

---

# **CARACTERISATION DES MATERIAUX**



## II. Caractérisation des matériaux

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation des granulats de chanvre et de deux liants, connus sous les appellations commerciales Tradical® PF70 et PF80 M, intégrés respectivement dans la composition du béton et de l'enduit de chanvre. L'objectif est la mesure de leurs propriétés thermophysiques telles que la chaleur massique et la conductivité thermique, la connaissance de leur comportement en présence d'eau (capacité d'absorption d'eau et isothermes de désorption) et des cinétiques d'hydratation des liants dans des conditions isothermes. La détermination des propriétés de mélanges chanvre/chaux est ensuite effectuée.

### II.1 Matériaux et préparation des éprouvettes

#### II.1.1 Particules végétales et cinétiques d'absorption de l'eau

Deux types de granulats de chanvre ont été utilisés. Le premier est une chènevotte pure constituée de particules boisées de longueur variant de 1,25 à 20 mm et de largeur comprise entre 0,3 et 10 mm, commercialisé sous l'appellation « Chanvribat ». Le deuxième type est un granulat de chanvre fibré (mélange de chènevotte et de fibres courtes) commercialisé sous l'appellation « Terrachanvre » et utilisé principalement dans les formulations d'enduit de finition (Figure II.1). Les particules de chanvre fibré court Terrachanvre (C.T) présentent une morphologie plus fine que le granulat de Chanvribat (C.C) (la longueur varie de 0,5 à 1 mm et la largeur de 0,2 à 0,4 mm).

Comme nous l'avons indiqué auparavant, la quantité de fibres présente dans le granulat de chanvre dépend directement du processus de transformation de la paille de chanvre. On peut ainsi considérer que la teneur en fibre du granulat de Chanvribat est très faible (< 2% en masse) vu qu'il est issu d'un processus qui sépare la fibre de la chènevotte. En ce qui concerne le granulat de Terrachanvre qui est issu d'un processus qui ne permet pas le défibrage, les mesures effectuées par tamisage donnent des rapports fibres/chènevotte allant de 0,5% à 13,7% en masse (Hustache *et* Arnaud, 2008). Il est difficile d'évaluer la quantité de fibre dans la chènevotte (certaines fibres restent collées aux particules de chènevotte et la méthode de tamisage ne permet pas leur séparation).



Figure II.1 : Granulats de chanvre : (a) chènevotte Chanvribat, (b) chanvre fibré court Terrachanvre.

Pour déterminer le comportement des granulats de chanvre en présence d'eau liquide, le protocole suivant, suggéré par Ho Thi (2008), a été mis en œuvre pour évaluer l'eau absorbée au cours du temps. Les particules végétales préalablement nettoyées sont séchées à une température de 80°C, pour permettre une évaporation rapide et complète de l'eau stockée dans les pores. Des échantillons d'une masse moyenne de 2 g sont, par la suite, immergés complètement dans l'eau distillée à une température de 23°C. Les pesées des échantillons imbibés sont effectuées à des intervalles de temps réguliers : 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15 et 20 minutes. Avant chaque pesée, l'eau présente autour des particules est soigneusement enlevée en secouant l'échantillon pour éliminer la pellicule d'eau présente en surface des particules et les ménisques d'eau entre deux particules consécutives. La reproductibilité des résultats est vérifiée en appliquant le même test sur trois échantillons pour chaque type de granulats.

L'examen des courbes représentatives des cinétiques d'absorption des deux chènevottes (Figure II.2), confirme leur affinité importante à l'eau. Cette affinité se manifeste principalement durant les cinq premières minutes en absorbant environ 1,5 à 2 fois leurs masses initiales. Au-delà de 5 minutes, l'absorption de l'eau varie faiblement.

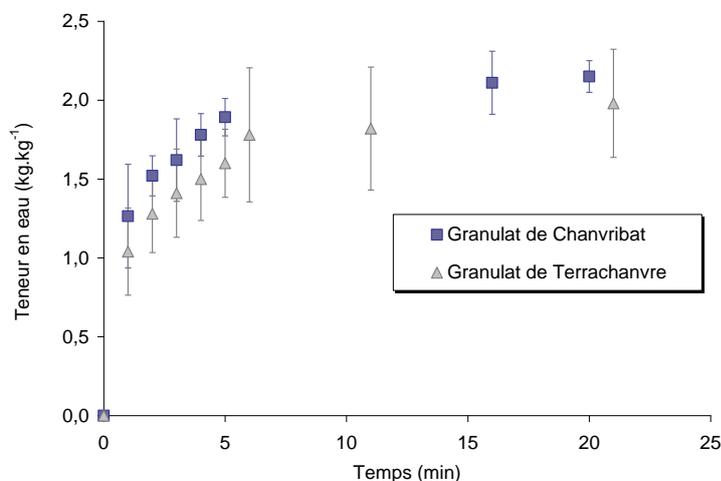


Figure II.2 : Comportements des granulats de Chanvribat et Terrachanvre en présence d'eau.

## II.1.2 Liants à base de chaux

Les liants étudiés sont manufacturés par la société Balthazard Cotte Bâtiment (BCB). Le Tradical<sup>®</sup>PF70 est un mélange de 75% en masse de la chaux aérienne, 15% de la chaux hydraulique et 10% de pouzzolane dont environ 0,5% d'additifs tel que l'entraîneur d'air qui a une influence directe sur la taille des pores. Quant au liant Tradical<sup>®</sup>PF80 M, principalement utilisé dans la réalisation des enduits à caractère isolant, il est constitué de 35% en masse de charges minérales, 55% de la chaux aérienne et 10% de la chaux hydraulique (Tableau II.1)

Tableau II.1 : Proportions massiques de la chaux hydraulique et aérienne dans les deux liants.

	Chaux aérienne	Chaux hydraulique	Pouzzolane	Charge minérale
Tradical <sup>®</sup> PF80 M	55%	10%	-	35
Tradical <sup>®</sup> PF70	75%	15%	10%	-

### Cinétiques d'hydratation des liants

Les réactions d'hydratation des liants à base de la chaux hydraulique sont exothermiques, la mesure de l'énergie dégagée est donc une technique qui permet d'évaluer la cinétique de la réaction (Kada *et al.*, 1999). Dans le cadre de ces travaux, des mesures ont été réalisées par calorimétrie isotherme. Cette méthode permet d'obtenir la puissance thermique générée au cours du temps. Après intégration, on obtient la quantité de chaleur dégagée.

Un calorimètre à double puits a été exploité : un puits dédié à l'échantillon et l'autre servant de référence reçoit une ampoule vide. La sensibilité est de 5  $\mu$ W.

Avant de préparer les mélanges, le liant et l'eau sont conditionnés à la température désirée. Le mélange est ensuite placé dans une ampoule scellée hermétiquement pour éviter la perte d'humidité. Les mesures ont été réalisées avec des échantillons de masse moyenne d'environ 7 g et un rapport massique d'eau/liant de 0,4.

Les cinétiques d'hydratation des deux matériaux sont présentées sur la Figure II.3. On remarque que les évolutions mesurées ont pratiquement la même allure et la chaleur dégagée par le Tradical<sup>®</sup>PF80 M est quatre fois inférieure à celle mesurée pour le Tradical<sup>®</sup>PF70. On peut distinguer trois étapes : une accélération au cours des premières heures du contact des produits avec l'eau, caractérisée par un important dégagement de chaleur ; suivie d'une période de ralentissement, suivie d'une période de mise en équilibre. Ces deux dernières étapes sont relativement lentes car elles sont contrôlées par la diffusion de l'eau à travers les hydrates pour atteindre les anhydres. Les cinétiques d'hydratation du Tradical<sup>®</sup>PF70 réalisée à deux températures différentes (25 et 30°C) montrent que les réactions s'accélèrent avec la température, particulièrement durant les deux premières périodes.

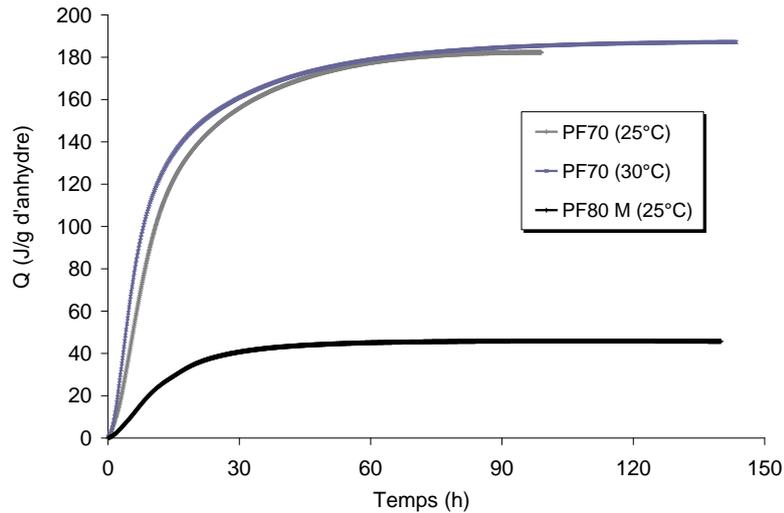


Figure II.3 : Chaleurs d'hydratation des liants Tradical® PF70 et PF80 M.

Le degré d'avancement de ces cinétiques réactionnelles qui est le rapport entre la masse du liant hydraté à l'instant « t » et la masse initiale des particules anhydres peut être déterminé en exploitant les courbes précédentes :

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q_{\infty}} \quad (\text{II.1})$$

où  $Q(t)$  et  $Q_{\infty}$  sont les chaleurs générées au cours d'une durée  $t$  et d'un période infinie (hydratation complète des anhydres).

La vitesse d'hydratation est à la fois fonction de la température et du degré d'avancement des réactions. Cette dépendance s'écrit sous la forme générale :

$$\left( \frac{d\alpha_T}{dt} \right)_T = K(T) f(\alpha) \quad (\text{II.2})$$

où  $K(T)$  et  $f(\alpha)$  sont respectivement les fonctions qui dépendent de la température et de degré d'hydratation.

Les courbes de variation de la vitesse d'hydratation des liant PF70 et PF80 M avec le degré d'avancement sont tracées sur la Figure II.4. Nous pouvons constater que pour chacun des niveaux thermiques les courbes passent par un extremum correspondant à un degré d'hydratation compris entre 0,2 et 0,3.

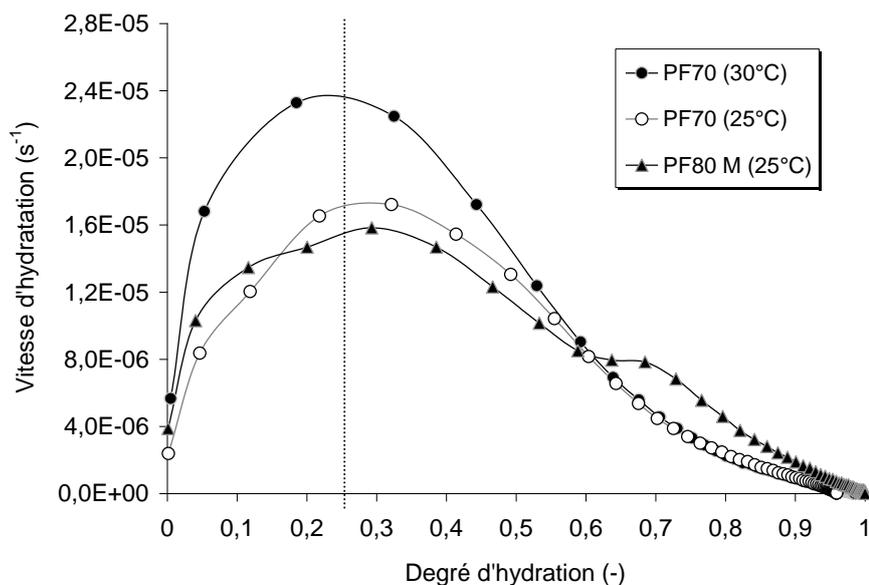


Figure II.4 : Les vitesses d'hydratation du Tradical® PF70.

L'observation de ces tracés montre qu'au bout de deux jours on peut considérer que les cinétiques réactionnelles essentiellement induites par la chaux hydraulique sont pratiquement achevées en particulier pour le PF80 M. Cette étude montre également que la chaleur dégagée par de PF80M est beaucoup plus faible en comparaison à d'autres matériaux cimentaires (entre 250 et 300 J/g : Buffalo-Lacariere, 2007).

### II.1.3 Préparation des éprouvettes de liant et de mélange chanvre/chaux

Dans ce travail, on a utilisé des formulations classiques pour la fabrication des enduits. Un grand nombre d'éprouvettes a été fabriqué pour déterminer les isothermes de désorption, les propriétés thermophysiques et établir les cinétiques de séchage (Figure II.5).

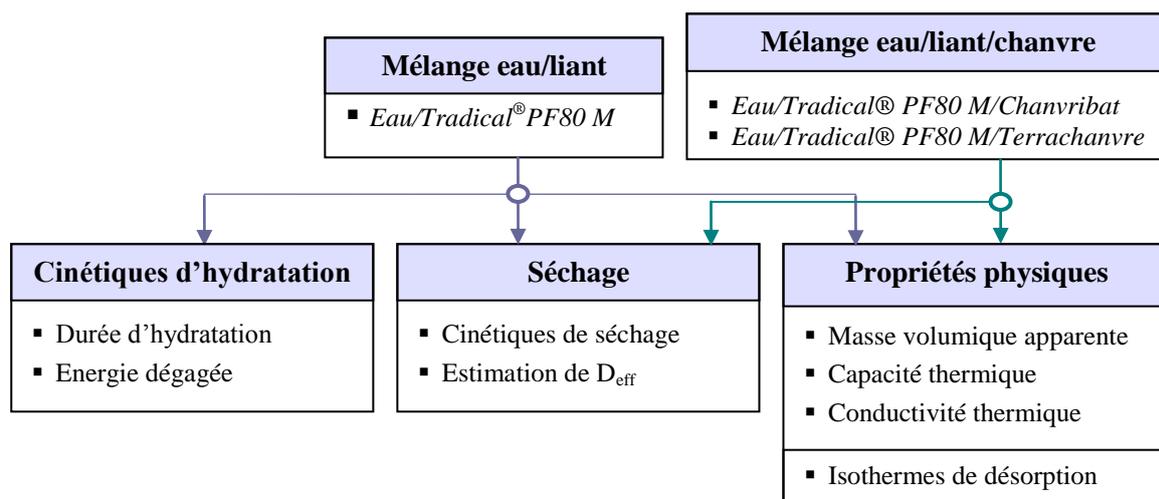


Figure II.5 : Caractérisation des matériaux.

Les compositions et les proportions massiques des différents constituants sont indiquées dans le Tableau II.2:

Tableau II.2 : Composition massique du liant et du mélange chanvre/chaux.

	Tradical®PF80 M	Chènevotte	Eau
Liant	71,4%	-	28,6%
Mélange chanvre/chaux	51%	8%	41%

En ce qui concerne les éprouvettes de liant, après dosage des constituants, les mélanges sont préparés dans un malaxeur d'une capacité de 2 kg. Les constituants (eau et liant) sont mélangés pendant 2 à 3 minutes pour obtenir une bonne homogénéisation de la pâte et limiter l'évaporation de l'eau.

Pour les mélanges chanvre/chaux le protocole expérimental proposé par Collet (2004) est exploité. Ce dernier tient compte de l'affinité importante de la chènevotte à l'eau. Le liant et l'eau sont d'abord mélangés dans le malaxeur pendant 2 à 3 minutes ce qui permet une hydratation convenable du liant. Le granulat de chanvre est ensuite progressivement ajouté tout en continuant à malaxer l'ensemble pendant 3 minutes. Les produits sont coulés manuellement dans des creusets de section 10×10 cm<sup>2</sup> dont la profondeur peut varier de 2 à 4 cm (Figure II.6). Le séchage est alors réalisé immédiatement, ou quelques heures après confinement dans un film imperméable. Une fois que les matériaux sont sortis du séchoir, ils sont démoulés et introduits en étuve à 60°C. Ils sont considérés secs quand leur masse est stable à 0,1% entre deux mesures successives à 48 heures d'intervalle. Les éprouvettes se présentent alors sous forme de plaques planes qui peuvent être exploitées pour la mesure de propriétés. La balance utilisée pour la pesée est d'une précision de ±0,01 g.



Figure II.6 : Echantillons du mélange chanvre/chaux (a) : à l'état frais, (b) : après séchage.

La masse volumique apparente sèche est déterminée indirectement à partir de la masse sèche et du volume apparent des échantillons (équation II.3). Les volumes apparents sont déterminés à l'aide d'un pied à coulisse numérique qui permet une lecture directe avec une précision de ± 0,01 mm. Chaque dimension est calculée à partir d'une moyenne de trois mesures.

$$\rho_s = \frac{m_s}{V} \quad (\text{II.3})$$

Le remplissage manuel des creusets ne garantit pas une reproductibilité précise des masses volumiques apparentes. Ces valeurs varient entre 1200 et 1300 kg.m<sup>-3</sup> pour le liant Tradical®PF80 M et entre 650 et 750 kg.m<sup>-3</sup> pour le mélange chanvre/chaux quelque soit le granulat de chanvre employé.

## II.2 Mesures des isothermes de désorption

### II.2.1 Méthode de mesure

L'analyse des cinétiques de séchage nécessite de disposer des isothermes de désorption des matériaux. Ces dernières sont l'expression macroscopique facilement mesurable des interactions entre la surface poreuse des matériaux et les molécules d'eau adsorbées. Plusieurs méthodes gravimétriques, basées sur un suivi de masse, permettent de les obtenir. Elles sont classées en deux catégories :

- les méthodes statiques
- et les méthodes dynamiques.

Afin de déterminer ces caractéristiques, les deux méthodes statique et dynamique ont été employées. La première est exploitable pour des éprouvettes de volume élémentaire représentatif relativement grand. Elle consiste à placer le produit dans une enceinte dont la température et l'humidité relative sont régulées. Dans notre cas, le maintien de l'humidité a été assuré par des solutions salines concentrées (Figure II.7) et l'ensemble est à une température moyenne de  $22\pm 3^\circ\text{C}$ . La masse des échantillons pour chaque palier d'humidité est obtenue par pesée à l'extérieur de l'enceinte à l'aide d'une balance d'une précision de 0,1 mg. L'équilibre hydrique est considéré atteint lorsque la masse de l'échantillon n'évolue plus entre trois mesures successives de 5 jours d'intervalle.

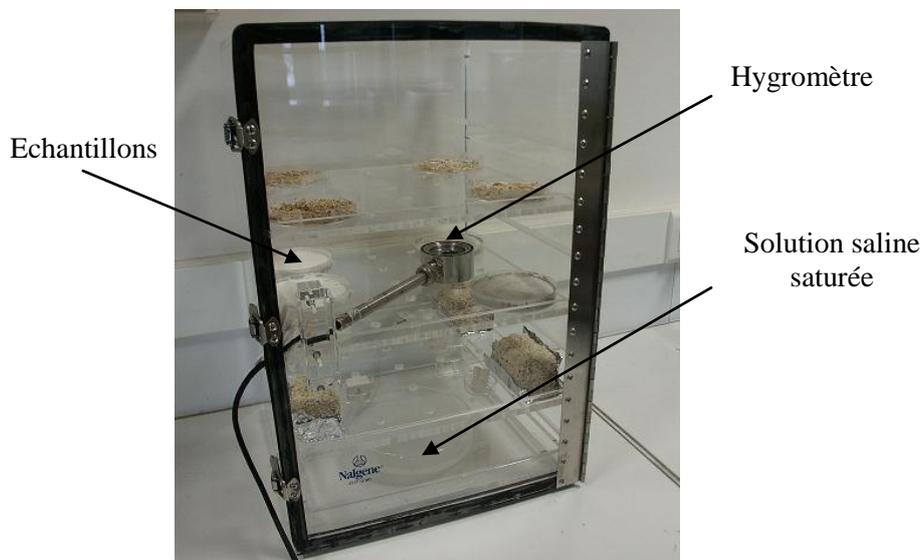


Figure II.7 : Enceinte expérimentale pour les solutions salines.

On a également employé la méthode dynamique DVS (Dynamic Vapor Sorption) pour déterminer les isothermes de sorption des liants Tradical<sup>®</sup>PF80 M. Cette technique est basée sur le suivi de la prise ou de la perte de masse d'un échantillon à l'aide d'une microbalance de type Cahn d'une précision de  $\pm 5 \mu\text{g}$  placée dans une enceinte régulée en température. Cet appareil permet de mesurer les isothermes d'adsorption / désorption des échantillons de quelques milligrammes et ainsi réduire les temps d'équilibre et d'expérimentation. Les paliers

d'humidité relative ont été choisis sur un intervalle de 90% à 0% avec un pas de 10% et la température moyenne de l'ensemble est de  $25\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ . La précision obtenue sur l'humidité relative est de  $\pm 0,4\%$ . Le critère d'équilibre est défini sur la dérivée de la masse par rapport au temps.

## II.2.2 Isothermes de désorption du liant Tradical® PF80 M

Les mesures sont effectuées sur des mélanges frais (état pâteux) et sur des éprouvettes qui après stabilisation (séchage) ont été saturées en eau.

### II.2.2.1 Liant stabilisé

Les mesures par la méthode des solutions salines ont été effectuées sur trois éprouvettes fabriquées selon le protocole expérimental décrit précédemment.

Après un séchage en étuve à une température de  $60^{\circ}\text{C}$  (afin de déterminer la masse sèche initiale), ces éprouvettes d'un volume moyen de  $8\text{ cm}^3$  ont subi une imbibition capillaire (contact direct avec l'eau à pression atmosphérique pendant 24 h). La teneur en eau moyenne atteinte par imbibition est de  $0,234\pm 0,008\text{ kg.kg}^{-1}$ . Les échantillons sont, par la suite, exposés à des paliers d'humidité relative allant de 93% à 8%. La masse des échantillons à 0% est déterminée en les séchant en étuve à  $60^{\circ}\text{C}$  et en les plaçant, jusqu'à l'équilibre, dans une enceinte hermétique en présence des cristaux du gel de silice.

Au cours du premier processus de désorption, nous avons enregistré un écart d'une moyenne de  $1,62\pm 0,20\%$  entre les masses sèches initiales et les masses sèches en fin de désorption. En réalisant une seconde désorption sur les mêmes échantillons, nous constatons à nouveau un écart moyen de  $1,00\pm 0,06\%$  entre les masses sèches mesurées en fin de la première et celles de la seconde désorption (voir Tableau II.3). Ces gains de masse enregistrés sont probablement liés aux phénomènes de carbonatation des hydrates, favorisés à des humidités relatives allant de 30 à 80%. En effet, les réactions de carbonatation peuvent avoir lieu suite à l'exposition prolongée des échantillons au gaz carbonique de l'air (souvent plusieurs semaines pour atteindre l'équilibre sur un palier d'humidité). Collet (2004) observe le même phénomène et l'explique par un piégeage des molécules d'eau lors de la désorption ou à une réaction chimique entre les molécules d'eau et le milieu poreux.

Tableau II.3 : Les grandeurs caractéristiques des liants Tradical® PF80 M « état durci ».

Eprouvettes du liant Tradical® PF80 M	PF 80 - 11	PF 80 - 12	PF 80 - 13
Masse sèche initiale (g)	9,770	10,218	10,054
Masse après imbibition (g)	12,126	12,532	12,423
Teneur en eau après imbibition (g/g b.s.)	0,241	0,226	0,236
Masse sèche finale de la 1 <sup>ère</sup> désorption (g)*	9,922	10,389	10,219
Gain en masse au cours de la 1 <sup>ère</sup> désorption (%)	1,56	1,67	1,64
Masse sèche finale de la 2 <sup>ème</sup> désorption (g)	10,014	10,496	10,325
Gain en masse au cours de la 2 <sup>ème</sup> désorption (%)	0,93	1,03	1,04
Volume des échantillons ( $\text{cm}^3$ )	$7,60\pm 0,43$	$7,95\pm 0,71$	$7,79\pm 0,40$

\* la masse sèche finale de la 1<sup>ère</sup> désorption est égale à la masse sèche initiale de la 2<sup>ème</sup> désorption.

La Figure II.8 présente les isothermes de désorption des liants durcis. Il est important de préciser que les teneurs en eau à chaque palier d'humidité relative correspondent à une moyenne des mesures réalisées sur les trois échantillons.

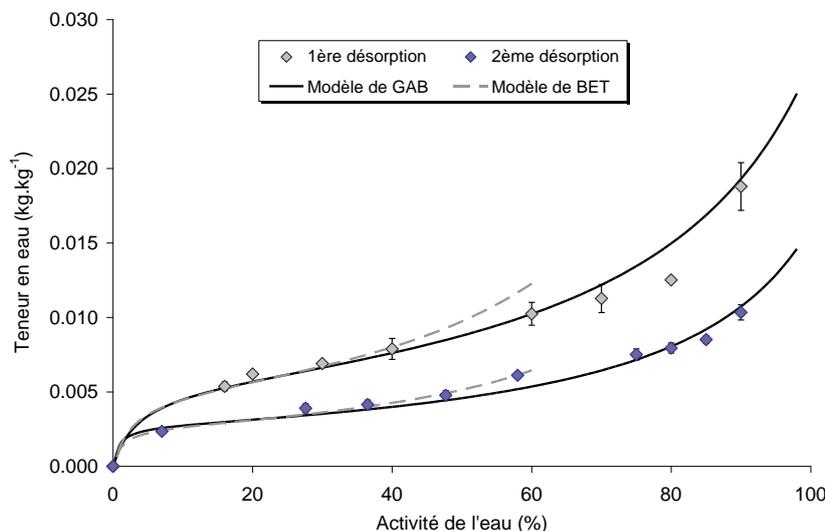


Figure II.8 : Isothermes de désorption du liant durci Tradical® PF80 M.

Les isothermes obtenues sont reproductibles sauf aux humidités de l'air les plus élevées où les teneurs en eau sont plus dispersées (un écart type de 0,0016 kg.kg<sup>-1</sup> est enregistré à 90% d'humidité relative au cours de la première désorption).

La comparaison de ces courbes à celles de la classification de l'I.U.P.A.C (chapitre I- §I.2.3), montre une grande similitude avec les isothermes de type II (convexité dans la zone de faibles humidités relatives, inflexion des courbes et absence de palier aux fortes humidités relatives).

On remarque qu'au cours de la première désorption, environ 85±2% de la quantité d'eau totale présente dans les matériaux est évacuée au cours de la mise en équilibre à 90%.

Pour les mêmes humidités relatives, on remarque que les teneurs en eau de la deuxième désorption sont plus faibles. En conséquence, on peut considérer que le liant Tradical® PF80 M est faiblement hygroscopique avec une hygroscopicité qui évolue avec l'âge des matériaux. La condensation capillaire n'a lieu qu'aux très hautes humidités relatives. Une partie très importante du réseau poreux reste non remplie d'eau liquide pour des humidités relatives inférieures à 90%.

Afin d'évaluer le stade de carbonatation des échantillons après désorption, un colorant sensible au pH (phénophtaléine) a été utilisé. A titre d'exemple, la Figure II.9 présente des photos réalisées sur deux coupes fraîches de liant. La première coupe correspond à un échantillon récemment fabriqué (âgé de 3 mois), et la seconde correspond à l'un des échantillons ayant subi deux désorptions (âgé de 2 années environ). Un changement de couleur est constaté sur toute la fracture du premier échantillon, ce qui indique que la zone est non carbonatée (l'indicateur vire au violet). Quant au second, une légère coloration en rose est

enregistrée au centre de la fracture et les parties proches des interfaces sont restées incolores (pH proche de 9), on peut considérer que la carbonatation du matériau est à un stade avancé.



Figure II.9 : Evaluation de la carbonatation des matériaux à l'aide de la phénophtaléine.

### II.2.2.2 Liant initialement à l'état frais

Les isothermes de désorption sont déterminées pour des éprouvettes du liant Tradical®PF80M initialement à l'état frais (mélange eau/liant). Deux méthodes sont employées, la méthode des solutions salines et la méthode DVS.

A l'inverse de la première méthode qui nécessite un temps de mise en équilibre très important, la méthode DVS est appliquée sur des échantillons de quelques milligrammes. La faible masse de ces derniers permet de réduire la durée de mise en équilibre à quelques heures et donc de se rapprocher de la durée réelle d'une cinétique de séchage convectif. Toutefois, le volume très faible des échantillons risque d'être non représentatif de la distribution de la tailles des pores et de la forme du réseau poreux, et ainsi des phénomènes de transport d'humidité qui sont principalement liées à ces paramètres.

Deux éprouvettes de liant (PF80 M -21 et -22) d'une masse moyenne de  $60,55 \pm 0,44$  g sont exposées dès leur jeune âge à des paliers d'humidité relative allant de 93% à 8% contrôlés par des solutions salines. Un troisième échantillon (PF80 M-23) de masse initiale 0,0439 g subit, par la méthode DVS, une désorption suivie d'une adsorption puis d'une deuxième désorption.

Les données relatives aux masses initiales et sèches, les teneurs en eau et les volumes des échantillons sont rassemblées dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Grandeurs caractéristiques des liants Tradical®PF80 M « état initial frais ».

Méthode de détermination des isothermes de sorption	Solutions salines		Méthode DVS
	PF80 M-21	PF80 M-22	PF80 M-23
Masse initiale (g)	60,858	60,240	0,04386
Masse sèche après la 1 <sup>ère</sup> désorption (g)	54,818	54,337	0,03851
W initial (kg/kg b.s.)	0,272	0,272	0,139
Volume des échantillons (cm <sup>3</sup> )	39,8±8,1	35,3±1,6	-
Masse sèche après la 2 <sup>ème</sup> désorption (g)	-	-	0,03852

Les échantillons PF80-21 et PF80-22 sont initialement à une teneur en eau moyenne de  $0,272 \text{ kg.kg}^{-1}$ . Cette dernière est calculée à partir des masses sèches mesurées en fin de désorption. Quant à l'échantillon PF80-23, sa teneur en eau initiale est plus faible

(0,139 kg.kg<sup>-1</sup>), ce qui est dû probablement à l'hétérogénéité de la distribution de l'eau dans le liant à l'échelle des milligrammes.

Les isothermes d'adsorption et de désorption de la pâte de liant Tradical®PF80 obtenues par la méthode DVS sont comparées à la désorption lente (méthode des solutions salines) sur la Figure II.10. A l'exception des dispersions constatées à 90% d'humidité relative les évolutions sont similaires. Elles ont une forme sigmoïdale, comparable à celles des matériaux durcis.

Pour les échantillons PF80 M-21 et PF80 M-22, environ 69% de leur masse d'eau initiale est évacuée au cours de la mise en équilibre à 90% d'humidité relative (la valeur est calculée à partir d'un rapport massique d'eau/liant de 0,4). Les 31% d'eau restante représentent l'eau chimiquement liée et l'eau évaporée entre 90% et 0% d'humidité relative. En même temps que la désorption, les matériaux subissent une carbonatation due à la présence du gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) dans l'air. En état actuel de l'expérimentation, il est difficile de distinguer la quantité d'eau chimiquement liée par hydratation du gain de masse dû à la carbonatation des hydrates.

Comme nous l'avons déjà mentionnés, l'intérêt principal de la méthode DVS réside dans la durée très courte d'expérimentation (6 jours) et l'absence du CO<sub>2</sub> dans le gaz de balayage (mélange azote / vapeur d'eau). En examinant les courbes d'adsorption / désorption de l'échantillon PF80 M-23, on remarque qu'elles ne sont pas réversibles, une hystérésis est formée entre les deux courbes sur tout le domaine d'humidité relative. Ce phénomène est lié, selon Boraghet-Bouny (1994), aux processus physico-chimiques qui viennent se superposer à la sorption physique (mouvement d'eau fortement liée aux hydrates). Il apparaît clairement que l'hystérésis rencontrée est de type H3 selon la classification de l'I.U.P.A.C (1985). Cette hystérésis se rétrécit au cours de la seconde désorption pour des humidités relatives supérieures à 70% (phénomène induit par l'écart important entre les teneurs en eau initiales du premier cycle de désorption et celles du deuxième cycle influant souvent le mode de transport de l'eau dans le matériau).

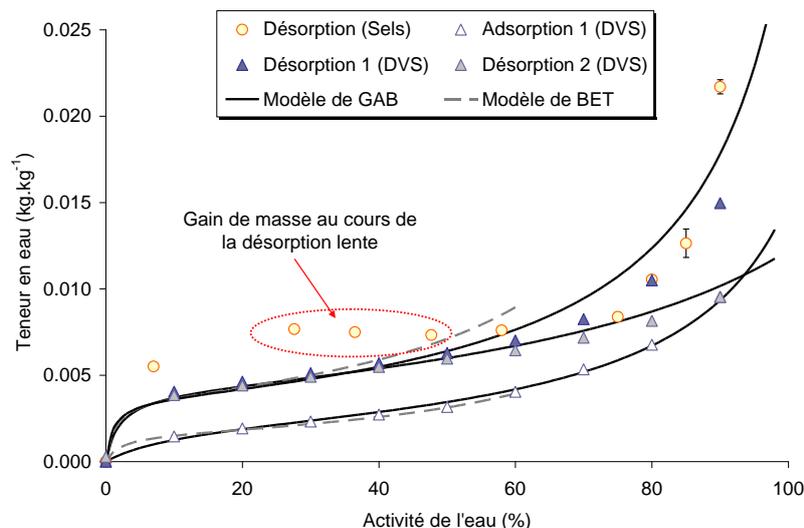


Figure II.10 : Isothermes de désorption et d'adsorption du liant Tradical®PF80 M initialement à l'état frais.

### II.2.2.3 Modèle

Les mesures expérimentales des isothermes de désorption sont lissées par les modèles BET et GAB dont les expressions sont données par le Tableau II.5. Il est important de préciser que le modèle BET décrit correctement la sorption en multicouche pour des humidités relatives inférieures à 60%, quant au modèle de GAB qui est une extension du modèle de BET, il est largement utilisé car il est appliqué à un domaine d'humidité relative étendu entre 5 et 95%.

Tableau II.5 : Modèles des isothermes de sorption.

Modèle	Equation	Paramètres
GAB	$W = \frac{W_{hyg} C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)}$	$W_{hyg}$ : teneur en eau hygroscopique. C : constante de Guggenheim liée à la chaleur de sorption de la monocouche. K : facteur de correction des propriétés des molécules des multicouches.
BET	$W = \frac{W_{hyg} C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1) a_w)}$	

L'ajustement des deux modèles aux valeurs expérimentales est réalisé à l'aide d'une procédure de minimisation. Sur le Tableau II.6 sont rassemblés les paramètres estimés à partir des différentes isothermes de désorption des deux liants.

Tableau II.6 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.

Tradical®	Méthodes		Modèle de BET		Modèle de GAB		
			C	$W_{hyg}$	C	$W_{hyg}$	K
PF80 : Etat durci	Solutions salines	1 <sup>ère</sup> dés.	36,76	0,0050	34,37	0,0055	0,798
		2 <sup>ème</sup> dés.	83,78	0,0026	138,64	0,0027	0,832
PF80 : Etat initial frais	DVS	1 <sup>ère</sup> dés.	101,82	0,0037	106,74	0,0036	0,887
		1 <sup>ère</sup> ads.	47,40	0,0016	11,57	0,0022	0,856
		2 <sup>ème</sup> dés.	87,36	0,0036	74,47	0,0041	0,667
	Solutions salines	1 <sup>ère</sup> dés.	92,19	0,0050	58,69	0,0050	0,838
PF70 : Etat durci	Solutions salines	1 <sup>ère</sup> dés.	60,00	0,0110	66,54	0,0116	0,852
		2 <sup>ème</sup> dés.	85,57	0,0054	87,79	0,0061	0,875
PF70 : Etat initial frais	DVS	1 <sup>ère</sup> dés.	96,17	0,0160	112,56	0,0172	0,855
		1 <sup>ère</sup> ads.	25,80	0,0076	10,62	0,0097	0,881
		2 <sup>ème</sup> dés.	110,00	0,0140	115,41	0,0166	0,747
	Solutions salines	1 <sup>ère</sup> dés.	20,74	0,0168	20,7	0,0170	0,918

On remarque que le modèle de GAB permet une bonne représentation de la teneur en eau sur une plage d'humidité assez large (93% à 0%) pour l'ensemble des expérimentations.

### II.2.3 Isothermes de désorption des particules végétales

Les isothermes de désorption des granulats de chènevottes ont été déterminées par la méthode des solutions salines. Les granulats de chanvre préalablement nettoyés, séchés puis imbibés

d'eau distillée sont donc placés dans une enceinte où le degré d'humidité relative est de plus en plus faible (de 93% à 8%) à une température d'air moyenne de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ .

La Figure II.11 présente une comparaison des isothermes de désorption des deux types de granulats de chanvre. On remarque qu'elles sont superposées sur tout le domaine d'humidité relative à l'exception du premier point à 90% où un écart de teneur en eau d'une valeur de  $0,01 \text{ kg.kg}^{-1}$  est enregistré. Les deux types de granulats sont beaucoup plus hygroscopiques que le liant PF80 M. Cette hygroscopicité importante est certainement liée à la forte porosité inter et intra granulaires des particules de chanvre.

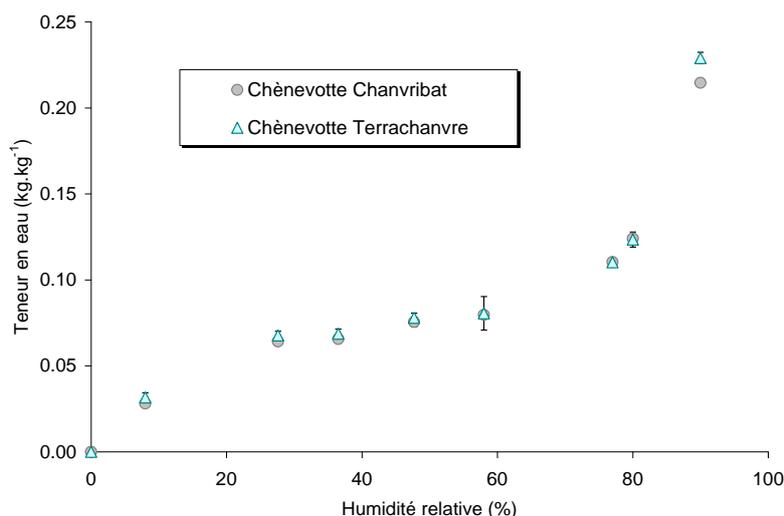


Figure II.11 : Isothermes de désorption des particules de chanvre.

## II.2.4 Isothermes de désorption des mélanges chanvre/chaux

Les mesures pour les mélanges chanvre/Tradical<sup>®</sup> PF80 M ont été réalisées par la méthode des solutions salines sur des éprouvettes stabilisées (matériaux durcis). Une méthodologie similaire à celle des liants est utilisée. Après séchage des éprouvettes, elles subissent une saturation partielle par imbibition à pression atmosphérique. Les matériaux à base de Terrachanvre (C.T/C) atteignent une teneur en eau moyenne de  $0,47 \text{ kg.kg}^{-1}$  et ceux à base de granulat de Chanvribat (C.C/C) ont une teneur en eau initiale de  $0,42 \text{ kg.kg}^{-1}$  (valeurs calculées à partir des masses sèches en fin de désorption). Ces teneurs en eau atteintes par imbibition sont inférieures à celle des matériaux frais ( $0,69 \text{ kg.kg}^{-1}$ ).

Pour les matériaux C.T/C deux cycles ont été observés : une première désorption puis une seconde. Les données relatives aux grandeurs des échantillons testés sont reportées dans le Tableau II.7.

Tableau II.7 : Grandeurs caractéristiques des mélanges chanvre/Tradical<sup>®</sup> PF80 M.

Mélange chanvre/Tradical PF80 M	Terrachanvre		Chanvribat	
	C.T/C -1	C.T/C -2	C.C/C -1	C.C/C -2
Masse initiale (g)	78,562	67,342	96,155	89,032
Masse sèche après la 1 <sup>ère</sup> désorption (g)	80,907	69,276	98,990	91,459

W initial (kg/kg b.s.)	0,487	0,454	0,429	0,402
Gain en masse au cours de la 1 <sup>ère</sup> désorption (%)	2,985	2,872	3,007	2,763
Masse sèche après la 2 <sup>ème</sup> désorption (g)	82,729	70,563	-	-
Gain en masse au cours de la 2 <sup>ème</sup> désorption (%)	2,252	1,857	-	-

Un gain de masse d'environ 3% est enregistré à la fin de la 1<sup>ère</sup> désorption. Au cours de la seconde désorption des mélanges C.T/C, le gain de masse devient moins important (soit environ 2%).

Les isothermes de désorption sont reportées sur la Figure II.12. On constate que les teneurs en eau des mélanges C.C/C et C.T/C aux différents points d'humidités relative sont très proches à l'exception des dispersions enregistrées à 90% d'humidité relative.

Le transport par capillarité reste très important malgré la présence relativement importante des macro-pores intra-granulaires, soit 85% de la quantité d'eau initialement absorbée est évacuée aux cours de la mise en équilibre à 90% d'humidité relative.

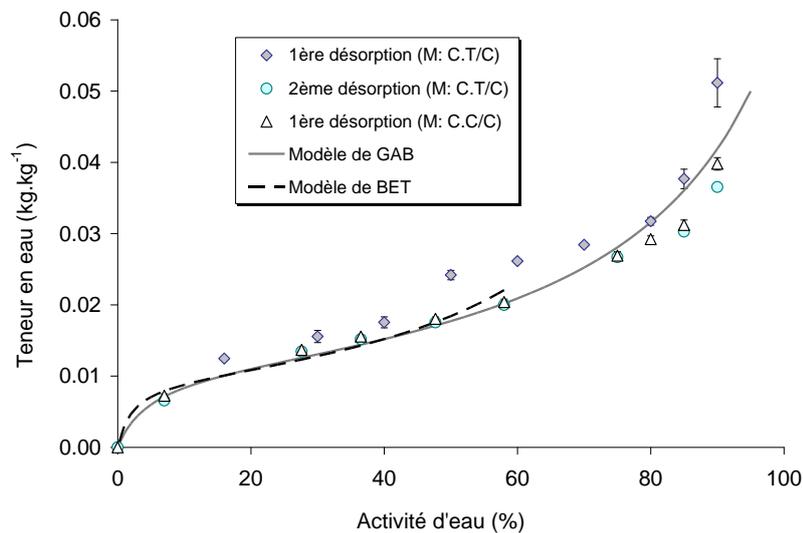


Figure II.12 : Isotherme de désorption des mélanges chanvre/Tradical<sup>®</sup> PF80 M.

L'allure des courbes est sigmoïdale. Elles peuvent être correctement représentées avec le modèle de GAB sur tout le domaine d'humidité relative et avec le modèle de BET pour des humidités relatives inférieures à 60% (Tableau II.8).

Tableau II.8 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.

Modèle de BET		Modèle de GAB		
C	W <sub>hyg</sub>	C	W <sub>hyg</sub>	K
47,120	0,0094	25,410	0,0110	0,823

## II.3 Mesure des propriétés thermophysiques

### II.3.1 Conductivités thermiques

#### II.3.1.1 Méthode de mesure

Les conductivités thermiques des plaques de liant et de chanvre/chaux ont été obtenues par la technique de la plaque chaude gardée (Pratt *et al.*, 1969, De Ponte *et Klarsfeld*, 2002). Le principe de base de la méthode est d'imposer, en régime permanent, un écart de température  $\Delta T$  entre les deux faces d'un échantillon de forme parallélépipédique.

Dans le montage asymétrique développé au laboratoire (Carré *et Le Gall*, 1990), l'écart de température est assuré par une circulation d'eau au niveau des plaques « chaude » et « froide » en cuivre (Figure II.13). Des thermocouples sont placés de part et d'autre de l'échantillon : à la surface de la résistance chauffante et de la plaque froide. Pour s'assurer d'un transfert de chaleur unidirectionnel, une condition adiabatique est imposée sur les faces latérales et du côté plaque chaude. Lorsque le régime permanent est atteint, la conductivité thermique est donnée par l'équation de Fourier :

$$\lambda = \frac{\Phi e}{S \Delta T} \quad (\text{II.4})$$

où  $\Phi$  est le flux de chaleur généré par la résistance chauffante,  $S$  la surface transversale des éprouvettes et  $e$  l'épaisseur.

L'incertitude de la méthode est estimée à 10% avec une planéité parfaite de l'échantillon.

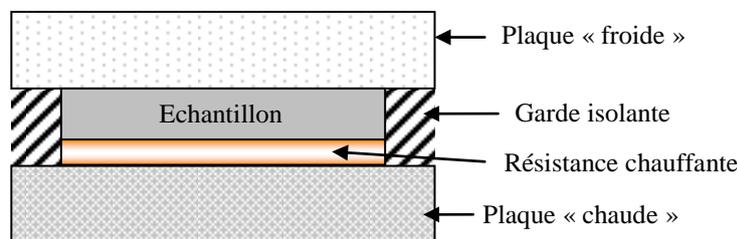


Figure II.13 : Dispositif de mesure de la conductivité thermique « plaque chaude gardée ».

#### II.3.1.2 Résultats

La Figure II.14 présente les valeurs des conductivités thermiques des différents matériaux à l'état sec et à une température moyenne de 20°C. Les résultats montrent que pour une masse volumique de 1400 kg.m<sup>-3</sup> et 0% d'humidité relative, la conductivité thermique moyenne du liant Tradical PF80 est 0,24 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. Cette valeur est inférieure à celle mesurée par Samri (2008) sur le même type de matériau et la même masse volumique ( $\lambda = 0,28 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

Les conductivités thermiques des mélanges chanvre /chaux sont variables selon la nature de granulat de chanvre. A l'état sec, elles sont en moyenne de 0,12 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour les mélanges C.T/C et 0,14 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour les mélanges C.C/C.



où  $M_i$  et  $Cp_i$  sont respectivement la fraction massique et la chaleur massique intrinsèque du constituant  $i$ .

Quelques mesures sur les liants ont été réalisées par DSC sinon, du fait de l'hétérogénéité des matériaux un microcalorimètre a été utilisé. Le principe de la mesure pour les deux équipements est similaire, il s'agit d'imposer un cycle de montée et de descente en température à l'échantillon et à mesurer le flux de chaleur entre une cellule contenant le matériau et une cellule de référence vide. Pour obtenir la ligne de base, une deuxième mesure avec deux cellules vides est également réalisée.

La chaleur massique peut alors se déduire de la mesure du flux de chaleur échangé par la cellule contenant l'échantillon :

$$Cp = \frac{\left(\frac{dH}{dt}\right)}{m\left(\frac{dT}{dt}\right)} \quad (\text{II.6})$$

où  $(dH/dt)$  est le flux de chaleur ;  $m$  est la masse de l'échantillon et  $(dT/dt)$  est la vitesse de balayage en température.

Pour limiter l'erreur sur la vitesse de balayage (incidence directe sur la dérive du flux) lors de l'utilisation de la DSC, une mesure supplémentaire a été effectuée dans les mêmes conditions avec du saphir ( $C_p$  parfaitement connu). La chaleur massique de l'échantillon est alors déduite de la relation :

$$C_p = C_{p_{\text{saphir}}} \frac{m_{\text{saphir}} \left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{échantillon}}}{m_{\text{échantillon}} \left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{saphir}}} \quad (\text{II.7})$$

La reproductibilité des résultats est vérifiée en effectuant trois tests pour chaque matériau suivant le même protocole.

Pour les mesures par DSC, la masse moyenne des échantillons est de l'ordre de 20 mg et la vitesse de chauffe durant la montée en température est de  $5^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$ .

En ce qui concerne le microcalorimètre utilisé (SETARAM  $\mu$ DSC 3), le volume des cellules étant de 1 ml, on peut utiliser des masses plus importantes et ainsi avoir des échantillons plus représentatifs des matériaux étudiés. Le Tableau II.9 donne les masses moyennes des échantillons. Les mesures sont réalisées cellule fermée avec une vitesse de  $0,2^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$ .

Tableau II.9 : Les masses des échantillons étudiés par micro calorimètre.

	Granulat de Chanvribat (C.C)	Granulat de chanvre fibré (C.T)	Liant PF80 M	Mélange C.C/C	Mélange C.T/C
Masse moyenne des échantillons (mg)	120	120	890	370	370

### II.3.2.2 Résultats

#### ▪ *Liant PF80 M*

Les mesures effectuées sur le liant PF80 M à l'état sec par DSC et par microcalorimètre sont reportées sur la Figure II.16. On obtient des évolutions quasi linéaires de la chaleur massique avec la température. Même si les mesures faites par les deux méthodes sont dans des plages de températures différentes, les valeurs obtenues sont très proches.

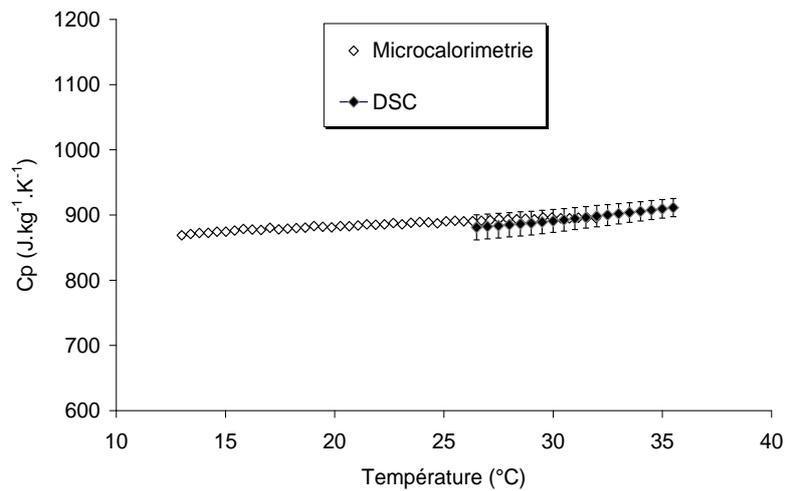


Figure II.16 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.

#### ▪ *Granulats de chanvre*

Les chaleurs massiques des granulats de Chanvribat et Terrachanvre à l'état sec sont mesurées par le microcalorimètre. L'observation de la Figure II.17 montre que les valeurs de la chaleur massique du granulat de Terrachanvre sont sensiblement plus importantes.

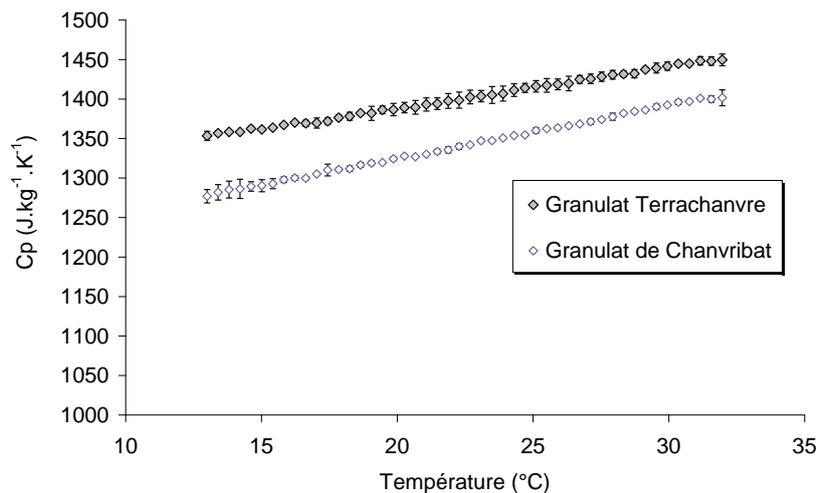


Figure II.17 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.

▪ **Mélanges chanvre/chaux**

La Figure II.18 présente les chaleurs massiques des mélanges chanvre/chaux. Les matériaux à base de granulat de Terrachanvre présentent une chaleur massique légèrement plus grande que celle des matériaux fabriqués avec le granulat Chavribat.

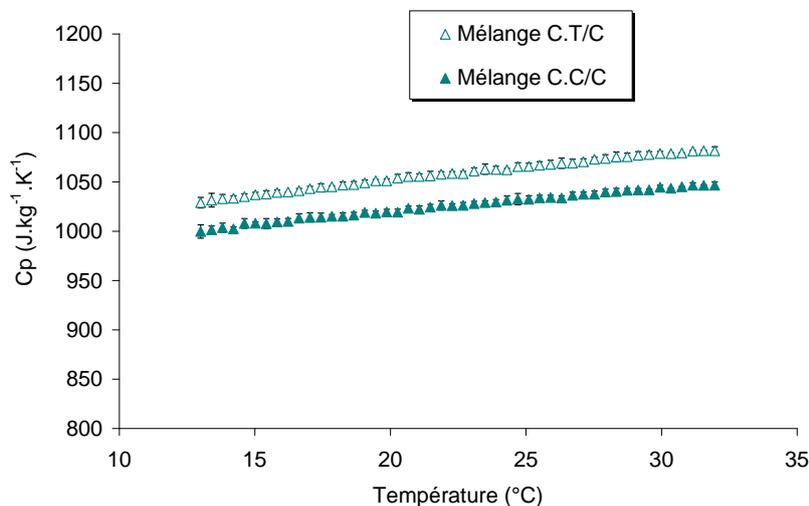


Figure II.18 : Evolution des chaleurs massiques des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M avec la température.

Le Tableau II.10 présente une synthèse des chaleurs massiques des différents matériaux à l'état sec et à une température de 25°C.

Tableau II.10 : Chaleur massique à Hr = 0% et T = 25°C.

	Granulat de Chanvribat (C.C)	Granulat de chanvre fibré (C.T)	Liant PF80 M	Mélange C.C/C	Mélange C.T/C
Cp (J.kg⁻¹.K⁻¹)	1350	1400	890	1035	1067

## II.4 Conclusion

Les résultats établis nous permettent d'avoir une base de données nécessaire à la simulation numérique du comportement thermo-hydrigue des matériaux étudiés. Les mesures des cinétiques d'hydratation ont montré que la chaleur dégagée est faible et qu'en présence d'une quantité d'eau suffisante on peut considérer qu'au bout de 48 heures la réaction est achevée et donc négliger l'interaction entre ces phénomènes réactionnels et ceux liés au séchage.

Le second point important concerne les isothermes de désorption. A partir de l'étude réalisée sur des échantillons initialement frais et d'autres stabilisés on a vu que les liants et mélanges chanvre/chaux sont des matériaux peu hygroscopiques avec des isothermes qui évoluent avec le temps à cause des réactions de carbonatation qui confèrent un gain de masse aux échantillons. La concordance des isothermes obtenues avec celle de type II de la classification de l'IUPAC permet de confirmer la macroporosité des matériaux.