rafles de maïs.

D'autres liants industriels ont également été sélectionnés pour la fabrication de composites. Il s'agit de la liqueur noire, la lignine BioChoice®, la mélasse ainsi que l'acide polylactique.

A partir des granulats issus des agro-ressources, des résidus ainsi que des différents liants développés ou sélectionnés, des composites ont été fabriqués selon un protocole de production reposant sur un compactage suivi d'un traitement thermique conduisant au séchage et durcissement des composites. Les formulations et conditions de production sont définies suivant des plans d'expériences afin de mettre en évidence les paramètres qui impactent les performances mécaniques et hygrothermiques des composites produits. Ces paramètres sont la nature du liant, la nature de l'agro-ressource, la granulométrie de l'agro-ressource, le traitement de l'agro-ressource et la pression de compactage lors de la fabrication des composites.

Les caractéristiques physiques, structurales et les performances d'usage des composites ont été identifiées. Ces caractéristiques ont pu être comparées à celles obtenues sur les agro-ressources, sur des composites de référence ainsi qu'à différentes données bibliographiques.

Les travaux réalisés montrent que :

- La majorité des formulations proposées conduisent à l'obtention de composites ayant des performances adaptées à l'usage (masse volumique, résistance mécanique, conductivité thermique, valeur MBV) ;
- Seulement deux couples liant-agro-ressource ne sont pas compatibles (résidus rafles de maïs-mélasse et résidus de rafles de maïs-PLA) ;
- De façon générale les composites développés ont une conductivité thermique faible mais qui reste supérieure à 65 mW/(m.K). Toutefois, le composite chanvre-liqueur noire compacté avec une faible pression présente une conductivité thermique de 62.8 mW/(m.K) et est donc considéré comme un isolant thermique d'après la norme NF P75-101 (AFNOR [1983]) ;
- Les composites formulés avec les rafles ou les résidus de rafles de maïs présentent des masses volumiques plus importantes qui pénalisent la conductivité thermique ;
- L'introduction du liant pour formuler les composites se traduit par une légère modification de la relation caractéristique de l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique. Le liant pénalise systématiquement la conductivité thermique ;
- Selon la classification Nordtest (RODE et al [2005]), tous les composites sont d'excellents régulateurs hygriques ($MBV > 2 \text{ g}/(\text{m}^2.\%HR)$) excepté celui qui est composé de chènevottes et de PLA ;
- Les composites à base de résidus de rafles de maïs possèdent les meilleures performances hygriques. Les valeurs obtenues se placent parmi les meilleures valeurs jamais mesurées sur un matériau de construction. Un tel matériau est donc particulièrement adapté à une application en parement interne d'une enveloppe ;
- La valeur MBV n'est pas directement liée à la masse volumique et l'affinité entre le liant et le granulat conditionne particulièrement ce paramètre. Dans certains cas (PLA) des effets de fermeture de la porosité sont notés, ils pénalisent le MBV. Curieusement, le traitement alcalin des rafles de maïs conduit à augmenter la valeur MBV (en vrac). Ce granulat associé aux extraits de rafle de maïs voit encore augmenter sa valeur MBV ;
- L'évolution de la valeur MBV de composites obtenus avec une même formulation mais différentes conditions de compactage lors de la production permet d'identifier une masse volumique optimale. Une concurrence entre l'effet d'une augmentation de la surface de sorption et l'effet d'une diminution de la porosité et donc de la perméabilité à la vapeur apparaît ;
- Le composite fabriqué à partir de pailles de colza traitées avec une solution de soude à 2.5 % et recollées avec elles-mêmes constitue un compromis intéressant. L'absence de liant et le

traitement alcalin permettent d'obtenir une performance hygrique importante (valeur MBV de 3.7 g/(m².%HR) supérieure de plus de 60 % à celle d'un composite produit avec des pailles de colza non traitées) tout en gardant une masse volumique apparente raisonnable (222.1 kg/m³ au point sec) conduisant à une faible conductivité thermique (81.5 mW/(m.K) au point sec).

A partir des résultats précédents, une conception originale est proposée sous la forme d'un composite bi-couche dans le but de coupler des performances thermiques et hygriques optimisées. Une couche mince de parement permet de garantir une valeur de MBV élevée. Une couche épaisse de composite constituant le corps isolant apporte la résistance thermique. Le composite de parement est composé de résidus de rafles de maïs collés avec le liant extrait des rafles de maïs. Le corps isolant présente une masse volumique apparente beaucoup plus faible. Il est composé de chènevottes recollées avec le liant extrait des rafles de maïs. La résistance thermique de ce composite bi-couche est suffisamment élevée pour être exploité comme complexe isolant et la valeur MBV est élevée (au minimum supérieure à 4.0 g/(m².%HR)).

La résistance à l'immersion et à l'humidité ainsi que la réaction au feu des composites les plus prometteurs ont également été évaluées. L'immersion accidentelle a permis de mettre en évidence que les liants extraits des agro-ressources restent solubles dans l'eau. Des modifications chimiques des chaînes polymères sont impératives afin de les rendre hydrophobes. En revanche, le composite fabriqué avec des résidus de paille de colza, présente une bonne résistance à l'immersion et voit ses propriétés thermiques améliorées. Des essais supplémentaires, pour déterminer sa porosité totale ainsi que la répartition de la taille de pores, sont nécessaires afin de bien comprendre les mécanismes qui rentrent en jeu. Il conviendrait également d'évaluer l'incidence d'une immersion sur les performances mécaniques. La basicité du pH de surface des composites fabriqués avec des agro-ressources traitées avec un solvant alcalin, leur confère une excellente résistance fongique. De plus, le traitement des agro-ressources avec une solution de silicate de sodium permet d'ignifuger les granulats qui auront donc une bonne réaction au feu. Ce qui n'est pas le cas du traitement avec une solution de soude. Cependant des essais supplémentaires seraient nécessaires, comme un essai d'objet isolé au feu (SBI), afin de déterminer l'Euroclasse respective des composites testés.

Les résultats obtenus sont particulièrement intéressants et présentent un potentiel d'exploitation important. Ils ouvrent des perspectives pouvant porter sur la caractérisation des ressources, les procédés de production de liants, les formulations et les caractéristiques des composites.

Ainsi, quelques fluctuations des propriétés ont été notées lors des changements de batch des agro-ressources, notamment les performances hygriques des composites. Étant donné que la composition chimique de la plante dépend de la zone de culture, de la météo (soleil, humidité relative, température, pluie et vent) et de sa maturité, il serait intéressant d'évaluer la constance des propriétés multi-physiques des agro-ressources sur plusieurs années.

Le comportement hygrothermique des composites développés dans ce manuscrit est caractérisé à l'échelle du matériau. Pour compléter cette caractérisation, il serait intéressant de mesurer la surface spécifique et la perméabilité à la vapeur de l'ensemble des composites développés.

Afin d'évaluer les performances réelles à l'échelle de la paroi d'un bâtiment de certaines des solutions proposées, un test est actuellement en cours dans une chambre bi-climatique (Figure 6.13). La paroi a été divisée en quatre murs tests (tous instrumentés avec plusieurs sondes humidité/température à différentes épaisseurs de la paroi).

Un mur correspond à la solution retenue par le projet ISOBIO composée d'un corps isolant central en laine de chanvre, d'un panneau OSB et de parements réalisés avec des panneaux rigides isolants (panneau CAVAC et panneau LigniCell®) couverts d'un enduit intérieur terre et d'un enduit BCB à base de chaux en extérieur (Figures 6.13.c et 6.14).

Sur la base de la conception multicouche de la paroi développée dans le cadre du projet ISOBIO,



FIGURE 6.13 – Photographies intérieur et extérieur de la paroi montée dans la chambre bi-climatique : (a) panneau de paille de colza traitée, (b) panneau bi-couche, (c) solution retenue par le projet ISOBIO et (d) béton terre-chanvre (MAZHOUH [2017]), avant l'application des enduits et l'ajout de la couche de rafles de maïs pour la cellule (b).

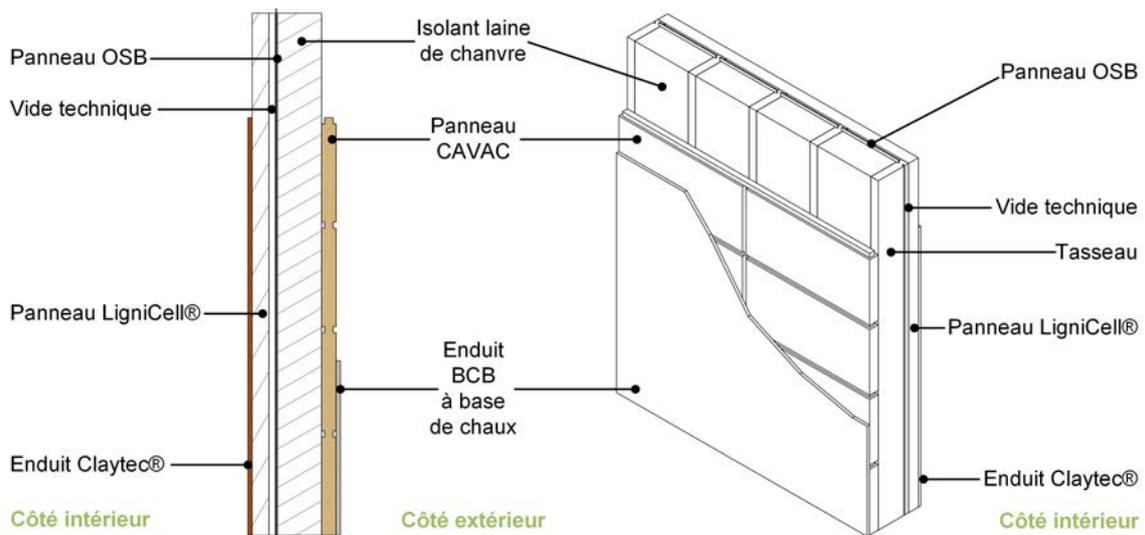


FIGURE 6.14 – Composition de la paroi ISOBIO.

deux solutions constructives sont mises en place :

- Une solution correspond à l'utilisation de panneaux de paille de colza traitée développés au cours de ces travaux (Figure 6.13.a) qui remplacent les panneaux CAVAC et LigniCell® ;
- Une seconde solution correspond à l'utilisation du composite bi-couche élaboré durant cette thèse (Figure 6.13.b) appliqué en parement interne en substitution de l'enduit intérieur Claytec® et du panneau LigniCell®. Le panneau CAVAC est également remplacé par le corps isolant du bi-couche.

A titre comparatif, une solution constructive de type terre – chanvre élaboré au cours de la thèse de Brahim Mazhoud (MAZHOU D [2017]) est mise en place avec les mêmes enduits que ceux utilisés dans la solution exploitant le bi-couche (Figure 6.13.d).

L'étude à l'échelle de la paroi constitue la dernière phase du projet ISOBIO. Elle repose sur la mesure des réponses hygrothermiques de ces murs soumis à des sollicitations dynamiques. L'exploitation des données doit permettre de confronter les résultats expérimentaux à ceux produits par simulations numériques.

Il serait également intéressant de réaliser l'analyse du cycle de vie de ces quatre systèmes de construction afin de quantifier et comparer leur impact environnemental. De plus, cela permettrait de vérifier que ces systèmes constructifs sont plus respectueux de l'environnement qu'un système traditionnel.

Bibliographie

- AFNOR. 1983, «NF P75-101 - Isolants thermiques destinés au bâtiment - Définition», URL <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-p75-101/isolants-thermiques-de-stines-au-batiment-definition/article/692898/fa018774>. 196
- MAZHOUD, B. 2017, *Élaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés*, thèse de doctorat, INSA de Rennes, Rennes. URL https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01801946/file/2017ISAR0024_MAZHOUD_Brahim.pdf. 198, 199
- RODE, C., R. PEUHKURI, L. H. MORTENSEN, K. K. HANSEN, B. TIME, G. ARILD, T. OJANEN, J. AHONEN, K. SVENNBERG, L.-E. HARDERUP et J. ARFVIDSSON. 2005, «Moisture buffering of building materials», rapport, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering. URL http://orbit.dtu.dk/fedora/objects/orbit:75984/datastreams/file_2415500/content. 196

Titre : Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments

Mot clés : Blé, Chanvre, Colza, Détérioration, Éco-matériaux, Isolants thermiques, Lin, Maïs

Resumé : L'objectif de cette thèse est de développer de nouveaux matériaux isolants bio-sourcés pour le bâtiment qui contribuent à réduire leurs impacts environnementaux. Les matériaux développés doivent avoir une faible énergie grise et une faible empreinte carbone. Ils doivent également contribuer à réduire les besoins énergétiques des bâtiments tout en assurant un confort hygrothermique élevé des utilisateurs. Tout d'abord, des matières premières d'origine agricole (chênevottes, anas de lin, paille de blé, paille de colza et rafles de maïs) sont caractérisées d'un point de vue chimique, physique, hygrothermique et mécanique, dans la perspective de développer des composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments. Leur composition chimique se révèle intéressante pour le développement d'un liant vert. Une

étude visant à évaluer cette aptitude est donc réalisée. A l'issue de cette dernière, deux liants correspondants à des extractions réalisées sur les rafles de maïs et sur les fines de lin sont retenus. D'autres liants provenant de l'industrie sont également sélectionnés pour la confection de composites. Puis des composites sont fabriqués pour étudier l'influence des granulats, du liant, de la granulométrie des granulats, de la réalisation d'un pré-traitement alcalins des granulats et de la pression de compaction appliquée lors de la mise en œuvre des composites sur leurs performances hygrothermiques ainsi que leurs propriétés mécaniques. Enfin, la résistance à l'immersion accidentelle et à l'humidité ainsi que la réaction au feu des formulations les plus prometteuses sont étudiées.

Title : Development of bio-based composites for building insulation

Keywords : Corn, Deterioration, Eco-materials, Flax, Hemp, Rape, Thermal Insulators, Wheat

Abstract : The aim of this thesis is to develop new bio-based building insulating materials which contribute to reduce their environmental impacts. The developed materials shall have low embodied energy and low carbon footprint. They shall contribute to reduce energy needs of buildings and to ensure high hygrothermal comfort of users. First, raw materials from agricultural resources (hemp shiv, flax shiv, wheat straw, rape straw and corn cobs) are characterized from a chemical, physical, hygrothermal and mechanical point of view, with a aim of developing bio-based composites for the thermal insulation of buildings. Their chemical composition is interesting

for the development of green binder. A study to assess this ability is carried out. At the end of the study, two binders corresponding to extractions performed on corn cobs and flax fines are developed. Other binders from industry are also selected for composite production. Then, composites are produced to study the influence of aggregates, binder, granulometry of aggregates, alkaline pre-treatment of aggregates and compaction pressure applied during the processing of composites on their hygrothermal performances and mechanical properties. Finally, the resistance to accidental immersion and humidity and the reaction to fire of the most promising formulations are studied.