Étude de la formulation et des propriétés mécaniques et thermiques du béton de balles de riz

Edem Chabi

▶ **To cite this version:**

Edem Chabi. Étude de la formulation et des propriétés mécaniques et thermiques du béton de balles de riz. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine; Université d'Abomey-Calavi (Bénin), 2017. Français. NNT : 2017LORR0232 . tel-01907795

HAL Id: tel-01907795
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01907795

Submitted on 14 Jan 2020

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Université d'Abomey-Calavi
École Doctorale des Sciences de l'Ingénieur

Université de Lorraine
École Doctorale Ressources Procédés Produits Environnement

ÉTUDE DE LA FORMULATION ET DES PROPRIETÉS MÉCANIQUES ET THERMIQUES DU BÉTON DE BALLES DE RIZ

THÈSE

Présentée et soutenue par

Edem CHABI

Le 21 décembre 2017 pour l'obtention du

Doctorat délivré conjointement par l'Université d'Abomey-Calavi et l'Université de Lorraine

Spécialités : Matériaux et Structures, Matériaux et Procédés

Jury

Rapporteurs	**Comlan Aristide HOUNGAN** Maître de Conférences, Université Nationale des Sciences, Technologies, Ingénierie et Mathématiques - Bénin **Françoise FEUGEAS** Professeure, INSA Strasbourg - France
Examinateurs	**André LECOMTE** Professeur, Université de Lorraine – France **Thierry Gorlon GODJO** Maître de Conférences, Université Nationale des Sciences, Technologies, Ingénierie et Mathématiques - Bénin **Victor GBAGUIDI** Maître de Conférences, Université d'Abomey-Calavi - Bénin
Directeurs de thèse	**Edmond C. ADJOVI** Professeur, Université d'Abomey Calavi – Bénin **André MERLIN** Professeur, Université de Lorraine – France

Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Appliquée (LEMA)
&
Laboratoire d'Étude et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB)

Je dédie ce travail de thèse à ma fille Edlee, à mon épouse Leez et à mes parents.

Remerciements

Gloire à Dieu de l'Univers, le principe de vie en nous et maître de toutes choses, pour ses bienfaits indénombrables, ...

Cette thèse a été financée par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique du Bénin et l'Ambassade de France au Bénin ; elle a été réalisée au Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Appliquée (LEMA) et au Laboratoire d'Étude et de Recherche sur le MAtériau Bois (LERMAB).

En premier lieu, je tiens à exprimer toute ma gratitude aux professeurs Edmond C. ADJOVI et André MERLIN, mes directeurs de thèse pour leur encadrement efficace.

J'exprime mes sincères remerciements au professeur André LECOMTE pour avoir encadrer efficacement cette thèse. Merci pour votre entière disponibilité et savoir-faire.

J'adresse mes remerciements aux professeurs Comlan Aristide HOUNGAN et Françoise FEUGEAS pour avoir supporté la lourde tâche de rapporteurs de cette thèse. Merci d'avoir lu de façon très détaillé mon mémoire. Je remercie les professeurs Thierry G. GODJO et Victor GBAGUIDI pour avoir accepté évaluer ce travail.

Mes sincères remerciements vont aussi à l'endroit du Docteur Hanaa FARES, avec qui j'ai commencé mes premiers essais de laboratoire à l'IUT Nancy-Brabois.

Je remercie les docteurs Valéry K. DOKO et Emmanuel OLODO pour tous les conseils, l'assistance et l'entière disponibilité.

Merci au professeur Nicolas BROSSE, pour avoir mis à notre disposition tout le matériel nécessaire à la réalisation des essais chimiques et plus particulièrement le docteur Laurent CHRUSCIEL, pour son assistance et ses discussions intéressantes tout au long de la partie expérimentale.

Je tiens à remercier le professeur Antoine VIANOU, directeur de l'ED Sciences de l'ingénieur, le professeur Stéphane DESOBRY, directeur de l'ED RP2E et le professeur Philippe GERARDIN, directeur du LERMAB et tout le personnel du LERMAB en l'occurrence Corinne COURTEHOUX, Laetitia MOURITANY, Nicolas HOUSSEMENT, Béatrice GEORGE, André DONNOT, Jean-Louis TANGUIER et Emmanuel MARTIN.

Je profite de cette occasion pour rendre hommage à mes collègues amis doctorants Jonathan, Clément, Gildas et Gladys. Je ne saurai oublier remercier Inès FRIAA et Aïda DIEYE qui ont contribué considérablement à l'aboutissement de ce travail.

Edem CHABI

Résumé

Chacun s'accorde à reconnaître aujourd'hui que les activités humaines impactent significativement le climat de la planète. Le secteur de la construction est l'un des principaux responsables de cette situation car c'est le premier consommateur d'énergie et le deuxième émetteur de CO_2 dans le monde. Il importe par conséquent de réaliser des bâtiments éco-respectueux, qui consomment peu d'énergie et émettent moins de gaz à effet de serre sur l'ensemble de leur cycle de vie. La présente étude s'intègre alors dans une problématique générale de développement de matériaux de construction innovants à impact environnemental réduit. Nous nous proposons ainsi d'utiliser la balle de riz comme granulat végétal dans une matrice cimentaire.

L'objectif du travail est de proposer une méthode de formulation des bétons à bases de granulats végétaux et d'étudier le comportement mécanique et thermique du béton de balle de riz.

Les essais de prise réalisés sur de la pâte de ciment pure formulée avec de l'eau issue de l'infusion de la balle de riz ont montré que ces granulats n'ont pas d'effet inhibiteur sur la prise du ciment. Pour confirmer cette hypothèse, une analyse chimique de la balle de riz a été réalisée et les résultats ont montré le taux d'extractibles des balles de riz est quasi nul contrairement à d'autres granulats végétaux tels que le chanvre et le bois.

La méthode de formulation proposée consiste à déterminer la compacité du squelette végétal pour un mode de mise en œuvre déterminé, puis à formuler la pâte liante qui va occuper le volume poreux intergranulaire résiduel. La pâte est constituée du liant, de l'eau efficace, des additions et adjuvants éventuels, et de l'air piégé et/ou entrainé. Pour un volume d'air donné (et d'additions), les quantités de ciment et d'eau efficace sont alors ajustées pour atteindre les performances visées, sur la base de la loi de Féret. Cependant, pour ce type de béton, l'important volume d'air entrainé dépend (lui aussi) de la quantité de ciment et d'eau présents dans le mélange, de l'intensité du malaxage et du mode de coulage. Un modèle décrivant le volume d'air résiduel a été alors calibré à partir d'essais réalisés avec les constituants du béton que l'on souhaite fabriquer. Enfin le problème de la formulation est solutionné en recourant à un module d'optimisation numérique.

Dans le but de valider le modèle, la méthode de formulation a été appliquée à cinq échantillons dont les résistances visées sont 0,5 ; 1 ; 2 ; 4 et 8 MPa. Les performances obtenues sont assez proches de celles visées. Par ailleurs il a été constaté que le mode de conservation des éprouvettes influe beaucoup sur les résistances mécaniques du matériau. En effet, une cure en condition dessiccation peut faire chuter les résistances mécaniques jusqu'à 60%. Les meilleures résistances obtenues ont été observées sur les éprouvettes conservées à 95 % de HR.
Les mesures de la conductivité thermique ont montré que le béton de balle de riz constitue une très bonne alternative à des systèmes plus conventionnels en termes d'isolation thermique. La valeur moyenne de la conductivité thermique du béton de balle de riz varie en fonction du dosage en liant entre 0,070 W/(m.K) et 0,171 W/(m.K). L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et du dosage en ciment est linéaire.

Mots clés : granulat végétal, balle de riz, ciment, formulation, comportement mécanique, comportement thermique, conductivité thermique.

Abstract

Everyone agrees today that human activities significantly affect the climate of the planet. The construction sector is one of the main contributors to this situation as it is the largest energy consumer and the second largest CO_2 emitter in the world. It is therefore important to build eco-friendly buildings, which consume little energy and emit less greenhouse gases throughout their life cycle. The present study is then integrated into a general problem of development of innovative building materials with reduced environmental impact. We propose to use the rice husk as a vegetable aggregate in a cementitious matrix.

The objective of the work is to propose a method for the mix design of concretes based on plant aggregates and to study the mechanical and thermal behavior of rice husk concrete.

Setting tests on pure cement paste formulated with water resulting from the infusion of the rice husk showed that these aggregates had no inhibiting effect on the setting of the cement. To confirm this hypothesis, a chemical analysis of the rice husk was carried out and the results showed that the extractable ratio of rice husks is almost zero, unlike other plant aggregates such as hemp and wood.

The proposed formulation method consists in determining the packing density of the plant skeleton for a given method of implementation and then in proportioning the binder paste which will occupy the residual intergranular pore volume. The paste is consisted of the binder, the effective water, the possible additions and admixture, and trapped air and/or entrained air. For a given volume of air (and additions), the quantities of cement and effective water are then adjusted to achieve the targeted performances, based on the law of Féret. However, for this type of concrete, the large volume of entrained air also depends on the quantity of cement and water present in the mixture, the intensity of the mixing and the casting mode. A model describing the volume of residual air was then calibrated from tests carried out with the components of the concrete that it is desired to manufacture. Finally, the problem of formulation is solved by using a numerical optimization module.

In order to validate the model, the method for the mix design was applied to five samples with a target resistance of 0.5; 1; 2; 4 and 8 MPa. The performances obtained are quite similar to those targeted. In addition, it has been observed that the

preservation mode of the specimens has a significant influence on the mechanical strength of the material. Indeed, a cure in desiccation condition can reduce the mechanical resistances up to 60%. The best resistances obtained were observed on the specimens preserved at 95 % RH.
Measurements of thermal conductivity have shown that rice husk concrete is a very good alternative to more conventional systems in terms of thermal insulation. The average value of the thermal conductivity of the rice husk concrete varies depending on the binder dosage between 0.070 W/(m.K) and 0.171 W/(m.K). The evolution of the thermal conductivity as a function of the density and the cement dosage is linear.

Key words: vegetable aggregate, rice husk, cement, mix design, mechanical behavior, thermal behavior, thermal conductivity.

Table des matières

Dédicace i
Remerciements ii
Résumé iii
Abstract v
Table des matières vii
Table des figures ix
Liste des tableaux xii
Nomenclature xiii
Introduction générale 1
Chapitre I Synthèse bibliographique 3

1.1 Les bétons de végétaux lignocellulosiques 5

1.1.1 Présentation des différentes fibres végétales 6
1.1.2 Structure simplifiée d'une fibre végétale 7
1.1.3 Structure détaillée d'une fibre végétale 9
1.1.4 Formulation et mise en œuvre des bétons de végétaux lignocellulosiques 11

1.2 Le béton de balle de riz et ses propriétés 29

1.2.1 La balle de riz 29
1.2.2 Synthèse des travaux sur l'utilisation de balles de riz comme granulats végétaux 36
1.2.3 Utilisation de la cendre issue de la calcination de balle de riz comme filler pouzzolanique 50

1.3 Conclusion 51

Chapitre II Matériaux et méthodes de caractérisation 52

2.1 Matériaux 53

2.1.1 Les balles de riz 53
2.1.2 Liant minéral 54

2.2 Caractérisation des balles de riz 55

2.2.1 Analyse granulométrique....55
2.2.2 Analyses d'images....56
2.2.3 Masses volumiques réelle, absolue et le coefficient d'absorption 57
2.2.4 Mesure de la conductivité thermique....61
2.2.5 Composition chimique....64

Chapitre III Caractéristiques des balles de riz....68

3.1 Morphologie....69
3.2 Propriétés physiques....73
3.3 Propriétés chimiques....75
3.4 Conductivité thermique....75
3.5 Compatibilité des balles de riz avec le ciment....76
3.6 Conclusion....77

Chapitre IV Formulation du béton de balles de riz....78

4.1 Principes....79
4.2 Compacité du squelette en balle de riz....80
4.3 Composition de la pâte liante....82
4.4 Fabrication des mélanges....83
4.5 Air piégé....84
4.6 Coefficient K....87
4.7 Validation....89
4.8 Conclusion....91

Chapitre V Comportement mécanique et thermique du béton de balles de riz....92

5.1 Propriétés mécaniques....93
5.2 Comportement mécanique....95
5.3 Influence du dosage en liant....97
5.4 Influence des conditions de cure....100
5.5 Mesure de la conductivité thermique....103
5.6 Comportement thermique des bétons de balles de riz....105
5.7 Conclusion....107

Conclusion et perspectives....109
Références bibliographiques....111

Table des figures

Figure 1. Classification des fibres végétales en fonction de leur origine 6
Figure 2. (a) Béton sans fibres sollicité en traction (b) Béton avec fibres sollicité en traction. 7
Figure 3. Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale. 8
Figure 4. Schéma de principe de la microstructure d'une fibre élémentaire (lin et chanvre). 10
Figure 5. Cycle de la chaux 18
Figure 6. Diagramme simplifié du cycle de la chaux hydraulique naturelle. 19
Figure 7. Production mondiale de riz paddy en millions de tonnes. 30
Figure 8. Riz (A) Épillet porteur de grain (B) Épillet vide (C) Grain (caryopse) retiré de l'épillet 31
Figure 9. (a) Granulométrie des balles de riz et granulats de chanvre (b) Dispersion statistique du diamètre équivalent et des images binaires issues de Image J. 32
Figure 10. (a) (b) Aspects de la surface externe de balles de riz (c) (d) Répartition de la silice amorphe sur une coupe transversale de balle de riz (e) coupe transversale de la zone vascularisée. 33
Figure 11. Conductivité thermique des balles de riz séchées et des balles de riz en vrac 36
Figure 12. a) Courbe de la résistance en flexion en fonction du déplacement après rupture b) Courbe de la résistance en compression en fonction du déplacement après rupture. 39
Figure 13. Influence de la teneur en fibres sur la résistance en compression. 40
Figure 14. Influence de la teneur en fibres sur la conductivité thermique. 40
Figure 15. Courbes d'hydratation du ciment dans le témoin et en présence des balles de riz. 41
Figure 16. Procédé de compactage du mélange dans le moule 43
Figure 17. Coubes contrainte – déformation des bétons de balle de riz et de chanvre. 44
Figure 18. Modules d'élasticité moyens selon des conditions de cure des bétons de balle de riz et de chanvre 45

Figure 19. Acquisition de données de la température et d'humidité relative pendant 2 mois. 46
Figure 20. Conductivité thermique du béton de balles de riz et de chanvre selon la densité apparente (a) et le dosage en liant(b) – HS : Stabilisation hydrique, D : État sec....47
Figure 21. Résistance en compression du béton de balle de riz et de chanvre en fonction de l'âge et des conditions de cure....47
Figure 22. Modules d'élasticité du béton de balle de riz en fonction de l'âge....48
Figure 23. Résistance en compression du béton de balle de riz et de chanvre en fonction des conditions de cure. 49
Figure 24. Courbe contrainte – déformation du béton de balle de riz à 1 mois. 49
Figure 25. Aspect des balles de riz....54
Figure 26. Image avant et après binarisation : exemple des granulats BDR0. 57
Figure 27. Courbes de séchage d'un matériau poreux ; évolution de la teneur en eau e et du gradient d'évaporation de/dt, en fonction du temps t. 60
Figure 28. Instrument de mesure basé sur la méthode du flux radial....63
Figure 29. Représentation schématique d'un extracteur de Soxhlet. 65
Figure 30. Granulométries des quatre fractions de balle de riz. 69
Figure 31. Différents aspects de la balle de riz brute (BDR0) et broyée (BDR1, BDR2, BDR3) à différentes échelles. 70
Figure 32. Granulométrie de BDR0 par tamisage et par analyse d'image....71
Figure 33. Élongation des balles de riz BDR0. 72
Figure 34. Circularité des balles de riz BDR0....72
Figure 35. Vues MEB de la balle de riz. 73
Figure 36. Variation de λ en fonction de la masse volumique. 76
Figure 37. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) au terme du malaxage en fonction du temps de malaxage pour un mélange typique. 85
Figure 38. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un mélange typique, après mise en œuvre successive du même mélange, et après plusieurs re-malaxages. 85
Figure 39. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un béton à 420 kg/m3 de ciment et différents dosages en eau, après mise en œuvre successive et après un troisième malaxage de 5 minutes. 86
Figure 40. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un béton à 235 kg/m3 d'eau et différents dosages en ciment, après malaxage de cinq minutes. Mesures juste après malaxage et après 8 reprises....86

Figure 41. Valeur du coefficient K vs la quantité totale de fillers calcaires présente dans les mélanges (kg/m^3).....88
Figure 42. Aspect des plaques en bétons de balle de riz P1, P3 et P5. 90
Figure 43. Dispositifs d'essais de flexion et de compression.....94
Figure 44. Détermination du module élastique. 95
Figure 45. Comportement typique du béton de balle de riz en compression. 96
Figure 46. Comportement en compression du béton de balles de riz pour un faible dosage en liant. 97
Figure 47. Influence du dosage en liant sur la résistance en compression du béton de balle de riz.....98
Figure 48. Détermination du module de Young de la formulation P3.....99
Figure 49. Détermination du module de Young de la formulation P4.....99
Figure 50. Variation de la masse en fonction du mode de conservation des éprouvettes B1.....101
Figure 51. Comportement mécanique des bétons en compression en fonction du mode de conservation.....102
Figure 52. Comportement mécanique des bétons en traction en fonction du mode de conservation. 102
Figure 53. Présentations types des configurations d'appareils à fluxmètres. 103
Figure 54. Dispositif de mesure du lambda.....104
Figure 55. Évolution du lambda en fonction de la masse volumique.....106
Figure 56. Évolution du lambda en fonction du dosage en liant. 106

Liste des tableaux

Tableau 1. Composition et propriétés de différentes fibres végétales. 8
Tableau 2. Indice d'hydraulicité et types de chaux. 20
Tableau 3. Réactivité des différentes pouzzolanes. 24
Tableau 4. Analyse microscopique de la balle de riz.....34
Tableau 5. Propriétés physiques des balles de riz. 35
Tableau 6. Composition chimique de la balle de riz (en pourcentage massique).....36
Tableau 7. Proportions des mélanges et résistances en compression. 37
Tableau 8. Propriétés physiques des mortiers à 1 an d'âge. 38
Tableau 9. Proportions des mélanges.....39
Tableau 10. Caractéristiques de l'hydratation des mélanges. 42
Tableau 11. Propriétés mécaniques et thermiques des bétons de balles de riz 42
Tableau 12. Elastic modulus at different replacement of RHA. 50
Tableau 13. Caractéristiques du ciment et des fillers calcaires. 55
Tableau 14. Valeurs médianes de la dimension (mm) des grains, issues de l'analyse d'image et du tamisage. 71
Tableau 15. Valeurs médianes d'élongation et de circularité de BDR0 71
Tableau 16. Propriétés physiques de la balle de riz. Comparaison aux valeurs de la littérature. 74
Tableau 17. Compacités des quatre échantillons de balle de riz.....75
Tableau 18. Analyse chimique de la balle de riz (en %), comparaison aux valeurs de la littérature. 75
Tableau 19. Conductivités thermiques des balles de riz (BDR0 et BDR1) 76
Tableau 20. Essai de prise avec l'eau issue de l'infusion des balles de riz. 77
Tableau 21. Composition du mélange granulaire et compacités associées 82
Tableau 22. Composition des mélanges pour le paramétrage du coefficient K.....88
Tableau 23. Composition des mélanges et propriétés de 5 bétons de balle de riz. 90
Tableau 24. Propriétés mécaniques du béton de balles de riz.....100
Tableau 25. Comparaison des propriétés mécaniques selon les conditions de cure..101
Tableau 27. Conductivité thermique du béton de balle de riz.....106
Tableau 27. Comparaison des propriétés mécaniques du béton de balle de riz aux autres types bétons végétaux. 108

Nomenclature

Symboles	Définitions	Unités
Cir	Circularité	
p	Périmètre d'une particule	mm
A	Aire d'une particule	mm^2
Ab	Coefficient d'absorption d'eau	%
ϕ	Flux de chaleur	W
MVR	Masse volumique réelle	$kg.m^{-3}$
MVA	Masse volumique absolue	$kg.m^{-3}$
λ	Conductivité thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Rcj	Résistance en compression à l'âge j	MPa
c	Volume de ciment	m^3
C	Masse de ciment	kg
e	Volume d'eau	m^3
E	Masse d'eau	kg
a	Volume d'air	m^3
Co	Compacité de la phase liante	
bdr	Volume de balle de riz	m^3
BDR	Masse de balle riz	kg
Vg	Volume granulaire dans le composite	m^3
Eab	Masse d'eau absorbée par le granulat	kg
w	Teneur en eau du granulat	%
a_{BDR}	Teneur en air dans le mélange	%
Vp	Volume de pâte	m^3

$MV*$	Masse volumique du mélange sans air	kg. m^{-3}
c_r	Volume réel du clinker	m^3
e_r	Volume réel d'eau	m^3
a_r	Volume réel d'air	m^3
bdr_r	Volume réel de balle de riz	m^3
l_r	Volume réel de liant	m^3
E_r	Masse réelle d'eau	kg
Fac_r	Masse de filler apporté par le liant	kg
Fa_{tot}	Masse totale de fillers dans le mélange	kg
HR	Humidité relative	%
E	Module de Young	GPa
C_A	Coefficient d'hydratation	%

Abréviations Notations	**Significations**
MEC	Méthode d'Empilement Compressible
GES	Gaz à Effet de Serre
GIEC	Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat
CO_2	Gaz carbonique
CaO	Chaux vive
SiO_2	Silice
Al_2O_3	Alumine
$CaCO_3$	Calcaire
NaOH	Soude
EDTA	Ethylène Diamine Tétraacétique
H_2O	Eau
$Ca(OH)_2$	Chaux éteinte
LHT	Laitier de Haut Fourneau
J.C.	Jésus-Christ
MEB	Microscope Électronique à Balayage

Introduction générale

Depuis quelques décennies, nous sommes confrontés à des enjeux environnementaux globaux tels que les variations du climat dues à l'augmentation de l'émission des Gaz à Effet de Serre (GES), la pollution, la dégradation de l'environnement. A partir des rapports réalisés par le Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat (GIEC), ces différents problèmes environnementaux sont dus aux activités humaines dans différents domaines tels que l'industrie, l'énergie, les transports, la construction. En vue de remédier à cette situation, plusieurs pays ont donc signé un traité international à Rio de Janeiro en 1992 [1]. Baptisée sommet de la Terre, cette conférence a réaffirmé le caractère planétaire des problématiques de dégradation des écosystèmes et de gestion des ressources naturelles dans la perspective du développement durable. Les différents acteurs du développement sont alors appelés à réduire les charges polluantes (notamment l'émission de gaz à effet de serre) liées à leurs activités respectives et à préserver les ressources naturelles. Le secteur la construction jouera un rôle important afin d'atteindre les objectifs du développement durable lorsqu'on sait que c'est le secteur qui consomme la plus grande quantité d'énergie dans le monde [2] et qui émet le deuxième plus grand taux de CO_2 après l'industrie [3]–[6] en comparaison avec d'autres activités. Ceci montre que le secteur de la construction est l'un des domaines qui nuit le plus à l'environnement. Ce secteur doit donc innover pour répondre aux critères et exigences environnementaux, d'où l'intérêt de l'éco-construction (ou construction durable). Le principe de cette nouvelle méthode de conception est de construire des bâtiments confortables à faible coût environnemental. Pour ce faire, quatre critères essentiels sont à prendre en compte : un critère écologique qui consiste à minimiser les dépenses énergétiques ainsi que les émissions de gaz à effet de serre sur l'ensemble du cycle de vie d'une construction, tout en limitant le recours aux ressources naturelles non renouvelables ; un critère sanitaire qui vise à prévenir les risques de santé des acteurs et des usagers ; un critère lié à l'amélioration du confort (hygrothermique, visuel, acoustique ou autre) des occupants ; et enfin un critère économique portant sur l'optimisation du coût global de la construction [7]. On retrouve alors un intérêt dans l'utilisation de matériaux d'origine naturelle tels que les végétaux qui sont renouvelables, recyclables et durables.

C'est dans ce contexte que nous nous proposons d'utiliser la balle de riz comme granulat végétal dans une matrice cimentaire.

La balle de riz est un coproduit dérivé du décorticage du riz, opération qui permet de transformer le riz récolté, ou riz paddy, en riz cargo (riz complet décortiqué). La production des déchets lors du décorticage du riz est estimée entre 15 et 20% du poids total du paddy. Au bénin, il se pose un problème de gestion environnementale des balles de riz, faute de recyclage. Compte tenu du fort taux de silice que contient ces déchets, ils ne sont pas valorisés pour la nourriture des animaux notamment ; ils sont donc jetés dans la nature ou parfois utilisés comme combustible dans les ménages, ce qui constitue une source de production de carbone nuisible à l'air ambiant. A titre illustratif, pour le premier trimestre 2012, l'association Sourou Bayayé (association de femmes transformatrices du riz) a transformé environ 50,2 tonnes de riz avec une production de déchets de près de 10 tonnes. Ces déchets ont été jetés dans des fosses derrière les décortiqueuses de Sourou Bayayé acquises sur une subvention du Millenium Challenge Account Bénin [8]. En 2016, le Bénin a produit 236 000 tonnes de riz paddy et 151 000 tonnes de riz cargo (riz complet décortiqué) [9].

Très peu de travaux existent sur l'utilisation de cette ressource comme granulat végétal. La majorité des travaux concernent plutôt le béton de chanvre ou de bois. L'objectif de la présente étude est alors de proposer une méthode de formulation plus rationnelle des bétons de granulats végétaux en général, et d'étudier les comportements mécanique et thermique du béton de balle de riz.

Le manuscrit s'articule autour de cinq chapitres.

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique où nous présentons premièrement les matériaux composites, ensuite les bétons de végétaux lignocellulosiques et enfin les propriétés des bétons de balle riz.

Le deuxième chapitre présente les matériaux utilisés dans l'étude et les différentes méthodes de caractérisation de ces matériaux.

Le troisième chapitre présente les caractéristiques des balles de riz tels la morphologie, la masse volumique, le coefficient d'absorption, la conductivité thermique et la composition chimique.

Dans le chapitre quatre, nous proposons une méthode de formulation des bétons à base de granulats végétaux.

Le cinquième et dernier chapitre résume le comportement mécanique et thermique des bétons de balle riz.

Le mémoire prend fin par une conclusion qui reprend les résultats obtenus et propose des perspectives.

CHAPITRE I

Synthèse bibliographique

Sommaire

1.1 Les bétons de végétaux lignocellulosiques 5

1.1.1 Présentation des différentes fibres végétales 6

1.1.2 Structure simplifiée d'une fibre végétale 7

1.1.3 Structure détaillée d'une fibre végétale 9

1.1.3.1 Structure fibrillaire 9

1.1.3.2 Composition des parois 10

1.1.4 Formulation et mise en œuvre des bétons de végétaux lignocellulosiques 11

1.1.4.1 Les ciments Portland 11

1.1.4.2 Les chaux 16

1.1.4.2.1 Les chaux aériennes ou chaux grasses 17

1.1.4.2.2 Les chaux hydrauliques ou chaux maigres 19

1.1.4.3 Les mélanges chaux-pouzzolanique 21

1.1.4.3.1 Les pouzzolanes naturelles 23

1.1.4.3.2 Les métakaolin 23

1.1.4.3.3 Les cendres volantes 24

1.1.4.3.4 Les laitiers de haut fourneau 25

1.1.4.4 Autres liants utilisés 25

1.1.4.5 Choix d'un type de liant 26

1.1.4.6 Méthode de formulation de bétons de granulats végétaux 27

1.2 Le béton de balle de riz et ses propriétés 29

1.2.1 La balle de riz 29

1.2.1.1 Granulométrie 31

1.2.1.2 Microstructure 32

1.2.1.3 Propriétés physiques des balles de riz....34
1.2.1.4 Composition chimique....36
1.2.2 Synthèse des travaux sur l'utilisation de balles de riz comme granulats végétaux....36
1.2.3 Utilisation de la cendre issue de la calcination de balle de riz comme filler pouzzolanique....50
1.3 Conclusion....51

Le secteur du bâtiment se trouve aujourd'hui dans l'obligation, eu égard des impacts environnementaux qu'il génère, de proposer de nouvelles solutions de conception de bâtiments. La prise de conscience environnementale amplifiée par une réglementation de plus en plus stricte a conduit chercheurs et industriels à mettre au point de nouveaux matériaux permettant à la fois de relever le défi d'un développement durable et d'entrevoir de nouveaux matériaux. D'où l'intérêt dans l'utilisation des matériaux d'origine végétale tels que les copeaux de bois, le chanvre, le diss, la balle de riz, la fibre de jute, etc. Dans ce chapitre, nous ferons une synthèse bibliographique des travaux effectués sur les bétons de granulats végétaux et leurs propriétés.

1.1 Les bétons de végétaux lignocellulosiques

Le béton de végétaux lignocellulosiques est un mélange de fibres ou de granulats végétaux et d'un liant minéral.

Pour distinguer les fibres végétales des granulats végétaux, on peut en première approche se référer à leurs sources. La fibre végétale est obtenue à la fin du processus de défibrage et/ou affinage. Elle est caractérisée par sa finesse et sa forme allongée par rapport à son diamètre. La plupart des fibres végétales mesurent entre 10 et 150 mm pour un diamètre de 10 à 50 µm [7], [10]. Elles assurent un rôle de renforcement mécanique du composite et sont généralement appréciées pour leur résistance en traction.

Les granulats, quant à eux, sont issus de la séparation post-décortication ou post-affinage ; ils correspondent aux parties ligneuses de la tige (ou moelle) et leur granulométrie (millimétrique à centimétrique) dépend de la plante défibrée, du processus utilisé et de la demande des clients [7], [10]. Ils se présentent généralement sous la forme de copeaux et ont une visée différente de celle des fibres végétales. Ils n'apportent pas de résistance mécanique mais permettent de créer un réseau poreux interconnecté conséquent au sein du matériau [11], [12]. Les granulats végétaux sont utilisés comme charges dans le béton. Leur rôle dans cette utilisation est de modifier les propriétés des bétons, en particulier les propriétés thermiques et/ou la densité [7]. Associés à un liant minéral, les granulats d'origine végétale permettent de confectionner des bétons légers isolants caractérisés par de très bonnes performances hygrothermiques et acoustiques [12], [13].

1.1.1 Présentation des différentes fibres végétales

Les fibres végétales produites dans le monde proviennent principalement des poils séminaux de graines (coton, kapok) ; les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) ; les fibres dures extraites de feuilles (sisal), de troncs (chanvre de Manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco). Certains résidus lignocellulosiques sont également issus de feuilles ou de plantes herbacées (Figure 1).

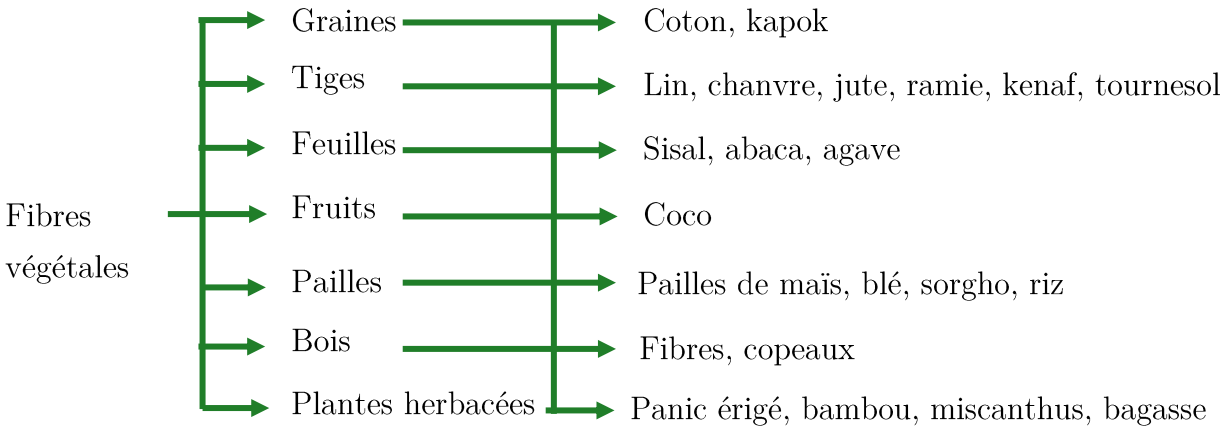


Figure 1. Classification des fibres végétales en fonction de leur origine **[12], [14]**–**[16]**.

L'utilisation des fibres naturelles d'origine végétale dans la construction remonte aux années où l'on fabriquait des blocs de terre crue renforcés par la paille ou des roseaux (plusieurs milliers d'années). Dans le temps moderne (depuis l'année 1970), le premier composite liant avec les fibres végétales était le plâtre. De ce fait, plusieurs ouvrages sont réalisés avec le plâtre renforcé de fibres végétales [17], [18].

Actuellement le monde connaît de récents développements dans le domaine de renforcement du ciment et béton avec des fibres végétales. Suite aux problèmes de santé posés par les fibres d'amiante, plusieurs axes de recherches sont orientés vers la substitution de celles-ci par les fibres végétales en particulier dans les pays en voie de développement, en raison de leur disponibilité, de leur faible coût économique et énergétique ainsi que de la relativement faible technicité nécessaire à leur production [18]–[20].

Le rôle principal des fibres est de mieux contrôler la fissuration du béton en état de service en limitant l'ouverture des fissures et de transformer le comportement fragile du béton en un comportement ductile. Le béton présente toujours des microfissures dues à différentes causes telles que le retrait, les contraintes thermiques, les contraintes appliquées au jeune âge, etc. Lorsqu'un béton fissuré est soumis à une traction, les

lignes de tension s'infléchissent (Figure 2a) et les tensions aux extrémités de la fissure augmentent [21]. Cette inflexion est due au fait que la charge ne peut pas être transmise par la fissure. Pour un béton sans fibres sollicité en traction, sa faible résistance à la traction est vite atteinte, voire dépassée. Une fissure apparait alors et se propage librement conduisant ainsi à une rupture fragile. Dans le cas d'un béton avec fibres, sollicité en traction, une partie de l'effort est reprise par les fibres pontant les fissures (Figure 2b) ; cela empêche la rupture fragile du matériau car la propagation des fissures nécessiterait une plus grande énergie.
Les fibres végétales sont aussi utilisées pour :

- valoriser une ressource locale dans des pays peu industrialisés ;
- développer des matériaux et des technologies prenant en compte les impacts sur l'environnement puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de CO_2 et demandant peu d'énergie pour être produites [20], [22], [23].

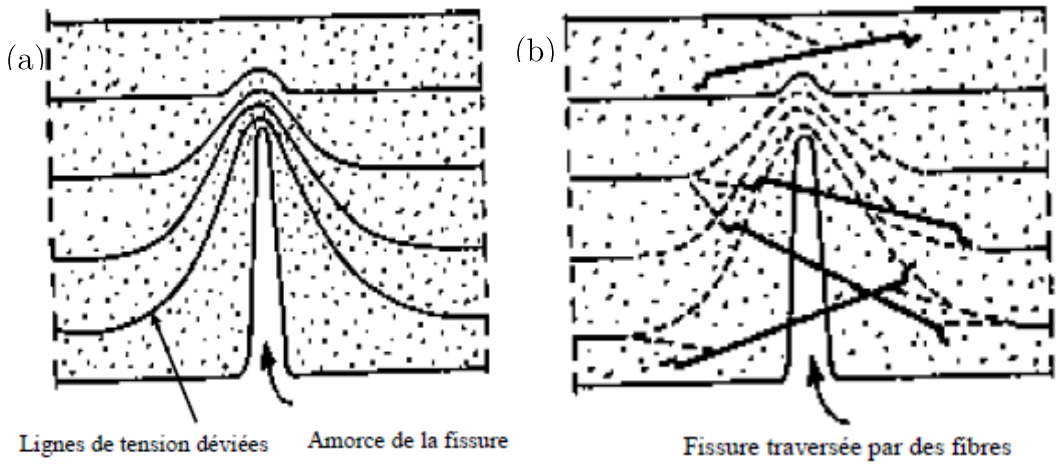


Figure 2. (a) Béton sans fibres sollicité en traction (b) Béton avec fibres sollicité en traction [**21**].

1.1.2 Structure simplifiée d'une fibre végétale

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (Figure 3)[15], [22], [24]. La matrice est principalement composée d'hémicelluloses, de pectines voire de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire (Figure 3). Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à la rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par la

composition biochimique, la nanostructure, le pourcentage de cellulose et son degré de cristallisation, l'angle microfibrillaire et les propriétés des polysaccharides assurant le transfert de charge entre les fibrilles [15], [25]. En simplifiant, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle microfibrillaire est faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre sont élevées ; plus l'angle microfibrillaire est important et plus l'allongement à la rupture est important.

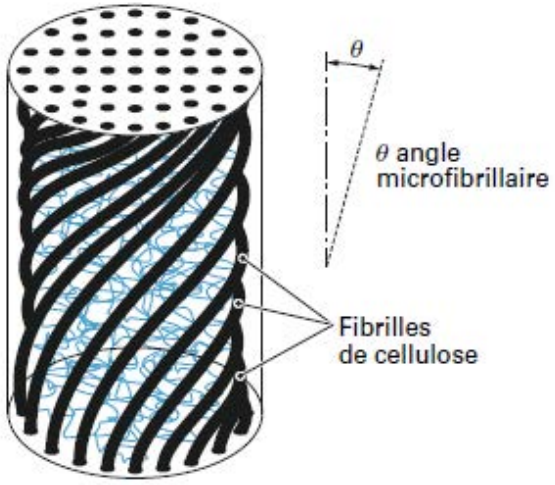


Figure 3. Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale **[15], [24]**.

Le Tableau 2 présente, pour différentes fibres, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, les dimensions des fibres et le rapport d'aspect L/d (longueur/ diamètre). Le rapport L /d est un paramètre important pour permettre le transfert de charges entre fibre et matrice [15].

Tableau 1. Composition et propriétés de différentes fibres végétales.

Nature des fibres	Cellulose (%)	Angle microfibrillaire	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Rapport L/D	Références
Lin	64 à 71	10	5 à 40	4 à 80	2000	[26]–[28]
Ramie	83	7,5	10 à 60	40 à 170	3000	[25], [28]
Chanvre	78	6,2	10 à 51	5 à 70	1000	[26], [28]
Jute	61 à 71	8	25 à 200	3	110	[25], [27], [29], [30]
Sisal	67 à 78	20	7 à 47	1 à 8	170	[26], [28]
Coir	43	45	12 à 24	1 à 4	100	[25], [26]

1.1.3 Structure détaillée d'une fibre végétale

1.1.3.1 Structure fibrillaire

Une fibre végétale est assimilable à un empilement de plis composites dont la structure détaillée est constituée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de 3 couches : S1, S2, S3 (Figure 4). La couche S2 est la plus épaisse et conditionne le comportement de l'ensemble de la fibre. Cette structure confère au matériau un caractère anisotrope marqué.

Les parois primaire et secondaire contiennent une armature formée de microfibrilles de cellulose, dans une matrice contenant des hémicelluloses et de la lignine. Les microfibrilles sont de longues molécules de cellulose, polymère linéaire de b-glycopyranose (glucose cyclique). Les microfibrilles de cellulose présentent des zones cristallines et des zones amorphes. Les hémicelluloses sont des polymères ramifiés de sucres. La lignine est un polymère tridimensionnel de nature phénolique.

De manière générale, l'examen des parois cellulaires peut être effectué à différentes échelles d'observation et se décompose en :

- macrofibrilles de 0,5 µm de diamètre ;
- microfibrilles de 10 à 30 nm de diamètre ;
- fibrilles élémentaires appelées micelles de 3,5 à 5 nm de diamètre ;
- molécules de cellulose ; une micelle est constituée d'environ 50 à 100 molécules de cellulose.

Entre les fibrilles élémentaires subsistent des espaces d'environ 1 nm de diamètre appelés espaces intermicellaires. Les microfibrilles sont séparées par des espaces interfibrillaires dont les largeurs sont d'environ 10 nm. À l'état natif, la paroi cellulaire est gonflée, les espaces interfibrillaires et intermicellaires étant remplis d'eau [15], [22], [31].

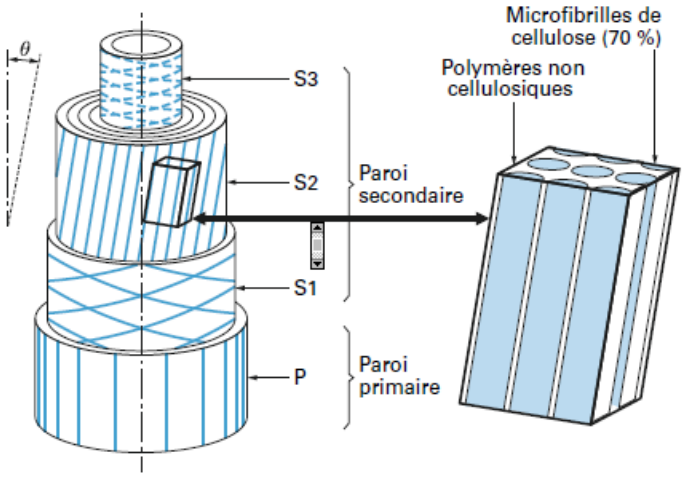


Figure 4. Schéma de principe de la microstructure d'une fibre élémentaire (lin et chanvre)[**15**].

1.1.3.2 Composition des parois

La paroi primaire referme de la cellulose dans une proportion estimée de 8 à 14 %. Les microfibrilles sont enchevêtrées et forment un maillage lâche, un arrangement dit en structure dispersée. Elles sont disposées dans une matrice de composition très analogue à la pectine de la lamelle moyenne. Il y a continuité entre la matrice et la lamelle moyenne. La paroi primaire est très élastique, elle se laisse détendre et déformer. Elle peut ainsi suivre l'augmentation de taille de la cellule en croissance.

La paroi secondaire renferme nettement plus de cellulose que la paroi primaire. Elle présente une stratification aussi bien microscopique que submicroscopique. Les fibrilles de cellulose sont orientées parallèlement suivant un angle (angle microfibrillaire) par rapport à l'axe longitudinal de la fibre. Cette texture spiralée est le type le plus fréquent ; on la rencontre dans les fibres de lin, du chanvre et les fibres ligneuses.

Entre les fibres, on trouve une lamelle moyenne, constituée de pectine, une substance amorphe, qui réunit fortement les parois cellulaires contiguës [15], [32], [33].

Dans les zones amorphes, désordonnées, l'eau peut pénétrer, d'autant plus qu'elle est étroitement associée aux hémicelluloses, dont la capacité d'absorption d'eau est encore plus importante que celle de la cellulose. L'absorption d'eau écarte les chaînes de cellulose et produit un gonflement. Un départ d'eau, au contraire, provoque le rapprochement des chaînes de cellulose et un retrait. Après séchage et stockage dans des conditions industrielles, les fibres végétales contiennent environ 10 % d'eau.

1.1.4 Formulation et mise en œuvre des bétons de végétaux lignocellulosiques

Plusieurs chercheurs ont mené des travaux sur l'utilisation de végétaux lignocellulosiques pour en faire du béton. Plusieurs types de liants ont été utilisés pour la confection de ces bétons tels que les ciments Portland et les chaux hydrauliques ou aériennes associés le plus souvent à des additions pouzzolaniques.

1.1.4.1 Les ciments Portland

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire un matériau minéral finement moulu qui, gâché avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réaction et de processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [34].

Chimiquement parlant, le ciment est composé essentiellement de quatre constituants :

- **la chaux** CaO (désignation simplifiée « C ») plutôt basique ;
- **la silice** SiO_2 (désignation simplifiée « S ») ;
- **l'alumine** Al_2O_3 (désignation simplifiée « A ») ;
- **l'oxyde de fer** Fe_2O_3 (désignation simplifiée « F ») plutôt acide.

Ces quatre éléments de base ne se trouvent pas dans la nature dans des états adéquats favorisant l'émergence des liants hydrauliques. En effet, la chaux CaO se carbonate facilement en absorbant le gaz carbonique de l'air, pour devenir de la roche calcaire, en abondance dans la nature. Les trois oxydes (SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3) abondent dans la nature sous forme cristallisée et stable (sable, argiles, etc.). Ils doivent donc subir un traitement approprié pour les amener dans un état de réactivité. Sans ce traitement, rien ne se passe ou, au mieux, peu de choses [35].

En fait, pour que la réactivité du mélange soit effective, il faut que les quatre ingrédients de base aient subi un traitement thermique. Le calcaire $CaCO_3$ se décarbonate à environ 900 °C pour donner de la chaux vive CaO, matière réactive ; les trois oxydes perdront leurs structures cristallines stables vers 1 450 °C au profit de structures amorphes plutôt réactives.

Pratiquement parlant, le ciment portland artificiel résulte :

- de la cuisson à 1 450 °C d'un mélange de calcaire $CaCO_3$ (source de CaO) et d'argile (source de SiO_2, AI_2O_3 et Fe_2O_3), qui donne, après tempe à l'air, ce que l'on appelle le «*clinker*» ;
- du broyage du clinker afin d'obtenir une poudre très fine et réactive.

On peut aussi fabriquer des ciments en effectuant des mélanges en proportions diverses de :

- clinker ; roches silico-calcaires activées thermiquement dans les fours des cimenteries ;
- laitier, gangue silico-alumineuse du minerai de fer et fondant calcaire activé dans le haut-fourneau ;
- cendres volantes, cendres silico-alumineuses ultrafines, issues de la combustion des charbons schisteux brûlés en centrales thermiques. Activées également à haute température, la plupart des cendres volantes manque toutefois de chaux dans leur composition (les cendres volantes dites « sulfo-calciques » échappent à cette remarque) [35].

Les réactions qui se passent dès le début du gâchage et se poursuivent dans le temps sont extrêmement complexes. Le ciment Portland contient 4 principaux constituants :

- le silicate bicalcique (Bélite) : 2 CaO,SiO_2 ou par abréviation C_2S ;
- le silicate tricalcique (Alite) : 3 CaO,SiO_2 ou par abréviation C_3S ;
- l'aluminate tricalcique (Célite) : 3 CaO,Al_20_3 ou par abréviation C_3A ;
- l'alumino-ferrite tetracalcique (Célite) : 4 CaO,Al_2O_3,Fe_2O_3 ou par abréviation C_4AF.

Ces constituants anhydres donnent en présence d'eau, naissance à des silicates et aluminates de calcium hydratés pratiquement insolubles dans l'eau.

$$6\ CaO + Al_2O_3 + 3\ SO_3 + 32\ H_2O \xrightarrow{ETTRINGITE} 3\ CaO, Al_2O_3, 3\ C_aSO_4, 32\ H_2O \qquad (1)$$

$$2\ CaO, SiO_2 + 4\ H_2O \xrightarrow{TOBERMORITE} 3\ CaO, 2\ SiO_2, 3\ H_2O + Ca\ OH\ _2 \qquad (2)$$

$$2\ \ 3\ CaO, SiO_2\ \ + 6\ H_2O \xrightarrow{TOBERMORITE} 3\ CaO, 2\ SiO_2, 3\ H_2O + 3\ Ca\ OH\ _2 \qquad (3)$$

L'hydratation de l'alite est plus rapide que celle de la bélite. Dès qu'il y a formation de la tobermorite, le début de prise commence. Il se forme un gel micro-cristallin, à l'origine dit phénomène de prise. C'est le développement et la multiplication de ces microcristaux dans le temps qui expliquent l'augmentation des résistances mécaniques. Le ciment durci est une véritable "roche artificielle" qui évolue dans le temps passant par trois phases :

- **Phase dormante** : où la pâte pure (ciment et eau) reste en apparence inchangée pendant un certain temps (de quelques minutes à quelques heures suivant la nature du ciment). En fait, dès le malaxage, les premières réactions se produisent; mais sont ralenties grâce aux ajouts de gypse.
- **Début et fin de prise** : après une ou deux heures pour la plupart des ciments, on observe une augmentation brusque de la viscosité : c'est le début de prise, qui est accompagné d'un dégagement de chaleur. La fin de prise correspond au moment où la pâte cesse d'être déformable et se transforme en un matériau rigide.
- **Durcissement** : on a l'habitude de considérer le durcissement comme la période qui suit la prise et pendant laquelle l'hydratation du ciment se poursuit. La résistance mécanique continue à croître très lentement; mais la résistance à 28 jours est la valeur conventionnelle.

Les ciments courants sont subdivisés en cinq types principaux [34] :

- **Ciment Portland CEM I** : il contient au moins 95 % de clinker et, au plus, 5 % de constituants secondaires.
- **Ciment Portland composé (CEM II/A ou B)** : il contient au moins 65 % de clinker et, au plus, 35 % d'autres constituants : laitier de haut-fourneau, fumée de silice (limitée à 10 %), pouzzolane naturelle, cendres volantes, calcaires, constituants secondaires. Il est à noter que les ciments Portland et Portland composé englobent les ciments gris et les ciments blancs.
- **Ciment de haut-fourneau (CEM III/A ou B)** : il contient entre 36 et 80 % de laitier, et 20 à 64 % de clinker.
- **Ciment de haut-fourneau (CEM III/C, anciennement ciment de laitier au clinker)** : il contient au moins 81 % de laitier et 5 à 19 % de clinker.
- **Ciment composé (CEM V/A ou B, anciennement ciment au laitier et aux cendres)** : il contient de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de cendres volantes, et de 18 à 50 % de laitier.

Parmi les bétons de fibres ou de granulats végétaux à matrice cimentaire, nous pouvons citer :

- **Le béton de chanvre**

Le chanvre est une plante annuelle de hauteur variant entre 1 et 3 m et de diamètre moyen variant de 1 à 3 cm ; elle est cultivée dans les zones à climat tempéré (par exemple la France, l'Italie, ou certains pays d'Europe de l'Est). Le chanvre fournit

trois coproduits : la graine, les fibres et les chènevottes (longtemps considérées comme un déchet utilisé essentiellement en paillage). La graine n'est pas valorisée dans les matériaux de construction, les fibres peuvent être utilisées pour produire de la laine et les chènevottes pour produire des bétons de chanvre et des enduits [36]. Malgré l'essor grandissant des agrobétons à base de chènevotte, leur incorporation dans une matrice cimentaire connait peu de travaux. Sedan [37], [38] a étudié l'influence sur les propriétés mécaniques, de l'introduction des fibres de chanvre dans une matrice cimentaire. Il ressort que la pectine contenue dans les fibres est la responsable du retard de prise observé. P. Glé et al. [39], [40] se sont intéressés aux propriétés acoustiques du béton de chanvre. Ševulová et al [41] ont traité chimiquement les fibres de chanvre par une solution d'acide éthylène diamine tétraacétique (EDTA), de NaOH et de $Ca(OH)_2$.

- **Béton des anas de lin**

Le lin est une plante herbacée annuelle autogame, largement cultivé pour ses fibres textiles et ses graines oléagineuses. L'extraction des fibres pour les industries génère une quantité importante de coproduits peu valorisés dont les anas de lin. Une voie de valorisation de ces coproduits est de les utiliser comme granulats dans un béton léger. Cependant, les anas de lin ont un fort pouvoir hydrophile. Compte tenu du fort taux d'absorption des fibres de lins, Khazma et al. [42]–[44] ont étudié plusieurs types de traitements notamment l'enrobage d'un mélange de pectine/polyéthylénimin (PP) ou de l'huile de lin et le traitement chimique avec des élastomères biodégradables poly (PEG-co-CA). Ces traitements permettent d'améliorer les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle du béton des anas de lin, mais ils induisent une légère augmentation de sa densité et de sa conductivité thermique. Aamr-Daya et al. [45] ont fait des analyses sur l'effet inhibiteur des fibres de lins et il en ressort que la durée de prise augmente avec le taux de fibres et pour un mélange avec 10% de fibres de lins, la valeur d'indice d'inhibition est de 57,5% ; ce qui permet de classer le mélange comme étant « d'inhibition élevée ». Cependant, l'utilisation de chlorure de calcium a réduit l'effet inhibiteur sur l'hydratation du ciment, aboutissant à une classification « à faible inhibition ».

- **Béton de bois**

L'introduction des particules de bois dans des matrices cimentaires a été l'objet de plusieurs recherches. On peut citer les travaux de E. Mougel [46], Beraldo [47], Bouguerra [48], Ledhem [49], Al Rim et al. [50], Benmalek et al. [51], [52], Stahl et al.

[53], Semple et al. [54], Govin [55], Coatanlem [56], Bederina [57]–[60], Tchehouali et al. [61], Akkaoui [7], Tamba et al. [62]. Il ressort de ces différents travaux que les extractibles, particulièrement les sucres libres, ne sont pas les seuls responsables de l'incompatibilité chimique du bois avec le ciment, mais aussi le pouvoir retardateur du bois provient de son comportement alcalin. Les polysaccharides du bois, principalement les hémicelluloses, sont labiles et hydrolysés par le ciment. Par réaction de « peeling », ils sont dégradés en une quantité importante de molécules organiques possédant la fonction carboxylates. Afin de limiter les variations dimensionnelles et leur compatibilité avec le ciment, les granulats de bois ont subi différents types de traitement tels que le lavage à l'eau chaude pour éliminer les substances inhibitrices, la pulvérisation des granulats par une solution de bitume ou en ajoutant des substances minérales tels que les agrégats siliceux.

- **Bétons de diss**

Le diss est une plante fibreuse de la famille des graminées autrefois utilisée dans la construction (habitations anciennes de la région méditerranéenne). L'incorporation des fibres de diss dans matrice cimentaire a été étudiée. D'après les travaux de Merzoud et al. [63]–[65], l'utilisation des fibres de diss naturel broyé comme agrégat dans des matrices cimentaires présente un retard de prise assez considérable et des résistances très faibles (il est à noter que les 2 phénomènes sont différents), alors que les fibres présentent des résistances à la traction importantes. Pour améliorer la contribution des fibres dans les composites à base cimentaire, il a été procédé au traitement par ébullition des fibres de diss pour extraire les substances, cause de la mauvaise liaison entre les fibres et la pâte de ciment. Le traitement à l'eau bouillie a été très efficace, et a bien amélioré les propriétés mécaniques du composite. Sellami et al. [66] ont utilisé deux types de traitements pour les fibres à base de diss afin d'évaluer leur efficacité. Le premier traitement consiste à extraire les sucres par distillation des fibres de diss par ébullition et le deuxième traitement consiste à imperméabiliser les fibres diss pour entraver l'absorption d'eau en les enrobant d'huile de lin.

- **Autres végétaux cellulosiques dans des matrices cimentaires**

L'incorporation d'autres types de végétaux cellulosiques dans des matrices cimentaires ont fait l'objet de travaux de recherches. Parmi ces végétaux, nous pouvons citer les fibres de coco ([18], [19], [67], [68]) ; les fibres de jute [69], [70] ; les fibres de palmier dattier [71]–[73] ; les fibres de lin [74], [75] ; les fibres de kenaf [76] les fibres d'alfa [77] ;

le miscanthus [78], [79] ; la balle de riz [80], [81] ; la paille de riz [16], [82] ; la paille de blé [83] ; la pulpe de betterave [84]–[86].

1.1.4.2 Les chaux

La chaux est à la fois le liant minéral majeur de l'histoire de la construction et l'un des produits minéraux les plus utilisés depuis le début de l'ère industrielle. Elle est employée depuis des temps très anciens. Des fouilles de sites du néolithique du début du 6e millénaire, en Syrie, ont mis à jour de la vaisselle blanche de chaux, contemporaine d'habitats aux sols et murs chaulés [87], [88]. Les Grecs ont eu recours à la technique du stuc, matériau à base de chaux additionnée de plâtre et de poudre de marbre, dès le VIIe siècle av. J.-C. pour recouvrir les appareillages de pierre. C'est à la fin du IIe siècle av. J.-C. que le mortier de chaux se répand pour la construction des murs. Ces mortiers étaient généralement constitués de chaux et de sable fin. Pour rendre les mortiers plus durs et stables dans l'eau, des cendres volcaniques (Terre de Santorin, du nom de l'île de la mer Égée), étaient parfois ajoutées. Les Romains ont fait de la chaux un matériau durable en améliorant les techniques de sa fabrication et de sa mise en œuvre dans les maçonneries.

La chaux est obtenue par calcination de pierre calcaire. Par décarbonatation de la calcite aux environs de 900 °C ($CaCO_3$), la chaux vive (CaO) est obtenue selon la réaction suivante :

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2 \tag{4}$$

Cette réaction génère un fort dégagement de gaz carbonique (CO_2) et s'accompagne d'une perte de poids d'environ 45 %.

La chaux vive est donc le matériau brut obtenu en sortie de four dont le constituant principal est l'oxyde de calcium, qui a pour formule CaO. C'est un produit potentiellement dangereux, principalement employé dans l'industrie, l'agriculture et le traitement des sols (terrassement). Hydrophile, elle est également utilisée pour assécher et détruire les matières organiques riches en eau [88].

Afin d'utiliser cette chaux dans la construction, elle doit être éteinte. L'extinction de la chaux correspond à la transformation de chaux vive en chaux éteinte par ajout d'eau (H_2O). Cette opération d'extinction produit l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$, selon la réaction :

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca\ OH\ _2 \tag{5}$$

Cette réaction est très exothermique (1155 kJ/kg de CaO). Elle correspond à un processus violent et dangereux donnant lieu à un bouillonnement et à un échauffement pouvant atteindre 400 °C. Elle s'accompagne d'une expansion importante. En fonction de la quantité d'eau, la chaux éteinte est sous la forme de poudre, de lait de chaux ou de pâte de chaux.

Selon la nature du calcaire utilisé et du mode de réaction, on obtient plusieurs types de chaux : chaux aérienne fabriquée à partir d'un calcaire pur ou contenant moins de 5% d'oxyde de magnésium (MgO) et chaux hydraulique fabriquée à base de calcaire argileux.

1.1.4.2.1 Les chaux aériennes ou chaux grasses

La chaux aérienne est obtenue à partir de calcaire très pur. C'est de l'hydroxyde de calcium ou portlandite $Ca(OH)_2$. Depuis l'antiquité, la chaux aérienne sert, grâce à ses propriétés, à réaliser des mortiers pour la construction, des enduits et des badigeons sur les murs. Elle est aussi utilisée pour protéger les arbres fruitiers, ou lutter contre la putréfaction des cadavres en cas d'épidémie.

La fabrication des chaux aériennes se fait en plusieurs étapes [89] :

- Extraction du calcaire, à partir d'un gisement.
- Concassage primaire (réduction des gros éléments à 250 mm), lavage lorsque le gisement est pollué par des argiles.
- Concassage secondaire, criblage et stockage : la pierre 10-30/250 mm est envoyée au poste de concassage secondaire, suivi d'un criblage ; le but de l'opération est de calibrer la pierre, dont la dimension maximale ne dépasse pas 150 mm au final, en fonction des types de fours ; la pierre inférieure à 10 mm n'est actuellement pas traitable, d'un point de vue économique, dans les fours à chaux actuels. Elle peut être utilisée telle quelle, comme agrégats pour la construction, ou broyée pour l'agriculture, l'alimentation animale, la désulfuration des fumées, ou la construction en tant que filler.
- Cuisson ou calcination (décarbonatation) entre 800 et 1200 °C.
- Criblage : cette opération permet de calibrer la chaux « tout venant » sortie du four en différentes granulométries (roches $>$ 20 mm ; 5 mm $<$ grains $<$ 20 mm ; fines ou criblées $<$ 5 mm).
- Broyage éventuel : le broyage est nécessaire pour des applications qui nécessitent un calibre inférieur à 5 mm. On parle alors de « chaux broyée » (<

2 mm), ou « pulvérisée » (< 200 mm), ou moulue (< 90 mm), selon la granulométrie finale.

- Hydratation par voie sèche ou par voie humide : passage de chaux vive à chaux éteinte.

Les mortiers à base de chaux aérienne effectuent leur prise par évaporation de l'eau libre en excès et carbonatation au contact du CO_2 atmosphérique. L'hydroxyde de calcium absorbe le gaz carbonique (CO_2) présent dans l'atmosphère, d'où le nom de « chaux aérienne » dont la prise est uniquement aérienne, suivant la réaction :

$$Ca\ OH\ _2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O \tag{6}$$

Selon l'humidité du milieu, cette réaction, même si elle peut débuter très rapidement, se produit sur plusieurs mois : la vapeur d'eau se lie avec le gaz carbonique atmosphérique pour former l'acide carbonique ; la chaux fixe le gaz carbonique contenu dans cet acide. Le résultat de cette réaction aboutit donc à nouveau à la formation de calcite ($CaCO_3$) (Figure 5). Le carbonate de calcium formé est moins soluble que la chaux éteinte initiale.

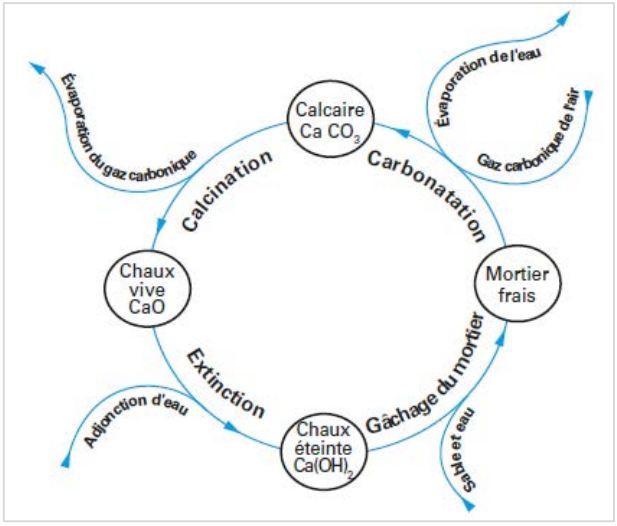


Figure 5. Cycle de la chaux [**88**].

Les performances mécaniques des chaux aériennes sont très faibles et le processus de durcissement des mortiers de chaux aérienne par carbonatation est très lent. Après 1 mois, la résistance en compression des mortiers de chaux aérienne excède rarement 1 MPa et de l'ordre de 3 à 5 MPa après au moins 6 mois de conservation [90]–[93].

1.1.4.2.2 Les chaux hydrauliques ou chaux maigres

La chaux hydraulique est obtenue à partir de calcaire contenant des silicates et des aluminates. La chaux hydraulique la plus courante provient de la calcination de calcaire contenant des argiles (10 à 20 %). Elle fait prise, en quelques heures, au contact de l'eau, d'où son appellation. Le calcaire naturel contient souvent des argiles ou des minéraux siliceux et silicatés dits « réactifs ». Aux températures de cuisson, situées entre 800 et 1 500 °C, le calcium se combine avec ces éléments pour former des silicates, des aluminates et, dans une moindre mesure, des ferro-aluminates de calcium [88] (Figure 6).

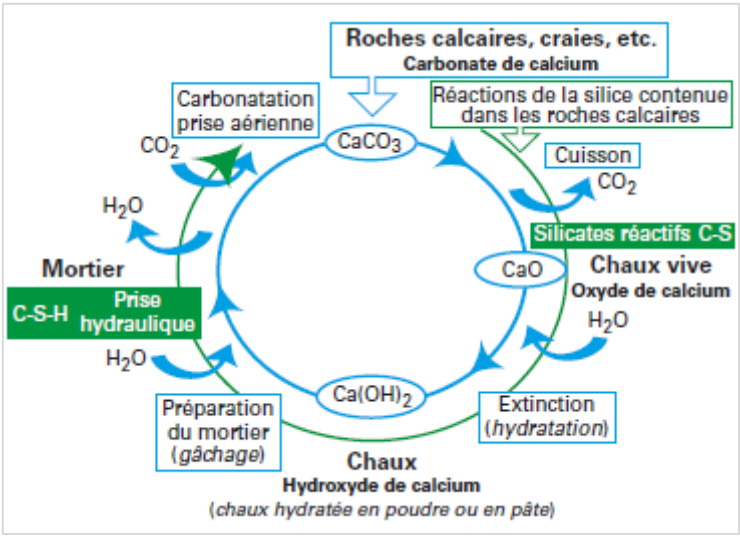


Figure 6. Diagramme simplifié du cycle de la chaux hydraulique naturelle **[94]**.

Louis Vicat a montré que le caractère hydraulique d'une chaux dépendait des caractéristiques chimiques du gisement calcaire. Il établit ainsi un indice d'hydraulicité i (Equation 7), appelé « indice de Vicat » qui est le rapport entre différents composants associés à l'argile et la chaux vive [94].

$$i = SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3/CaO + MgO \qquad (7)$$

Cet indice permet de répertorier cinq types de chaux (Tableau 2).
Les chaux hydrauliques font une double prise : une première prise de type hydraulique au moment de la mise en œuvre puis une prise secondaire de type aérienne pendant laquelle la chaux et les hydrates de calcium vont se carbonater au contact de l'air humide pour redonner le carbonate de calcium. Cette carbonatation au contact de l'air est très lente et peut prendre plusieurs années.

La prise hydraulique, relativement rapide, est essentiellement due à la réaction entre le CaO et les silicates lors de la cuisson du calcaire qui permet l'obtention de silicates calciques. La réaction chimique correspondant à une hydratation se résume comme suit :

$$2CaO.SiO_2 + H_2O \rightarrow C - S - H + Ca\ OH\ _2 \qquad (8)$$

La réaction de carbonatation s'effectue en milieu humide : affinité de la vapeur d'eau avec le gaz carbonique pour former de l'acide carbonique (Equation 6).

Tableau 2. Indice d'hydraulicité et types de chaux [**94**].

Types de chaux	Teneur en argile (%)	Indice d'hydraulicité	Terminologie
Chaux aérienne	0-5	0-0,1	Chaux grasse
Chaux faiblement hydraulique	5-8	0,1-0,16	Chaux moyenne
Chaux moyennement hydraulique	8-14	0,16-0,3	
Chaux hydraulique	14-19	0,3-0,4	
Chaux éminemment hydraulique	19-22	0,4-0,5	Chaux maigre

Selon la norme NF EN 459-1 [95], on distingue plusieurs types de chaux hydrauliques :

- NHL (Natural Hydraulic Lime) : chaux hydrauliques naturelles. Elles ne contiennent pas d'autres matériaux ajoutés. Les chaux hydrauliques naturelles commercialisées sont, la plupart du temps, hydrauliques ou éminemment hydrauliques ;
- NHL-Z : chaux hydrauliques naturelles avec matériaux ajoutés. Il s'agit d'un mélange de NHL et de matériaux hydrauliques ou pouzzolaniques adaptés rajoutés jusqu'à 20 % en masse et désignés par la lettre Z ;
- HL (Hydraulic Lime) : chaux hydrauliques. Chaux principalement constituées d'hydroxydes de calcium, de silicates de calcium et d'aluminates de calcium produites par mélange des constituants appropriés.

Les chaux hydrauliques sont aussi classées en fonction de leur résistance à la compression à 28 jours : HL 2 ou NH2 pour des résistances comprises entre 2 et 7 MPa ; HL 3,5 ou NH 3,5 pour des résistances comprises entre 3,5 et 10 MPa et HL 5 ou NHL 5 pour des résistances comprises entre 5 et 15 MPa.

La chaux est le liant le plus utilisé dans la formulation des bétons de fibres ou de granulats végétaux. Un mélange de chaux aérienne et de chaux hydraulique est fréquemment utilisé.
Parmi les composites à base de chaux, c'est le béton de chanvre qui a été le plus étudié. Parmi les travaux, nous pouvons citer les travaux de Evrard [96], Tran Le [97], Gourlay et al. [98], Elfordy et al. [99], Walker et al. [100]. Il ressort de ces travaux que contrairement à d'autres granulats comme par exemple l'anas de lin, le chanvre peut être utilisé sans traitement préalable. Les propriétés du béton de chanvre sont liées au dosage du granulat, au mode de mise en œuvre, à l'âge du béton, aux conditions de cure ou et aux caractéristiques intrinsèques au granulat utilisé.

1.1.4.3 Les mélanges chaux-pouzzolanique

Les pouzzolanes sont des matériaux siliceux ou silico-alumineux, qui ne possèdent pas eux-mêmes de propriétés liantes mais qui, sous forme finement divisée et en présence d'humidité, réagissent avec l'hydroxyde de calcium ($CaOH_2$) à température ordinaire pour former des composés possédant des propriétés liantes [101].
Un matériau est donc dit pouzzolanique si, en présence d'eau, il présente la propriété de se combiner avec la chaux pour former un liant [102]. L'utilisation de ce type de liant réside du fait de l'incompatibilité des particules végétales avec le ciment ou la chaux. Il permet alors donc :

- une amélioration nette de la résistance mécanique à court ou à moyen terme du matériau final ;
- une porosité convenable, mais il convient de souligner que l'addition de ciment à des mortiers de chaux aérienne conduit à une diminution de la porosité ;
- le bon maintien des performances thermiques et acoustiques avec une bonne stabilité à l'eau.

Divers chercheurs dans leurs études ont utilisé les mélanges chaux-pouzzolanes pour améliorer les performances à court terme des agrobétons [20], [103]–[107]. La prise dans ces mélanges est basée sur une réaction pouzzolanique qui est plus lente que dans le cas de la réaction d'hydratation du ciment, ce qui est intéressant dans les cas des bétons à base des granulats végétaux. Les granulats végétaux nécessitent en effet une évacuation de l'eau de gâchage pour atteindre des performances mécaniques appréciables [108]. De plus, ces mélanges limitent le pH du milieu interstitiel, ce qui diminue l'attaque alcaline des granulats végétaux. Toledo et al. [109] dans leurs travaux ont remarqué sur des mélanges ciment-laitier une amélioration de la durabilité

d'un béton de fibres de sisal sensible à l'attaque alcaline ; ceci serait due à une chute de pH dans le mélange, liée à la présence de laitier.

Les pouzzolanes contribuent à l'amélioration de la résistance mécanique des bétons à long terme. Cette amélioration est souvent observée pour les dosages courants de 80 à 150 kg/m^3 en remplacement d'une partie du ciment. En revanche, on observe à court terme (durant le premier mois) des baisses sensibles de la résistance [110].

Plusieurs additions peuvent entrer dans la catégorie des additions pouzzolaniques telles que les pouzzolanes naturelles (ponce) et les pouzzolanes artificielles (métakaolin, cendres volantes, fumées de silices, bauxite calcinée, cendres de balle de riz et des latérites calcinées) qui sont essentiellement composées de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi une activation pour leur assurer les propriétés pouzzolaniques [111], [112].

Tous les matériaux appelés « pouzzolanes » ne possèdent pas forcément le même degré d'activation pouzzolanique. On peut dans certains cas, activer les pouzzolanes par certains procédés d'activation qui peuvent être thermique, mécanique ou chimique.

Le traitement thermique dit « calcination » entraine le passage d'une phase cristallisée ordonnée en une phase désordonnée par un effondrement du réseau cristallin, suivi d'un refroidissement brusque qui fige la silice en phase vitreuse (forme minéralogique instable à température ordinaire). L'objectif de la calcination est de rendre un matériau non ou peu réactif en un matériau pouzzolanique par déshydroxylation. Les plages de température pour lesquelles s'effectuent les décompositions des minéraux peuvent varier d'un matériau à l'autre, ainsi qu'en fonction des conditions expérimentales : appareillage utilisé, cinétique de montée en température, masse de l'échantillon, nature du gaz de balayage, etc. [113], [114]. De ce fait il a été montré que la calcination d'une argile constituée d'un réseau cristallin très désorganisé, conduit à de bonnes performances pouzzolaniques [115]–[117].

Le traitement mécanique consiste à augmenter la finesse (surface spécifique) d'un matériau par broyage poussée dont l'objectif est réduire les éléments en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante). Elle diminue la cristallisation en augmentant l'amorphisation et la surface spécifique du matériau, ce qui améliore la réactivité chimique de ses minéraux [118].

Le traitement chimique consiste à activer les pouzzolanes par des activateurs qui non seulement sont des catalyseurs permettant le déroulement des réactions, mais également des réactifs entrant dans les réactions de la formation des hydrates [119]. Leur rôle est d'accélérer la solubilité des constituants, favoriser la formation de quelques

hydrates et la formation du réseau de la structure des hydrates [120]. Les activateurs chimiques utilisés sont des produits solubles dans l'eau. Les activateurs chimiques largement utilisés sont le Chlorures de calcium ($CaCl_2$) pour le durcissement, les alcalis caustiques (NaOH, KOH, …), les sels non siliceux (R_2CO_3, R_2SO_3, …) et les sels siliceux ($R_2O.mSiO_2$) (où R représente Na, K et Li) [121].

1.1.4.3.1 Les pouzzolanes naturelles

Selon la norme NF EN 197-1 [34], les pouzzolanes naturelles sont des produits essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde de fer, présentant soit naturellement (lorsqu'elles sont d'origine volcanique) soit après activation thermique, des propriétés pouzzolaniques. On distingue deux grandes familles de pouzzolanes naturelles selon leur origines [122] :

- volcaniques : scories, ponces, basalte ;
- sédimentaires ou d'altération : zéolites, silice sédimentaire, opales.

Les pouzzolanes volcaniques de couleurs blanches, noires, jaunes, grises, brunes ou violettes sont des laves ou déjections volcaniques plus ou moins anciennes, modifiées par l'action du temps, et composées essentiellement de silice, d'alumine et de peroxyde de fer, auxquels s'unissent accidentellement la magnésie, la chaux, la potasse, la soude, et probablement d'autres principes en quantités à peine pondérables.
Les pouzzolanes naturelles sont composées majoritairement de la silice SiO_2 (40 à 90% en masse) et de l'alumine Al_2O_3 (10 à 20 %). Les composés secondaires sont les oxydes de fer Fe_2O_3 (1 à 15%), de magnésium MgO, de calcium CaO (0 à 12%), de sodium NaO2O (0 à 7%) ou de potassium K_2O (0 à 6%) [93].

1.1.4.3.2 Les métakaolin

Le métakaolin est un état intermédiaire du kaolin ou de la kaolinite (argile) d'où le terme META [123].
C'est un matériau obtenue par calcination broyage ou broyage calcination à une température comprise entre 600 et 950 °C d'une argile composée majoritairement de kaolinite [124]. Il est constitué principalement de silicate d'alumine amorphe (SiO_2 et Al_2O_3) ayant des propriétés pouzzolaniques. Il se produit une réaction de déshydroxylation du matériau avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une amorphisation du matériau. La réaction de déshydroxylation de la kaolinite ($Al_2O_3.2SiO.2H_2O$) en métakaolin ($Al_2O_3.2SiO_2.2(1-\alpha)H_2O$) est une réaction endothermique :

$$Al_2O_3.2SiO.2H_2O \rightarrow Al_2O_3.2SiO_2.2\ 1-\alpha\ H_2O + 2\alpha H_2O \quad (9)$$

Où α est le coefficient déshydroxylation.

Le métakaolin possède une forte activité pouzzolanique (Tableau 3). L'ajout de composés pouzzolaniques reste le moyen le plus efficace et le plus étudié pour améliorer nettement les résistances mécaniques des mortiers de chaux aérienne à court ou moyen terme [125]–[131]. Il réagit en présence d'eau avec l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ présent initialement dans la chaux ou issu de l'hydratation des silicates de calcium pour former des hydrates générateurs de résistance selon une réaction pouzzolanique qui peut s'écrire de la façon suivante :

$$AS_2 + 5CH + 5H \rightarrow C_5AS_2H_{10} \quad (10)$$

$C_5AS_2H_{10}$ représente une composition moyenne des produits de cette réaction qui sont des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et des silico-aluminates de calcium hydratés, en majorité de la géhlénite hydratée (C_2ASH_8) et du C_4AH_{13} ainsi qu'éventuellement de l'hydrogénât (C_3ASH_6) [20]. De plus, en présence de carbonate dans le mélange, on observe la formation de carboaluminates [132] et d'hydroxy-carboaluminates [133].

Tableau 3. Réactivité des différentes pouzzolanes **[134]**.

Matériau	Réactivité pouzzolanique (mg de Ca(OH)2/g de matériau)
Bauxite calcinée	534
Fumée de silice	427
Laitiers de hauts fourneaux	300
Cendres volantes	875
Métakaolin	1000

1.1.4.3.3 Les cendres volantes

Les cendres volantes sont les particules non combustibles entrainées par les fumées lors de la combustion du charbon pulvérisé dans les chaudières des centrales thermiques [135]. Les cendres volantes peuvent être classées en deux catégories selon le combustible dont elles proviennent : cendres silico-alumineuses (Charbon de houille) et cendres calciques (Lignite).

Les cendres volantes sont essentiellement constituées d'oxyde de calcium, de dioxyde de silice et d'oxyde d'aluminium. Du fait de leur pouzzolanicité consommant la portlandite, les cendres volantes améliorent les propriétés mécaniques des bétons à

long terme en remplacement du ciment (80 à 150 kg/m^3), améliorant également les résistances aux attaques chimiques et donc leur durabilité [135]. Les cendres volantes permettent aussi de diminuer la fissurabilité, en relation avec la diminution de la chaleur d'hydratation et d'assurer une meilleure résistance au feu et aux chocs thermiques [136].

1.1.4.3.4 Les laitiers de haut fourneau

Les laitiers de haut-fourneau (LHF) sont des sous-produits de la sidérurgie. Ils sont générés au cours de la production de l'acier, lors de l'étape de l'élaboration de la fonte à partir de minerai de fer [137]. Selon le processus de refroidissement du laitier en fusion, on distingue deux familles :

- le laitier cristallisé, obtenu par un refroidissement lent qui le transforme en une roche dure artificielle et chimiquement stable ;
- le laitier vitrifié , obtenu par un refroidissement brutal, généralement à l'eau, qui lui confère une structure vitreuse lui permettant de développer des propriétés analogues à celles du ciment.

Les laitiers de haut fourneau sont constitués d'oxydes de calcium (35 à 45%), de silicium (30 à 35%), d'aluminium (10 à 20%) et de magnésium (5 à 10%). Ils sont utilisés pour leur bonne durabilité dans les environnements chimiques sévères. Les performances mécaniques sont plus faibles lorsqu'ils sont mélangés avec la chaux ; ils sont donc souvent utilisés pour la stabilisation et le traitement des sols fins argileux [138].

1.1.4.4 Autres liants utilisés

D'autres types de liants autres que la chaux et le ciment ont été étudiés pour la formulation d'agrobétons. Parmi ces liants nous citer le plâtre [17], [139]–[142].
Le plâtre est un des plus anciens matériaux de construction fabriqués par l'homme, découvert depuis l'antiquité, 9000 ans environ avant J.C et utilisé comme support pour fresques murales (extérieur et intérieur). Par la suite, on s'en sert comme joints des blocs de pyramides en Egypte, dans toutes les constructions romaines, dans l'ornement des palais et mosquées moyenâgeux. Actuellement, le plâtre est utilisé dans les constructions pour ses qualités décoratives, de coupe-feu, de légèreté, d'isolant thermique et phonique et pour son faible coût [143].

Le plâtre s'obtient par déshydratation du gypse qui est une roche naturelle ou sous-produit de certaines industries qui est un sulfate de calcium hydraté de formule $CaSO_4.2H_2O$ [144]. Le gypse existe sous deux formes [144]–[146] :

- Le gypse naturel : il est de la famille des roches sédimentaires et très soluble dans l'eau. Il se trouve en quantité abondante dans la nature et existe sous deux formes : un hydraté de sulfate de calcium de formule chimique ($CaSO_4;2H_2O$) qui est le gypse et un anhydre de formule $CaSO_4$ qui est l'anhydrite.
- Le gypse de synthèse qui est le résultat d'une réaction chimique industrielle, principalement à partir de la fabrication des acides phosphorique, borique, fluorhydrique, citrique, tartrique et autres ; à partir de l'oxyde de titane et de la désulfuration des fumées dans les centrales thermiques.

Le plâtre fait prise lorsqu'il est mélangé à l'eau et durcit en reformant du gypse, cependant ce n'est pas un liant hydraulique à cause de sa sensibilité à l'eau et à l'humidité.
D'autres auteurs ont utilisé de l'amidon de blé [97], [147]. Le matériau obtenu est très léger avec une masse volumique variant entre 160 et 177 kg/m^3. Sa conductivité thermique est environ 0,55 W/(m.K).

1.1.4.5 Choix d'un type de liant

Les liants énumérés plus haut présentent chacun des avantages et des inconvénients. Le choix d'un type de liant dépendra des caractéristiques physiques et chimiques du granulat végétal utilisé et les performances mécaniques et thermiques visées du béton et de sa finalité.
Les ciments Portland ont les meilleures résistances mécaniques en comparaison aux autres liants mais ils ont une densité élevée, une faible porosité et une perméabilité à la vapeur d'eau qui limite la respiration et la régulation de l'humidité intérieure qui résulterait de l'utilisation de granulats végétaux fortement hygroscopiques. Ce liant a aussi un impact CO_2 important.
Les chaux ont une grande perméabilité à la vapeur, une faible densité mais ont un temps de prise très long avec des résistances mécaniques faibles.
Les mélanges chaux-pouzzolanes permettent donc d'améliorer les résistances mécaniques à court terme sans trop affecter les propriétés thermiques ni la perméabilité à la vapeur d'eau [138].

Le plâtre est un matériau très sensible à l'eau qui interdit toute application à en extérieur ou dans les pièces humides. Son recyclage en fin de vie pose aussi problème. L'amidon est un matériau 100 % végétal ce qui est phase avec la démarche de développement des matériaux éco-respectueux. Il a une très faible densité et est un excellent régulateur hydrique mais le composite granulat végétal–amidon a de faibles performances mécaniques.

1.1.4.6 Méthode de formulation de bétons de granulats végétaux

Les travaux réalisés sur les bétons de granulats végétaux montrent le plus souvent l'intérêt (thermiques, mécaniques, …) de ces produits. Cependant, l'exploitation ou la comparaison des résultats est souvent difficile, en raison notamment de la diversité des compositions issues de méthodes de formulation toujours différentes, dépendant des objectifs de l'étude en question, et parfois fondées sur des hypothèses erronées. Quelques exemples sont présentés ci-après.

Mougel [46], dans une étude sur des mortiers de bois, a utilisé une méthode de formulation basée sur la masse volumique des constituants du mélange. Il a alors fixé la masse volumique du mélange final à 700 kg/m^3. Le dosage en ciment choisi est de 350 kg/m^3 de granulats bois secs. La quantité d'eau est déterminée en tenant compte de l'aspect du mélange. Un apport d'eau de 400 kg/m^3 de bois sec a finalement été retenu.

En faisant varier les rapports massiques Liant (L) /Granulats (G), Eau (E) /Liant (L) et la masse volumique initiale de l'éprouvette, Nguyen [104] a déterminé les quantités des différents constituants du mélange pour 1 mètre cube de béton de chanvre à partir de la relation (11) :

$$\begin{cases} G + L + E = \rho_{initiale} \\ G = \dfrac{\rho_{initiale}}{1 + \dfrac{L}{G} + \dfrac{E}{L} \times \dfrac{L}{G}} \ \ Kg/m^3 \\ L = \dfrac{L}{G} \times G \ \ \ Kg/m^3 \\ E = \dfrac{E}{L} \times \dfrac{L}{G} \times G \ \ \ Kg/m^3 \end{cases} \tag{11}$$

Bouguerra [48] et Ledhem [49], dans leurs études d'un composite argile-ciment-bois, fixent le dosage en ciment à 25 % de la masse du mélange bois + argile + ciment. Ils obtiennent plusieurs configurations en faisant varier la fraction massique de bois par

rapport au mélange bois-argile. Le dosage en eau est calculé en utilisant la relation suivante, proposée par Al Rim [148] :

$$E = 0,35 \times C + 0,70 \times A + w_f \times F + k \times B \quad (12)$$

E, C, A, F, B sont respectivement les masses d'eau, de ciment, d'argile, de fines et de bois ; wf et k sont respectivement des coefficients déterminant l'eau nécessaire pour le mouillage des fines (wf = 0,25 pour les fines schisteuses) et les copeaux de bois. Le coefficient k tient compte de la teneur en eau initiale des copeaux et de leur teneur en eau à saturation.

Doko [149], dans une étude sur les bétons de balles de riz, a utilisé la méthode des volumes absolus. Connaissant le dosage en ciment par mètre cube de béton, il a fait varier le rapport eau de gâchage sur ciment. Le volume absolu du béton est donné par l'expression suivante :

$$V_{abs\ mélange} = V_{abs\ ciment} + V_{abs\ balles\ de\ riz\ saturées} + V_{abs\ eau} \quad (13)$$

L'expression générale de la masse des granulats pour 1 m^3 de béton se présente comme suit :

$$R = \rho_{br} \cdot \left(1 - \frac{D_i}{\rho_c} - \frac{k_e \cdot D_i}{\rho_e}\right) \quad (14)$$

Où :

R est la masse de balle de riz

D_i, le dosage i en masse du ciment,

$k_e = E / D_i$, le rapport massique eau/ciment,

ρ_{br}, le poids spécifique de la balle de riz,

ρ_e, la masse volumique de l'eau,

ρ_c le poids spécifique du ciment.

Akkaoui [7] a proposé une méthode de formulation dont le principe est d'utiliser les granulats de bois à leur compacité maximale. La quantité de granulats dans le béton est considérée égale au maximum de granulats que l'on peut y introduire sans avoir besoin de machine de compactage. Ce principe intègre l'hypothèse selon laquelle le liant ne modifie pas la compacité des granulats, ce qui sous-entend que la quantité de liant n'est pas suffisante pour remplir la porosité inter granulaire. Le volume du béton V_b est donc défini par le volume apparent de son squelette granulaire. Ce volume est composé d'un volume V_g de granulats de bois, d'un volume V_{pdc} de pâte de ciment, et

d'un volume V_p des pores inter-granulaires. Le volume absolu V_g des granulats est le produit du volume V_b par la compacité C_g des granulats. La masse B des granulats est défini par :

$$B = \rho_{abs} V_b C_g \tag{15}$$

Le volume V_{pdc} de la pâte de ciment est égal à la somme du volume V_c de ciment en poudre et du volume d'eau de gâchage V_e :

$$V_{pdc} = V_c + V_e = \frac{C}{\rho_c} + \frac{E}{\rho_e} \tag{16}$$

C et E sont respectivement les masses de ciment et d'eau. Le rapport E/C est fixé à 0,5 et quatre rapports Ciment/Bois (C/B) ont été choisis : 1,25 ; 1,75 ; 2,25 et 2,75. Le volume V_p occupé par les pores entre les granulats (porosité intergranulaire) est égal au volume des vides entre les particules du squelette granulaire diminué du volume V_{pdc} de la pâte de ciment :

$$V_p = V_b(1 - C_g) - V_{pdc} \tag{17}$$

Ces exemples montrent que les pratiques relèvent souvent de l'empirisme, et qu'il n'existe aucune approche réellement consensuelle. On notera également qu'aucune méthode ne tient compte de l'air piégé dans le mélange, alors que son volume peut être très conséquent en présence de certains granulats végétaux. Enfin, aucune des différentes méthodes inventoriées n'intègrent la résistance en compression des bétons comme l'un des objectifs de formulation…

1.2 Le béton de balle de riz et ses propriétés

1.2.1 La balle de riz

Le riz est une céréale de la famille des poacées (anciennement graminées), cultivée dans les régions tropicales, subtropicales et tempérées chaudes pour son fruit ou caryopse, riche en amidon. Il désigne l'ensemble des plantes du genre *Oryza*, parmi lesquelles deux espèces sont cultivées : *Oryza sativa* appelé riz asiatique et *Oryza glaberrima* appelé riz ouest-africain ou riz de Casamance [150]. Dans le langage courant, le terme de **riz** désigne le plus souvent ses grains, qui sont un élément fondamental de l'alimentation de nombreuses populations du monde, notamment en Amérique du Sud, en Afrique et en Asie. C'est la première céréale mondiale pour l'alimentation humaine (à lui seul il représente 20 % des besoins mondiaux en énergie

alimentaire), la deuxième après le maïs pour le tonnage récolté. En 2014, la production mondiale de riz paddy (riz non décortiqué) s'est élevée à 741,3 millions de tonnes selon la FAO [151] (Figure 7).

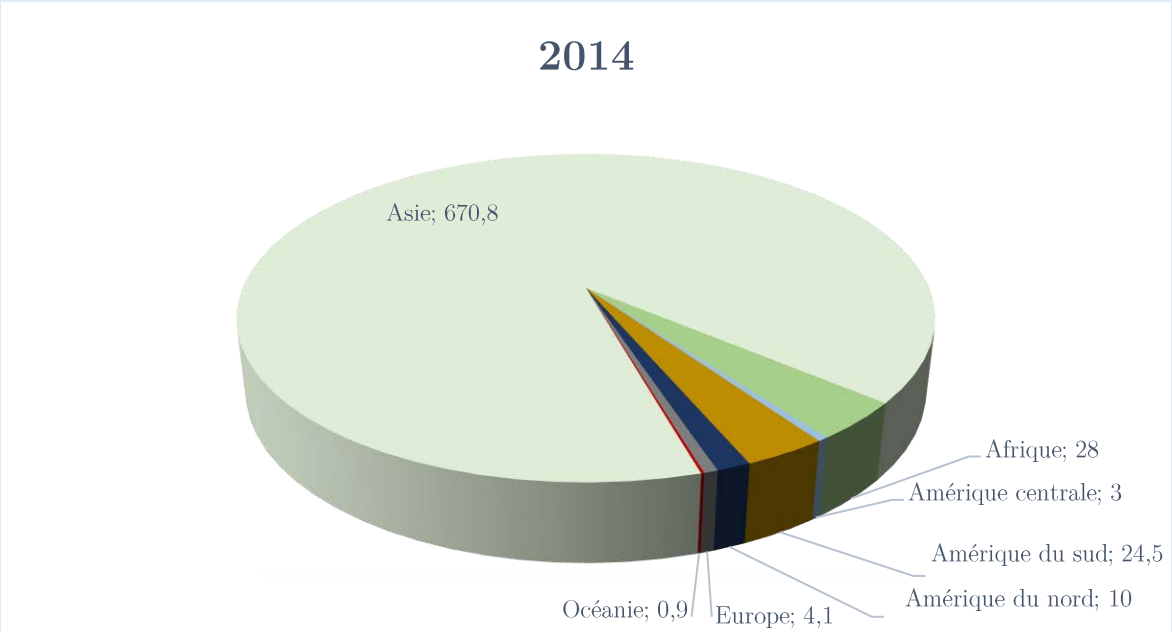


Figure 7. Production mondiale de riz paddy en millions de tonnes.

La balle de riz est un coproduit dérivé du décorticage du riz, opération qui permet de transformer le riz récolté, ou riz paddy, en riz cargo (riz complet décortiqué). Ce dernier doit subir une deuxième étape de transformation, le blanchiment, qui consiste à ôter le péricarpe pour donner le riz blanc et un autre coproduit, le son. La balle de riz est constituée par les glumes et glumelles, bractées modifiées qui enveloppent l'épillet, et donc à maturité le caryopse constituant le grain de riz (Figure 8).
Contrairement à des céréales comme le froment ou le seigle dont les glumelles n'adhèrent pas au caryopse (céréales à grains nus) et pour lesquelles la séparation intervient durant le battage, il est nécessaire d'extirper les glumes et glumelles du riz, qui, comme celles de l'orge ou de l'amidonnier, présentent des glumelles adhérentes (céréales dites à grains « vêtus »), au moyen d'un processus de décorticage. L'opération est réalisée, après le battage, à l'aide d'une machine équipée de deux disques horizontaux revêtus d'une matière abrasive. Le disque supérieur est fixe tandis que celui du bas, réglé à une distance adaptée, est en rotation. Cette action a pour effet de séparer le grain des glumes et glumelles. Les décortiqueuses à cylindres en caoutchouc, tournant à des vitesses variables, représentent une évolution réduisant le risque de brisure du grain de riz.

La proportion de balle résultant du décorticage du riz paddy fluctue entre 17 et 23 % selon la variété [152].

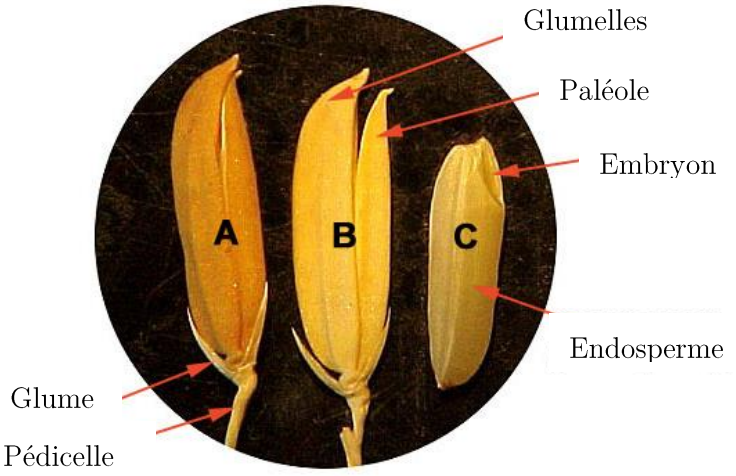


Figure 8. Riz (A) Épillet porteur de grain (B) Épillet vide (C) Grain (caryopse) retiré de l'épillet.

1.2.1.1 Granulométrie

Deux méthodes sont fréquemment utilisées pour analyser la taille des granulats végétaux.

Le tamisage mécanique qui consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon par rapport à leur dimension en utilisant une série de tamis à maille carrée, mais cette méthode s'avère inefficace du fait de la forme souvent allongée des grains ; l'axe mineur des grains étant principalement sollicité.

L'analyse d'image, plus efficace apporte des informations complémentaires tels la longueur et la largeur de chaque particule. Des résultats de Chabannes [153], la largeur des balles de riz s'étend de 1 à 4 mm et la longueur maximum est de 10 mm. L'écart entre l'axe mineur et l'axe majeur montre la forme allongée de la particule (Figure 9). Sivaraja [154] a étudié la morphologie des balles de riz en utilisant la méthode de diffraction de Fresnel à l'aide d'un laser-Ne comme source lumineuse monochromatique. Les balles de riz ont une largeur moyenne de 1,6 mm avec un élancement (longueur/largeur) de 12,5.

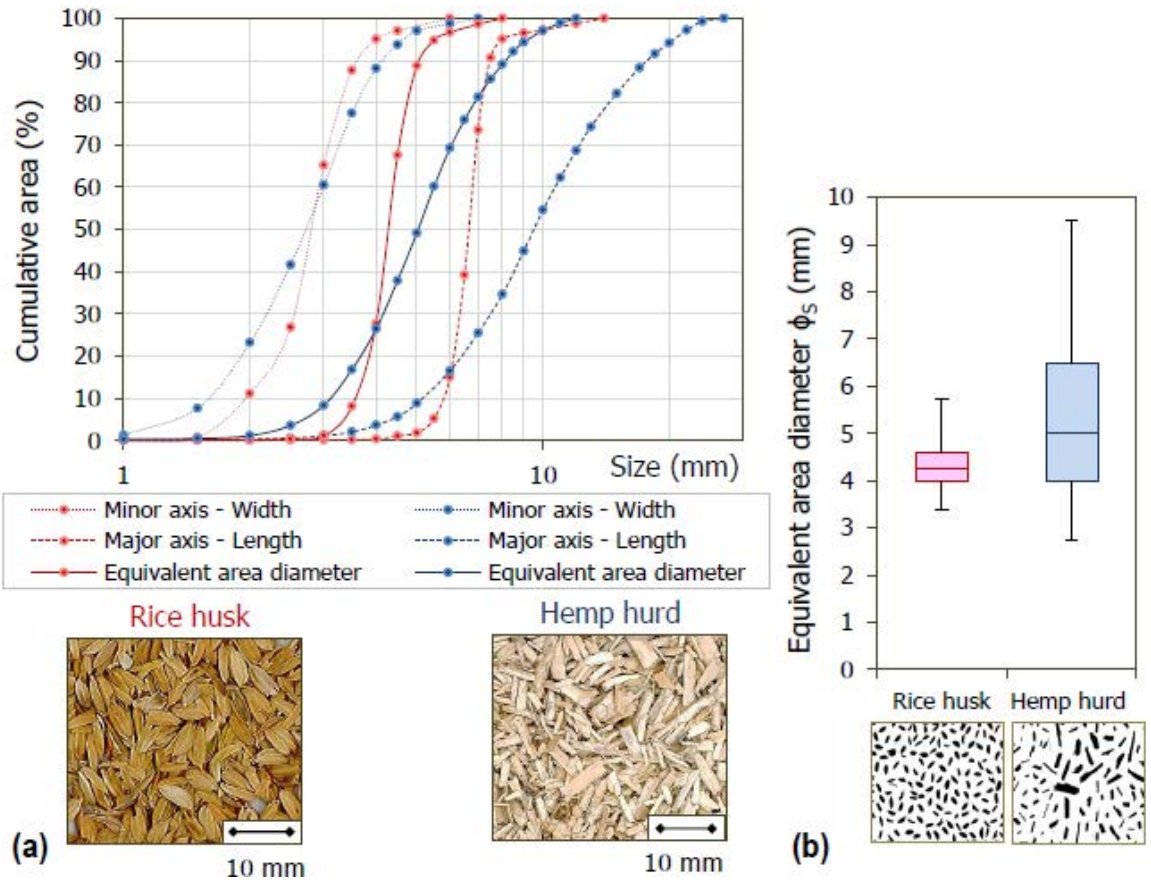


Figure 9. (a) Granulométrie des balles de riz et granulats de chanvre (b) Dispersion statistique du diamètre équivalent et des images binaires issues de Image J **[153]**.

1.2.1.2 Microstructure

Des images de la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) de la surface externe et interne de balles de riz ont été étudiées par Watson et Dikeman [155], Jauberthie et al. [156], Park et al. [157] et Prado et al. [158].

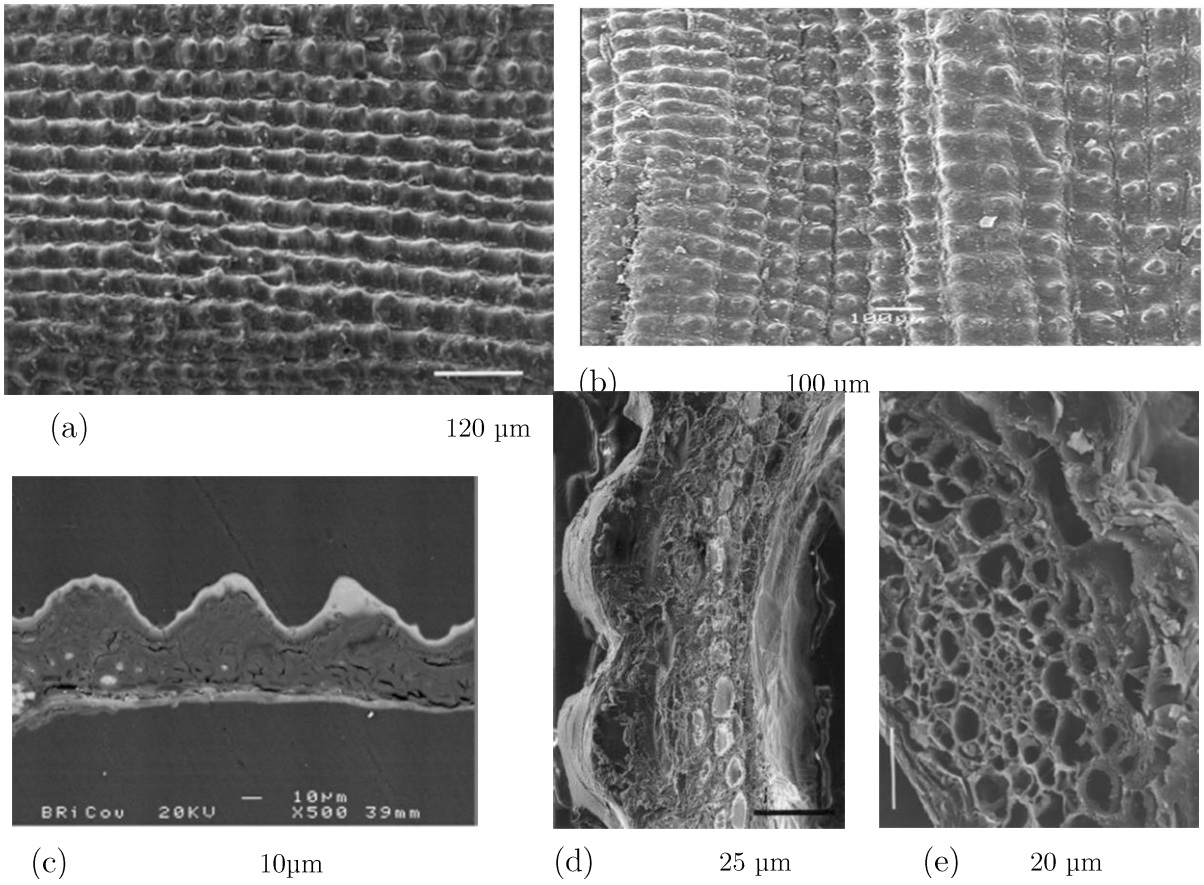


Figure 10. (a) (b) Aspects de la surface externe de balles de riz **[157], [158]** (c) (d) Répartition de la silice amorphe sur une coupe transversale de balle de riz **[156], [157]** (e) coupe transversale de la zone vascularisée **[157]**.

On observe une dissemblance d'aspect de la surface externe des balles de riz des autres granulats végétaux. Les images de la MEB révèlent des irrégularités sur la surface externe des balles de riz avec des protubérances aciculaires régulièrement espacées (Figure 10 a et b). On observe sur la coupe transversale la présence de la silice amorphe en forte concentration sur la couche externe de la particule, beaucoup plus faible sur face interne et pratiquement inexistante dans la particule [156]. Le Tableau 8 récapitule les résultats de l'analyse faite par Jauberthie et al [156].
Selon Park et al. [157], l'intérieure de la balle de riz est définie par une région de faisceaux vasculaires constituée de xylème et de phloème (Figure 10 e).

Tableau 4. Analyse microscopique de la balle de riz [**156**].

Element	% (by weight)			% (atomic)		
	External surface	Interior	Internal surface	External surface	Interior	Internal surface
C	6.91	62.54	30.20	11.11	69.54	40.93
O	47.93	35.19	42.53	57.84	29.38	43.27
Si	45.16	2.27	27.27	31.05	1.08	15.80
Total	100	100	100	100	100	100

1.2.1.3 Propriétés physiques des balles de riz

Le Tableau 5 récapitule quelques propriétés des balles de riz étudiées par des scientifiques.

La masse volume apparente des balles de riz brutes et non tassées est de l'ordre de 100 kg.m^{-3} [12], [159]–[161] ; lorsque les balles de riz sont tassées, la masse volumique apparente avoisine 150 kg.m^{-3} [162]. Lorsque la balle de riz est broyée sa masse volumique monte jusqu'à environ 3 fois celle de la balle de riz brute [162].

Les valeurs de la masse volumique absolue et du taux d'absorption des balles de riz sont très dispersées selon l'auteur. La masse volumique absolue oscille entre 658 et 1405 kg.m^{-3} et le coefficient d'absorption entre 63 et 120 %. Ceci pourrait être dû à la teneur en silice qui diffère selon l'espèce des balles de riz. Mais ces différences proviennent pour l'essentiel de la difficulté de caractériser l'état humide surface sèche de ce type de particules (recours à des protocoles laissant une forte part de subjectivité à l'opérateur, tels que dépôt sur un tapis absorbant, essorage sur filtre, etc.).

Des mesures de conductivité thermique ont été réalisées par Yarbrough et al. [163] sur des balles de riz en vrac ayant un taux d'humidité de 9,4% et des balles de riz séchées à l'étuve pendant 6 jours à 70 °C et 2 jours à 103 °C. La conductivité thermique des balles de riz dépend de la densité (fonction du taux d'humidité) et de la température de mesure. D'après les résultats de Yarbrough, la conductivité augmente quasi linéairement avec la température (Figure 11). En outre la conductivité thermique de quatre échantillons des balles de riz séchées et conditionnées à une température de 21 ± 3 °C et à 50 ± 5% d'humidité relative jusqu'à masse constante, a été mesurée à 24 °C. La masse volumique des quatre échantillons à l'équilibre hygroscopique sont 144,3 kg/m^3, 139,4 kg/m^3, 155,4 kg/m^3 et 147,5 kg/m^3 dont les conductivités respectives sont 0,0566 W/(m.K), 0,0493 W/(m.K), 0,0493 (W/m.K) et 0,0490 W/(m.K).

En considération des résultats de conductivité, les balles de riz peuvent être utilisées pour l'isolation thermique des bâtiments.

Tableau 5. Propriétés physiques des balles de riz.

Masse volumique apparente ($kg.m^{-3}$)	González [105]	98-108
	Jha [159]	100
	Ayite [160]	101
	Chabannes [12]	103
	Delot [162]	120 - 150
Masse volumique réelle ($kg.m^{-3}$)	Salas [164]	453
	Sivaraja [154]	564
	Chabannes [12]	453
Masse volumique absolue ($kg.m^{-3}$)	Serrano [165], González [161]	780
	Doko [149]	658
	Ayite [160]	750
	Chabannes [12]	780
	Prado [158]	1405
Taux d'absorption (%)	Doko [149]	63
	Tamba [166]	80
	González [161]	122
	Sivaraja [154]	124
	Ayite [160]	82
	Chabannes [12]	120
Porosité intra-granulaire des particules	Prada [167]	40-50%
	Chabannes [12]	35 - 50
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Yarbrough [163]	0,046 - 0,057
	Delot [162]	0,049 – 0,052

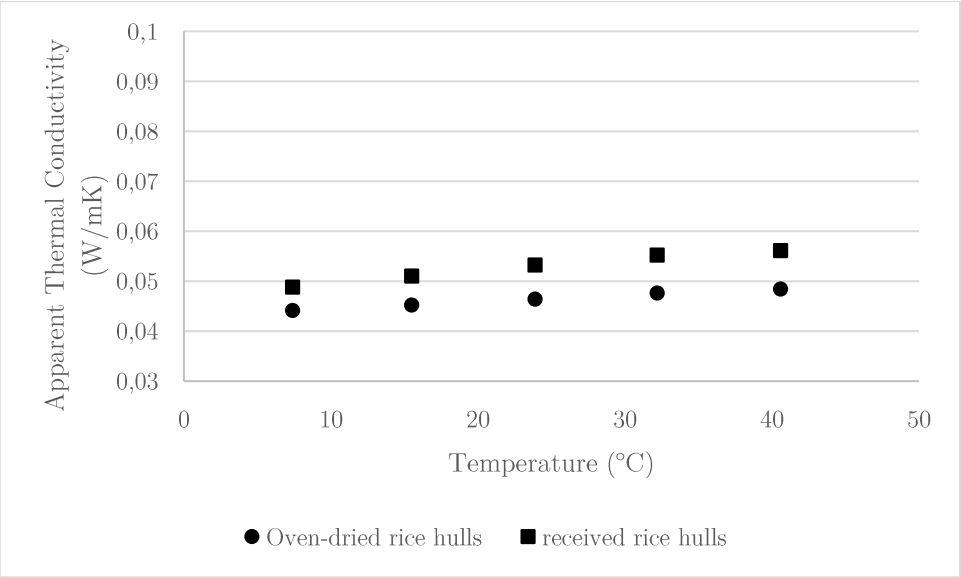


Figure 11. Conductivité thermique des balles de riz séchées et des balles de riz en vrac **[163]**.

1.2.1.4 Composition chimique

Les constituants chimiques de la balle de riz ont été quantifiés par plusieurs auteurs [168]–[178]. Le Tableau 6 récapitule les fourchettes de valeurs de chaque constituant. Contrairement aux autres granulats végétaux, les balles de riz contiennent un fort taux de silice et moins de constituants extractibles.

Tableau 6. Composition chimique de la balle de riz (en pourcentage massique).

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Extractibles (%)	Cendres (%)
16 -48	4-25	14-40	2-5	9-25

1.2.2 Synthèse des travaux sur l'utilisation de balles de riz comme granulats végétaux

Il y a eu très peu de travaux sur l'utilisation de la balle de riz directement comme granulat végétal dans un agrobéton. La plupart des travaux font intervenir une faible fraction volumique de balles de riz dans la matrice et les granulats minéraux sont parfois conservés [166], [179]–[183].

Dans ses travaux, Salas [179] a utilisé des balles de riz non traitées et des balles de riz traitées dans une solution de chaux à 5%. Le gravier et le sable du béton normal faiblement dosé en ciment (230 kg/m^3) ont été substitués progressivement avec de la

balle de riz à raison de 80, 60, 40, 20, 10 et 0% pour les balles de riz non traitées et 40, 20, 10, 5 et 0% pour les balles de riz traitées. Les quantités de ciment et d'eau sont demeurées constantes avec un rapport Eau/ciment égal à 0,71. Les éprouvettes ont été conservées à 95 % HR. Les résultats ont montré que le traitement des particules améliore considérablement la résistance en compression du béton (Tableau 7). Par ailleurs l'auteur a mentionné qu'il a été observé sur les bétons de balles de riz non traitées d'efflorescence organique parce que conservés en atmosphère humide. Le traitement des balles de riz permet donc de prévenir cette efflorescence organique.

Tableau 7. Proportions des mélanges et résistances en compression [**179**].

	Dosages	Ciment P-ARI-450 (kg)	% Gravier & Sable	Coefficients de réduction	Balle de riz (kg)	Densité (kg/m^3)	Résistance (MPa)
Balle de riz naturel	HPG-2	287	100	1.00	-	2361	22.17
	No. 40	287	80	1.25	17.6	2197	14.96
	No. 41	287	60	1.40	35.3	1960	7.73
	No. 42	287	40	1.70	52.99	1660	6.30
	No. 43	287	20	2.30	70.36	1407	3.30
	No. 44	287	10	2.80	79.48	1192	3.05
	No. 45	287	0	3.30	88.30	1044	1.63
Balle de riz traitée	No. 46	287	40	1.70	51.50	1885	6.60
	No. 47	287	20	2.30	68.67	1566	5.46
	No. 48	287	10	2.80	77.48	1475	4.40
	No. 49	287	5	3.05	81.55	1377	4.01
	No. 50	287	0	3.30	85.85	1218	3.56

S. Tamba [180] a étudié les caractéristiques physiques et mécaniques du béton léger composé de balles de riz, ciment et éventuellement de sable de dunes et cendres de balles de riz. La formulation est basée sur une méthode expérimentale étant donné que les bétons de déchets cellulosiques n'obéissent pas aux règles de formulations existantes. De son étude, il ressort que les balles de riz sont hygroscopiques d'où la nécessité d'un prémouillage pendant 24 heures avant le mélange pour éviter l'absorption de l'eau efficace. Les bétons obtenus avec ces matériaux sont légers. L'examen au MEB du mortier écrasé en compression ont montré que la microfissure se produit dans la coque et parallèle aux fibres de la coque. Par contre, on ne remarque pas de microfissures entre la coque et la pâte de ciment, cette adhérence étant attribuée à l'action pouzzolanique de silice amorphe. L'auteur a également montré que l'ajout de sable de dune à ces bétons permet d'augmenter leur résistance.

Jauberthie et al. [181] ont étudié les propriétés des mélanges ciment - balles de riz selon des conditions de cure et de conservation. Dans le but d'étudier l'effet pouzzolanique et la durabilité du mortier de balles de riz sous différentes conditions hygrométriques, les éprouvettes ont été conservées pendant 1 an dans des locaux climatisés, soit à la température ambiante et à 50 % d'humidité relative, soit à une température de 20 °C et à 95 % d'humidité relative. Le mortier stocké à 50 % de HR a une résistance à la compression plus faible et une plus grande résistance à la traction (Tableau 8). On constate en flexion un léger allongement de la zone plastique après rupture pour l'échantillon conservé à 50% de HR tandis qu'en compression c'est l'échantillon conservé à 95 % de HR qui a un comportement plus plastique (Figure 12). Sur la base de ces résultats, les auteurs ont conclu que la raison des différences de comportement observés sur les deux mortiers s'explique par l'une des hypothèses suivantes :

1. Il y a eu destruction la balle de riz lorsque l'échantillon est conservé à forte humidité, probablement due à la forte alcalinité de l'eau contenue dans les pores de la balle de riz. Cette destruction exposerait une grande quantité de silice provenant de la balle et augmenterait ainsi l'effet pouzzolanique.
2. Le remplissage des cellules à l'intérieur de la balle induit une densification du matériau réduisant ainsi la capacité des fibres à arrêter la propagation des fissures.

Tableau 8. Propriétés physiques des mortiers à 1 an d'âge [**181**].

Conservation	Densité (kg/m^3)	Résistance en flexion (MPa)	Résistance en compressive (MPa)	Module de Young (GPa)	Module de flexion (GPa)
50% HR	1110	7.2	20.6	1.0	0.8
95% HR	1145	6.5	23.8	2.6	1.4

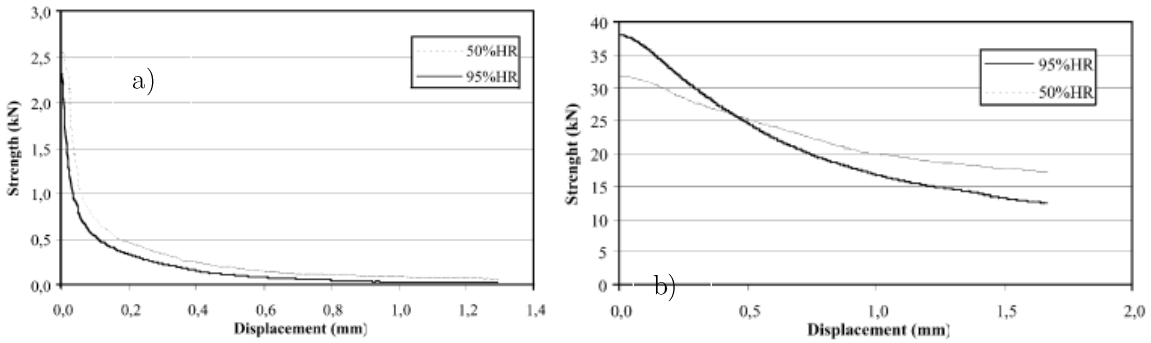


Figure 12. a) Courbe de la résistance en flexion en fonction du déplacement après rupture b) Courbe de la résistance en compression en fonction du déplacement après rupture [**181**].

B. Sisman et al. [182], [184] ont montré dans leurs travaux que les balles de riz ont des potentialités comme matériaux pour produire des bétons légers vus leurs caractéristiques mécaniques et leurs propriétés d'isolation. Les balles de riz ont été préalablement imbibées dans l'eau pendant 30 mn à cause de leur capacité d'absorption élevée en eau. Ils ont étudié l'influence de ces granulats sur les propriétés du béton. Pour ce faire, ils ont fait varier la proportion en fibres soit 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% et 30% avec un dosage en ciment de 300 kg/m^3 et le rapport eau-ciment égal à 0,6. Il a été observé que l'affaissement du mortier frais augmente avec la teneur en fibres soit de 8cm à 14cm respectivement pour les dosages de 0% et 30% en fibres (Tableau 9) ; ceci serait dû à l'immersion des balles de riz dans l'eau avant le mélange. Les résistances à la compression des composites diminuent avec la teneur en fibres soit de 37.5 à 18.1 MPa (Figure 13) et la conductivité thermique augmente avec la teneur en fibres (Figure 14).

Tableau 9. Proportions des mélanges [**182**]

Mixture	Cement, kg/m^3	Coarse aggregate, kg/m^3	Sand, kg/m^3	RH, L/m^3	Water, kg/m^3	W/C	Slump, cm
CRH0	300	766.52	1188.10	-	180	0.6	8.0
CRH5	300	728.15	1128.72	35.48	180	0.6	8.2
CRH10	300	689.88	1069.63	70.96	180	0.6	8.7
CRH15	300	651.60	1009.88	106.47	180	0.6	9.1
CRH20	300	613.33	950.62	141.98	180	0.6	9.6
CRH25	300	574.81	891.11	177.53	180	0.6	10.0
CRH30	300	536.54	831.60	213.09	180	0.6	10.4

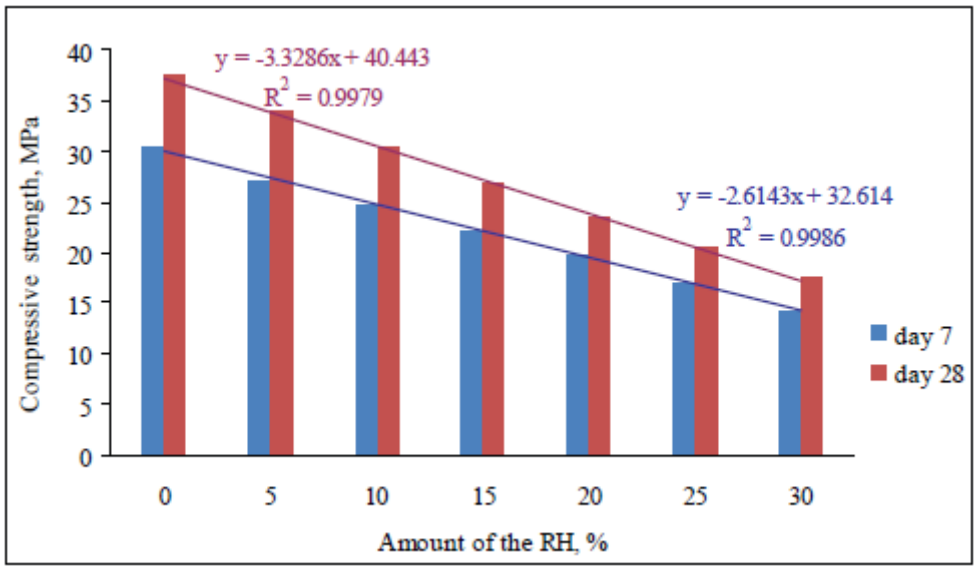


Figure 13. Influence de la teneur en fibres sur la résistance en compression [**182**].

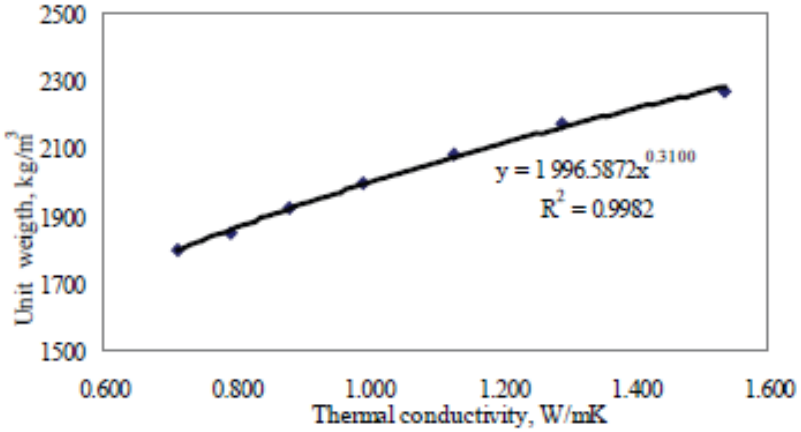


Figure 14. Influence de la teneur en fibres sur la conductivité thermique [**182**].

DOKO V. [149] a étudié la compatibilité des balles de riz et le ciment par la méthode de la calorimétrie isotherme qui consiste à suivre la vitesse d'hydratation du ciment à travers la quantité de chaleur dégagée au cours de la réaction. Une analyse des courbes d'hydratation permet d'identifier trois zones délimitées (Figure 15).

Dans première zone qui part de zéro à cinq heures, la vitesse d'hydratation du ciment dans le mélange contenant les balles de riz est plus élevée que celle du témoin. Ceci serait dû à la quantité d'eau du mélange ciment-balles de riz supérieure à celle du témoin ; le supplément d'eau favorise les réactions d'hydratation des phases du ciment avant qu'elles ne soient freinées par les constituants chimiques des balles de riz. Cette

zone informe en outre sur le temps nécessaire pour déclencher l'extraction des substances inhibitrices de la biomasse dans la matrice cimentaire.

Dans la seconde zone comprise entre cinq heures et vingt-trois heures, la vitesse d'hydratation revient à la normale, les deux courbes d'hydratation évoluent de la même manière et l'effet inhibiteur de la présence de la biomasse est clairement révélé. La quantité de chaleur dégagée atteint son pic à une durée 10 heures au niveau du mélange témoin et 10,28 heures au niveau du mélange balles de riz-ciment

Da troisième zone qui part de vingt-trois heures à trente-six heures, la vitesse d'hydratation est à nouveau inversée. La légère augmentation de la cinétique d'hydratation du ciment dans les mélanges de balles de riz au niveau de la troisième zone traduit une plus grande présence des phases n'ayant pas réagi dans les deux premières zones. Cette évolution des courbes confirme donc que le mélange témoin a été mieux hydraté que ceux incluant les balles de riz.

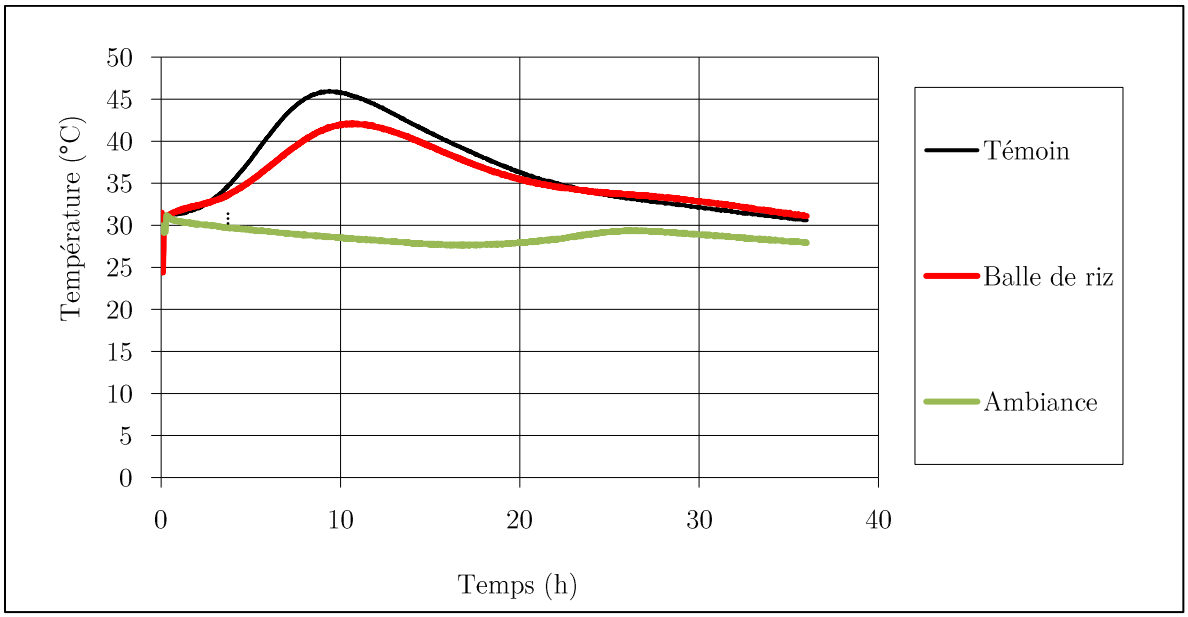


Figure 15. Courbes d'hydratation du ciment dans le témoin et en présence des balles de riz **[149]**.

Selon l'auteur bien que les balles de riz réduisent le degré d'hydratation du ciment (réduction de la température maximale), elles ne semblent avoir aucun effet considérable sur le temps nécessaire pour atteindre la température maximale et sont donc compatibles avec le ciment selon les échelles de comparaison développées par Hachmi et al [185](Tableau).

Tableau 10. Caractéristiques de l'hydratation des mélanges [**149**].

Type de mélange	Tm(°C)	tm(heures)	A (kCal)	C_A(%)
Témoin (Ciment + eau)	46,0	9,38	0,245	100
Ciment + eau + balles de riz	42,1	10,28	0,201	82,04

Tm : température maximale ; tm : temps mis pour atteindre la température ; A : énergie d'hydratation ; CA : coefficient d'hydratation.

Outre la compatibilité, Doko a étudié les propriétés mécaniques et thermiques des bétons de balles de riz (Tableau 11).

Tableau 11. Propriétés mécaniques et thermiques des bétons de balles de riz [**149**]

Nomenclature	C/R	C/E	Dosage Ciment CPJ 35 (kg/m^3)	Masse volumique (kg/m^3)	Résistance en traction (MPa)	Résistance en compression (MPa)	Conductivité thermique (W/m.K)
MF-D1-E0.3	1,97	0,30	400	1080	4,89	5,68	0,236
MG-D1-E0.4	2,24	0,40	400	1270	3,63	3,83	0,226
MF-D2-E0.3	3,34	0,30	450	1310	8,00	10,11	0,273
MG-D2-E0.4	3,80	0,40	450	1290	7,50	8,11	0,226
MF-D3-E0.2	4,08	0,20	500	1580	10,25	15,00	0,354
MG-D3-E0.25	4,64	0,25	500	1450	12,25	15,63	0,288

MF : mélange fin ; MG : mélange grossier ; C : ciment ; R : balles de riz

La granulométrie des particules a un fort impact sur les caractéristiques du composite; les résistances enregistrées sur les éprouvettes diminuent lorsque la taille des particules augmente. La conductivité thermique est influencée par le dosage en ciment, la taille des granulats.

Le liant utilisé pour la confection des agrobétons de balles de riz dans les travaux de Chabannes [12] correspond à un mélange à 50% en masse de chaux hydraulique NHL3.5 et de chaux aérienne CL90-S. Le dosage Le dosage en granulats végétaux est tel que le ratio massique Liant/Granulat (noté L/G) est égal à 2 (formulation de type MUR) et L/G varie de 1,5 à 2,5 pour l'étude de la conductivité thermique. De la même façon que d'autres auteurs cités plus haut, les balles ont été prémouillées avant d'incorporer le liant en raison de l'absorption en eau conséquente des particules végétales. La quantité d'eau de gâchage EG est telle que le ratio massique EG/L = 0,5. Le mode de mise en œuvre est tel que le mélange est placé dans des moules cylindriques ϕ11 x 22 cm^3 et compacté en 3 couches à l'aide d'un dispositif manuel en acier (Figure 16).

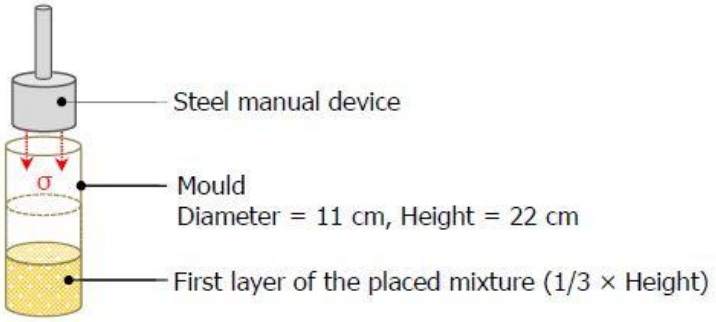


Figure 16. Procédé de compactage du mélange dans le moule [**153**].

La hauteur d'une seule couche est égale au tiers de la hauteur totale de l'échantillon (22 cm) et la masse d'une couche est égale à un tiers de la masse totale de l'échantillon, cette masse étant calculée selon la densité cible de l'échantillon. Après démoulage des échantillons à 24h, deux modes de conservation ont été opérés : les échantillons dédiés aux essais thermiques ont été conservés dans une pièce à 20 °C et à 50 % de HR et pour les essais mécaniques la moitié des échantillons a été conservée dans les mêmes conditions que celles des échantillons dédiés aux essais thermiques (LRC-ISC) et l'autre moitié est conservée dans des conditions de chantier en plein en air à l'extérieur (LRC-OC) et sous un abri de novembre en janvier (60 jours).
La courbe contrainte – déformation ont montré que le comportement en compression est le même pour toutes les éprouvettes (Figure 17).

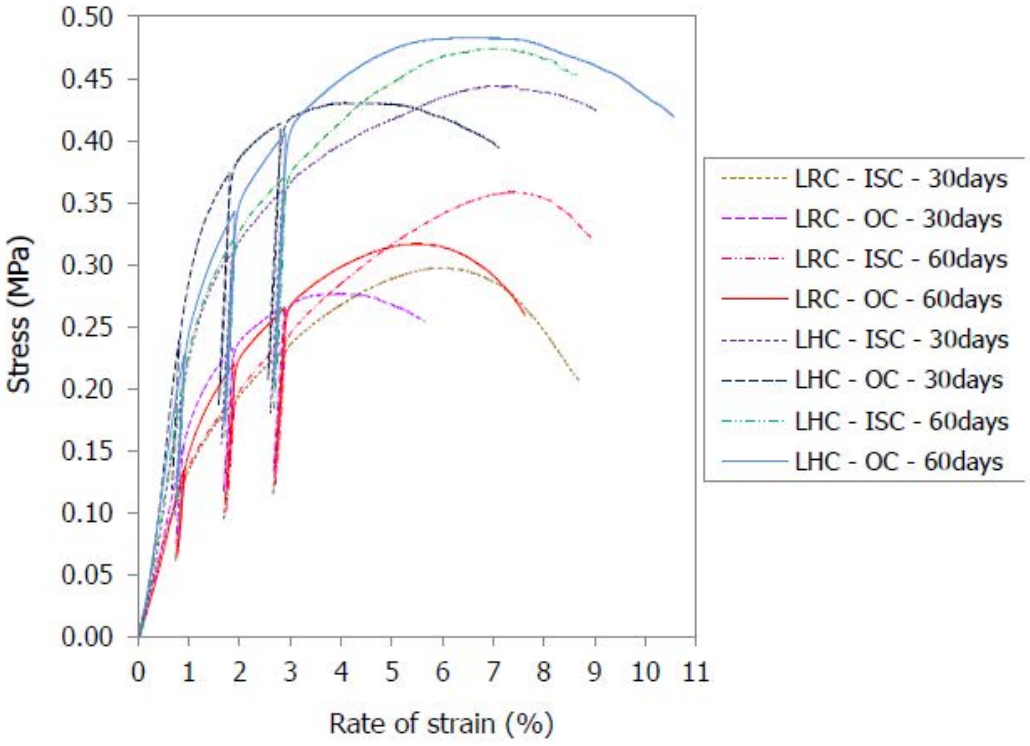


Figure 17. Coubes contrainte – déformation des bétons de balle de riz et de chanvre [**153**].

La première partie de la courbe montre un comportement quasi-élastique linéaire où le module élastique initial peut être déterminé.

La deuxième partie est caractérisée par un changement de comportement en élastoplastique à 1% de déformation jusqu'au pic da courbe. Dans cette zone, le liant et l'interface liant – granulats est progressivement endommagé, la charge est transférée aux granulats. Sous de grandes déformations la contrainte évolue sans atteindre rupture complète en raison de la capacité de compactage des balles et de leur déformabilité significative.

La résistance en compression moyenne des bétons de balles de riz étudiées par Chabannes est de 0,33 MPa après 60 jours pour une déformation moyenne de 6 %. En ce qui concerne l'influence des conditions de cure, l'auteur a fait remarquer que la résistance en compression n'est pas vraiment affectée par l'exposition extérieure (Figure 17). Cependant, il a été observé une augmentation de 13 % des modules d'élasticité obtenus sur le cycle de chargement (CM) et sur la pente initiale (IM).

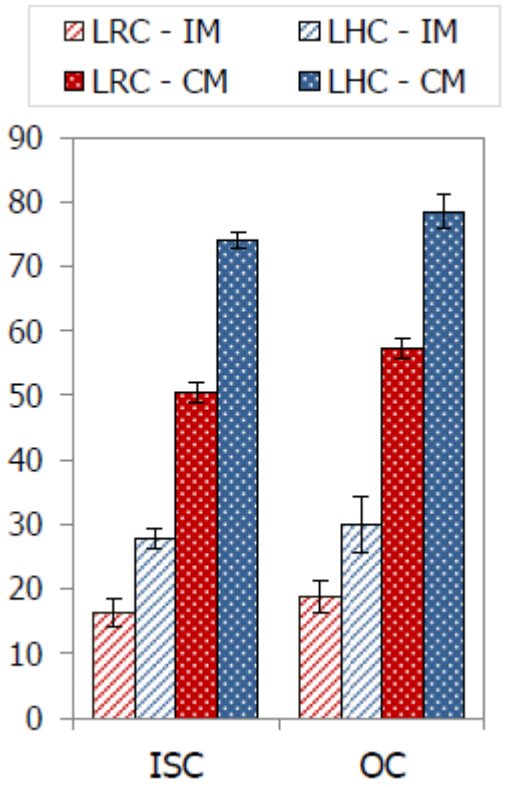


Figure 18. Modules d'élasticité moyens selon des conditions de cure des bétons de balle de riz et de chanvre [**153**].

L'explication donnée est que la rigidité du matériau est influencée par le degré de carbonatation et ce dernier de l'humidité relative et de la température ; la carbonatation est plus rapide à une humidité relative de 50–70 % alors que au cours de l'exposition, l'humidité relative a varié de 40 % à 90 % de manière cyclique et les jours avec des valeurs entre 50 % et 70 % étaient majoritaires (Figure 19). Des tests ont aussi montré que plus de calcite est formée si l'acide carbonique froid est utilisé pour la carbonatation, entre 0 et 10 °C ; la température moyenne a été de 7,8 °C durant l'exposition donc pourrait également être responsable de l'amélioration légère de la rigidité du béton.

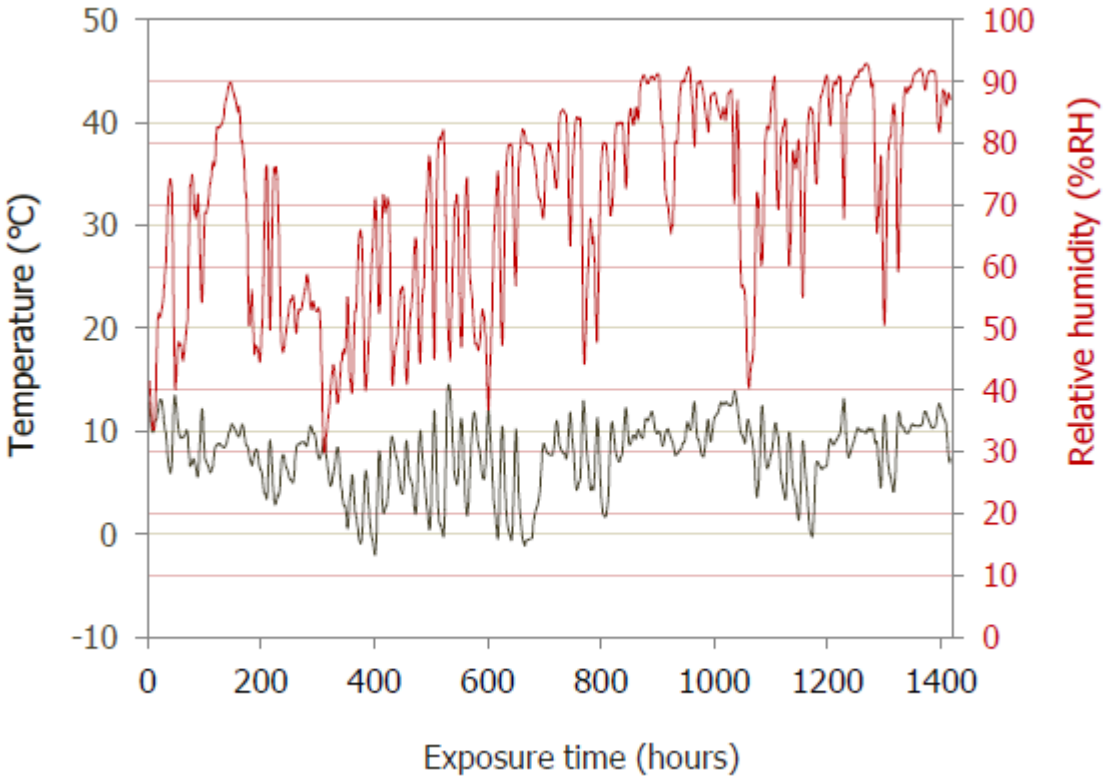


Figure 19. Acquisition de données de la température et d'humidité relative pendant 2 mois [**153**].

Chabannes a également étudié le comportement thermique du béton de balle de riz en mesurant la conductivité thermique. Elle a varié entre 0,10 W/(m.K) et 0,14 W/(m.K) et évolue avec la densité et le dosage en liant de façon linéaire (Figure 20).

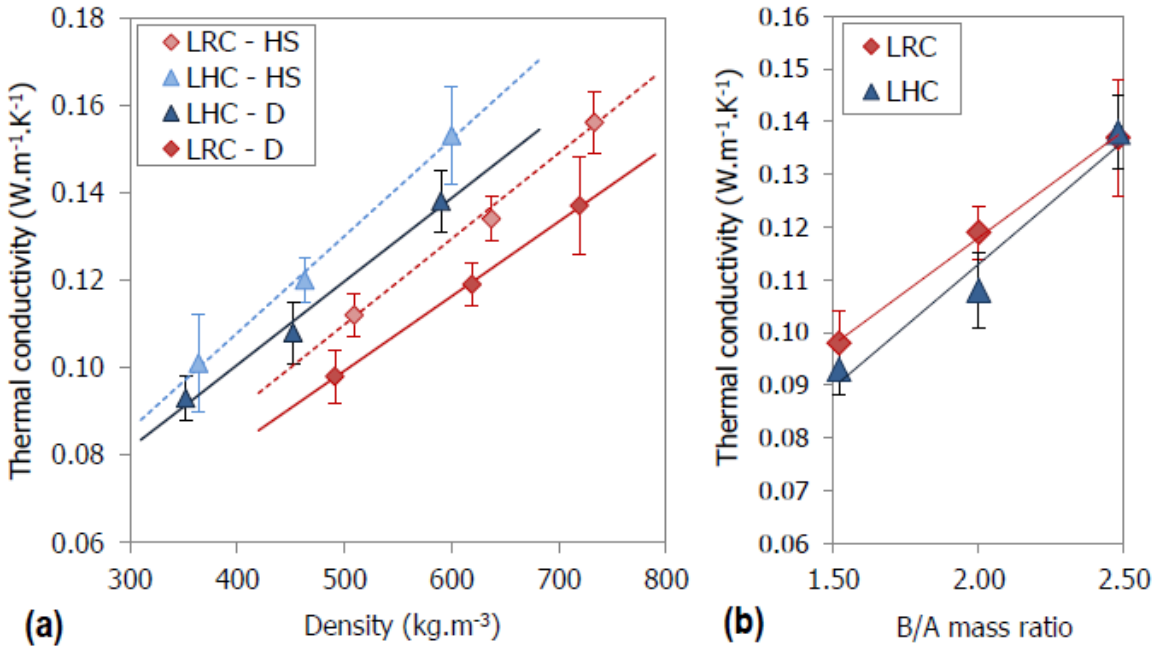


Figure 20. Conductivité thermique du béton de balles de riz et de chanvre selon la densité apparente (a) et le dosage en liant(b) – HS : Stabilisation hydrique, D : État sec [**153**].

Dans une autre étude, Chabannes [186] a suivi les performances mécaniques et du durcissement à long terme (jusqu'à 10 mois) du béton de chanvre et analysé l'effet d'une cure des bétons dans une enceinte à forte concentration en CO_2 durant 1 mois sur le durcissement et la résistance en compression à court terme. Il s'est avéré que la résistance en compression du béton de balle de riz s'accroit jusqu'à 4 mois où elle devient stable jusqu'aux 10 mois (Figure 21).

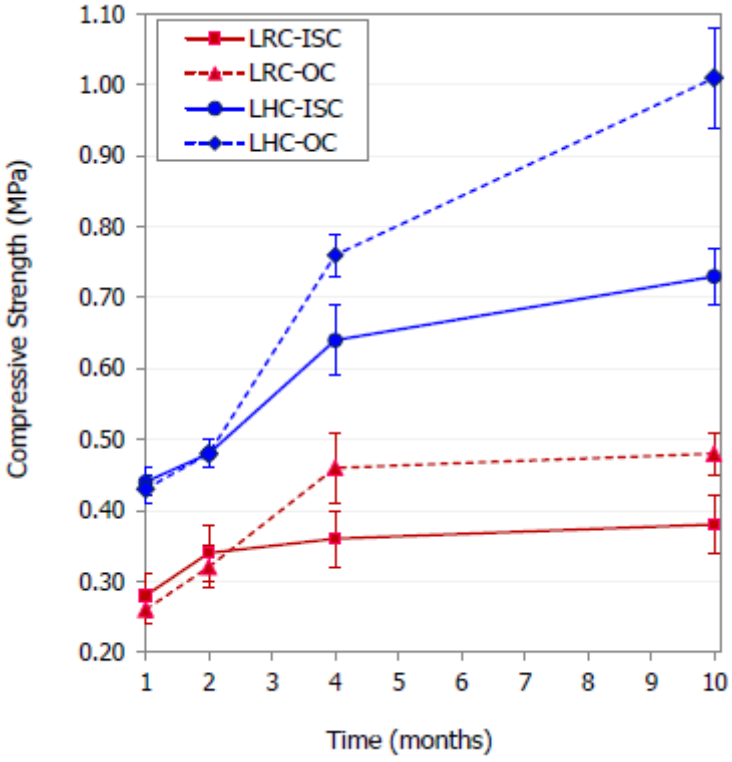


Figure 21. Résistance en compression du béton de balle de riz et de chanvre en fonction de l'âge et des conditions de cure [**186**].

Un autre résultat important est la différence entre les modes de conservation. En effet le gain de résistance est plus élevé pour les échantillons exposés à l'extérieur. Il a été observé un accroissement de 70 % de la résistance obtenue après 1 mois pour les échantillons conservés à l'extérieur contre un accroissement de 36 % pour les échantillons conservés à 50 % de HR et à 20 °C. Le même constat a été fait pour les modules d'élasticité (Figure 22).

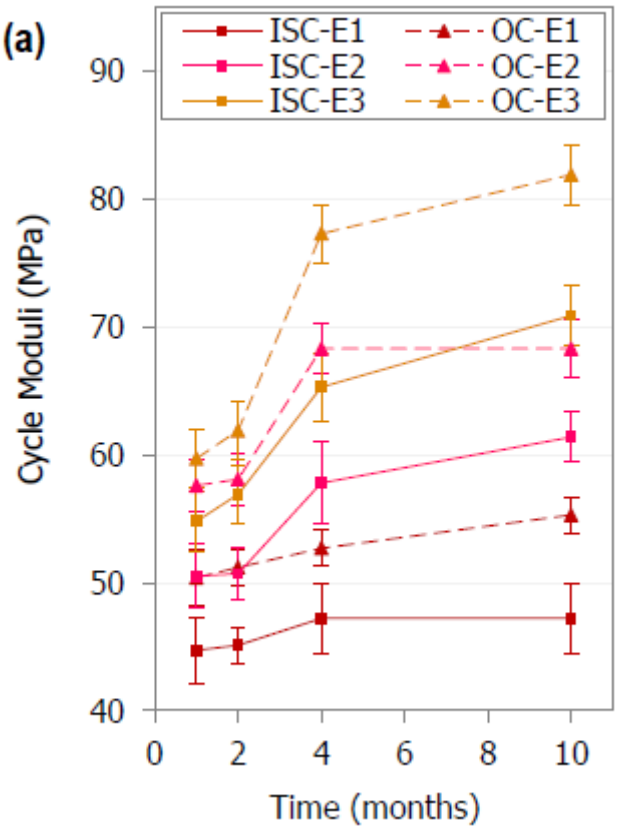


Figure 22. Modules d'élasticité du béton de balle de riz en fonction de l'âge [**186**].

Dans la même étude, la résistance en compression du béton de balle de riz a été mesurée après une cure normale de 40 jours plus une cure de 1 mois dans une enceinte à forte concentration en CO_2. Il a été constaté une amélioration au regard de résistance de compression obtenue à 10 mois de cure à l'extérieur (Figure 23).

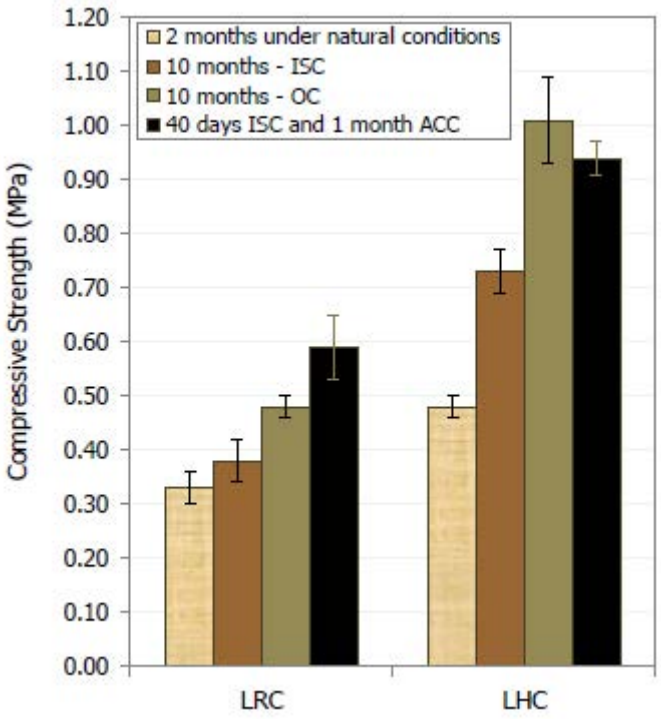


Figure 23. Résistance en compression du béton de balle de riz et de chanvre en fonction des conditions de cure [**186**].

Dans une autre étude, Chabannes [187] a également traité la balle de riz à l'eau de chaux. Il a été constaté que le traitement des granulats a amélioré la résistance en compression du béton (Figure 24). Cependant le module d'élasticité reste inchangé. Cette amélioration de la résistance serait due à une meilleure adhérence avec le liant.

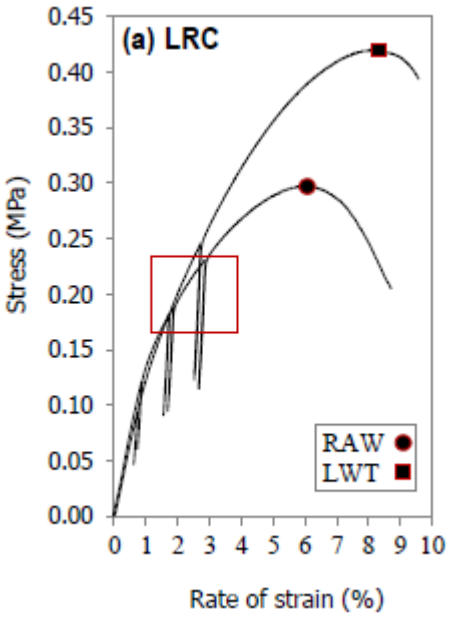


Figure 24. Courbe contrainte – déformation du béton de balle de riz à 1 mois [**187**].

1.2.3 Utilisation de la cendre issue de la calcination de balle de riz comme filler pouzzolanique

La cendre issue de la calcination des balles de riz (qui contiennent une forte proportion de silice) est souvent utilisée comme filler pouzzolanique et a fait l'objet de nombreux travaux de recherches [188]–[193].

Farah Alwani et al. [188] ont étudié les propriétés telles que la résistance à la compression, l'absorption de l'eau, la variation d'humidité et le module d'élasticité de blocs de béton de cendre de riz. Le ciment a été substitué avec de la cendre de riz qui a été obtenu en brûlant les balles de riz à une température de 700°C pendant six (06) heures de temps. Les proportions étudiées sont 0, 10, 15 et 20% notées respectivement OPC, RHA10, RHA15 et RHA20. Les résistances en compression et les modules d'élasticité sont présentées dans le Tableau 12.

Les modules d'élasticité ont été obtenus à partir de la partie linéaire de la courbe de contrainte-déformation en utilisant la méthode sécante de module. La limitation proportionnelle est approximativement 30% de la force de rupture. Le module sécant des blocs varie entre 0.65 et 0.85 GPa.

Tableau 12. Elastic modulus at different replacement of RHA [**188**].

Block types	Block	
	Elastic modulus, E (GPa)	**Strength, (N/mm²)**
OPC	0.70	5.81
RHA10	0.81	6.23
RHA15	0.85	6.70
RHA20	0.65	5.37

Chick et al [15] ont étudié les propriétés telles que la résistance à la compression, l'absorption de l'eau, la variation d'humidité et le module d'élasticité de blocs de béton de cendre de riz. Le ciment a été substitué avec de la cendre de balle de riz qui a été obtenue en brûlant les balles de riz à une température de 700°C pendant six (06) heures de temps.

Laruan et al [16] ont étudié la possibilité de réduire la quantité de ciment dans le béton en le substituant par de la cendre de riz. Pour ce faire ils ont utilisé 20% et 40% de cendre. Les résultats révèlent que les bétons avec 40% de cendre n'ont pas donné de bonnes propriétés, par contre ceux avec 40% de cendre peuvent être utilisés comme éléments non porteurs.

Chopra et al [17] ont aussi substitué le ciment par la poudre de riz dans les proportions suivantes : 10%, 15% et 20%. Les auteurs ont constaté une amélioration d'environ 25% de la résistance pour la proportion 15% en cendre de balle riz. Tous les mélanges étaient aussi moins poreux par rapport au béton ordinaire.

1.3 Conclusion

Ce chapitre a permis de faire une synthèse sur la valorisation des granulats végétaux dans des matrices minérales. Il y ressort que les méthodes de formulation de ces bétons ne sont pas identiques d'une étude à l'autre. Les pratiques relèvent souvent de l'empirisme, et il n'existe aucune approche réellement consensuelle. On notera également qu'aucune méthode ne tient compte de l'air piégé dans le mélange, alors que son volume peut être très conséquent en présence de certains granulats végétaux. Enfin, aucune des différentes méthodes inventoriées n'intègrent la résistance en compression des bétons comme l'un des objectifs de formulation.
Par ailleurs, la majorité des études sur les agrobétons concerne le béton chanvre. Il y a eu donc très peu de travaux sur les bétons de balles de riz. La plupart des travaux qui existent font intervenir une faible fraction volumique de balles de riz dans la matrice et les granulats minéraux sont parfois conservés où les bétons obtenus ont des masses volumiques élevées (comparées à celles des agrobétons).

CHAPITRE II

Matériaux et méthodes de caractérisation

Sommaire

2.1 Matériaux 53

2.1.1 Les balles de riz 53

2.1.2 Liant minéral 54

2.2 Caractérisation des balles de riz 55

2.2.1 Analyse granulométrique 55

2.2.2 Analyses d'images 56

2.2.3 Masses volumiques réelle, absolue et le coefficient d'absorption 57

2.2.3.1 Méthode du pycnomètre à eau pour la détermination de des masses volumiques réelle et absolue et du coefficient d'absorption 58

2.2.3.2 Méthode du pycnomètre à hélium pour la détermination de la masse volumique absolue 59

2.2.3.3 Méthode de l'évaporométrie pour la détermination du coefficient d'absorption et de la masse volumique réelle 59

2.2.4 Mesure de la conductivité thermique 61

2.2.5 Composition chimique 64

2.2.5.1 Extraction Soxhlet 64

2.2.5.2 Lignine de Klason 66

2.2.5.3 Traitement organosolv 66

2.2.5.4 Taux de cendres 67

Ce chapitre présente les matériaux utilisés dans cette étude et les méthodes de caractérisations expérimentales.

2.1 Matériaux

2.1.1 Les balles de riz

Les balles de riz utilisées dans la présente étude proviennent de l'usine de décorticage de riz de Zinvié, un arrondissement de la commune d'Abomey-Calavi (Bénin).
En effet au Bénin, avec l'avènement du Projet de Diffusion du Riz Nérica (PDRN), les rizeries de Malanville et de Glazoué ont été renforcées par cinq (05) mini rizeries dans les communes de Tanguiéta, Matéri, Cobli, Glazoué et Dassa pour permettre à toute la population béninoise d'avoir accès au riz « Made in Benin » soit plus de 200 000 tonnes de riz à produire par an, ce qui représente plus de 40 000 tonnes de balles de riz à gérer par an. Il se posera ainsi des problèmes en termes de gestion environnementale de ces déchets car, en pratique, compte tenu du fort taux de silice que contient ce déchet, ils ne sont pas valorisés pour la nourriture des animaux notamment. Ces déchets sont ainsi jetés dans la nature.
Nous nous sommes donc engagés à valoriser les balles de riz encombrant l'usine de décorticage de Zinvié (située à 25 Km de l'université d'Abomey-Calavi).
Les balles de riz collectées ont été broyées modérément avec broyeur à meules puis séparées en différentes classes granulaires à l'aide des tamis d'ouverture 2,5 - 1,25 - 0,63 et 0,315 mm. Quatre classes granulaires ont été obtenues : les balles de riz non broyées, les refus de balles de riz broyées sur les tamis 1,25, 0,63 et 0,315 mm (Figure 25). Les passants du tamis 0,315 mm sont délaissés en raison de leur faible proportion.

(a) Balles de riz non broyées (BDR0)

(b) Balles de riz broyées, refus sur tamis 1,25 mm (BDR1)

(c) Balles de riz broyées, refus sur tamis 0,630 mm (BDR 2)

(d) Balles de riz broyées, refus sur tamis 0,315 mm (BDR 3)

Figure 25. Aspect des balles de riz.

2.1.2 Liant minéral

Les études publiées sur les composites cimentaires à base de particules végétales (chènevotte, paille, etc.) privilégient l'emploi de la chaux hydraulique naturelle. Ce choix est dicté à la forte teneur en extractibles de ces particules végétales (jusqu'à 20% pour le chanvre) qui altèrent fortement la prise du ciment Portland. La balle de riz étudiée ici ne présente pas cet écueil[1].

Par ailleurs, la chaux hydraulique naturelle n'est pas toujours disponible dans certaines régions du monde, comme au Bénin par exemple. On y trouve toutefois des

[1] Précisons à cet égard que des essais de prise réalisés avec des ciments Portland n'ont pas montré de retard significatif.

ciments au calcaire de type CEMII-B (appellation selon la norme européenne EN 197-1), pouvant contenir jusqu'à 35% de fillers calcaires[2].
Comme les essais ont été faits à Nancy (Laboratoire IJL-207), un CEM II B-LL 32,5 R provenant de l'usine Vicat Xeuilley (54-- France) a été utilisé, ainsi que des fillers calcaires BETOCARB HP de la société MEAC, en ajout à certains mélanges. Les caractéristiques du ciment et des fillers calcaires sont résumées dans le Tableau 13.

Tableau 13. Caractéristiques du ciment et des fillers calcaires.

Ciment	Caractéristiques physiques et mécaniques	Masse volumique (g/cm³)	3,03
		Finesse Blaine(cm²/g)	4500
		Diamètre médian (µm)	10,5
		Demande en eau (%)	27,7
		Temps de début de prise (min)	190
		Expansion (mm)	1,0
		Chaleur d'hydratation à 41 h (J/g)	260
		Résistance en compression (MPa) à 2 j	20
		Résistance en compression (MPa) à 7 j	33
		Résistance en compression (MPa) à 28 j	44
	Composition hors gypse et caractéristiques des constituants	Clinker (%)	72
		Calcaire (%)	26
		Laitier (%)	-
		Constituants secondaires (%)	2
Fillers calcaires	Caractéristiques chimiques et physiques	CaCO3	98.3
		Blaine surface area (m2/kg)	462
		Diamètre médian (µm)	7
		Activity index after 28 days	0.8
		Density (g/ml	2.7
		Apparent density (g/ml)	1.6

2.2 Caractérisation des balles de riz

2.2.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique conformément à la norme NFP 94-056 [194] permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant les échantillons. Elle s'applique à tous les granulats de dimension nominale inférieure ou égale à 63 mm et supérieure à 0,08 mm à l'exclusion des fillers. Le matériau doit être séché à l'étuve jusqu'à masse constante avec une température maximale de 45°C. L'essai consiste à classer les différents grains constituants

[2] Un ajout de fillers calcaires permet d'obtenir une chaux hydraulique artificielle (plus de 35% de fillers calcaires)

l'échantillon par rapport à leur dimension en utilisant une série de tamis (0,16 - 0,315 - 0,63: - 1,25 - 2,5 - 5 - 10 - 20 - 40 et 80 mm), emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et la séparation dimensionnelle des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis. Les pourcentages des refus cumulés, ou ceux des tamisât cumulés, sont représentés sous la forme d'une courbe granulométrique en portant les ouvertures des tamis en abscisse, sur une échelle logarithmique, et les pourcentages en ordonnée, sur une échelle arithmétique.

2.2.2 Analyses d'images

La granularité mesurée par tamisage mécanique n'est pas suffisante pour accéder à une caractérisation morphologique pertinente des particules de balles de riz non broyées en raison de la forme allongée de ces grains. Au cours de l'opération de tamisage les grains allongés sont difficilement sollicités dans le sens de leur grosseur (c'est-à-dire la dimension de la maille qui laisse théoriquement passer le grain), en raison de leur inertie propre qui les maintient en position d'équilibre stable, c'est-à-dire à plat dans les tamis. Ces grains restent alors dans le ou les tamis supérieurs, faussant ainsi la représentativité de l'essai. L'analyse d'image a été donc choisie pour apporter des informations complémentaires.

Le protocole est le suivant :

On prélève un nombre suffisant de grains de façon à obtenir un échantillon statistique satisfaisant que l'on étale avec minutie sur une surface plane, sans qu'ils ne se touchent ou ne se superposent de façon à ce que le logiciel d'analyse puisse décompter et mesurer toutes les entités. Un étalon est aussi disposé sur la vue afin d'établir la correspondance pixel – mm. Les images ont été prises avec un appareil numérique maintenu sur un trépied.

Les images subissent ensuite un premier traitement permettant d'améliorer le contraste et d'effacer les artéfacts. Il faut aussi définir un seuillage permettant de couvrir le plus précisément les particules car une délimitation inadaptée peut fausser l'estimation de la taille des objets [195]. La surface minimale de particule à prendre en compte a été fixée ici à 0,1 mm^2 [196]. Enfin, les images sont binarisées (elles passent alors de la couleur au noir et blanc) avec le logiciel « Image J© » (Image Processing and Analysis in Java) développé par Research Services Branch (RSB) du National Institut of Health (Figure 26).

Figure 26. Image avant et après binarisation : exemple des granulats BDR0.

Le logiciel Image J® permet de compter les objets et d'analyser individuellement leurs paramètres de forme (à deux dimensions). Ceux retenus dans cette étude sont les suivants :

- l'aire A de la particule, obtenue par comptage des pixels ;
- les diamètres de Féret minimum et maximum, égaux aux distances entre deux plans parallèles tangents au contour de l'objet ;
- les dimensions des axes majeur et mineur, égales aux longueurs la plus grande et la plus petite des axes de l'ellipse ajustée ;
- le périmètre P de la particule ;
- l'élongation, définie comme le rapport entre l'axe majeur et l'axe mineur ;
- la circularité, calculée selon la relation (18), comprise entre 0 (particules infiniment allongée) et 1 (cercle parfait) :

$$Circ = 4\pi \frac{A}{p^2} \tag{18}$$

2.2.3 Masses volumiques réelle, absolue et le coefficient d'absorption

La détermination des propriétés physiques tels que la masse volumique réelle ou absolue et le coefficient d'absorption des granulats végétaux, est très délicate. Non seulement ces matériaux sont très poreux donc légers mais aussi l'obtention de l'état Saturé et Sec en Surface (SSS) des grains plus fins, comme le veut la norme NF EN 1097-6 [197], est difficile ; ce qui génère beaucoup d'erreurs dans les calculs. L'autre soucis est que les particules sont entrainées par le flux d'air occasionnant une perte de matière lorsqu'on fait applique le séchage. Il faut souligner aussi que les granulats végétaux réagissent avec certains liquides par dissolution des extractibles. Les substances extractibles sont des molécules de faible poids moléculaire se trouvant dans

la structure poreuse du bois. On les appelle extractibles parce qu'elles sont solubles dans les différents solvants organiques usuels (hexane, dichlorométhane, acétone, toluène/éthanol, méthanol …) ou dans l'eau.
Au vu de tout ce qui précède plusieurs méthodes ont été adoptées pour caractériser au mieux les balles de riz.

2.2.3.1 Méthode du pycnomètre à eau pour la détermination des masses volumiques réelle et absolue et du coefficient d'absorption

La méthode consiste à immerger la prise d'essai préparée dans le pycnomètre rempli d'eau à (22 ± 3) °C et éliminer l'air occlus en faisant tourner et osciller le pycnomètre en position inclinée [197]. Le pycnomètre est placé dans le bain d'eau tout en maintenant la prise d'essai à une température de (22 ± 3) °C pendant (24 ± 0,5) h et éliminer tout le reste d'air occlus en faisant du vide ou en en faisant tourner et osciller doucement le pycnomètre. Le matériau est enfin séché après l'obtention de l'état saturé et sec en surface.
La masse volumique absolue ρ_a est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre des grains. La masse volumique réelle ρ_r est le rapport entre la masse du matériau et le volume réelle (somme des volumes élémentaires des grains y compris le volume des pores fermés).

$$\text{Masse volumique absolue } \rho_a = \rho_w \frac{M_4}{M_4 - M_2 - M_3} \tag{19}$$

$$\text{Masse volumique réelle séchée à l'étuve } \rho_{rd} = \rho_w \frac{M_4}{M_1 - M_2 - M_3} \tag{20}$$

$$\text{Masse volumique réelle saturée surface sèche } \rho_{ssd} = \rho_w \frac{M_1}{M_1 - M_2 - M_3} \tag{21}$$

$$\text{Coéfficient d'absorption d'eau après 24 h } WA_{24} = \rho_w \frac{100 \times M_1 - M_4}{M_4} \tag{22}$$

Où :
ρ_w est la masse volumique de l'eau à la température d'essai mégagrammes ;
M_1 est la masse dans l'air des granulats saturés et superficiellement secs ;
M_2 est la masse du pycnomètre contenant l'échantillon de granulats saturés et l'eau ;
M_3 est la masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement ;
M_4 est la masse de la prise d'essai séchée à l'étuve dans l'air.

Arrondir les valeurs de la masse volumique réelle au 0,01 Mg/m^3 le plus proche et celles du coefficient d'absorption d'eau à 0,01%.
Les calculs peuvent être vérifiés à l'aide de l'équation suivante :

$$\rho_{ssd} = \rho_{rd} + \rho_w \left(\frac{1 - \rho_{rd}}{\rho_a} \right) \tag{23}$$

2.2.3.2 Méthode du pycnomètre à hélium pour la détermination de la masse volumique absolue

Cette méthode est efficace pour des matériaux qui ont tendance à réagir avec les liquides (eau, méthanol, toluène, …) donc qui ne convient pas pour l'essai au pycnomètre à liquide.
La méthode de pycnométrie à l'hélium permet de mesurer le volume de gaz (Hélium) déplacé par une masse connue de poudre, ce qui permet de connaître la densité réelle du matériau. Cette mesure nécessite que l'échantillon soit parfaitement sec. Environ 1.5 g de poudre au minimum sont nécessaires pour la mesure.

2.2.3.3 Méthode de l'évaporométrie pour la détermination du coefficient d'absorption et de la masse volumique réelle

La technique proposée par Mechling et al. [198] consiste à suivre l'évolution pondérale d'un mince tapis granulaire imprégnée d'eau (addition + eau) déposé dans un bac de section constante, lui-même suspendu horizontalement dans l'enceinte d'une étuve régulée à une température modérée. Le principe de l'essai repose sur le fait que l'eau externe aux grains ne s'évapore pas à la même vitesse que l'eau interne. Le séchage par convection d'un corps poreux comporte, après une phase transitoire où le système se met en température, une phase à vitesse de séchage constante (eau externe) suivie d'une phase à vitesse décroissante (eau interne), la transition de l'une à l'autre se faisant par un point critique de séchage. La Figure 27 schématise ces différentes étapes en montrant soit la variation de teneur en eau e (e = Me/Ms), soit la variation du gradient d'évaporation de/dt, au cours du temps t.

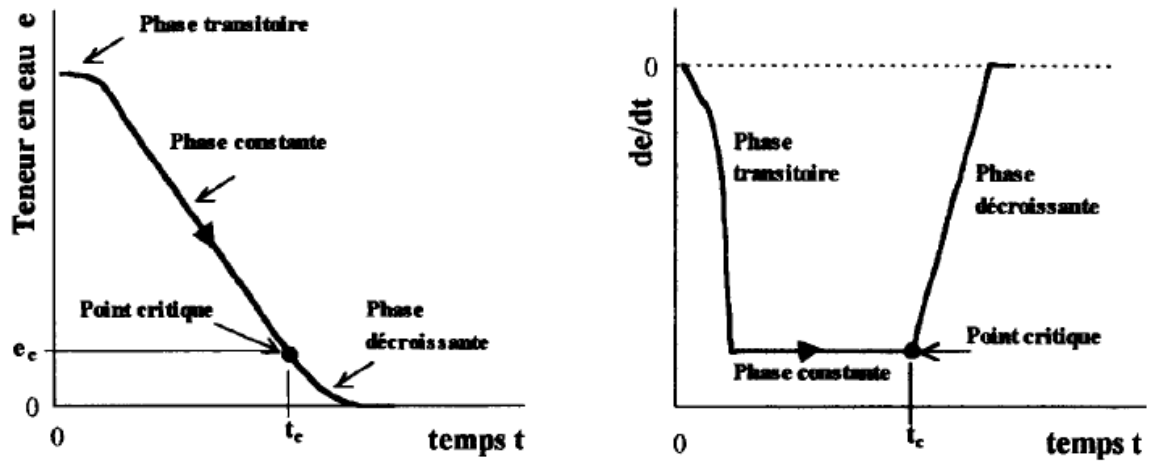


Figure 27. Courbes de séchage d'un matériau poreux ; évolution de la teneur en eau e et du gradient d'évaporation de/dt, en fonction du temps t [**198**].

On admet que toute l'eau présente entre les grains diffuse vers la surface du tapis granulaire et s'évapore à vitesse de séchage constante, alors que l'eau interne aux pores, associée probablement à une mince pellicule d'eau adsorbée entourant les grains, s'évapore plus lentement par la suite (phase à vitesse de séchage décroissante). L'eau adsorbée peut être associée à l'eau absorbée, comme c'est le cas pour les granulats à bétons. L'approche théorique du séchage dans ces conditions n'est donc pas indispensable, car il suffit de positionner le point critique dans le diagramme e = f(t) précédent. En effet, si l'on considère que ce point marque la fin de la vaporisation de l'eau externe, c'est-à-dire l'état imbibée surface sèche défini pour les grains (P 18-555), l'absorption A_b est égale à la teneur en eau critique e_c de la préparation, déterminée au temps critique t_c (abscisse du point critique, Figure 27) :

$$A_b = e_c \tag{24}$$

La température d'essai doit être suffisante pour réaliser les essais dans un délai raisonnable, sans être excessive pour ne pas trop accélérer l'évaporation et d'influer sur l'instant du changement de régime. Après l'examen des paramètres qui contrôlent le séchage dans l'étuve, une température de 40 ± 5 °C a été recommandée, ce qui induit une évaporation modérée, pour laquelle la température humide à la surface des grains avoisine 25 °C (humidité relative de 30%).

De façon pratique la première étape du procédé correspond à l'imbibition de l'addition dont on veut mesurer l'absorption. Elle s'inspire du protocole de la norme NF P 18-555 [199]. Le produit est noyé dans un récipient avec de l'eau distillée en excès,

pendant 24 heures, à la pression atmosphérique. Une désorption de 2 heures sous vide peut éventuellement être ajoutée si le produit a été séché au préalable. Il est ensuite mis en suspension par agitation mécanique de quelques minutes, déversé et étalé dans le bac à essai. Celui-ci doit être parfaitement plat et de section constante (parois verticales). Après sédimentation au repos des particules, l'excès d'eau est délicatement épongé ou siphonné, si nécessaire. Le bac, dont on connait la section et la tare, est ensuite placée sur un support libre de tout frottement dans une étuve thermostatée à 40 ± 5 °C. Ce support est suspendu au travers d'un orifice à une balance de précision (0,01 gramme si possible) placée au-dessus de l'étuve sur un bloc isolant, et reliée à un système de pilotage automatisée connectée à un ordinateur. Le support et le bac doivent être horizontaux; le contrôle de l'horizontalité peut être assuré par une nivelle à bulle ou deux niveaux perpendiculaires. La balance est mise à zéro avant le dépôt du bac. Les mesures sont régulièrement effectuées à des intervalles de temps rapprochés (5 minutes par exemple) jusqu'à stabilisation. Cette opération peut durer plus de 12 heures parfois. Si la masse sèche n'est pas connue avec précision dès le départ ou s'il y a eu une perte de matériau au moment de l'élimination de l'eau excédentaire, la température est portée à 45 °C pendant plus d'une heure, et la masse sèche est relevée.

L'exploitation des donnés se fait directement à partir de la courbe de séchage, en repérant le temps critique t_c dans le repère $de/dt = f(t)$, à l'aide d'ajustements linéaires calculés sur les points représentatifs des deux phases de séchage. La teneur en eau critique e_c, au temps t_c, est trouvée dans le repère $e = f(t)$. L'absorption est donnée par la relation (24).

2.2.4 Mesure de la conductivité thermique

Pour une meilleure connaissance des granulats, la conductivité thermique λ a été mesurée. La conductivité thermique est la quantité de chaleur transférée en une unité de temps au travers d'un matériau d'une unité de surface et d'une unité d'épaisseur, quand les deux faces opposées diffèrent d'une unité de température. Plus la valeur de la conductivité thermique est faible et plus le matériau est isolant, plus la conductivité thermique est grande, plus le matériau est conducteur.

La méthode utilisée est dite à flux radial ou cellule à cylindres coaxiaux. Le principe de la méthode dite à flux radial est en de nombreux points similaires à celle de la plaque chaude gardée. La principale différence réside dans la géométrie du modèle, qui

sera cylindrique [200], [201]. Dans un système de coordonnées cylindriques l'équation de la chaleur en régime stationnaire s'écrit de la façon suivante :

$$\nabla^2 T = \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\frac{\partial T}{\partial r}\right) + \frac{1}{r}\frac{\partial T}{\partial \theta} + \frac{\partial^2 T}{\partial^2 x} = 0 \tag{25}$$

Au vu de la géométrie, et en considérant le cylindre infini, le problème devient unidimensionnel :$T(r;\ \theta\ ;\ x)\ =\ T(r)$. L'équation précédente s'écrit alors :

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\frac{\partial T}{\partial r}\right) = 0 \tag{26}$$

On en déduit ainsi la répartition de la température pour les problèmes stationnaires à géométrie cylindrique (sans création de chaleur), où a et b sont des constantes déterminées par les conditions limites du problème.

$$T\ r\ = a ln\ r\ + b \tag{27}$$

Dans le modèle à flux radial, on considère un cylindre de longueur L traversé radialement par un flux constant ϕ. Le flux traversant l'isotherme situé à une distance r s'écrit d'après la loi de Fourier :

$$\phi = A\ r\ \times -\lambda\frac{\partial T}{\partial r} = -2\pi r L\lambda\frac{dT}{dr} \tag{28}$$

L'intégration de l'équation précédente entre les surfaces r = R_1 et r = R_2 revient à écrire la conservation du flux de chaleur et s'écrit :

$$\lambda = \frac{\phi \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right)}{2\pi L\ T_1 - T_2} \tag{29}$$

Une cellule à flux radial se compose de deux cylindres coaxiaux : le premier tube cylindrique englobe l'ensemble des autres éléments et joue le rôle de four permettant d'effectuer des mesures de conductivité thermique en fonction de la température. A l'intérieur se trouve un deuxième cylindre parcouru par un conducteur métallique qui servira de source chaude. Le flux thermique est donné par la puissance électrique dissipée par effet Joule dans le conducteur. L'échantillon à caractériser sera introduit dans la partie intermédiaire (Figure 29).

Plusieurs types d'échantillons peuvent être caractérisés grâce à ce type d'instrument. Initialement les liquides et les gaz ont été étudiés, mais par la suite des échantillons sous formes de fibres, de particules ou encore des solides ayant été convenablement usinés ont également été caractérisés. Ce type d'instrument a un réel intérêt dans la mesure où il permet de caractériser les matériaux utilisés pour l'isolation des conduites et tuyaux. Des capteurs de températures, thermocouples par exemple, sont placés le long de l'échantillon et sur ses faces internes et externes an de mesurer le gradient de température d'une part et pour s'assurer que la température est constante le long de l'axe central d'autre part. Ces capteurs sont soit insérés par des ouvertures percées dans les différents cylindres, soit insérés en même temps que l'échantillon. Un dispositif de garde peut ici aussi être envisagé [201].

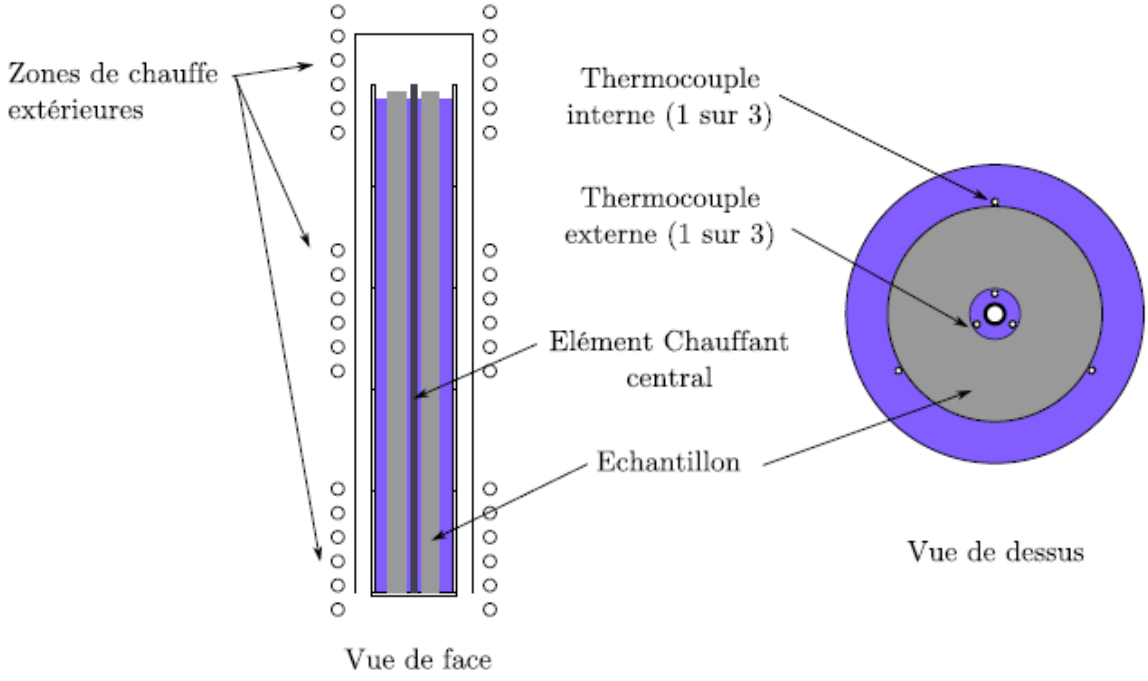


Figure 28. Instrument de mesure basé sur la méthode du flux radial **[201], [202]**.

La conductivité thermique se mesure en laboratoire dans des conditions d'essais et selon des procédures bien définies par des normes. La conductivité thermique d'un matériau augmente principalement avec la température, avec l'humidité et avec la densité du matériau. La conductivité a été mesurée à 22 °C, pour un matériau à 5,39 % d'humidité et pour un matériau à 50% d'humidité relative de l'air ambiant.

2.2.5 Composition chimique

La biomasse lignocellulosique est composée de 3 principaux constituants qui sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les quantités de ces constituants sont variables en fonction de l'élimination des composés extractibles.

La cellulose est un polymère régulier du glucose, de formule (C6H10O5)n. C'est le biopolymère le plus abondant sur la planète, représentant plus de la moitié de la biomasse terrestre. La production de la cellulose par la nature est estimée entre 1010 et 1011 tonnes de chaque année constituant à elle seule 50% de la masse végétale [203], [204]. C'est un homopolysaccharide linéaire constitué d'unités D-glucopyranose reliées par des liaisons β(1-4). Compte tenu de son organisation majoritairement cristalline, la cellulose est insoluble dans l'eau et même dans la plupart des solvants mais par contre très hydrophile.

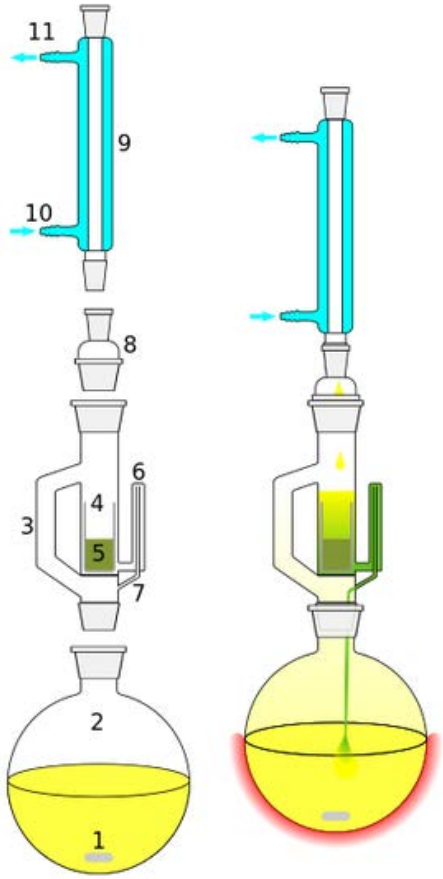
Les hémicelluloses sont des hétéropolysaccharides qui sont également des matériaux de support des parois. Ils sont constitués par des sucres en C6 : les hexoses ($C_6H_{12}O_6$) et en C5 les pentoses ($C_5H_{10}O_5$). Assez hydrolysables par les acides, par rapport à la cellulose, les hémicelluloses ne contiennent pas que des unités glucose mais elles sont constituées par cinq sucres monomères principaux : Le L-arabinose, le D-glucose, le D-xylose, le D-mannose, le D-galactose [205].

La lignine est un polymère pariétal qui constitue la partie non glucidique la plus importante et représente le deuxième constituant le plus abondant dans le végétal. C'est un polymère complexe de nature principalement polyphénolique de haut poids moléculaire et dont la structure tridimensionnelle complexe n'est pas connue de façon très exacte [206], [207]. Les lignines sont difficilement dégradées, très résistantes à de nombreux agents chimiques et biochimiques. De façon générale, la structure de la lignine naturelle dépend de l'origine botanique, de l'âge de la plante, du type de tissu, des cellules et des couches pariétales dans lesquelles elle se trouve [208].

2.2.5.1 Extraction Soxhlet

L'extracteur de Soxhlet est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité. L'appareil porte le nom de son inventeur : Franz von Soxhlet. L'extraction par l'appareil Soxhlet (nous allons l'appeler simplement Soxhlet) est une méthode simple et convenable nous permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à épuisement complet du soluté dans la matière première, d'où vient son efficacité élevée.

Il se compose d'un corps en verre dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre épais, d'un tube siphon et d'un tube d'adduction. Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant d'extraction. Dans l'extracteur est insérée une cartouche dans laquelle est placé la poudre contenant l'espèce à extraire ; puis un réfrigérant est adapté au-dessus de l'extracteur (il est également souhaitable d'utiliser un chauffe-ballon avec agitation magnétique intégrée, afin d'éviter des à-coups d'ébullition qui provoquent une remontée du liquide contenu dans le ballon et non de vapeurs de solvant pures. À défaut on peut placer des billes de verres dans le ballon). Quand le ballon est chauffé, les vapeurs de solvant passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'extracteur, faisant ainsi macérer le solide dans le solvant (chauffé par les vapeurs se trouvant en dessous). Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites, et le solvant contenu dans le ballon s'enrichit donc progressivement en composés solubles (Figure 29). Le solvant continue alors de s'évaporer, alors que les substances extraites restent dans le ballon (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur) [209].



1 Agitateur magnétique
2 Ballon à col rodé
3 Retour de distillation (tube d'adduction)
4 Corps en verre
5 Filtre
6 Haut du siphon
7 Sortie du siphon
8 Adaptateur d'expansion
9 Condenseur
10 Entrée de l'eau de refroidissement
11 Sortie de l'eau de refroidissement

Figure 29. Représentation schématique d'un extracteur de Soxhlet [**209**].

De manière pratique, la matière à extraire est réduite en poudre avec un broyeur puis séché à l'étuve. Elle est ensuite pesée et mise dans la cartouche du Soxhlet. Le solvant (du dichlorométhane dans notre cas) est introduit dans le ballon puis chauffé pour démarrer l'extraction. L'extraction est arrêtée lorsque le liquide entourant la cartouche devient clair, cette couleur indiquant que le solvant n'extrait plus rien du solide. Le temps de traitement est différent selon le solvant, souvent plus de 30 heures. La cartouche est séchée à la fin de l'extraction. Il est ensuite possible de calculer la teneur en extractibles contenus dans les échantillons par pesées différentielles des poudres à sec avant et après extraction. Ces poudres sont ensuite conservées pour réaliser le dosage de la cellulose et des lignines [210].

2.2.5.2 Lignine de Klason

Pour isoler la lignine de toute biomasse végétale, il existe différentes méthodes d'extraction. La méthode utilisée dans cette étude consiste à produire de la lignine de Klason selon des procédés d'hydrolyse de la cellulose et des hémicelluloses en milieu acide (acide sulfurique); nous obtenons alors un résidu qui constitue la lignine de Klason.

En pratique 175 mg de la poudre sèche ayant subi l'extraction Soxhlet est mélangé à 1,5 ml d'acide sulfurique concentré à 72 %. Le mélange est placé dans un bain thermostaté agité à 30 °C pendant 1 heure à l'issue de laquelle on ajoute 42 ml d'eau distillée. Les échantillons sont placés dans un autoclave à 121 °C pendant 1 heure à l'issue de laquelle on obtient une suspension dont les particules de solide sont des lignines qui ont précipité et appelé lignine de Klason. La solution est ensuite filtrée afin d'éliminer les traces d'acide et les sucres hydrolyses. Pour ce faire, le résidu est lavé avec de l'eau déminéralisée jusqu'à ce que le pH devienne légèrement acide et séché à l'étuve.

2.2.5.3 Traitement organosolv

Le traitement organosolv est un procédé de délignification qui permet d'extraire la lignine ainsi que les hémicelluloses à partir des biomasses lignocellulosiques. Il permet donc, en utilisant des phases liquides organiques ou aqueuses/organiques, de récupérer les hémicelluloses en phases aqueuses, la lignine précipitée sous forme solide et la cellulose qui reste intacte dans le résidu solide [211]. Le traitement organosolv est réalisé en utilisant des solvants organiques ou aqueuses/organiques en présence ou en absence de catalyseur acide. Parmi les solvants testés, les plus utilisés sont ceux présentant une faible température d'ébullition comme l'éthanol et le méthanol ;

d'autres alcools à température d'ébullition plus élevées ont été aussi utilisés (éthylène glycol, glycérol, l'alcool tetrahydrofurfurylique) ainsi que d'autres composés organiques (diméthylesulfoxyde, éthers, cétones et phénols).
Le protocole expérimental est le suivant :

- Préparation du mélange réactionnel : 26 ml d'éthanol + 14 ml d'eau + 0,127 ml d'acide sulfurique 4N.
- Chauffage du mélange réactionnel dans un réacteur batch jusqu'à 170 °C. Maintien de cette température pendant 1 heure puis refroidissement à une température inférieure à 30 °C en moins de 3 minutes (utilisation d'un serpentin de refroidissement interne + refroidissement externe).
- Ouverture du réacteur, filtration du contenu, lavage du gâteau avec 3 x 25 ml d'un mélange eau / éthanol ayant la même composition que la phase liquide initiale. Température du liquide de lavage : 60 °C. Cette étape permet de récupérer un résidu solide sur le papier de filtration et un filtrat, à savoir la phase liquide contenant les lignines organosolv.
- Ajout de 3 volumes d'eau distillée au filtrat qui précipitent les lignines organosolv puis centrifugation pendant 20 minutes.
- Séparation de la phase liquide et séchage des lignines organosolv dans une étuve à 40 °C pendant deux jours.

A la suite de ces essais organosolv, la teneur en lignine de Klason du résidu solide a été déterminée.

2.2.5.4 Taux de cendres

L'échantillon est brûlé à l'aide d'une thermobalance (à une température de 800 °C) pendant environ seize heures. La masse du résidu incombustible est calculée par différence avec la pesée initiale. On peut considérer que la combustion est achevée lorsque le résidu est constitué d'une fine poudre blanche, la couleur noire indiquant la présence de reste de carbone.

CHAPITRE III

Caractéristiques des balles de riz

Sommaire

3.1 Morphologie 69
3.2 Propriétés physiques 73
3.3 Propriétés chimiques 75
3.4 Conductivité thermique 75
3.5 Compatibilité des balles de riz avec le ciment 76
3.6 Conclusion 77

3.1 Morphologie

Plusieurs essais ont été effectués afin de maîtriser la forme et l'aspect des balles de riz utilisées.

L'analyse granulométrique a été réalisée sur des tamis à maille carrée, c'est donc l'axe mineur des grains qui a été principalement sollicité. La distribution des grains est donnée dans la Figure 30.

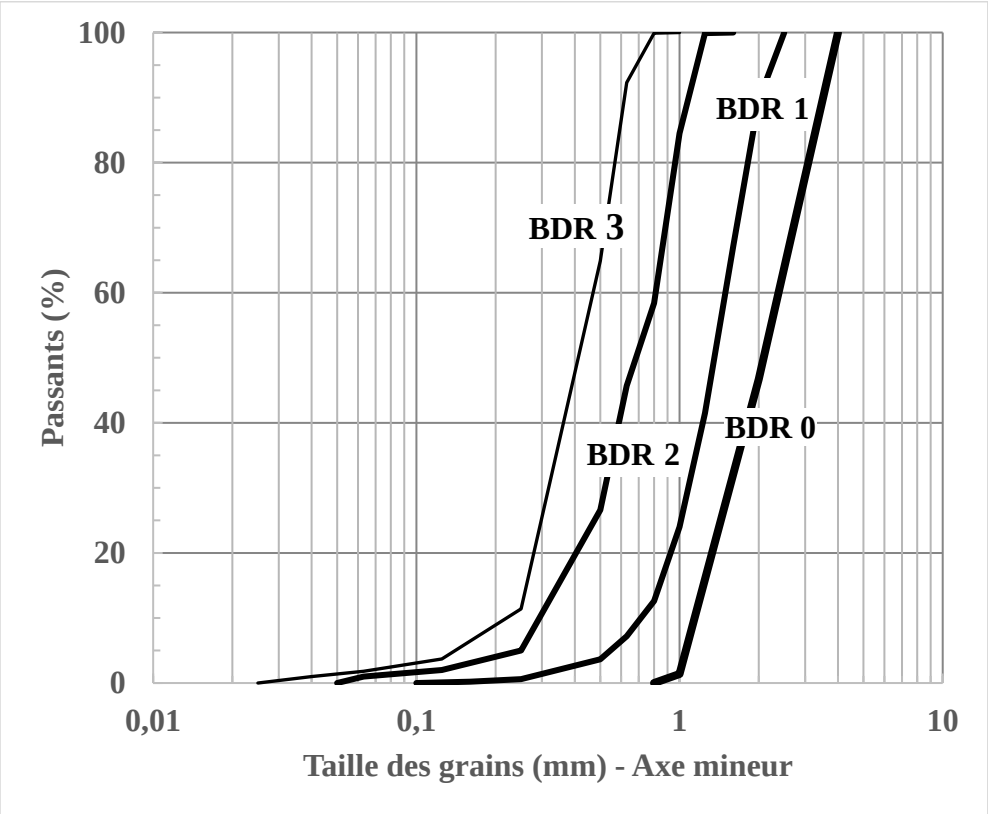


Figure 30. Granulométries des quatre fractions de balle de riz.

On constate que le spectre granulaire de la balle de riz brute (BDR0) est plutôt resserré, tous les grains ayant des grosseurs comprises entre 1 et 4 mm. Afin d'étendre le spectre granulaire des futurs mélanges, et donc en principe aussi leur compacité, le produit a été broyé modérément avec un broyeur à meules, puis séparé par tamisage en une fraction grenue 0,5/2,5 (BDR1), une fraction intermédiaire 0,25/1,25 (BDR2) et une fraction fine 0/0,63 (BDR3). La granulométrie de ces trois nouvelles coupures complète la Figure 30. Leurs proportions massiques relatives sont respectivement 45, 33 et 22%. Une vue des produits est donnée dans la Figure 31.

Ce traitement modifie cependant sensiblement la forme des grains. En effet, ils deviennent de plus en plus plats et esquilleux lorsqu'ils sont plus fins, comme le montre les vues à la loupe binoculaire et au microscope optique, qui complètent la Figure 31.

Figure 31. Différents aspects de la balle de riz brute (BDR0) et broyée (BDR1, BDR2, BDR3) à différentes échelles.

L'aspect des grains de balle de riz non broyées BDR0 a été étudié par analyse d'image en raison de leur forme allongée. L'analyse d'image vient apporter des informations complémentaires.

La Figure 32 présente l'aire cumulée des grains en fonction des quatre paramètres tels l'axe majeur, l'axe mineur, le diamètre équivalent et le tamisage mécanique. Rappelons que les axes majeur et mineur sont respectivement les longueurs de la plus grande et la plus petite des axes de l'ellipse adapté à la particule; le diamètre équivalent est le diamètre de la sphère de même aire que la particule.

La granularité déterminée par tamisage mécanique est comparable à celle associée à l'axe mineur, ce qui vient corroborer que c'est l'axe mineur des grains qui a été principalement sollicité lors du tamisage mécanique. On note aussi une forme élancée

des grains en raison de l'écart entre l'axe mineur et l'axe majeur. Les valeurs médianes de la distribution des grains sont récapitulées dans le Tableau 14.

Tableau 14. Valeurs médianes de la dimension (mm) des grains, issues de l'analyse d'image et du tamisage.

Granulat	Tamisage	Axe mineur	Axe majeur	Diamètre équivalent
BDR0	2,1	2,1	9,2	4,5

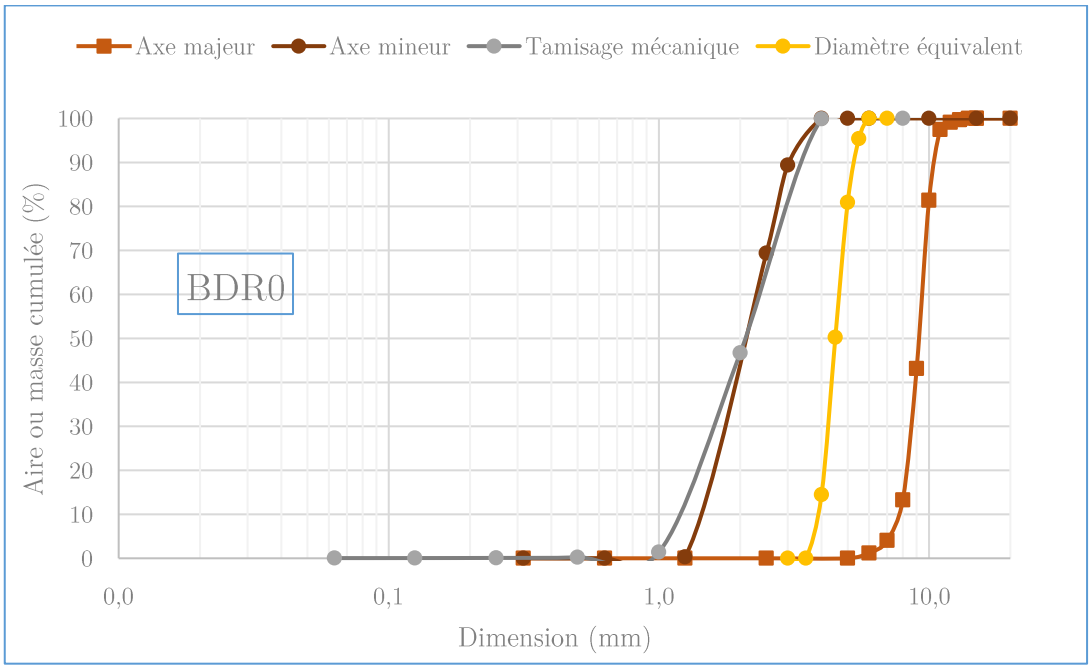


Figure 32. Granulométrie de BDR0 par tamisage et par analyse d'image.

Considérons les autres paramètres tels que l'élongation et la circularité (Figure 33 et Figure 34). L'élongation ou l'élancement est définie comme le rapport entre l'axe majeur et l'axe mineur. On observe une distribution en loi normale. Les particules ont une élongation pouvant atteindre 15. La circularité suit également une loi normale. Les valeurs médianes d'élongation et de circularité sont données dans le Tableau 15.

Tableau 15. Valeurs médianes d'élongation et de circularité de BDR0

Granulat	Élongation	Circularité
BDR0	4	0,45

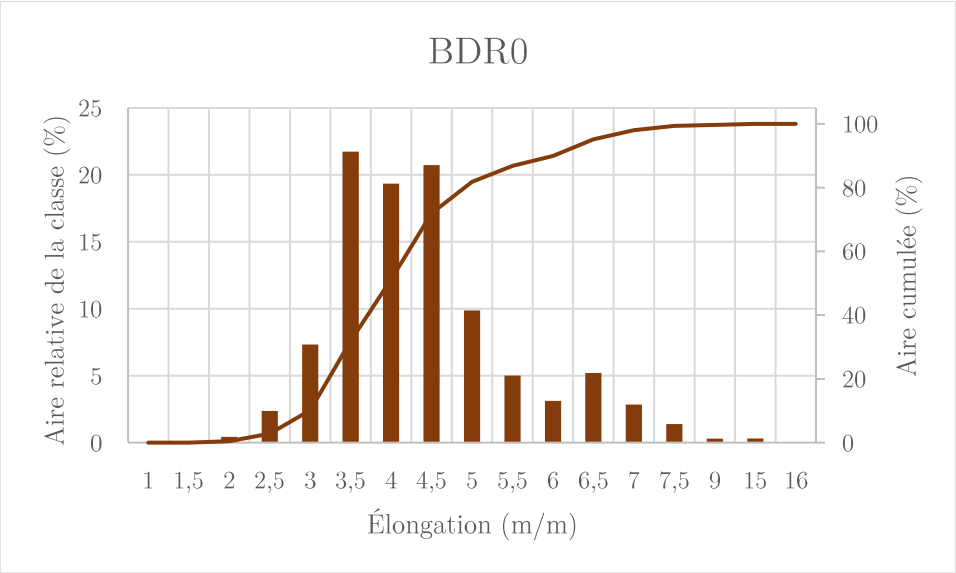


Figure 33. Élongation des balles de riz BDR0.

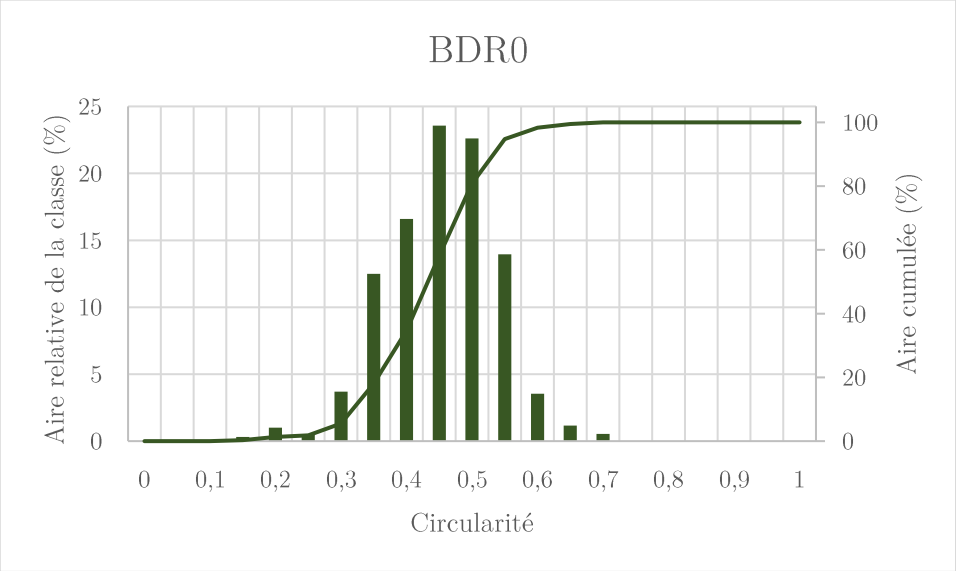


Figure 34. Circularité des balles de riz BDR0.

Des images de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) de la surface externe et interne de balles de riz ont été étudiées (Figure 35).
On observe une dissemblance d'aspect de surface externe des balles de riz des autres granulats végétaux. Elle est caractérisée par une morphologie sous forme de rangées de protrusions coniques séparées par des sillons linéaires. L'épiderme externe est très riche en silice amorphe.

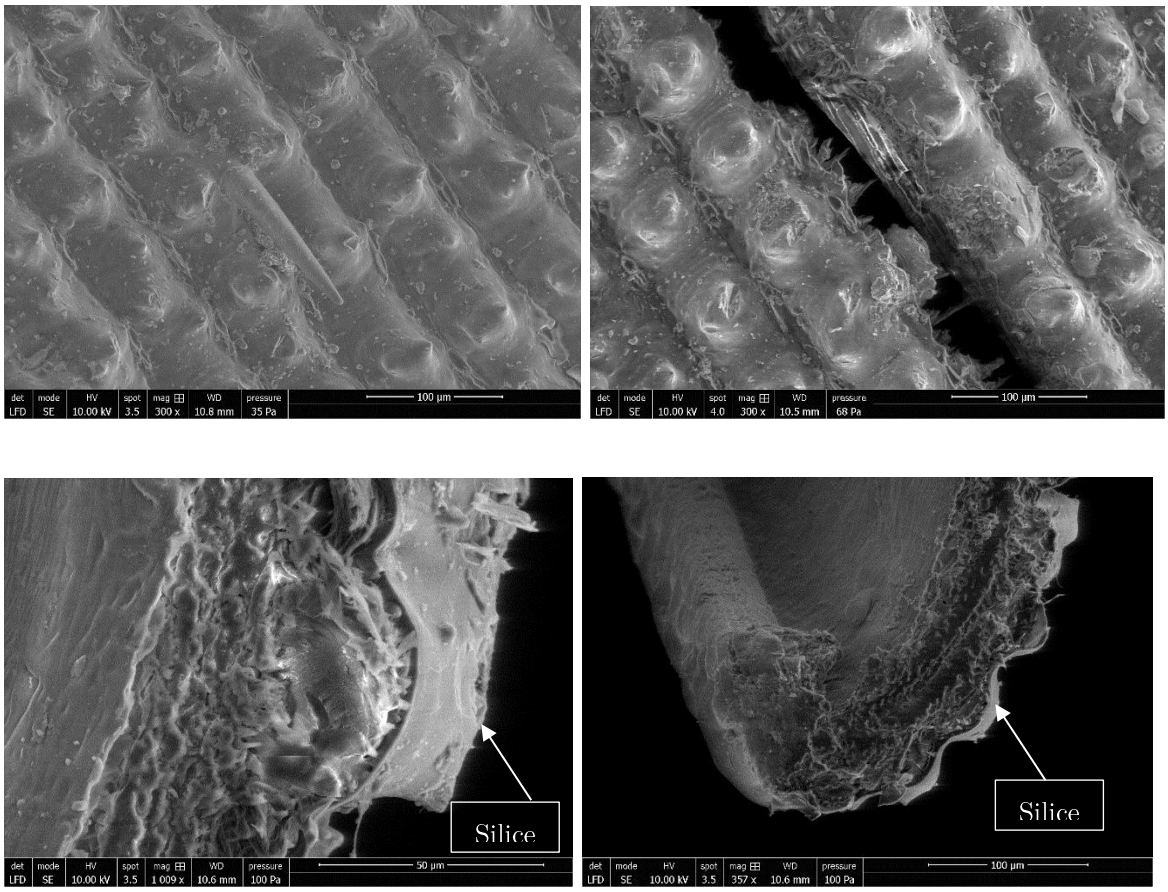


Figure 35. Vues MEB de la balle de riz.

3.2 Propriétés physiques

La masse volumique absolue (MVA) de la balle de riz BDR0 a été mesurée avec un pycnomètre à hélium, et confirmée au pycnomètre à eau (Tableau 16). La même valeur a été obtenue pour les autres coupures. Elle est plus élevée que celles trouvées dans la littérature [161], [165] (Tableau 16), en raison manifestement de la forte teneur en silice de la balle de riz utilisée.

La masse volumique réelle (MVR) et l'absorption d'eau (Ab) ont été mesurées par évaporométrie [198] sur les quatre coupures. Les autres procédés utilisés dans la littérature fournissent des valeurs très dispersées, en raison notamment de la difficulté de caractériser l'état humide surface sèche de ce type de particules (recours à des protocoles laissant une forte part de subjectivité à l'opérateur, tels dépôt sur un tapis absorbant, essorage sur filtre, etc.) [149], [154], [164], [180] . La méthode par évaporométrie consiste à enregistrer le gradient d'évaporation (perte de masse dans le temps) d'une fine couche préalablement imbibée ou saturée, faiblement immergée dans un bac plat horizontal placé dans une enceinte à 45°C. L'évaporation de toute l'eau libre extérieure aux grains se fait à vitesse constante. L'évaporation de l'eau interne

aux grains (absorbée) se fait à vitesse plus lente et décroissante. Le point d'inflexion entre les deux régimes correspond à l'état humide surface sèche et il permet de calculer l'absorption d'eau, ainsi que la masse volumique réelle et la porosité (à partir de la masse volumique absolue). Ces propriétés complètent le Tableau 16. La masse sèche considérée pour les calculs est la masse constante mesurée au terme du séchage à 45°C[3].

Tableau 16. Propriétés physiques de la balle de riz. Comparaison aux valeurs de la littérature.

Balles de riz	Masse volumique absolue à 45°C (kg/m^3)	Masse volumique réelle à 45°C (kg/m^3)	Porosité (%)	Absorption d'eau (%) (masse sèche à 45°C)
Dans cette étude	1560 ± 6	599 ± 4	62	106
Littérature	780 à 1420	453-740	80-90	80-124

Par ailleurs, après avoir testé plusieurs méthodes, la compacité des quatre coupures de balle de riz a été mesurée en plaçant un échantillon homogène dans un cylindre muni d'une hausse, soumis à une vibration de 60 Hz pendant une minute, puis chargé d'un poids développant une contrainte de 5 KPa pendant une minute supplémentaire. La hausse retirée et la balle de riz arasée, la masse de l'échantillon ainsi compacté permet de calculer la compacité, rapport du volume réel (masse sèche/masse volumique réelle)[4] au volume apparent de l'empilement (volume du cylindre). Les valeurs de compacité obtenues dans ces conditions sont données dans le Tableau 17 pour les quatre coupures de balles de riz. On constate que la balle de riz brute (BDR0) est très peu compacte, mais que son broyage permet d'obtenir des empilements d'autant plus compacts que la coupure est fine et que le spectre granulaire est étendu (BDR3). Ce constat est à relier à la forme des particules, qui sont de plus en plus plates lorsqu'elles sont finement broyées. Elles s'empilent alors avec un minimum de vides intergranulaire sous la contrainte et la vibration. Enfin, la granulométrie et la compacité de chaque produit permet de remonter à la compacité virtuelle des tranches granulaires élémentaires (ou monodisperses) qui le constitue, selon les concepts du Modèle d'Empilement Compressible ou MEC [212], en considérant un indice de serrage

[3] Rappelons que ces matériaux organiques « fragiles » ne peuvent être séchés à des températures élevées sans risques de pyrolyse ou de combustion. Il faut donc définir une masse sèche pour chaque température de séchage…

[4] Masse sèche et masse volumique sont mesurées à 45°C

K égal à 9 (vibration sous contrainte de 5KPa). Ces valeurs complètent le Tableau 17.

Tableau 17. Compacités des quatre échantillons de balle de riz.

Coupure	BDR0 1.25/4	BDR1 0.5/2.5	BDR2 0.25/1.25	BDR3 0/0.63
Compacité de la coupure	0.27	0.42	0.77	0.82
Compacité élémentaire	0.26	0.41	0.76	0.83

Les valeurs de compacité élémentaire de chaque coupure sont comparables à la valeur de la compacité de la coupure entière, en raison notamment de la faible étendue de leur spectre granulaire. Mais elles diffèrent radicalement d'un produit à l'autre, confirmant ainsi l'effet du broyage : les grains bruts de balle de riz (BDR0) ont une très mauvaise aptitude à former un empilement compact, alors que les grains finement broyés en ont une bien meilleure, en raison manifestement de leur morphologie plus plate (Figure 31)

3.3 Propriétés chimiques

Les résultats des analyses chimiques sont présentés dans le Tableau 18 où sont rappelées aussi les fourchettes de valeurs trouvées dans la littérature pour d'autres balles de riz [168]–[178]. Il en ressort que le taux d'extractibles des balles de riz est quasi nul contrairement à d'autres granulats végétaux tels que le chanvre, le bois, les coques de palmistes, etc. Rappelons que les extractibles contribuent beaucoup à l'inhibition de la prise du ciment. Ce sont les sucres libres et tannins qui se dissolvent dans les liquides. On constate aussi que le produit étudié présente bien un fort taux de silice raison pour laquelle il est utilisé comme ajout pouzzolanique dans le béton.

Tableau 18. Analyse chimique de la balle de riz (en %), comparaison aux valeurs de la littérature **[168]**–**[178]**.

Balles de riz	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Extractibles	Cendres (Silice)
Dans cette étude	17,2	24,8	35,6	0,01	22,3
Littérature	16-48	4-25	14-40	2-5	9-25

3.4 Conductivité thermique

La conductivité thermique de la balle de riz a été mesurée par la méthode dite à flux radial ou cellule à cylindres coaxiaux. Afin d'observer l'influence de la densité, le lambda a été mesuré sur la balle de riz BDR0 et BDR1 avec un taux d'humidité de

5,39 %. Les conditions de la salle sont : 21 ± 1°C comme température et 50 ± 5% d'humidité relative de l'air ambiant.

Les résultats montrent que la conductivité thermique des balles de riz évolue avec la masse volumique (Tableau 19). Ce qui peut s'interpréter par le fait que l'augmentation de la masse volumique diminue la porosité du matériau, en d'autres termes à une diminution du volume d'air qui est le plus isolant. Les valeurs trouvées sont légèrement supérieures aux celles de la littérature [162], [163], compte tenu des conditions d'essais différentes et des variétés différentes de balles de riz utilisés. L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique peut être considérée comme linéaire (Figure 36).

Tableau 19. Conductivités thermiques des balles de riz (BDR0 et BDR1)

	BDR0 non tassé	BDR0 tassé	BDR1 non tassé	BDR1 tassé
Lambda (W/m.K)	0,062	0,07	0,073	0,079
Masse volumique (kg/m^3)	105	151	171	240

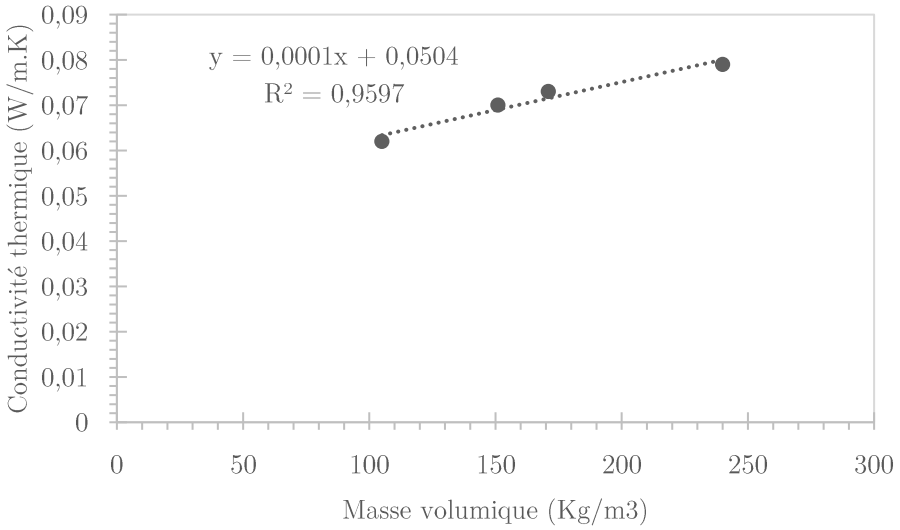


Figure 36. Variation de λ en fonction de la masse volumique.

3.5 Compatibilité des balles de riz avec le ciment

Des essais de prise sont réalisés sur la pâte de ciment pure avec l'eau issue de l'infusion des balles de riz. Pour ce faire, les balles de riz ont été trempées dans l'eau durant 96h et l'eau issue de l'infusion est utilisée pour formuler le mortier de ciment.

Les résultats ont montré une influence insignifiante du temps de prise comparée au témoin (Tableau 20). Ces résultats viennent confirmer les résultats chimiques (cf. 3.3) où l'on a constaté un taux d'extractibles quasi-nul des balles de riz.
On peut donc conclure que les balles de riz n'ont pas un effet retardateur de prise contrairement aux fibres de diss étudié par Sellami [66] où l'auteur a constaté un retard de prise de 3h30.

Tableau 20. Essai de prise avec l'eau issue de l'infusion des balles de riz.

Echantillon	Temps d'infusion dans l'eau	Début de prise	Fin de prise
Témoin	-	3h30	4h40
Balle de riz	1h	3h28	4h38
	24h	3h40	4h50
	96h	3h50	5h00

3.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les propriétés physiques, thermiques et chimiques des balles de riz.
La balle de riz étudiée a une forme allongée avec une épaisseur moyenne de 2,1 mm et une longueur moyenne de 9,1 mm. Des images de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) de la surface externe et interne de balle de riz étudiée, on a observé une dissemblance d'aspect de surface externe des balles de riz des autres granulats végétaux. Elle est caractérisée par une morphologie sous forme de rangées de protrusions coniques séparées par des sillons linéaires. L'épiderme externe est très riche en silice amorphe.
Les résultats chimiques ont montré que le taux d'extractibles des balles de riz est quasi nul contrairement à d'autres granulats végétaux tels que le chanvre, le bois, les coques de palmistes, etc. On constate aussi que le produit étudié présente bien un fort taux de silice raison pour laquelle ses cendres sont utilisées comme ajout pouzzolanique dans le béton. Il ressort des essais de prise que la balle de riz n'a pas d'effet inhibiteur sur la prise du ciment.
La conductivité thermique de la balle de riz varie entre 0,062 et 0,079 W/(m.K) et évolue avec la masse volumique.

CHAPITRE IV

Formulation du béton de balle de riz

Sommaire

4.1 Principes 79
4.2 Compacité du squelette en balle de riz 80
4.3 Composition de la pâte liante 82
4.4 Fabrication des mélanges 83
4.5 Air piégé 84
4.6 Coefficient K 87
4.7 Validation 89
4.8 Conclusion 91

Dans ce chapitre, nous proposons une méthode de formulation des bétons à base de granulats végétaux. Son principe consiste à déterminer la compacité du squelette végétal pour un mode de mise en œuvre déterminé, puis à formuler la pâte liante qui va occuper le volume poreux intergranulaire résiduel. La pâte est constituée du liant, de l'eau efficace, des additions et adjuvants éventuels, et de l'air piégé et/ou entrainé. Pour un volume d'air donné (et d'additions), les quantités de ciment et d'eau efficace sont alors ajustées pour atteindre les performances visées, sur la base de la loi de Féret. Cependant, pour ce type de béton, l'important volume d'air entrainé dépend (lui aussi) de la quantité de ciment et d'eau présents dans le mélange, de l'intensité du malaxage et du mode de coulage. Un modèle décrivant le volume d'air résiduel doit alors été calibré à partir d'essais réalisés avec les constituants du béton que l'on souhaite fabriquer. Le problème de la formulation peut alors être solutionné en recourant à un module d'optimisation numérique.

4.1 Principes

La formulation d'un béton consiste à choisir les proportions de chaque constituant qui le compose de sorte à ce que le composite atteigne les propriétés attendues, notamment en terme de consistance à l'état frais et de résistance à l'état durci. D'autres propriétés peuvent aussi être visées (traction, élasticité, durabilité, etc.).

La méthode de formulation proposée ici repose sur un concept trivial. Il consiste à considérer le mélange comme un squelette granulaire « suspendu » dans une matrice liante continue, qui occupe toute la porosité intergranulaire [212]. Cette matrice est composée du liant minéral (ciment, chaux…), des éventuelles additions (fillers…) et adjuvants, de l'eau efficace, et de l'air piégé ou entrainé.

La maniabilité du système dépend directement de la compacité du squelette ; s'il est compact, les grains sont au contact et l'empilement est difficile à cisailler (frottements des grains, consistance ferme) ; s'il est lâche, les grains sont moins ou ne sont plus en contact et la viscosité de la suspension est alors étroitement liée à celle de la pâte liante.

Après prise et durcissement, la résistance de la matrice contrôle directement celle du composite, puisque les grains de balles de riz ont des propriétés mécaniques moindres. La loi de Féret [213], dont la robustesse n'est plus à démontrer, est alors utilisée ici pour prédire la résistance Rc_j du composite :

$$Rc_j = K_j {C_0}^2 \; avec \quad C_o = \frac{c}{c+e+a} \tag{30}$$

Avec :

- Co la compacité de la phase liante
- K_j un coefficient qui tient compte de la qualité du liant à l'âge j, et des granulats dans une moindre mesure.
- c, e, et a, les volumes de ciment (clinker) d'eau efficace et d'air respectivement.

On remarque que dans cette relation l'air et l'eau jouent le même rôle vis-à-vis de la résistance. Certains travaux ont toutefois proposé d'affecter à l'air un coefficient réducteur arbitraire de 0.5 [214] ou de tenir compte de l'effet topologique de l'épaisseur de pâte entre les grains [212]. Dans le cas présent, en première approximation et vu les faibles performances visées, la forme initiale de la loi de Féret a été conservée (Eq. 30).

La compacité Co de la phase liante (i.e. le rapport du volume de ciment au volume total de pâte) contrôle donc la résistance. Il faut toutefois noter que la compacité de la phase liante est directement reliée à celle du squelette granulaire puisque, selon l'hypothèse initiale, un squelette de forte compacité demandera un faible volume de pâte pour combler les vides intergranulaire (la porosité) et « suspendre » les grains, alors qu'un squelette de faible compacité en demandera plus. Pour un même volume de ciment donné, un fort volume de pâte demandera alors plus d'eau et/ou d'air qu'un faible volume de pâte. Dans le premier cas, la résistance sera donc bien supérieure à celle du second, pour une même nature de ciment.

Connaissant la compacité granulaire, le volume d'air piégé et la valeur de la constante K, la définition de la formule de béton revient alors à déterminer la quantité de ciment et d'eau qui conduisent aux performances mécaniques souhaitées. La solution du problème peut être trouvée analytiquement. Cependant, comme on le verra plus loin, la quantité d'air peut dépendre elle aussi de la quantité d'eau et de liant, mais aussi du temps de malaxage et du mode de mise en œuvre. Il faut aussi que tout dosage respecte le volume unité (1 m^3). Le recours à un module d'optimisation numérique est alors une solution simple pour résoudre le problème.

4.2 Compacité du squelette en balle de riz

La détermination de la compacité du squelette granulaire constitue la première étape de la méthode. Il s'agit de déterminer le volume réel de granulat dans le volume unité. Ce volume va dépendre de la distribution granulaire (proportions de chaque coupure),

de la prédisposition des grains (de chaque taille) à former une structure granulaire plus ou moins compacte (compacité propre) et du mode de mise en place et de serrage appliqué (maniabilité).

Pour une composition granulaire donnée, la compacité peut être mesurée directement par un essai dédié (par exemple, vibration sous contrainte dans un cylindre pour atteindre une compacité maximale, déversement un moule pour une compacité plus lâche, etc.).

Elle peut aussi être calculée avec le MEC précédemment cité. Cette approche a l'avantage de pouvoir simuler un grand nombre de composition, et de trouver « à moindre frais » celui qui répond à un objectif visé. Elle permet aussi de faire varier le niveau de serrage de l'empilement. Cette démarche a été appliquée à la balle de riz, en utilisant les données du Tableau 21, avec comme objectif initial de trouver le mélange des quatre coupures de balles de riz donnant la plus forte compacité granulaire, afin de minimiser le volume de pâte (i.e. atteindre les performances visées avec le minimum de ciment, cf. ci-dessus).

Cependant, compte tenu de la compacité virtuelle élevée de la balle de riz finement broyée (BDR3 0/0,63), l'ajout de l'une ou de plusieurs des autres coupures à cette fraction entraîne la diminution de la compacité générale du mélange, sans passer par un optimum particulier… En d'autres termes, la balle de riz BDR3 est la plus « compactante » et son utilisation seule donne le « mélange » le plus compact…

Cependant, à ce stade, dans le cadre de ce travail, il a été décidé de retenir une formule granulaire « économique » contenant 10% de BDR0 et 90% des trois autres fractions composées dans les proportions de leur production (utilisation complète des produits). La composition de ce squelette est donnée (Tableau 21). Sa compacité calculée (MEC) avec un indice de serrage K=9 est 0,55. C'est aussi approximativement la valeur de la compacité mesurée expérimentalement (vibration + contrainte de 5 KPa) sur un mélange reconstitué dans les mêmes proportions (Tableau 21). On constate ainsi l'intérêt et la pertinence des mesures et des simulations.

La compacité a ensuite été calculée une nouvelle fois, en considérant un indice de serrage beaucoup plus faible (K=3)[5] figurant un squelette moins compact permettant une mise en œuvre aisée du béton [212]. La valeur de compacité obtenue est 0,40. Elle complète le Tableau 21.

[5] Une valeur aussi faible de l'indice de serrage se justifie par le caractère frottant des grains les plus gros et non broyés

Cette compacité désigne le volume granulaire Vg dans le volume du composite mis en place (moule, coffrage). Pour un volume unité (1m^3), ce volume est donc ici de 0,4 m^3. Il s'agit du volume réel des particules de balles de riz, sans considération de leur porosité/absorption d'eau et de leur teneur en eau au moment de la fabrication.
La connaissance de ces propriétés (Tableau 21) est toutefois nécessaire pour calculer la masse d'eau absorbée E_{ab} par les particules, selon la relation :

$$E_{ab} = V_g MVR\ Ab - w\ - V_g \cdot a_{BDR} \tag{31}$$

Où w est la teneur en eau de la balle de riz en l'état (mesurée après séchage à 45°C) et a_{BDR} sa teneur en air résiduelle (fraction non saturée de la balle de riz), appréciée avec un airmètre (après imbibition de 4 heures de la balle de riz).

Tableau 21. Composition du mélange granulaire et compacités associées

	BDR0 1.25/4	BDR1 0.5/2.5	BDR2 0.25/1.25	BDR3 0/0.63
Pourcentage	10	40	30	20
Compacité calculée (K=9)	0,55			
Compacité mesurée (vibration + 5 KPa)	0,56			
Compacité prise en compte (K=3)	0,40			

4.3 Composition de la pâte liante

Dans l'exemple considéré, le volume Vp de pâte liante, complémentaire au volume granulaire, est donc de 0.6 m^3. Selon la relation de Féret (Eq. 30), la résistance à la compression du composite va dépendre de la qualité du liant (K), et des volumes de ciment (c), d'eau efficace (e) et d'air résiduel (a) au terme de la mise en œuvre. A ce stade, les paramètres a et K doivent être quantifiés à partir d'essais spécifiques.
Ces essais ont été réalisés à partir de différents mélanges formulés initialement avec un coefficient K et un volume d'air a arbitraires, mais d'ordres de grandeur vraisemblables, de façon à pouvoir calculer le volume de ciment (déduit de la quantité de clinker c) et d'eau (e) conduisant a priori à des résistances en compression à 28 jours (Rc_{28}) comprises entre 0,5 et 8 MPa (plage de performances pour des bétons de remplissage à porteurs). Les relations à considérer sont les suivantes (où f est le volume de fillers calcaires éventuellement ajoutés) :

$$Rc_{28} = K\left(\frac{c}{c+e+a}\right)^2 \tag{32}$$

$$V_g + f + c + \ e + a = 1000 \tag{33}$$

La résolution de ce système d'équations, où sont recherchés les volumes de ciment (c) et d'eau (e), a été faite avec un module d'optimisation numérique (solveur).
Après fabrication des mélanges et coulage minutieux dans des moules de volume connu, la masse volumique réelle (MVR) du béton est mesurée par pesée. Le volume effectif d'air résiduel a_r est alors déduit selon la relation :

$$a_r = 1 - \frac{MVR}{MV^*} \tag{34}$$

Où MV* est la masse volumique du mélange sans air, calculée à partir de la composition (masse) et de la masse volumique réelle des constituants.
Pour chaque mélange, la connaissance du volume d'air résiduel permet alors de connaître le volume réel du mélange (ajustement des dosages au m^3), et donc aussi le volume réel de clinker c_r (et de fillers calcaires f_r), et le volume réel d'eau e_r dans le volume unité. Enfin, la mesure des performances mécaniques à 28 jours Rc_{28} permet de calculer la valeur du coefficient K, à partir de la relation de Féret (Eq. 30) où sont considérés les volumes de ciment, d'eau et d'air au m3 calculés précédemment.

$$K = \frac{Rc_{28}}{\left(\frac{c_r}{c_r + e_r + a_r}\right)^2} \tag{35}$$

Ces essais fournissent ainsi un ensemble de données qui vont permettre de quantifier le paramètre K, et donc de calculer ensuite toute nouvelle formulation avec les matériaux retenus, c'est-à-dire les quantités de ciment et d'eau nécessaires pour obtenir les performances visées, avec un volume d'air prédéterminé.

4.4 Fabrication des mélanges

Après calcul du dosage des constituants, la fabrication des mélanges a été réalisée de la façon suivante :

1. détermination de la teneur en eau de la balle de riz en l'état (masse sèche mesurée après séchage à 45°C d'échantillons jusqu'à masse constante) et calcul de l'eau absorbée (Eq. 31),

2. pesée des fractions de balle de riz formant le squelette granulaire, et de l'eau totale (eau complétant l'absorption E_{ab} (Eq. 31) + eau efficace) ; introduction des deux constituants dans le bol du malaxeur,
3. malaxage à vitesse lente (140 rpm) pendant cinq minutes, pour satisfaire l'absorption[6],
4. introduction du ciment pesé préalablement, malaxage à vitesse lente pendant 2 minutes, 5 minutes ou 10 minutes, selon le volume d'air visé,
5. mesure éventuelle de l'affaissement (mini-cône) et/ou de l'étalement (table à chocs) - les mesures de consistances ne sont pas présentées ici - puis coulage selon une procédure déterminée dans un moule de volume connu. Pesée du moule et calcul de l'air piégé résiduel (Eq. 34),
6. après prise, durcissement et démoulage, conservation à l'air dans un bac hermétique et essais mécaniques à l'échéance fixée.

4.5 Air piégé

Dès l'introduction du ciment (étape 4), on observe, pour ces bétons de balle de riz, que le brassage génère de l'air piégé qui dilate significativement la suspension (consistance crémeuse), et ce d'autant plus que le malaxage perdure. L'hypothèse avancée est que l'air introduit par les turbulences ne peut s'échapper de la suspension. En effet, à l'opposé d'un béton traditionnel fluide à base de granulats minéraux denses, la poussée d'Archimède exercée sur les bulles d'air, fonction de la densité du fluide suspendant, est trop faible ici pour qu'elles puissent cisailler la suspension visqueuse, et remonter jusqu'à la surface. La forme et la rugosité des grains de balle de riz peuvent jouer aussi un rôle non négligeable, ainsi que la nature chimique de certains de leurs composants qui peut induire un comportement tensioactif (stabilisation/adsorption des fines bulles d'air entrainé). La présence de cet air peut toutefois constituer un atout intéressant pour former des composites poreux (légers) et ayant des propriétés thermiques et mécaniques prédéterminées intéressantes, contrôlées par le dosage en ciment et en eau notamment.

Comme précisé précédemment, le volume d'air entrainé a été calculé à partir de la masse volumique réelle de la suspension (Eq. 34). Dans un premier temps, il a été mesuré juste après l'arrêt du malaxage, par remplissage minutieux mais sans compactage, puis pesée, d'un récipient de 1 litre. A titre d'exemple, l'évolution de l'air

[6] Des essais spécifiques, par pesée hydrostatique, ont montré que l'absorption a été rapidement satisfaite

piégé en fonction du temps de malaxage pour un mélange typique est donnée dans la Figure 37.

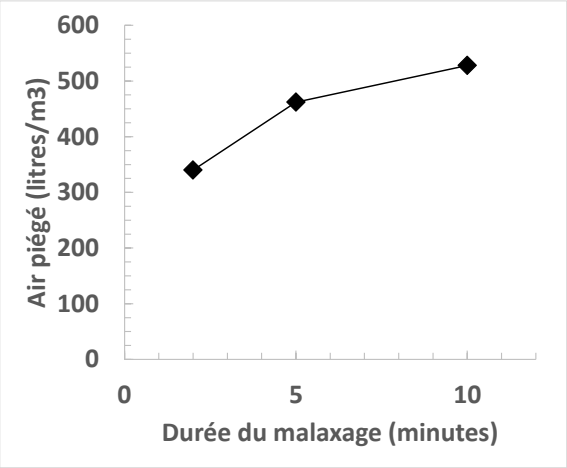


Figure 37. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) au terme du malaxage en fonction du temps de malaxage pour un mélange typique.

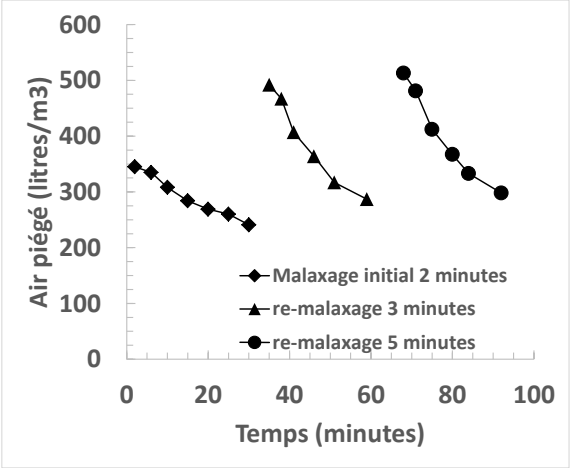


Figure 38. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un mélange typique, après mise en œuvre successive du même mélange, et après plusieurs re-malaxages.

On constate que le volume d'air piégé est très important, sa valeur pouvant dépasser 500 litres par m^3 lorsque le malaxage dépasse dix minutes !

Toutefois, si le béton est démoulé puis remoulé, de l'air disparaît à chaque manipulation. Des essais successifs dans le même moule de 1 litre et avec le même protocole de remplissage ont alors été pratiqués pour quantifier les évolutions. Par exemple (Figure 38), pour le mélange précédent malaxé deux minutes, le volume d'air décroit à chaque reprise pour tendre vers une stabilisation à une valeur seuil, qui reste encore très élevée pour un composite hydraulique ($>$ 200 litres/m^3). On ne peut ignorer une telle quantité d'air dans tout processus de formulation !

Si le mélange est re-malaxé après une série de moulage-démoulage, le volume d'air initialement piégé réapparaît intégralement, selon le temps de malaxage (Figure 38). Ce comportement montre la difficulté de maitriser l'air dans ce type de composite. Il montre indirectement aussi que l'importante absorption d'eau de la balle de riz est très rapidement satisfaite, puisque ce paramètre n'entre pas en jeu (pas de changement de consistance dû à l'absorption lors des re-malaxages, même après une heure).

Enfin, si la préparation est coulée avec une autre procédure, par exemple par couches successives compactées énergiquement (cas des moules pour éprouvettes 4x4x16 cm), le volume d'air résiduel est généralement plus faible, mais toujours conséquent (Tableau 22).

La maitrise et le paramétrage de l'air piégé pour ce type de composites à base de granulats végétaux nécessite donc de faire, au cas par cas, des essais complémentaires spécifiques, selon un plan d'expérience rationnel, en considérant un procédé de malaxage et de coulage déterminé, pour une gamme de dosages en liant et en eau (différents rapports eau/liant).

Dans le cas présent, des essais ont été faits tout d'abord sur des bétons ayant le même dosage en ciment et différents dosages en eau, puis sur des bétons ayant différents dosages en ciment et le même dosage en eau. Les mesures d'air ont toujours été faites selon le même protocole dans le moule de 1 litre. Les résultats sont présentés respectivement dans la Figure 39 et Figure 40.

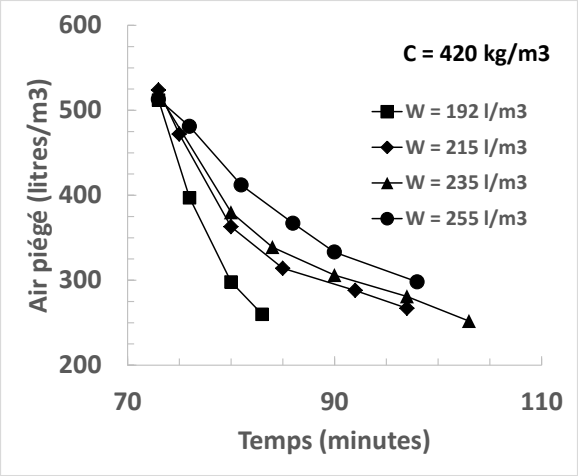


Figure 39. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un béton à 420 kg/m3 de ciment et différents dosages en eau, après mise en œuvre successive et après un troisième malaxage de 5 minutes.

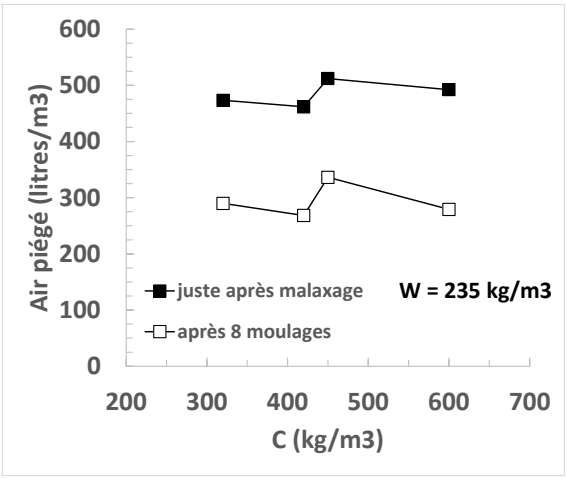


Figure 40. Evolution de l'air piégé (litres/m^3) pour un béton à 235 kg/m3 d'eau et différents dosages en ciment, après malaxage de cinq minutes. Mesures juste après malaxage et après 8 reprises.

Dans le premier cas (différentes quantités d'eau pour un même dosage en ciment (Figure 39), le volume d'air piégé à la fin d'un malaxage de 5 minutes dépend peu de la quantité d'eau, du moins dans la plage investiguée. Par contre, lors des moulages-démoulages successifs, il décroit plus rapidement lorsque le mélange contient moins d'eau. Au terme des reprises, un volume d'air seuil comparable subsiste cependant, quelle que soit la quantité d'eau initiale.

Dans le second cas (différentes quantités de ciment pour un même volume d'eau (Figure 40), le volume d'air piégé à la fin d'un malaxage de 5 minutes, puis au cours des mises en œuvre successives, dépend peu de la quantité de ciment (aux aléas des

fabrications près). Le dosage en ciment n'aurait donc pas d'influence significative sur l'apparition de l'air, du moins toujours dans la plage de dosages investigués.
A ce stade, il ne s'agit pas de vouloir chercher à modéliser ou à généraliser les comportements observés ici, qui seraient très probablement différents avec d'autres ressources organiques, d'autres liants, etc. Ils servent simplement d'exemples pour illustrer l'important volume d'air piégé qui apparaît dans ce type de composite, et la difficulté de le contrôler ou de le maitriser lors de la mise en œuvre…
Finalement, dans le cas présent, en première approximation, le volume d'air résiduel ne dépend globalement que du temps de malaxage et du mode de mise en œuvre de la suspension, indépendamment des quantités de ciment et d'eau utilisées (du moins dans les plages de valeurs investiguées).

4.6 Coefficient K

Des essais sont aussi nécessaires pour calibrer le coefficient de la formule de Féret décrivant l'effet de la qualité du ciment. La plupart des mélanges précédents ont alors été coulés dans des moules 4x4x16 cm par couches successives compactées le plus régulièrement possible, puis protégés de la dessiccation. Le volume d'air résiduel effectif a été déduit de la pesée minutieuse des moules (Eq. 34). Après démoulage à 48 heures, les éprouvettes ont été conservées à 20°C dans un conteneur fermé hermétiquement jusqu'au moment des essais mécaniques à 28 jours (pas d'immersion, pas de dessiccation). Le Tableau 22 présente les dosages finaux après ajustement au m^3 des douze formulations réalisées, avec leurs performances en compression. BDR_r, L_r, E_r et Fa_r sont respectivement les masses de balle de riz, de liant (CEM II/B LL), d'eau efficace et de fillers calcaires (éventuellement ajoutés) normalisé au m^3 en place, et bdr_r, l_r et fa_r les volumes réels correspondant. On notera que le volume d'air résiduel a_r est plus faible que précédemment, compte tenu du mode de moulage des éprouvettes différent. c_r et fac_r sont les volumes de clinker et de fillers apportés par le liant. Fa_{tot} est la masse totale de fillers calcaires dans le mélange, fillers apportés soit par le ciment (Fac_r), soit éventuellement ajoutés directement (Fa_r). Fa_{tot} estcalculée selon la relation :

$$Fa_{tot} = Fac_r + Fa_r = L_r \times (1 - k) + Fa_r \quad (36)$$

Pour chaque formule, le coefficient K a été calculé (Eq. 35). Cet ensemble de données permet alors de chercher la valeur du K caractérisant ce clinker, voire une valeur corrélée par exemple à la quantité de fillers calcaires présents dans le mélange (effet liant de fillers). La Figure 41 montre qu'une telle corrélation n'est pas manifeste, ce

qui indique incidemment que la quantité de fillers présents dans le ciment CEM II/B LL suffit largement à satisfaire les aluminates du clinker (effet liant des fillers), et que les fillers supplémentaires apportés n'ont qu'un effet volumique (remplissage) sur le système.

Une valeur moyenne unique du coefficient K = 76 a alors été retenue pour caractériser ce ciment. L'écart type est toutefois assez élevé. Il traduit la difficulté de caractériser ce paramètre avec les matériaux utilisés.

Tableau 22. Composition des mélanges pour le paramétrage du coefficient K

Réf	Masse (kg)				Volume (L)							Propriétés		
	BDR_r	L_r	E_r	Fa_r	bdr_r	l_r	fa_r	a_r	Σ	c_r	fc_r	Ftot	Rc28	K
F2	188	451	197	0	314	149	0	340	1000	103	47	126	2.13	77
F3	270	520	222	0	450	172	0	156	1000	118	54	145	145	69
F4	279	503	230	43	465	166	15.9	123	1000	115	52	184	5.1	80
P3	264	452	248	0	441	149	0	162	1000	103	47	127	2.7	63
P4	259	580	238	0	432	192	0	139	1000	132	69	162	6.1	84
P6	270	386	230	112	450	128	41.6	151	1000	88	40	221	2.6	69
P7	291	353	215	242	485	116	90	94	1000	80	37	341	3.9	52
A1	271	474	216	0	451	157	0	175	1000	108	49	133	3.8	77
A3	288	503	170	0	480	166	0	184	1000	115	52	141	5.2	82
A8	234	409	249	0	390	135	0	226	1000	93	42	115	2.1	74
A11	255	446	204	0	426	147	0	223	1000	102	46	125	3	75
Moyenne : 76														
Ecart-type : 7														

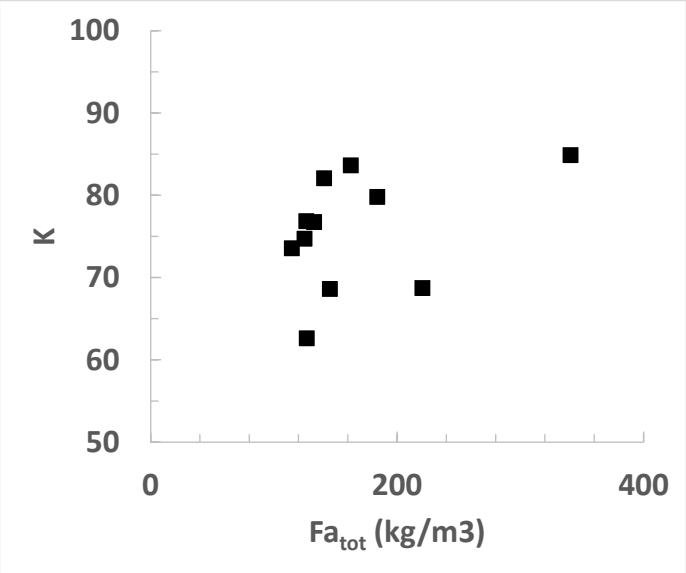


Figure 41. Valeur du coefficient K vs la quantité totale de fillers calcaires présente dans les mélanges (kg/m^3).

4.7 Validation

La dernière étape a consisté à appliquer la méthode de formulation à cinq plaques de bétons de balle de riz de dimensions 30 x 30 x 4 cm (plaques destinées à la mesure de la conductivité thermique). Le même squelette granulaire a été conservé (compacité 0,40). Les performances en compression à 28 jours visées étaient de 0,5, 1, 2, 4 et 8 MPa respectivement. Les mélanges ont été réalisés selon le même protocole que précédemment (voir § 4.4), en utilisant toutefois un malaxeur de plus grande capacité. Le mode de coulage a été fixé sur la base d'un remplissage du moule dès la fin du malaxage, et un compactage appuyé avec une petite dame. Quelques essais préliminaires ont montré que le volume d'air résiduel se situait alors aux alentours de 250 l/m3, valeur comparable à celle de l'air résiduel au terme de plusieurs mises en œuvre dans le moule de 1 litre (voir Figure 37 à Figure 39), mais toutefois supérieure à l'air contenu dans les éprouvettes 4 x 4 x16 cm (Tableau 22). Ce volume d'air a été gardé constant pour le calcul de tous les mélanges (différents rapports L/E), compte tenu des comportements observés précédemment (§ 4.5). Le Tableau 27 donne les dosages initiaux, en termes de masses et de volumes, ainsi que les dosages finaux (réels) au m^3 en tenant compte de l'air résiduel effectif (mesuré par pesée des moules 30 x 30 x 4 cm, Eq. 34). On notera que cet air ne diffère que de quelques dizaines de litres de l'air prévu, ce qui est finalement plutôt acceptable compte tenu de la difficulté de la maitrise de ce paramètre. Après démoulage à 48 heures (compte tenu des faibles résistances), les plaques ont ensuite été conservées 28 jours (durcissement) dans un conteneur hermétique. Après séchage à 45°C jusqu'à masse constante, leur masse volumique a été déterminée par pesée, et leur conductivité thermique a été mesurée (valeur non communiquées ici). Les deux dernières colonnes du Tableau 27 affichent la masse volumique réelle des plaques séchées et leur performance probable déduites de la relation de Féret (Eq. 35), en considérant le coefficient K=76. Là aussi, ces performances sont assez proches de celles visées. Les photos de la Figure 42 présentent l'aspect des plaques P1, P3 et P5.

Tableau 23. Composition des mélanges et propriétés de 5 bétons de balle de riz.

Réf	Rc28 visée	Formule de départ							Formule réalisé					MVR sec kg/m³	Rc28 réelle
		Masses (kg)			Volume (L)				Volume (L)						
		BDR	L	E	bdr	l	a	Σ	bdr_r	l_r	e_r	a_r	Σ		
P1	0,5	240	199	284	400	66	250	1000	412	67	293	228	1000	482	0.56
P2	1	240	277	258	400	92	250	1000	376	86	242	296	1000	524	0.82
P3	2	240	385	223	400	127	250	1000	384	122	213	281	1000	683	1.75
P4	4	240	532	175	400	175	250	1000	412	181	180	227	1000	875	4.53
P5	8	240	727	110	400	240	250	1000	412	247	114	227	1000	1014	9.1

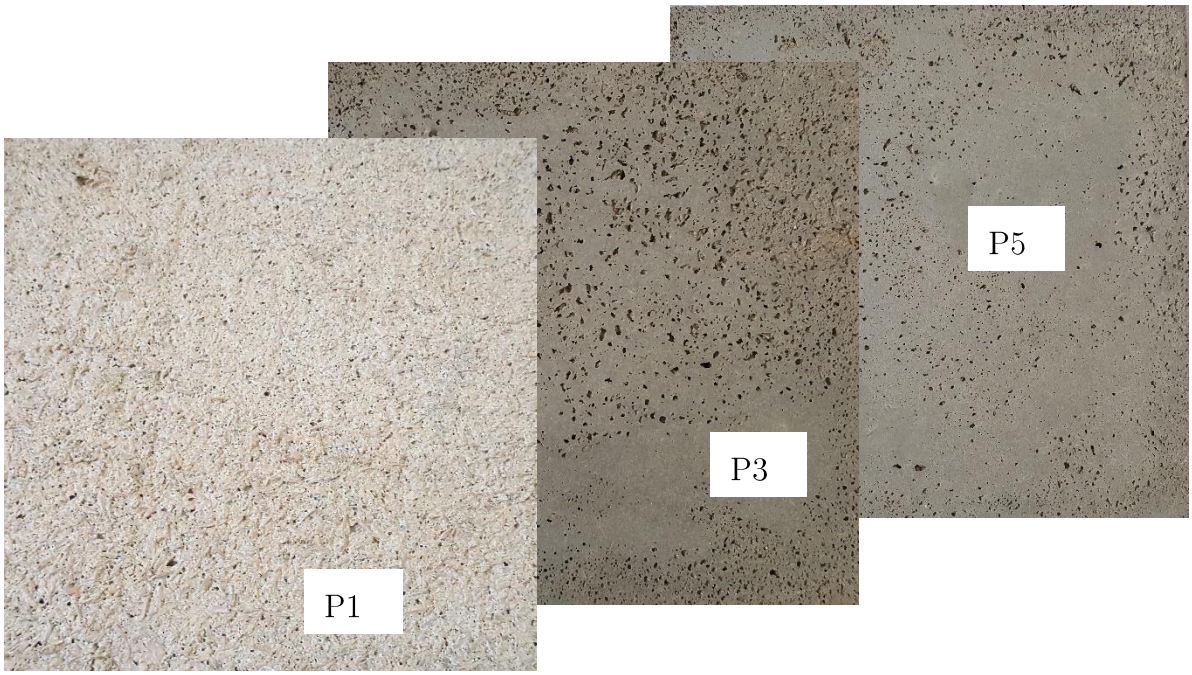


Figure 42. Aspect des plaques en bétons de balle de riz P1, P3 et P5.

Enfin, à titre prospectif, un béton de balle de riz a été formulé avec uniquement la fraction fine BDR3 la plus compacte, en considérant un niveau de serrage K=1.5 (voir § 4.2) plus faible que précédemment, pour tenir compte de la forme singulière des particules fines qui confère un caractère dilatant à la suspension lorsqu'elle est cisaillée (dans le malaxeur). La compacité du squelette granulaire, calculée avec le MEC, est alors de 0.5. En visant une résistance de 2 MPa à 28 jours et en considérant un volume d'air résiduel de 100 litres (compactage appuyé dans les moules 4x4x16 cm, particules plates), il faut alors 320 kg de ciment (CEMII/B-LL) et 295 kg d'eau efficace pour former les 500 litres de pâte de ce béton. La quantité d'eau totale est cependant de 588 kg, compte tenu de l'absorption d'eau de la balle de riz. La réalisation de ce béton n'a pas montré de difficulté particulière. Le volume d'air résiduel au terme de coulages est bien de 100 litres environ. A 28 jours, la résistance mécanique est de 1,8 MPa.

4.8 Conclusion

Ce chapitre a montré la difficulté de formuler rationnellement les bétons à base de granulats végétaux, en raison notamment de la difficulté de maitriser l'air piégé qu'ils conservent en leur sein. Dans le cas présent où des granulats de balle de riz sont utilisés, l'air résiduel va dépendre principalement de la durée du malaxage et de mode de mise en œuvre/coulage du béton, les quantités de ciment et d'eau efficace n'ayant a priori pas d'influence significative sur sa variabilité.

La méthode de formulation proposée consiste alors à mesurer ou à calculer la compacité du squelette végétal, qui dépend de la granularité et du mode de mise en œuvre (maniabilité) choisis. Il s'agit ensuite de formuler la pâte liante dont le volume correspond à la porosité intergranulaire. Cette pâte est constituée du liant, de l'eau efficace, des additions et adjuvants éventuels, et de l'air piégé. Des essais raisonnés doivent alors être réalisés avec les granulats utilisés pour quantifier l'air piégé résiduel, en faisant varier les dosages en liant et en eau, et le mode de malaxage et de mise en œuvre du béton. Un modèle (numérique, empirique) décrivant le volume d'air résiduel peut alors être établi. Les quantités de ciment et d'eau efficace sont alors déterminées pour atteindre les performances visées, sur la base de la loi de Féret, en recourant par exemple à un module d'optimisation numérique.

Cette démarche rationnelle apporte alors une réponse efficace au problème difficile de la formulation des composites à base de granulats végétaux.

CHAPITRE V

Comportement mécanique et thermique du béton de balle de riz

Sommaire

5.1 Propriétés mécaniques 93
5.2 Comportement mécanique 95
5.3 Influence du dosage en liant 97
5.4 Influence des conditions de cure 100
5.5 Mesure de la conductivité thermique 103
5.6 Comportement thermique des bétons de balles de riz 105
5.7 Conclusion 107

Ce chapitre présente le comportement mécanique et thermique des bétons de balle riz étudiés. Concernant les propriétés thermiques, nous nous sommes essentiellement limités à l'étude de la conductivité thermique (Lambda).

5.1 Propriétés mécaniques

Les propriétés étudiées pour la caractérisation du comportement mécanique sont la résistance à compression et la flexion 3 points. Les mesures sont réalisées sur des éprouvettes 4 x 4 x 16 cm^3 [215].

Les essais de flexion sont réalisés sur une presse cimentière 3R. Les demi-prismes obtenus sont rompus en compression sur une presse 3R plus précise de capacité 10 KN. La vitesse de chargement utilisée pour les essais est de 0,1 mm/s. Les dispositifs sont tous équipés d'un capteur de force et de déplacement (Figure 43).

Le module de Young des différentes formulations a été déterminé à travers un chargement monotone et à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte déformation à un niveau de déformation donnée (module tangent) (Figure 44). Niyigena [110] a en effet montré dans ses travaux que la méthode tangente est un cas particulier de la méthode flottante (pente à l'origine). Selon l'auteur la méthode cyclique (chargement cyclique) donne des valeurs plus faibles.

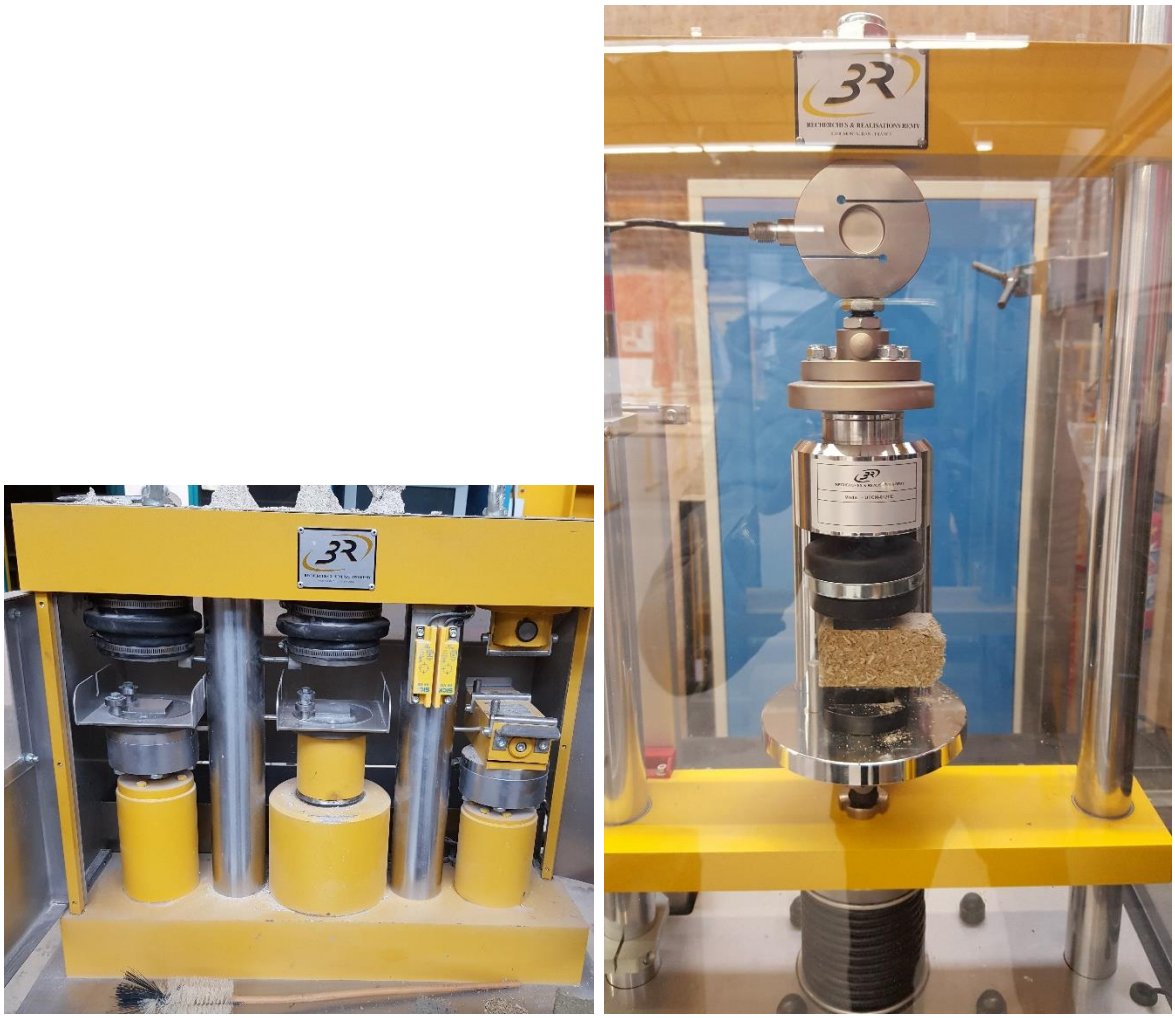


Figure 43. Dispositifs d'essais de flexion et de compression

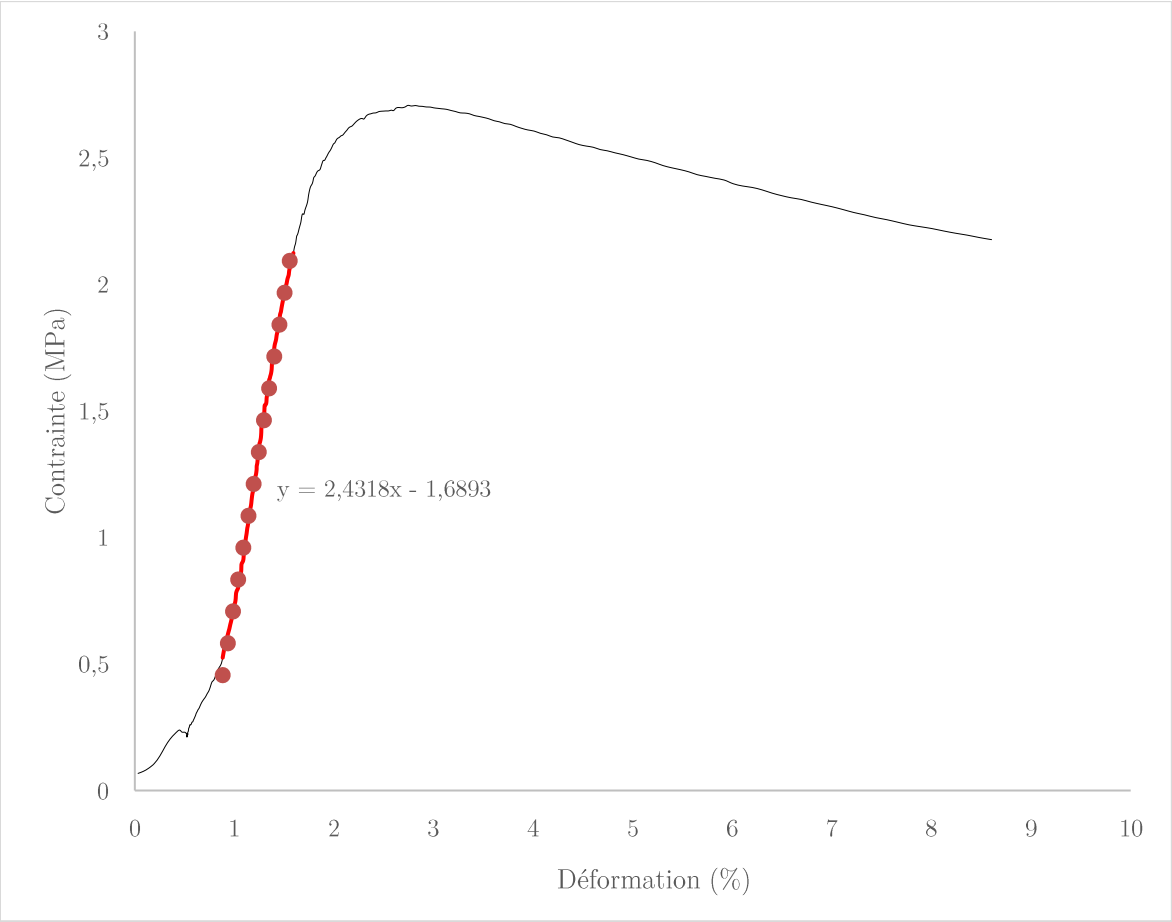


Figure 44. Détermination du module élastique.

5.2 Comportement mécanique

La Figure 45 montre l'évolution de la contrainte de compression en fonction de la déformation du béton de balle de riz. Le matériau présente globalement un comportement très ductile et il n'apparaît pas de rupture brutale sur la courbe contrainte–déformation. Nous pouvons identifier aisément sur la courbe quatre zones (I à IV).

La première zone n'est pas une zone en tant que telle mais plutôt une pré-zone. Le composite étant très poreux, on observe la fermeture des pores par le réarrangement du squelette granulaire.

La zone II se caractérise par une variation linéaire de la contrainte en fonction de la déformation. Les déformations enregistrées dans cette zone sont faibles, elle correspond au domaine élastique du matériau. Son étendue dépend assurément du dosage en liant. Plus la quantité de ciment est importante, plus le domaine élastique est large. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que le chargement est repris en grande majorité

par le liant au début de l'essai, en particulier pour les formulations avec un dosage en liant élevé [104].

Dans la zone III, on observe un comportement élastoplastique qui traduit très probablement un endommagement de la matrice et de l'interface granulats-matrice jusqu'à la rupture. Le rôle des fibres dans cette partie consiste principalement à limiter la progression de la macrofissure.

La zone IV est la zone de rupture du matériau qui se caractérise par la détérioration complète du liant et la reprise de l'effort par les granulats. On constate une grande déformation du matériau après le pic due à la compaction des granulats rendant ainsi le matériau plus dense (fermeture des porosités intergranulaires et éventuellement intragranulaires). Cette zone est la plus étendue et évolue jusqu'au broyage du matériau. En revanche le pic indiquant la contrainte maximale n'est pas observé pour les formulations à faibles dosages en liant (Figure 46). La zone correspondant à la compaction des particules se situe généralement au niveau des contraintes maximales. Cette absence de pic pourrait provenir du fait que, à faible teneur en liant, seule une couche mince de liant entoure le granulat et ne permet pas la reprise quasi-totale du chargement par le liant [7].

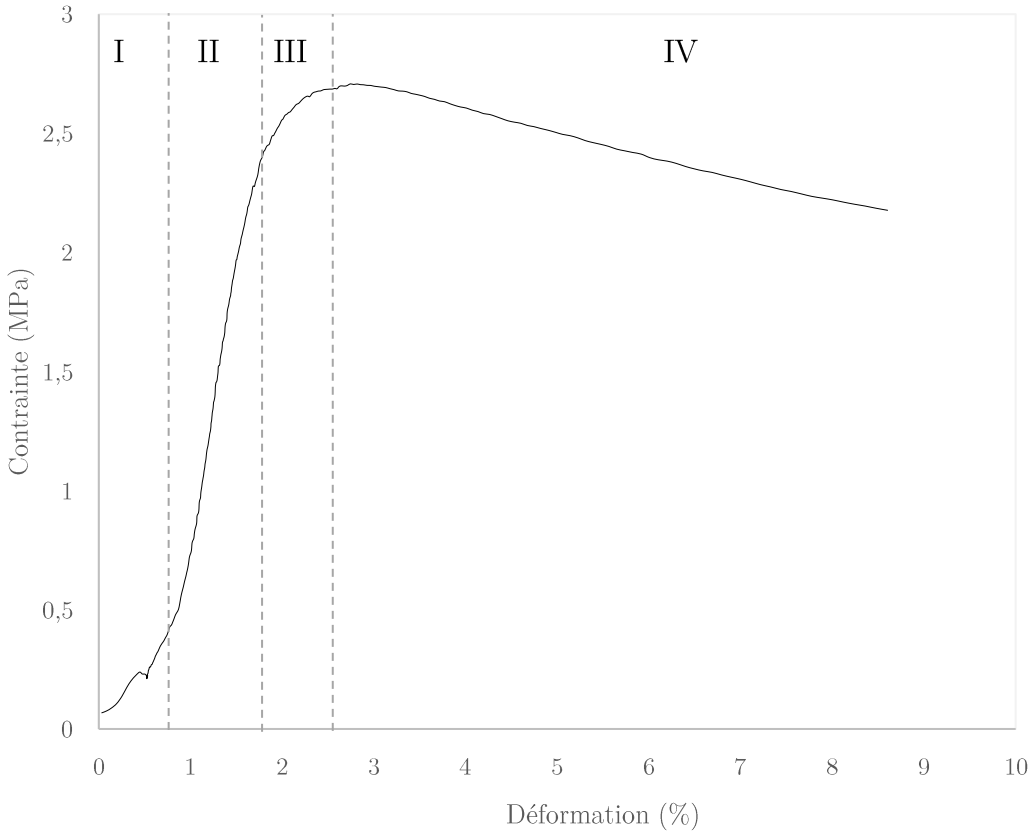


Figure 45. Comportement typique du béton de balle de riz en compression.

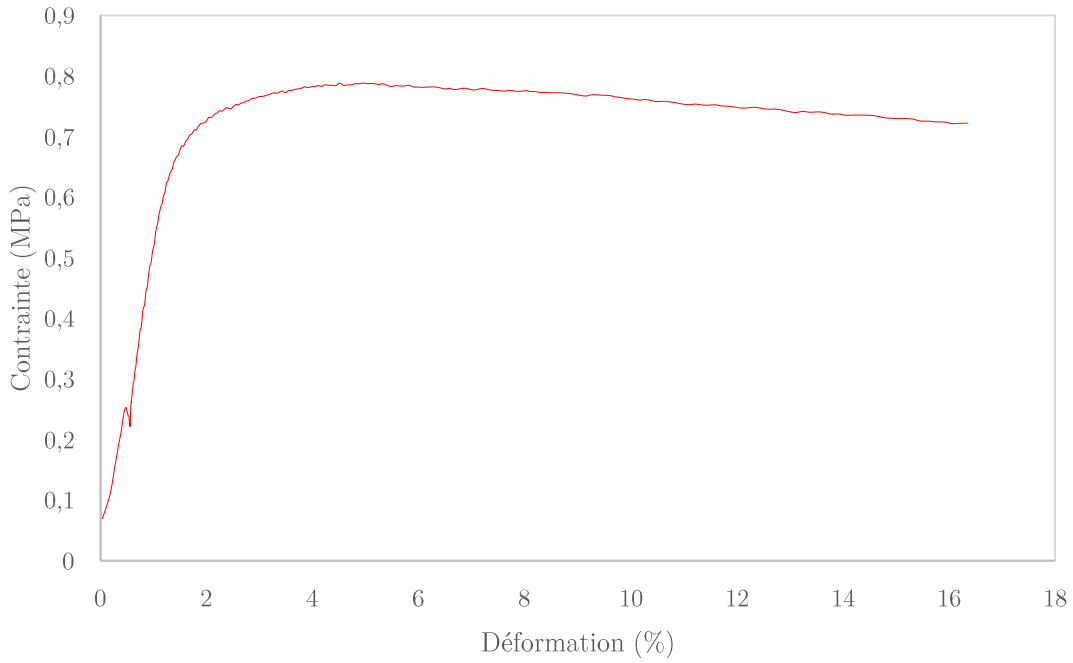


Figure 46. Comportement en compression du béton de balles de riz pour un faible dosage en liant.

5.3 Influence du dosage en liant

Dans la présente étude la teneur en balle de riz a été maintenue constante pour toutes les formulations (§ Chapitre IV Formulation du béton de balles de riz). Par conséquent les paramètres qui ont été modulés sont le ciment, l'eau, l'air et éventuellement les fillers, pour atteindre différents objectifs de résistance. La Figure 47 montre la résistance en compression croît avec la teneur en liant. Ce qui paraît trivial d'autant plus que seul le liant est responsable de la résistance de ce type de matériau. L'augmentation de la teneur en liant permet de créer en effet une coquille plus épaisse d'hydrates autour des granulats, et donc d'améliorer la résistance [105]. Les résistances en compression obtenues varient entre 0,56 MPa et 9,1 MPa.

Pour les formulations avec un faible dosage en liant, la déformabilité du matériau est extrêmement importante et l'on observe un palier ductile très étendu (Figure 47). Le matériau se comporte en effet comme un empilement de particules reliées entre elles par des « ponts » rigides de liant [138].

Pour un dosage moyen en liant la courbe est en forme de cloche ; le matériau est composé de particules entourées de couches plus ou moins épaisses d'hydrates. On observe alors que la déformabilité du matériau est moindre que dans le cas des

formulations à faible dosage en liant. En effet le matériau devient plus fragile lorsque le dosage en liant augmente.

La cloche devient plus prononcée lorsqu'on a un fort taux de liant ; les particules sont noyées dans la matrice liante qui est continue et détermine les propriétés mécaniques du matériau.

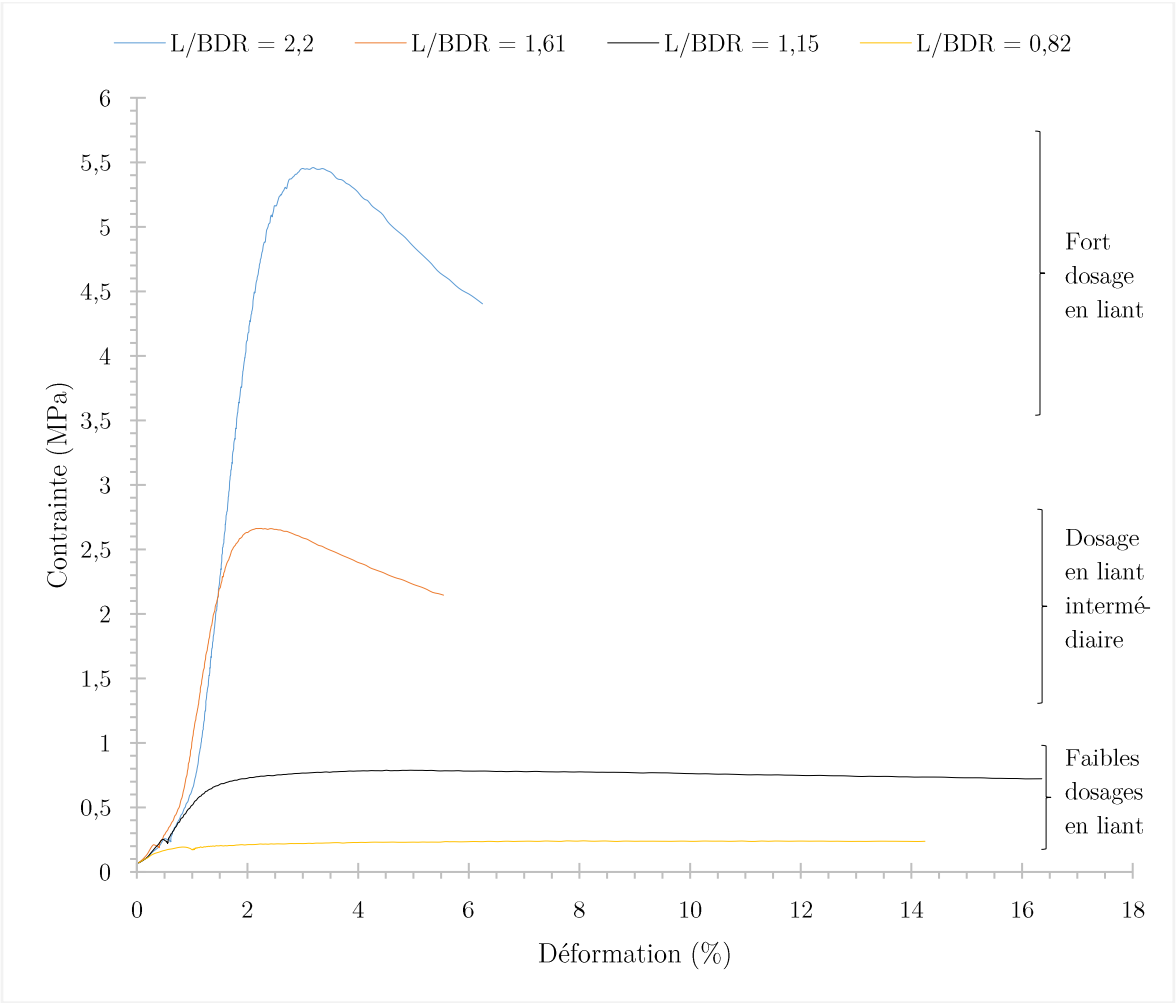


Figure 47. Influence du dosage en liant sur la résistance en compression du béton de balle de riz.

Par ailleurs, le module de Young des matériaux évolue avec la teneur en liant (Figure 48 et Figure 49). Les modules de Young oscillent entre 15,65 ± 0,97 MPa et 376,97 ± 2,73 MPa selon la teneur en liant.

Les propriétés du béton de balle de riz sont récapitulées dans le Tableau 24.

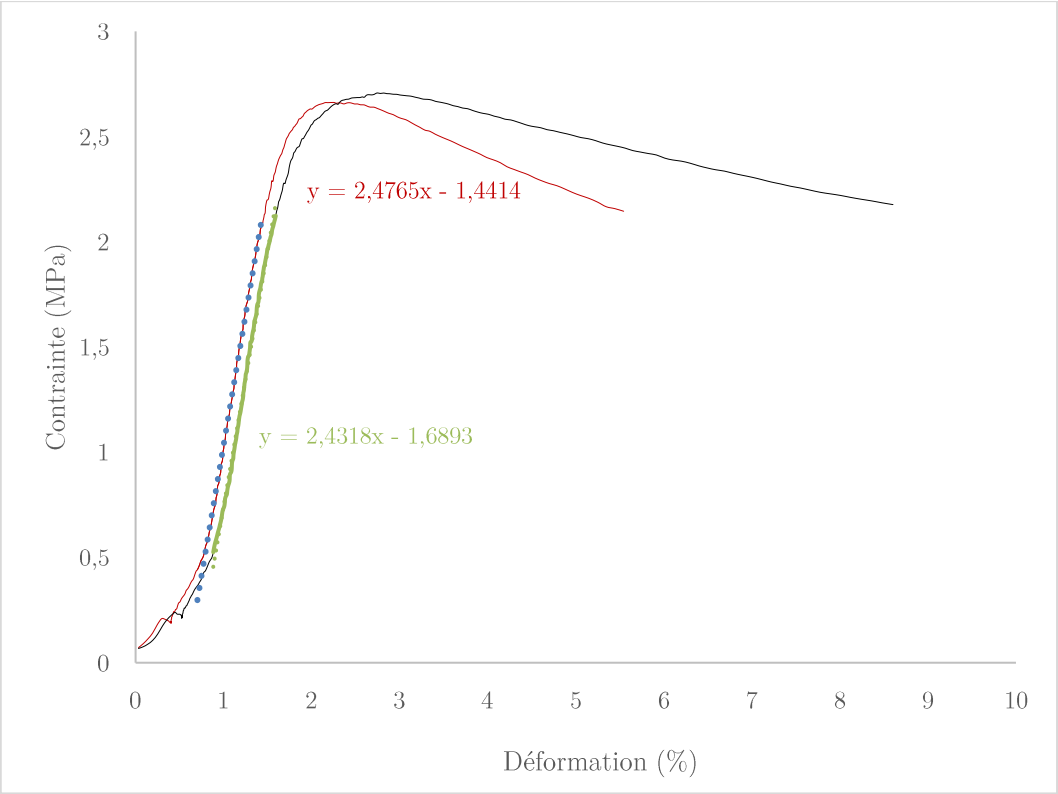


Figure 48. Détermination du module de Young de la formulation P3.

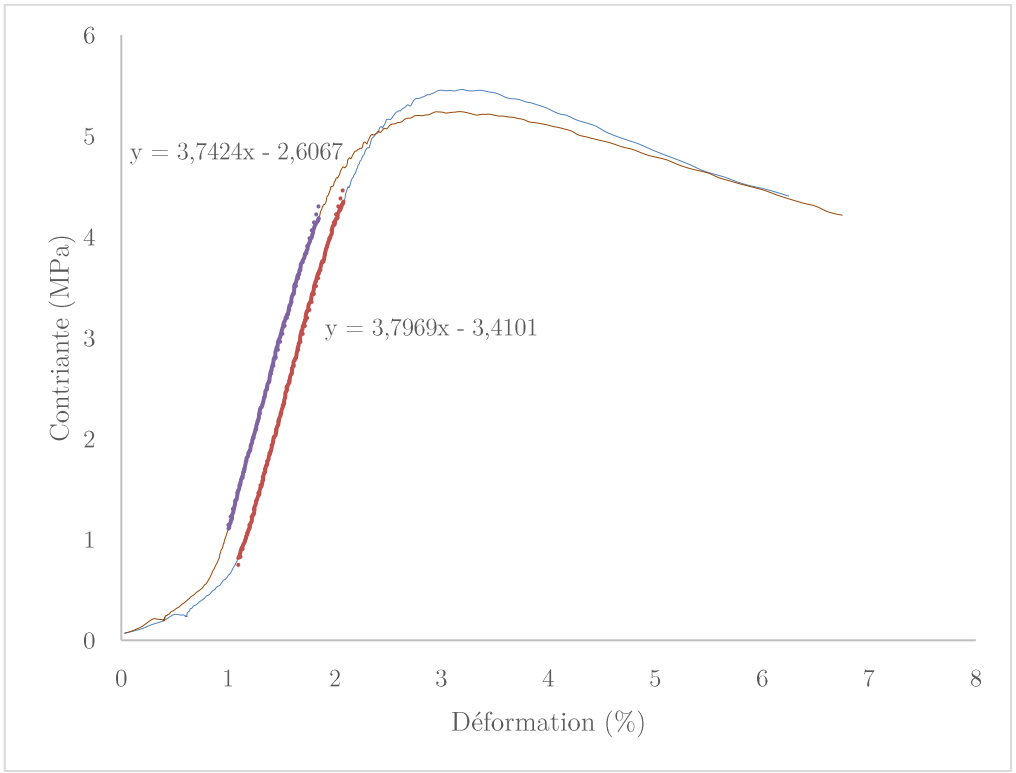


Figure 49. Détermination du module de Young de la formulation P4.

Tableau 24. Propriétés mécaniques du béton de balles de riz.

Réf.	L/BDR	MVR[7] (kg/m³)	Résistance en traction (MPa)	Résistance en compression (MPa)	Module de Young (MPa)	Application
P1	0,82	703	0,35 ± 0,01	0,56 ± 0,03	16 ± 0,97	Isolation
P2	1,15	758	0,63 ± 0,02	0,82 ± 0,03	50 ± 2,94	Isolation
P3	1,61	825	1 ± 0,02	1,75 ± 0,02	245 ± 2,24	Cloison
P4	2,28	1156	1,90 ± 0,00	4,53 ± 0,05	377 ± 2,73	Murs porteurs

L : liant ; BDR : balle de riz

5.4 Influence des conditions de cure

Afin d'étudier l'influence du mode de conservation des éprouvettes, de nouvelles formulations ont été réalisées (B1 à B4). Après démoulage à 24h, les nouvelles éprouvettes fabriquées ont subi trois types de conditions de cure et ce jusqu'au jour de l'écrasement :

1. Conditions de laboratoire où les éprouvettes ont été conservées dans un laboratoire (hr ≈ 50 % ; T ≈ 20°C).
2. Conditions endogènes (≈ 95 % HR) où les éprouvettes sont conservées dans un bac hermétique.
3. Conditions de dessiccation où les éprouvettes sont conservées dans une étuve à 45 °C.

Des essais de compression et de traction sont réalisés sur les différentes éprouvettes à 28 jours.

En premier lieu, on note une perte de masse plus marquée pour les éprouvettes conservées en conditions de dessiccation soit 35 % et une très faible variation de masse (moins de 2%) lorsque les éprouvettes sont conservées en conditions endogènes. La perte de masse est de l'ordre de 27% en conditions de labo (Figure 50).

Les résistances mécaniques des différentes formulations sont récapitulées dans le Tableau 25.

[7] Masse volumique réelle de l'éprouvette conservée en conditions endogènes (≈95% HR)

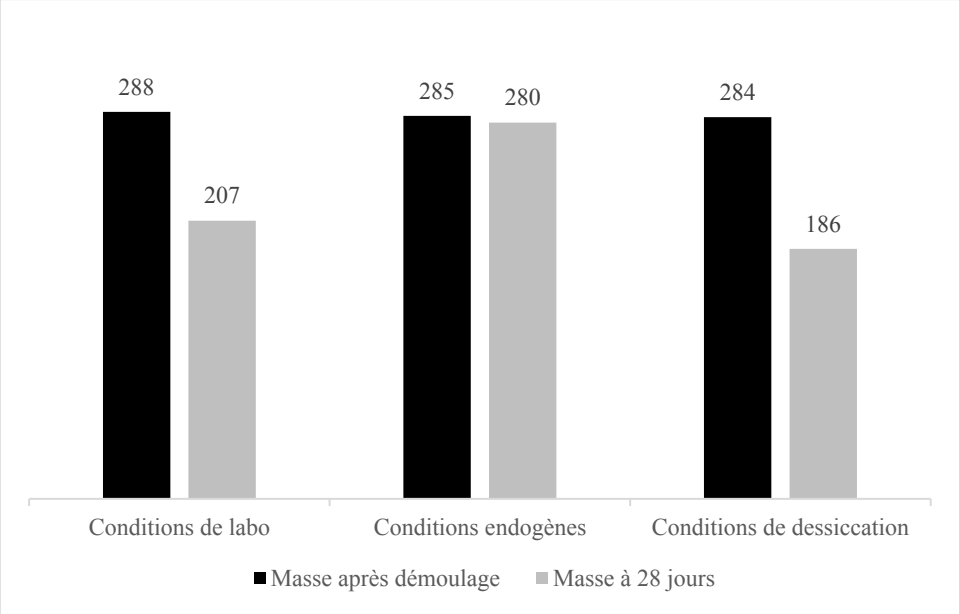


Figure 50. Variation de la masse en fonction du mode de conservation des éprouvettes B1**.**

Tableau 25. Comparaison des propriétés mécaniques selon les conditions de cure.

Réf.	L / BDR	E/L	Résistance en compression (MPa)			Résistance en traction (MPa)		
			Conditions de labo	Conditions endogènes	Conditions de dessiccation	Conditions de labo	Conditions endogènes	Conditions de dessiccation
B1	1,75	0,56	2,13	2,85	1,18	1,27	1,71	0,71
B2	1,75	0.46	2,34	2,96	1,60	1,07	1,75	0,87
B4	2,92	0.34	8,82	13,80	3,41	3,13	4,38	1,58
B5	2,29	0.43	4,84	8,23	4,08	2,56	3,42	1,67

L : liant ; E : eau efficace ; BDR : balle de riz.

Les résultats montrent que les résistances mécaniques sont plus élevées lorsque la cure s'effectue en conditions endogènes (≈95% HR) (Figure 51 et Figure 52). La conservation à l'étuve à 45 °C affectent fortement les propriétés mécaniques (jusqu'à 60% de baisse des résistances); elle est donc très préjudiciable pour les réactions d'hydratation. La baisse des résistances lorsque les éprouvettes sont conservées au labo à 20 °C et à environ 50 % de HR pourrait s'expliquer par le fait qu'il y a eu une évaporation rapide de l'eau nécessaire aux réactions d'hydratation.

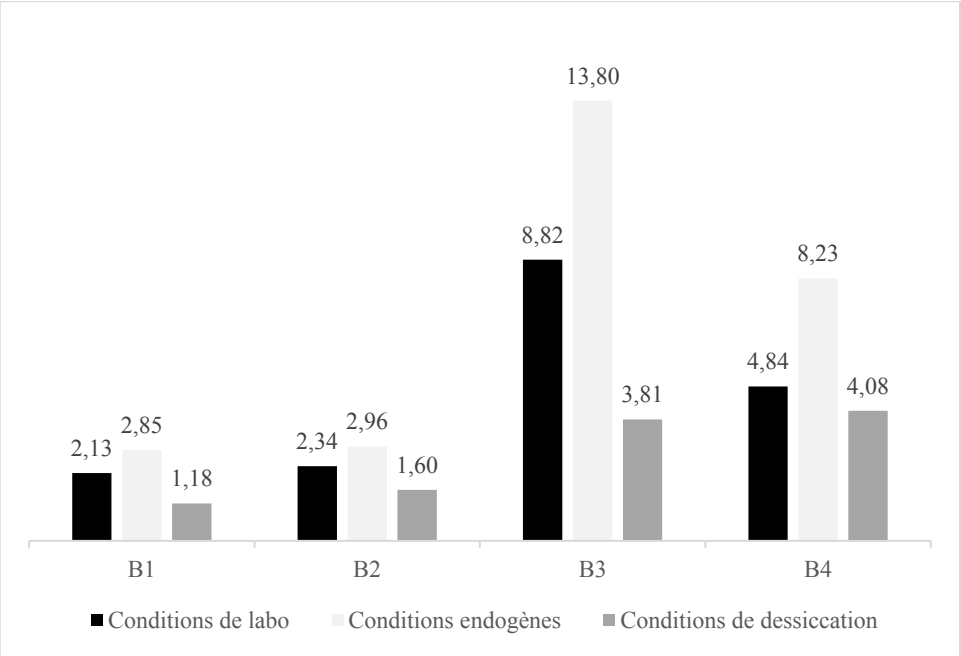


Figure 51. Comportement mécanique des bétons en compression en fonction du mode de conservation.

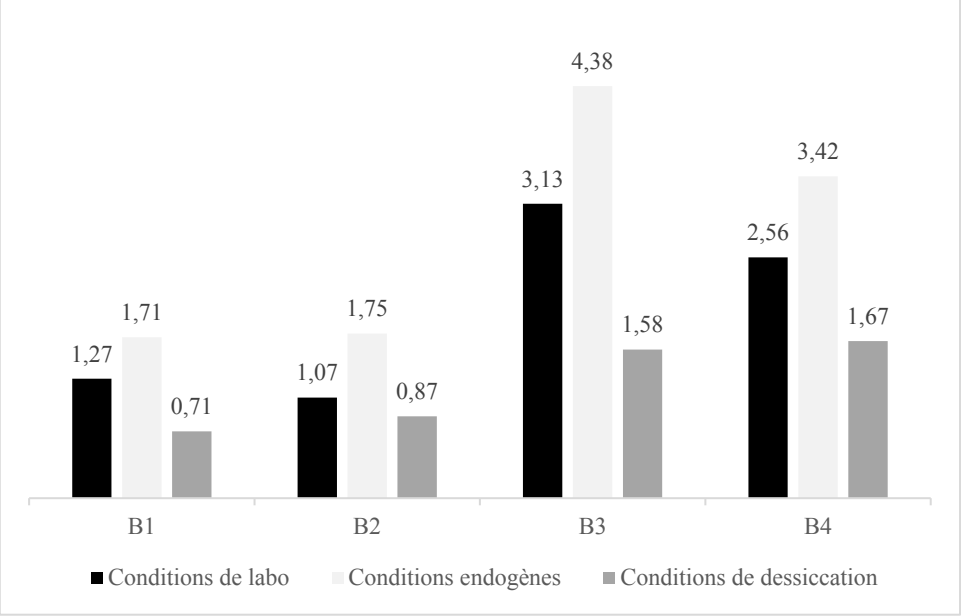


Figure 52. Comportement mécanique des bétons en traction en fonction du mode de conservation.

5.5 Mesure de la conductivité thermique

La méthode utilisée est la méthode fluxmétrique conformément à la norme EN 12667 [216]. Cette méthode fait partie des techniques de mesure de la conductivité thermique en régime transitoire. La méthode consiste à produire un gradient de température suivant l'épaisseur de l'échantillon à caractériser et d'en mesurer le flux de chaleur qui le traverse. La différence de chaleur entre les deux faces de l'échantillon est appliquée grâce à des thermo-éléments spécifiquement dimensionnés.

Le dispositif d'essai comprend un élément chaud, un élément froid, un ou deux fluxmètres et une ou deux éprouvettes selon la configuration (Figure 53). Le fluxmètre est un ensemble qui mesure la densité de flux thermique à travers l'éprouvette (ou les éprouvettes) par une différence de température générée par cette densité de flux thermique traversant l'éprouvette (ou les éprouvettes) et le fluxmètre lui-même.

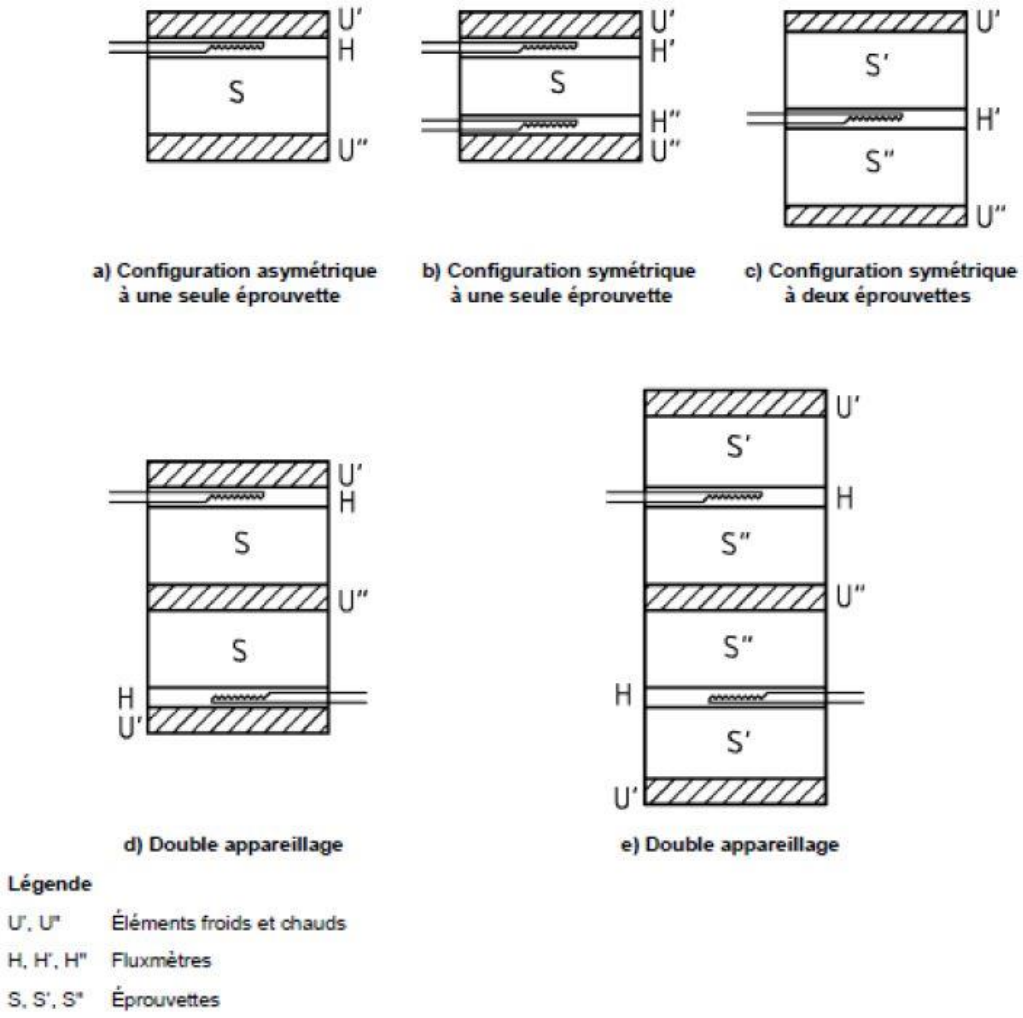


Figure 53. Présentations types des configurations d'appareils à fluxmètres.

Dans la pratique, chaque configuration présente des avantages particuliers. En ce qui concerne la configuration a), il est sans importance que le fluxmètre soit monté du côté chaud ou froid de l'appareil ; les erreurs dues aux pertes latérales sont comparables à celles de la plaque chaude gardée. Pour la configuration b), chaque fluxmètre indique un flux avec des erreurs de mesure comme dans la configuration a, mais les erreurs des deux fluxmètres sont de signe contraire et se compensent partiellement. La configuration b donne ainsi la possibilité de faire des mesures sur des éprouvettes plus épaisses que celles utilisées dans le cas d'un appareil à plaque chaude gardée. Elle a aussi l'avantage de s'approcher plus vite de la valeur moyenne de la densité de flux correspondant au régime établi, réduisant ainsi le temps de mesure.

Les plaques que nous avons utilisées pour la mesure de la conductivité thermique sont de dimensions 30 x 30 x 4 cm^3 et sont conservées dans un film plastique jusqu'à 28 jours puis séchées à l'étude à 45°C jusqu'à masse constante. Avant l'essai les plaques ont été porté à l'équilibre avec l'air du laboratoire dans le but d'éviter la migration d'humidité vers ou depuis la plaque durant l'essai.

La configuration asymétrique à une seule éprouvette a été utilisé dans cette étude (Figure 54). Les éléments chaud et froid sont l'eau maintenue à des températures constantes ; un chauffe-eau composé d'un thermostat a permis de maintenir le milieu chaud à 60°C. La température de l'eau du milieu froid est maintenue constante au moyen d'un système de renouvellement constant de l'eau.

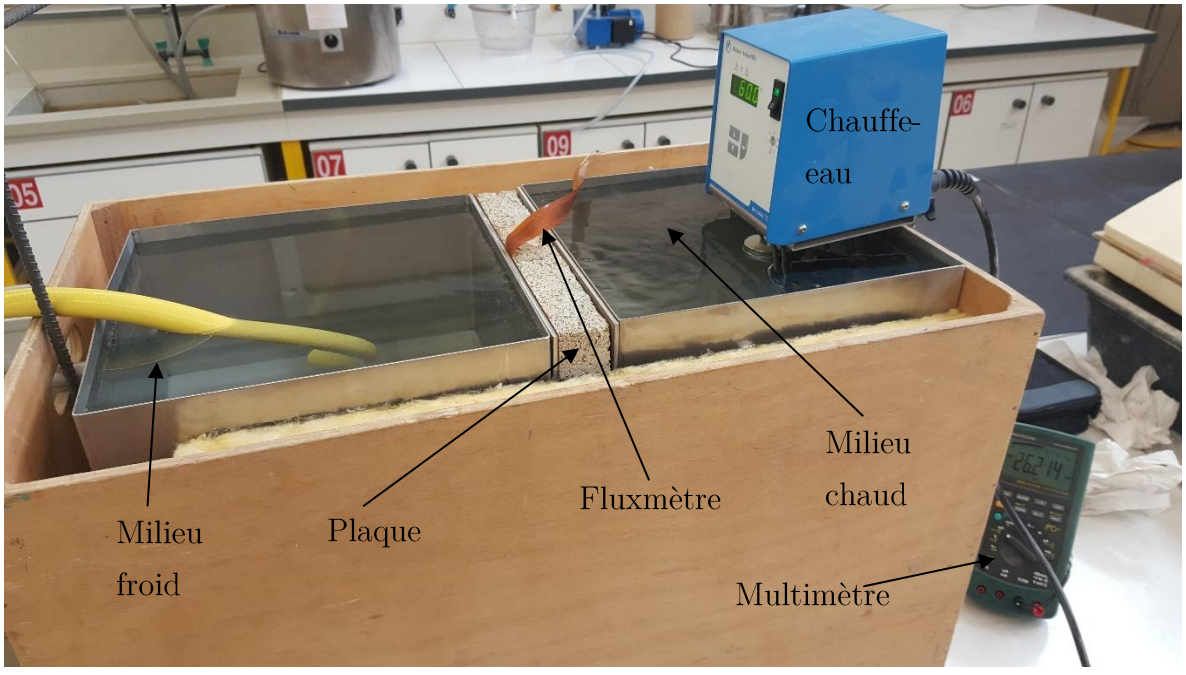


Figure 54. Dispositif de mesure du lambda

Le lambda est calculé à l'aide de l'équation 37.

$$\lambda = \frac{f \cdot e_h \cdot d}{T_1 - T_2} \tag{37}$$

Où :

f est le facteur d'étalonnage du fluxmètre ;

e_h est la tension sortie du fluxmètre ;

T_1 *et* T_2 les températures moyennes du côté chaud et du côté froid de la plaque ;

d est l'épaisseur moyenne de l'éprouvette.

5.6 Comportement thermique des bétons de balles de riz

La valeur moyenne de la conductivité thermique du béton de balle de riz varie en fonction du dosage en liant entre 0,070 W/(m.K) et 0,171 W/(m.K) (Tableau 26). Ces valeurs sont proches ou parfois équivalent celles des autres types d'agrobétons formulés avec des liants autres que le ciment [105], [153], [217]–[219]. Par contre les valeurs de lambda à l'état sec trouvées par Akkaoui [7] pour le béton de bois (ciment – copeaux) sont supérieures aux nôtres ; elles varient entre 0,14 (Ciment/Bois = 1,25) et 0,37 (Ciment/bois = 2,75).

On observe une augmentation de lambda avec la masse volumique, ce qui parait tout à fait normal étant donné que plus la masse volumique augmente, plus la porosité diminue. En effet, les pores avec de l'air immobile favorisent l'isolation. Notons de même que l'augmentation de la masse volumique est liée à l'augmentation de la quantité de liant utilisé qui est le matériau le plus conducteur dans le composite. Si le volume de ciment augmente, le volume d'air et/ou d'eau diminue, le volume de balle de riz étant maintenue constante.

L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et du dosage en ciment est linéaire (Figure 55 et Figure 56) ; ceci vient confirmer les résultats de certains auteurs qui se sont intéressés aux propriétés thermiques des agrobétons [20], [103], [131], [153], [218], [220]–[222].

Tableau 26. Conductivité thermique du béton de balle de riz

Référence	BDR_r (kg)	L_r (kg)	L_r/BDR_r	Masse volumique sèche (kg/m^3)	Conductivité thermique (W/m.K)
P1	247	203	0,82	482	0.070
P2	226	260	1,15	524	0.081
P3	230	370	1,61	683	0.109
P4	247	548	2,22	875	0.129
P5	247	748	3,03	1014	0.171

BDR_r : masse réelle de balle de riz ; L_r : masse réelle de liant.

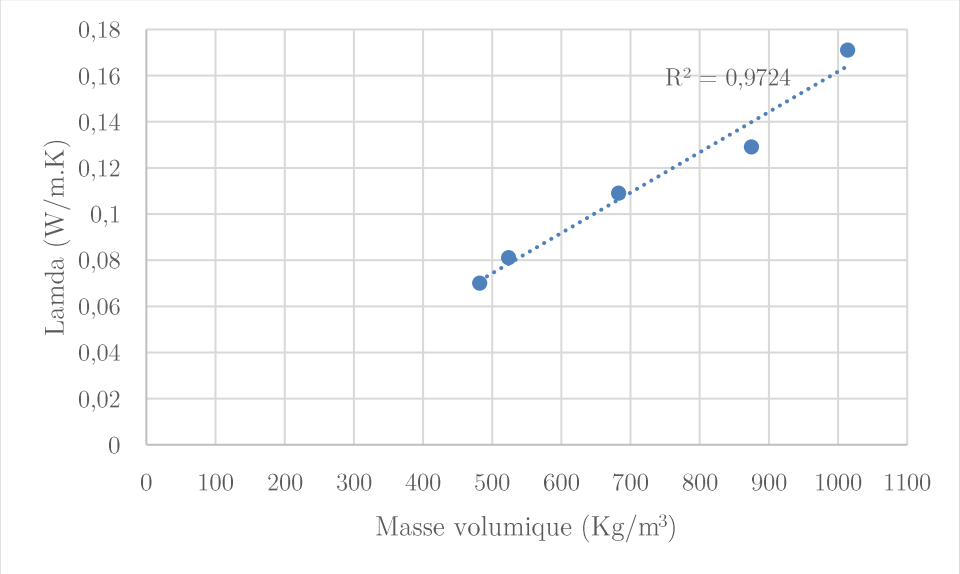


Figure 55. Évolution du lambda en fonction de la masse volumique.

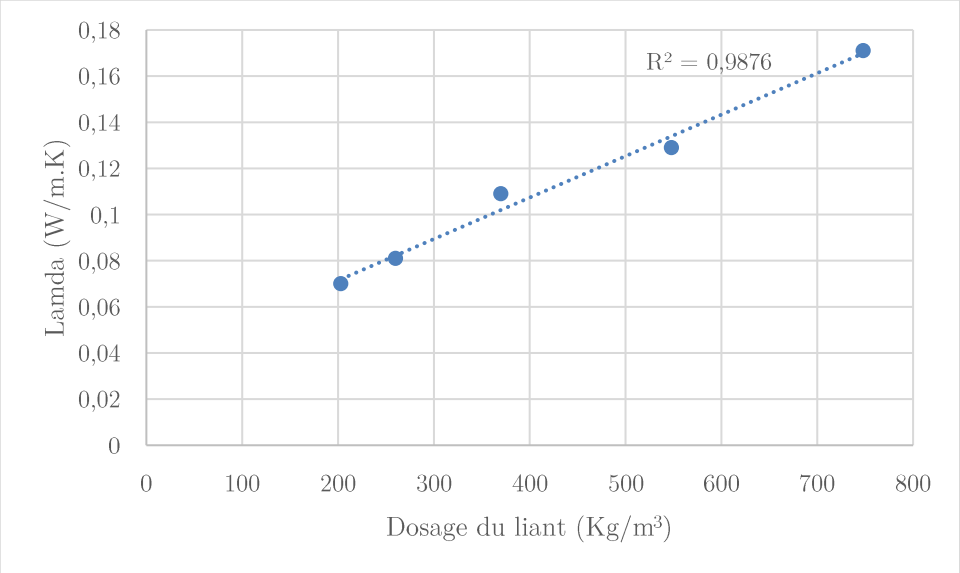


Figure 56. Évolution du lambda en fonction du dosage en liant.

5.7 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié le comportement mécanique et thermique du béton de balle de riz.

Le matériau présente globalement un comportement très ductile et il n'apparaît pas de rupture brutale sur la courbe contrainte–déformation. La courbe de comportement montre une phase quasi-linaire au début de la compression suivie d'un domaine plastique dont l'étendue dépend de la teneur en liant. Pour les formulations avec un faible dosage en liant, la déformabilité du matériau est extrêmement importante avec un palier ductile très étendu et le matériau se comporte en effet comme un empilement de particules reliées entre elles par des « ponts » rigides de liant. Lorsque la teneur en liant est élevée, les particules sont noyées dans la matrice liante qui est continue et détermine les propriétés mécaniques du matériau.

Les résistances en compression des bétons de balle de riz étudiés varient entre 0,56 MPa (L/BDR = 0,82) et 9,1 MPa (L/BDR = 3,02). Le module de Young évolue avec la teneur en liant et oscille entre 16 et 377 MPa.

Par ailleurs il a été constaté que le mode de conservation des éprouvettes influe beaucoup sur les résistances mécaniques du matériau. En effet une cure en condition de dessiccation peut faire chuter les résistances mécaniques jusqu'à 60%. Les meilleures résistances obtenues ont été observées sur les éprouvettes conservées à 95 % de HR.

En bref, les propriétés du béton de balle de riz sont comparables à celles des autres bétons végétaux à matrice cimentaire (Tableau 27).

La méthode utilisée pour la détermination du lambda des plaques en béton de balles de riz est la méthode fluxmétrique. La valeur moyenne de la conductivité thermique du béton de balle de riz varie en fonction du dosage en liant entre 0,070 W/(m.K) et 0,171 W/(m.K). Les bétons de balle de riz constituent donc une très bonne alternative à des systèmes plus conventionnels en termes d'isolation thermique.

L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et du dosage en ciment est linéaire.

Tableau 27. Comparaison des propriétés mécaniques du béton de balle de riz aux autres types bétons végétaux.

Matériau	Densité (kg/m^3)	Résistance en compression (MPa)	Résistance en traction (MPa)	Module de Young (MPa)
Notre béton de balle de riz	703 -1450	0,56 – 9,1	0,35 – 3,27	16 – 1300
Béton de betterave **[84]**	800	1,4 –2,1	0,1 – 0,2	-
Béton d'anas de lin*[**44**]	730	5,24	1,71	-
Béton de bois [7]	468 – 896	0,82 – 6,87	-	324 – 1922
Béton de balle de riz **[160]**	978 – 1359	1,32 – 4,75	0,59 – 2,85	-
Béton de balle de riz **[149]**	1080 – 1580	3,83 – 15,63	3,65 – 12,25	

*Granulats ayant subi de traitement

Dans ce chapitre, nous avons analysé le comportement thermique du béton de balle de riz par la détermination du lambda.

Conclusion et perspectives

L'objectif de cette thèse était l'étude de la formulation et des propriétés mécaniques et thermiques du béton à base de balles de riz.

Dans un premier temps nous avons étudié les caractéristiques physiques, chimiques et thermiques de la balle de riz utilisée. La balle de riz étudiée a une forme allongée avec une épaisseur moyenne de 2,1 mm et une longueur moyenne de 9,1 mm. Des images de la Microscopie Electronique à Balayage de la surface externe et interne de balle de riz étudiée, on a observé une dissemblance d'aspect de surface externe des balles de riz des autres granulats végétaux. Elle est caractérisée par une morphologie sous forme de rangées de protrusions coniques séparées par des sillons linéaires. L'épiderme externe est très riche en silice amorphe. Les résultats chimiques ont montré que le taux d'extractibles des balles de riz est quasi nul contrairement à d'autres granulats végétaux tels que le chanvre, le bois, les coques de palmistes, etc. On a constaté aussi que le produit étudié présente bien un fort taux de silice raison pour laquelle il est utilisé comme ajout pouzzolanique dans le béton. Il ressort des essais de prise que la balle de riz n'a pas d'effet inhibiteur sur la prise du ciment. La conductivité thermique de la balle de riz varie entre 0,062 et 0,079 W/(m.K) et évolue avec la masse volumique.

Une méthode de formulation plus rationnelle a été ensuite proposée pour la formulation des bétons de granulats végétaux. Elle consiste à mesurer ou à calculer la compacité du squelette végétal, qui dépend de la granularité et du mode de mise en œuvre (maniabilité) choisis. Il s'agit ensuite de formuler la pâte liante dont le volume correspond à la porosité intergranulaire. Cette pâte est constituée du liant, de l'eau efficace, des additions et adjuvants éventuels, et de l'air piégé. Des essais raisonnés doivent ont été réalisés avec les granulats utilisés pour quantifier l'air piégé résiduel, en faisant varier les dosages en liant et en eau, et le mode de malaxage et de mise en œuvre du béton. Un modèle (numérique, empirique) décrivant le volume d'air résiduel est alors établi. Les quantités de ciment et d'eau efficace sont alors déterminées pour atteindre les performances visées, sur la base de la loi de Féret, en recourant par exemple à un module d'optimisation numérique.

Quant aux propriétés mécaniques, le matériau a présenté globalement un comportement très ductile. La courbe de comportement a montré une phase quasi-linaire au début de la compression suivie d'un domaine plastique dont l'étendue dépend de la teneur en liant. Pour les formulations avec un faible dosage en liant, la déformabilité du matériau est extrêmement importante avec un palier ductile très étendu et le matériau se comporte en effet comme un empilement de particule reliées entre par des « ponts » rigides de liant. Lorsque la teneur en liant est élevée, les particules sont noyées dans la matrice liante qui est continue et détermine les propriétés mécaniques du matériau. Les résistances en compression des bétons de balle de riz varient entre 0,56 MPa (L/BDR = 0,82) et 9,1 MPa (L/BDR = 3,02). Le module de Young évolue avec la teneur en liant et se situe entre 16 et 377 MPa.
Par ailleurs il a été constaté que le mode de conservation des éprouvettes influe bigrement sur les résistances mécaniques du matériau. En effet une cure en condition de dessiccation peut faire chuter les résistances mécaniques jusqu'à 60%. Les meilleures résistances obtenues ont été observées sur les éprouvettes conservées à 95 % de HR.
Enfin, la méthode fluxmétrique a été utilisée pour la détermination de la conductivité thermique. La valeur moyenne du lambda du béton de balle de riz varie en fonction du dosage en liant entre 0,070 W/(m.K) et 0,171 W/(m.K). Les bétons de balle de riz constituent donc une très bonne alternative à des systèmes plus conventionnels en termes d'isolation thermique. L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et du dosage en ciment est linéaire.
Les travaux effectués dans cette thèse ouvrent de nombreuses perspectives :

- l'étude de la durabilité du béton de balle riz tels que sa résistance aux variations de température et d'humidité, aux attaques de sulfate ou de chlorure et sa résistance aux risques fongiques et aux insectes ;
- l'étude des performances hygrothermiques en faisant une simulation numérique.

Références bibliographiques

[1] Nations Unies, « Sommet de la Terre », Rio de Janeiro, 1992.

[2] S. Bin et L. Jun, « Building Energy Effeciency Polisies in China », *Global Buildings Performance Network*, p. 2012.

[3] Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC), « Special Report on Emissions Scenarios », *Cambridge University Press*, 2000.

[4] L. Price, « Sectoral Trends in Global Energy Use and GHG Emissions », p. 76, 2006.

[5] R. Frías, « Study of hydrated phases present in a MK–lime system cured at 60°C and 60 months of reaction », *Cement Concrete Research*, n° 36, p. 827-831, 2006.

[6] U. V. Diana et N. Aleksandra, « Potentials and cost of carbon dioxide mitigation in the word's buildings », *Energy Policy*, vol. 36, p. 642-661, 2008.

[7] A. Akkaoui, « Bétons de granulats de bois : Étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-hydro-mécaniques par des approches multi-échelles », Thèse de Doctorat, Université Paris-Est, 2014.

[8] CTB Bénin, « Inclusion de l'environnement dans les projets de la CTB Bénin », 2013.

[9] USDA, « Grain and feed annual », 2017.

[10] C. Meirhaeghe, « Étude de gisement accessible de fibres végétales à usage matériaux en France », Technical report, Fibres Recherche Développement (FRD), 2011.

[11] L. Arnaud et E. Gourlay, « Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 28, n° 1, p. 50-56, 2012.

[12] M. Chabannes, « Formulation et étude des propriétés mécaniques d'agrobétons légers isolants à base de balles de riz et de chènevotte pour l'éco-construction », Thèse de Doctorat, École des Mines d'Alès, 2015.

[13] V. Nozahic, « Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant / végétal : application à des granulats de chènevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce / chaux », Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal-Clermont II, 2012.

[14] « Fibres et renforts végétaux - Solutions matériaux », Fibres Recherches Développement.

[15] C. Baley, « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites », *Techniques de l'ingénieur Matériaux composites : présentation et renforts*, vol. base documentaire : TIB142DUO., n° ref. article : am5130, 2013.

[16] M. I. N. Morsy, « Propriétés of rice straw cimentious composite », Thèse de Doctorat, Technische Universität, 2011.

[17] M. M. Khenfer, « Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et plâtres renforcés de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat, 1990.

[18] H. S. Ramaswamy, B. M. Ahuja, et S. Krishnamoorthy, « Behaviour of concrete reinforced with jute, coir and bamboo fibres », *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 5, n° 1, p. 3-13, 1983.

[19] H. Savastano et V. Agopyan, « Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites », *Cement and concrete composites*, vol. 21, n° 1, p. 49–57, 1999.

[20] C. Magniont, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources », Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2010.

[21] S. Djebali, « Caractérisation des éléments de structures en béton de fibres métalliques. », Thèse de Doctorat, Université Mouloud Maameri de Tizi Ouzou, 2013.

[22] C. Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur, 2005.

[23] C. Baley, « Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, n° 7, p. 939–948, 2002.

[24] J. W. S. Hearle, « The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers », *Journal of applied polymer science*, vol. 7, n° 4, p. 1207–1223, 1963.

[25] A. K. Bledzki et J. Gassan, « Composites reinforced with cellulose based fibres », *Progress in Polymer Science*, vol. 24, n° 2, p. 221-274, 1999.

[26] S. K. Batra, « Other long vegetable fibers », in *Handbook of Fiber Chemistry, Third Edition*, CRC Press, 2006.

[27] H. H. Wang, J. G. Drummond, S. M. Reath, K. Hunt, et P. A. Watson, « An improved fibril angle measurement method for wood fibres », *Wood Science and Technology*, vol. 34, n° 6, p. 493–503, 2001.

[28] P. S. Mukherjee et K. G. Satyanarayana, « Structure and properties of some vegetable fibres », *Journal of Materials Science*, vol. 21, n° 1, p. 51–56, 1986.

[29] E. T. N. Bisanda et M. P. Ansell, « Properties of sisal-CNSL composites », *Journal of Materials Science*, vol. 27, n° 6, p. 1690–1700, 1992.

[30] P. J. Roe et M. P. Ansell, « Jute-reinforced polyester composites », *Journal of Materials Science*, vol. 20, n° 11, p. 4015–4020, 1985.

[31] P. Poza, J. Perez-Rigueiro, M. Elices, et J. Llorca, « Fractographic analysis of silkworm and spider silk », *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 69, n° 9, p. 1035–1048, 2002.

[32] W. Nultsch, *Botanique générale*. De Boeck Supérieur, 1998.

[33] V. Jean, *Structure et développement de la plante. Morphogenèse et biologie de la reproduction des Angiospermes*. Paris: Dunod, 1999.

[34] AFNOR, « Norme NF EN 197-1 Ciment—Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants », *AFNOR*, 2001.

[35] J. Abdo, « Ciments », *Techniques de l'ingénieur. Construction*, n° C920, 2008.

[36] J. Chamoin, « Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation », Thèse de Doctorat, INSA Rennes, 2013.

[37] D. Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite », Thèse de Doctorat, Université de Limoges. Faculté des sciences et techniques, 2007.

[38] D. Sedan, C. Pagnoux, A. Smith, et T. Chotard, « Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, n° 1, p. 183-192, 2008.

[39] P. Glé, E. Gourdon, et L. Arnaud, « Acoustical properties of materials made of vegetable particles with several of porosity », *Applied Acoustics*, vol. 72, n° 5, p. 249-259, 2011.

[40] P. Glé, « Acoustique des Matériaux du Bâtiment à base de Fibres et Particules Végétales - Outils de Caractérisation, Modélisation et Optimisation », Thèse de Doctorat, École Nationale des Travaux Publics de l'État, 2013.

[41] N. Ševulová, E. Terpáková, J. Čigášová, J. Junák, et L. Kidalová, « Chemically Treated Hemp Shives as a Suitable Organic Filler for Lightweight Composites Preparing », *Procedia Engineering*, vol. 42, p. 948-954, 2012.

[42] M. Khazma, A. Goullieux, R. M. Dheilly, B. Laidoudi, et M. Queneudec, « Impact of aggregate coating with a PEC elastomer on properties of lightweight flax shive concrete », *Industrial Crops and Products*, vol. 33, n° 1, p. 49–56, 2011.

[43] M. Khazma, A. Goullieux, R.-M. Dheilly, et M. Quéneudec, « Coating of a lignocellulosic aggregate with pectin/polyethylenimin mixtures: Effects on flax shive and cement-shive composite properties », *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, n° 2, p. 223–230, 2012.

[44] M. Khazma, A. Goullieux, R.-M. Dheilly, A. Rougier, et M. Quéneudec, « Optimization of flax shive-cementitious composites: Impact of different aggregate treatments using linseed oil », *Industrial Crops and Products*, vol. 61, p. 442–452, 2014.

[45] E. Aamr-Daya, T. Langlet, A. Benazzouk, et M. Quéneudec, « Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties », *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, n° 10, p. 957–963, 2008.

[46] É. Mougel, « Mise au point d'un composite ciment-bois dont les variations dimensionnelles vis-à-vis des variations d'humidité sont contrôlées », Thèse de Doctorat, Université de Nancy 1, 1992.

[47] A. L. Beraldo, « Généralisation et optimisation de la fabrication d'un composite biomasse végétale-ciment à variations dimensionnelles limitées vis à vis des variations d'humidités », Thèse de Doctorat, Université de Nancy 1, 1994.

[48] A. Bouguerra, « Contribution à l'étude d'un procédé de valorisation de déchets argileux: comportement hygrothermique des matériaux élaborés », Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1997.

[49] A. Ledhem, « Contribution à l'étude d'un béton de bois mise au point d'un procédé de minimisation des variations dimensionnelles d'un composite argile-ciment-bois », Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1997.

[50] K. Al Rim, A. Ledhem, O. Douzane, R. M. Dheilly, et M. Queneudec, « Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites », *Cement and Concrete Composites*, vol. 21, n° 4, p. 269–276, 1999.

[51] M. L. Benmalek, A. Bouguerra, A. Ledhem, R. M. Dheilly, et M. Queneudec, « Caractéristiques de bétons légers à base de résidus d'exploitation de carrières et de bois », *Can. J. Civ. Eng.*, vol. 26, n° 3, p. 374-377, 1999.

[52] M. L. Benmalek, H. Houari, A. Bali, et M. Quéneudec, « Comportement d'un composite fine minérale-ciment-bois élaboré à l'aide de déchets industriels solides », *Sciences & Technologie A*, n° 13, p. 65–72, 2000.

[53] D. C. Stahl, G. Skoraczewski, P. Arena, et B. Stempski, « Lightweight concrete masonry with recycled wood aggregate », *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 14, n° 2, p. 116–121, 2002.

[54] K. Semple, R. B. Cunnigham, et P. D. Evans, « The suiatability of five Western Australian mallee eucalypt species for wood-cement compposites », *Industrial Crops and Products*, vol. 16, p. 89-100, 2002.

[55] A. Govin, « Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-ciment. Modification de l'hydratation du ciment par le bois », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2004.

[56] P. Coatanlem, R. Jauberthie, et F. Rendell, « Lightweight wood chipping concrete durability », *Construction and building Materials*, vol. 20, n° 9, p. 776–781, 2006.

[57] M. Bederina, L. Marmoret, K. Mezreb, M. M. Khenfer, A. Bali, et M. Quéneudec, « Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: experimental study and modelling », *Construction and Building Materials*, vol. 21, n° 3, p. 662–668, 2007.

[58] M. Bederina, B. Laidoudi, A. Goullieux, M. M. Khenfer, A. Bali, et M. Quéneudec, « Effect of the treatment of wood shavings on the physico-mechanical characteristics of wood sand concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 23, n° 3, p. 1311–1315, 2009.

[59] M. Bederina, T. Bouziani, M. Khenfer, et M. Quéneudec, « Absorption de l'eau et son effet sur la durabilité des bétons de sable allégés par ajout de copeaux de bois », *MATEC Web of Conferences*, vol. 2, p. 01006, 2012.

[60] M. Bederina, M. Gotteicha, B. Belhadj, R. M. Dheily, M. M. Khenfer, et M. Queneudec, « Drying shrinkage studies of wood sand concrete–effect of different wood treatments », *Construction and Building Materials*, vol. 36, p. 1066–1075, 2012.

[61] A. D. Tchehouali *et al.*, « Wood-cement composites using suitable mix of sawdust and fibres from veins of palm tree leaves », *African Journal of Environmental Science and Technology*, vol. 8, n° 10, p. 550-557, 2014.

[62] S. Tamba, L. M. Voumbo, A. Wereme, S. Gaye, et G. Sissoko, « Durabilité des bétons légers à base de copeaux de bois », *Journal des sciences*, vol. 7, p. 67–72, 2007.

[63] M. Merzoud, B. Redjel, et M. F. Habita, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite cimentaire à base de diss "Ampelodesma Mauritanica" », *Journal des Sciences Pour l'Ingénieur*, vol. 9, n° 1, p. 86–94, 2008.

[64] M. Merzoud, M. Habita, et A. Gouasmia, « Influence d'un traitement hydrothermique sur les caractéristiques physico-mécaniques de composites cimentaires à base de diss », présenté à 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran, Algérie, 2009.

[65] S. Fertikh, M. Merzoud, M. Habita, A. Benazzouk, et others, « Comportement mécanique et hydrique des composites à matrice cimentaire et argileuse à base de diss «Ampelodesma mauritanica» », 2011.

[66] A. Sellami, M. Merzoud, et S. Amziane, « Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers », *Construction and Building Materials*, vol. 47, p. 1117-1124, 2013.

[67] M. Ali, A. Liu, H. Sou, et N. Chouw, « Mechanical and dynamic properties of coconut fibre reinforced concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 30, p. 814–825, 2012.

[68] M. Ramli, W. H. Kwan, et N. F. Abas, « Strength and durability of coconut-fiber-reinforced concrete in aggressive environments », *Construction and Building Materials*, vol. 38, p. 554–566, 2013.

[69] X. Zhou, S. H. Ghaffar, W. Dong, O. Oladiran, et M. Fan, « Fracture and impact properties of short discrete jute fibre-reinforced cementitious composites », *Materials & Design*, vol. 49, p. 35-47, 2013.

[70] M. A. Mansur et M. A. Aziz, « A study of jute fibre reinforced cement composites », *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 4, n° 2, p. 75–82, 1982.

[71] S. K. Al-Oraimi et A. C. Seibi, « Mechanical characterisation and impact behaviour of concrete reinforced with natural fibres », *Composite Structures*, vol. 32, n° 1-4, p. 165–171, 1995.

[72] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. M. Khenfer, et M. Chabannet, « Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate », *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, n° 5, p. 554–564, 2005.

[73] B. Taallah, A. Guettala, et A. Kriker, « Effet de la teneur en fibres de palmier dattier et de la contrainte de compactage sur les propriétés des blocs de terre comprimée », *Courrier du Savoir*, vol. 18, n° 0, 2014.

[74] E. Boghossian et L. D. Wegner, « Use of flax fibres to reduce plastic shrinkage cracking in concrete », *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, n° 10, p. 929–937, 2008.

[75] D. Snoeck et N. De Belie, « Mechanical and self-healing properties of cementitious composites reinforced with flax and cottonised flax, and compared with polyvinyl alcohol fibres », *biosystems engineering*, vol. 111, n° 4, p. 325–335, 2012.

[76] A. Elsaid, M. Dawood, R. Seracino, et C. Bobko, « Mechanical properties of kenaf fiber reinforced concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 25, n° 4, p. 1991–2001, 2011.

[77] O. Bahloul, A. Bourzam, et A. Bahloul, « Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de mortiers de ciment (cas de l'Alfa) », in *1st Int. Conf. on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries, Oran, Algeria*, 2009.

[78] H. Acikel, « The use of miscanthus (Giganteus) as a plant fiber in concrete production », *Scientific Research and Essays*, vol. 6, n° 13, p. 2660–2667, 2011.

[79] T. L. N. Huyen, M. Q. T'Kint, C. Remond, B. Chabbert, et R.-M. Dheilly, « Saccharification of Miscanthus x giganteus, incorporation of lignocellulosic by-product in cementitious matrix », *Comptes rendus biologies*, vol. 334, n° 11, p. 837–e1, 2011.

[80] D. Ayite, E. Adjovi, E. Agoua, A. Houngan, V. Doko, et K. Bedja, « A study on the use of hollow rice husk blocks for flooring », *International Journal of Advance Research*, vol. 1, n° 3, 2013.

[81] V. K. Doko, E. C. Adjovi, C. Délisée, et P. Galimard, « Comparative study of the formulation and physical and mechanical features of cement matrix composite rein-forced with plant biomass: the case of fibers borassus ae-thopium mart and rice husk », *Interenational Journal of Advance research*, vol. 1, n° 2, 2013.

[82] X. Xie *et al.*, « Influence of pretreatment of rice straw on hydration of straw fiber filled cement based composites », *Construction and Building Materials*, vol. 113, p. 449–455, 2016.

[83] I. Merta et E. K. Tschegg, « Fracture energy of natural fibre reinforced concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 40, p. 991–997, 2013.

[84] P. Monreal, « Étude de faisabilité de bétons lignocellulosiques à base de pulpes de betteraves: traitements physico-chimiques des granulats et évaluation de l'influence sur les performances mécaniques, hydriques et thermiques », Thèse de Doctorat, Amiens, 2007.

[85] P. Monreal, L. B. Mboumba-Mamboundou, R. M. Dheilly, et M. Quéneudec, « Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites », *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, n° 2, p. 301–308, 2011.

[86] L. B. Mboumba-Mamboundou, R. M. Dheilly, et M. Quéneudec, « Valorization of beet pulps issued from sugar extraction in cementitious matrices. effect of original pulp state », *Chemistry and Materials Research*, vol. 4, p. 1–5, 2013.

[87] L. C. Courtois et H. de Contenson, « À propos des vases en chaux : recherches sur leur fabrication et leur origine », *Paléorient*, vol. 5, n° 5-1, p. 177-182, 1979.

[88] G. Martinet et P. Souchu, « La chaux - Définitions et histoire », *Techniques de l'Ingénieur*, 2009.

[89] G. Herrier, M. Pelletier, et D. Puiatti, « Chaux aérienne : contexte, fabrication, domaines applicatifs », *Techniques de l'Ingénieur*, 2010.

[90] J. Lanas et J. I. Alvarez-Galindo, « Masonry repair lime-based mortars: factors affecting the mechanical behavior », *Cement and concrete research*, vol. 33, n° 11, p. 1867–1876, 2003.

[91] A. Moropoulou, A. Bakolas, P. Moundoulas, E. Aggelakopoulou, et S. Anagnostopoulou, « Strength development and lime reaction in mortars for repairing historic masonries », *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, n° 2, p. 289–294, 2005.

[92] A. Izaguirre, J. Lanas, et J. I. Alvarez, « Characterization of aerial lime-based mortars modified by the addition of two different water-retaining agents », *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, n° 2, p. 309–318, 2011.

[93] S. Amziane et L. Arnaud, *Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes*. John Wiley & Sons, 2013.

[94] X. Guillot et E. Roque, « Chaux hyrauliques », *Techniques de l'Ingénieur*, 2010.

[95] NF EN 197-1, « Chaux de construction. Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité », 2002.

[96] A. Evrard, « Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials », Thèse de Doctorat, Université Catholique de Louvain, 2008.

[97] A. D. Tran LE, « Étude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment », Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2010.

[98] Y. Diquélou, E. Gourlay, L. Arnaud, et B. Kurek, « 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, 2014.

[99] S. Elfordy, F. Lucas, et F. Tancret, « Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hempcrete”) manufactured by a projection process », *Construction and Building Materials*, vol. 22, p. 2116-2123, 2008.

[100] R. Walker, S. Pavia, et R. Mitchell, « Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 61, p. 340–348, 2014.

[101] ASTM, « Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete », *ASTM*, 2008.

[102] P. Souchu, « Pouzzolanicité, activité pouzzolanique et hydraulicité », *Site documentaire du Lerm*, 2014. .

[103] F. Collet-Foucault, « Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux », INSA Rennes, 2004.

[104] T. T. Nguyen, « 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, 2010.

[105] V. Cérézo, « Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Travaux Publics de l’Etat, 2005.

[106] P. B. de Bruijn, K.-H. Jeppsson, K. Sandin, et C. Nilsson, « Mechanical properties of lime–hemp concrete containing shives and fibres », *Biosystems Engineering*, vol. 103, n° 4, p. 474-479, 2009.

[107] *Chanvre : Règles professionnelles d’exécution*. 2007.

[108] R. Rowel, « Moisture properties », *Handbook of Wood Chemistry And Wood Composites*, 2005.

[109] R. D. Toledo Filho, K. Ghavami, G. L. England, et K. Scrivener, « Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability », *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, n° 2, p. 185-196, 2003.

[110] C. Niyigena, « Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chènevotte produite en Auvergne », Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2016.

[111] L. Montazi, « Conception de nouveaux ciments composés », Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1991.

[112] A. Messi, « Propriétés des ciments pouzzolaniques élaborés à partir de latérites actives thermiquement », Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1988.

[113] P. Mounaga, « Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge: hydratation, retrait, propriétés thermophysiques », Thèse de Doctorat, Université de Nantes, 2003.

[114] C. H. Changling et B. Osbaeck, « Thermal stability and pozzolanic activity of calcined illite », *Applied Clay Science*, vol. 9, n° 5, p. 337-354, 1995.

[115] M. Raverdy, F. Brivot, M. Paillere, et R. Dron, « Appréciation de l'activité pouzzolanique des constituants secondaires. », présenté à 7th congres on cement chemistry, Paris, 1980.

[116] C. Bitch, « Contribution à l'étude l'activation thermique du kaolin: évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique », Thèse de Doctorat, MEGA de Lyon, 2005.

[117] G. Kakali, Perrakit, et Tsivillis, « Thermal treatement of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity », *Applied Clay Science*, vol. 20, p. 73-80.

[118] E. F. Aglietti, J. M. Porto Lopez, et E. Pereira, « Mechanochemical effects in kaolinite grinding I.Textural and physicochemical aspects. », *International Journal of Mineral Processing*, vol. 16, p. 125-133, 1986.

[119] I. A. Voinovitch et R. Dron, « Action des différents activants sur l"hydratation du laitier granulé », présenté à Colloque International sur les laitiers, scories, déchet, Mons, 1975.

[120] Y. Runzhang, G. Qiongying, et O. Shixi, « Study on structure and latent hydraulic activity of slag and its activation mechanism », *Silicates industriels*, vol. 53, n° 3-4, p. 55-59, 1988.

[121] L. Zeghichi, « Etude de l"influence des composés alcalins sur les propriétés du ciment au laitier », présenté à 11th International Conference for Building and Construction, Interbuild, Cairo, 2004, p. 523-530.

[122] H. Pichon, « Le système Pouzzolanes naturelles Chaux–Eau à 38 et 100 ◦ C », Thèse de Doctorat, Université de Grenoble I, 1994.

[123] C. Deteuf, « Procédés de fabrication des métakaolins IMERYS », présenté à Séminaire Géopolymères, Nîmes, 2012.

[124] P. Souchu, « Information normative : le point sur les metakaolins », *Site documentaire du Lerm*, 2010. .

[125] A. Arizzi et G. Cultrone, « Aerial lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study », *Construction and Building Materials*, vol. 31, p. 135-143, 2012.

[126] E. Vejmelková, R. Pernicová, R. Sovják, et R. Černý, « Properties of innovative renders on a lime basis for the renovation of historical buildings », in *Structural Studies, Repairs and Maintenance of Heritage Architecture XI*, 2009.

[127] E. Vejmelková, M. Keppert, Z. Keršner, P. Rovnaníková, et R. Černý, « Mechanical, fracture-mechanical, hydric, thermal, and durability properties of lime-metakaolin plasters for renovation of historical buildings », *Construction and Building Materials*, vol. 31, p. 22-28, 2012.

[128] A. L. Velosa, F. Rocha, et R. Veiga, « Influence of chemical and mineralogical composition of metakaolin on mortar characteristics », *Acta Geodyn. Geomater*, vol. 6, n° 1 (153), p. 121-126, 2009.

[129] M. Stefanidou, « Study of the microstructure and the mechanical properties of traditional repair mortars », PhD Thèsis, Department of Civil Engineering, 2000.

[130] R. Veiga et F. Carvalho, « Some performances characteristics of lime mortars for use on rendering and repointing of ancient buildings », présenté à th International Masonry Conference, 1998, p. 107-111.

[131] D. The Manh, « Contribution au développement de béton de chanvre préfabriqué utilisant un liant pouzzolanique innovant », Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2014.

[132] M. Friás et J. Cabrera, « Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement systems at 20°C », *Cement Concrete Research*, vol. 31, p. 519-527, 2001.

[133] M. Friás et M. I. Sánchez de Rojas, « The effect of high curing temperature on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement matrices at 60°C », *Cement Concrete Research*, vol. 33, p. 643-649, 2003.

[134] F. R. Andriolo et B. C. Sgaraboza, « Use of pozzolan from calcined clay in preventing ASR in Brazil », présenté à Proceedings of the 7th Interbational Conference of AAR, Grattan-Below, 1985, p. 66-70.

[135] P. Souchu, « Qu'est ce qu'une cendre volante », *Site documentaire du Lerm*, 2014. .

[136] P. Rossi, L. Gavois, et G. Raoul, « Utilisation des sous-produits industriels – Les cendres volantes Des possibilités d'emploi très diversifie », *Techniques de l'Ingénieur*, 2010.

[137] P. Rossi, L. Gavois, et G. Raoul, « Laitiers de haut-fourneau : origine, production et caractéristiques », *Techniques de l'Ingénieur*, 2014.

[138] A. Sofiane et A. Laurent, *Les bétons de granulats d'origine végétale: Application au béton de chanvre*. Lavoisier, 2013.

[139] F. Betene Ebanda, « Etude des propriétés mécaniques et thermiques du plâtre renforcé de fibres végétales tropicales », Thèse de Doctorat, Université de Douala - Université Blaise Pascal-Clermont II, 2012.

[140] A. Djoudi, M. M. Khenfer, et A. Bali, « Étude d'un nouveau composite en plâtre renforcé avec les fibres végétales du palmier dattier », présenté à 1st International Conference on sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran, Algérie, 2009.

[141] D. St John et J. Kelly, « The flexural behavior fibrous plaster sheets », *Cement Concrete Research*, vol. 5, p. 347-362, 1975.

[142] P. Boustingorry, « Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté- Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2002.

[143] H. Jaffel, « Caractérisation multi-échelles de matériaux poreux en évolution : cas du plâtre », Thèse de Doctorat, École Polytechnique, 2006.

[144] D. Daligand, « Plâtre », *Techniques de l'Ingénieur*, 2002.

[145] S. Meille, « Etude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure », Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 2001.

[146] P. Coquard, « Résistance mécanique des plâtres secs et humides », Thèse de Doctorat, Université d'Aix-Marseille, 1992.

[147] B. S. Umurigirwa-Vasseur, « Elaboration et caractérisation d'un agromatériau chanvre amidon pour le Bâtiment », Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2014.

[148] K. Al Rim, « Étude de l'influence de différents facteurs d'allègement des matériaux argileux : le béton argileux léger. Généralisation à d'autres fines de roches et application à la conception d'éléments de construction préfabriqués », Thèse de Doctorat, Université de Rennes I, 1995.

[149] V. K. Doko, « Formulation et étude des propriétés physiques, mécaniques et thermiques de composites à matrice cimentaire renforcée par des biomasses végétales : cas de Borassus Aethopium et des balles de riz », Thèse de Doctorat, Université d'Abomey-Calavi, 2013.

[150] « Riz », *Wikipédia*. 2017.

[151] FAO, « Suivi du marché de riz de la FAO », 2015.

[152] « Balle de riz », *Wikipédia*. 17-janv-2017.

[153] M. Chabannes, J.-C. Bénézet, L. Clerc, et E. Garcia-Diaz, « Use of raw rice husk as natural aggregate in a lightweight insulating concrete: An innovative application », *Construction and Building Materials*, vol. 70, p. 428-438, 2014.

[154] M. Sivarja et S. Kandasany, « Potential Reuse of Waste Rice Husk as Fibre Composite in Concrete », *International Journal of Civil Engineering (Building and Housing)*, vol. 12, n° 2, p. 205–217, 2011.

[155] C. Watson et E. Dikeman, « Structure of the rice grain shown by scanning electron microscopy », *Cereal Chem*, vol. 54, n° 1, p. 120–130, 1977.

[156] R. Jauberthie, F. Rendell, S. Tamba, et I. Cisse, « Origin of the pozzolanic effect of rice husks », *Construction and Building Materials*, vol. 14, n° 8, p. 419–423, 2000.

[157] B.-D. Park, S. G. Wi, K. H. Lee, A. P. Singh, T.-H. Yoon, et Y. S. Kim, « Characterization of anatomical features and silica distribution in rice husk using microscopic and micro-analytical techniques », *Biomass and Bioenergy*, vol. 25, n° 3, p. 319–327, 2003.

[158] K. de S. do Prado et M. A. da S. Spinacé, « Characterization of Fibers from Pineapple's Crown, Rice Husks and Cotton Textile Residues », *Materials Research*, vol. 18, n° 3, p. 530–537, 2015.

[159] K. Jha et A. Singh, « Physical and thermal properties of untreated and chemically treated rice husk », *Journal of Agricultural Engineering*, vol. 44, n° 4, 2007.

[160] D. Ayite, « Utilisation des bétons de balles de riz pour la préfabrication des entrevous des planchers de bâtiment », Thèse de Doctorat, Université de Lomé, 2011.

[161] M. González De La Cotera, « Morteros ligeros de cáscara de arroz. », in *Lima, Perú*, 1982, p. 1–10.

[162] P. Delot, « La balle de riz de Camargue », Association le Village, 2014.

[163] D. Yarbrough, « Apparent thermal conductivity data and related information for rice hulls and crushed pecan shells », présenté à Thermal conductivity, 2005, vol. 17, p. 220-230.

[164] J. Salas et J. V. Castro, « Materiales de construcción con propiedades aislantes a base de cáscara de arroz », *Informes de la Construcción*, vol. 37, n° 372, p. 53–64, 1985.

[165] T. Serrano, M. V. Borrachero, J. Monzo, et J. Payà Bernabeu, « Morteros aligerados con cascarilla de arroz : diseño de mezsclas evaluación de propriedades », *Dyna*, vol. 79, n° 175, p. 128-136, 2012.

[166] S. Tamba, I. Cisse, F. Rendell, et R. Jauberthie, « Rice husk in lightweight mortars », in *International symposium on structural lightweight aggregate concrete*, 2000, p. 117–124.

[167] A. Prada et E. Cortés, « La descomposición térmica de la cascarilla de arroz : una alternativa de aprovechamiento integral », *Orinoquia*, vol. 14, n° 1, p. 155-170, 2010.

[168] K. Raveendran, A. Ganesh, et K. C. Khilar, « Influence of mineral matter on biomass pyrolysis characteristics », *Fuel*, vol. 74, n° 12, p. 1812–1822, 1995.

[169] K. G. Mansaray et A. E. Ghaly, « Thermal degradation of rice husks in an oxygen atmosphere », *Energy sources*, vol. 21, n° 5, p. 453–466, 1999.

[170] T. N. Ang, G. C. Ngoh, A. S. M. Chua, et M. G. Lee, « Elucidation of the effect of ionic liquid pretreatment on rice husk via structural analyses », *Biotechnology for biofuels*, vol. 5, n° 1, p. 67, 2012.

[171] A. Valverde, B. Sarria, et J. P. Monteagudo, « Análisis comparativo de las características fisicoquímicas de la cascarilla de arroz. », *Scientia et technica*, vol. 1, n° 37, 2007.

[172] D. Pottmaier, M. Costa, T. Farrow, A. A. Oliveira, O. Alarcon, et C. Snape, « Comparison of rice husk and wheat straw: from slow and fast pyrolysis to char combustion », *Energy & Fuels*, vol. 27, n° 11, p. 7115–7125, 2013.

[173] T. Madhiyanon, P. Sathitruangsak, et S. Soponronnarit, « Co-combustion of rice husk with coal in a cyclonic fluidized-bed combustor (ψ-FBC) », *Fuel*, vol. 88, n° 1, p. 132–138, 2009.

[174] T. P. T. Tran, J.-C. Bénézet, et A. Bergeret, « Rice and Einkorn wheat husks reinforced poly (lactic acid)(PLA) biocomposites: effects of alkaline and silane surface treatments of husks », *Industrial Crops and Products*, vol. 58, p. 111–124, 2014.

[175] T. Raj *et al.*, « Physical and chemical characterization of various Indian agriculture residues for biofuels production », *Energy & Fuels*, vol. 29, n° 5, p. 3111–3118, 2015.

[176] T. R. Miles, L. L. Baxter, R. W. Bryers, B. M. Jenkins, et L. L. Oden, « Alkali deposits found in biomass power plants : a preliminary investigation of their extent and nature. », National Renewable Energy Laboratory, 1995.

[177] J. P. Makwana, A. K. Joshi, G. Athawale, D. Singh, et P. Mohanty, « Air gasification of rice husk in bubbling fluidized bed reactor with bed heating by conventional charcoal », *Bioresource technology*, vol. 178, p. 45–52, 2015.

[178] P. W. Olupot, A. Candia, E. Menya, et R. Walozi, « Characterization of rice husk varieties in Uganda for biofuels and their techno-economic feasibility in gasification », *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 107, p. 63–72, 2016.

[179] J. Salas, M. Alvarez, et J. Veras, « Lightweight insulating concretes with rice husk », *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 8, n° 3, p. 171–180, 1986.

[180] S. Tamba, « Bétons légers à base de déchets cellulosiques », Thèse de Doctorat, INSA Rennes, 2001.

[181] R. Jauberthie, F. Rendell, S. Tamba, et I. K. Cissé, « Properties of cement—rice husk mixture », *Construction and building Materials*, vol. 17, n° 4, p. 239–243, 2003.

[182] C. B. Sisman, E. Gezer, et I. Kocaman, « Effects of organic waste (rice husk) on the concrete properties for farm buildings », *Bulgarian Journal of Agricultural Science*, vol. 17, n° 1, p. 40–48, 2011.

[183] N. Yuzer *et al.*, « Influence of raw rice husk addition on structure and properties of concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 44, p. 54-62, 2013.

[184] C. B. Sisman, E. Gezer, et H. C. Kurc, « Effects of Rice Husk On The Lighteight Concrete Properties Produced by Natural Zeolite for Agricultural Buildings », *Asian Journal of Applied Sciences (ISSN: 2321–0893)*, vol. 2, n° 02, 2014.

[185] M. Hachmi, A. Moslemi, et G. Campbell, « A new technique to classify the compatibility of wood with cement », *Wood science technology*, vol. 22, p. 345-354, 1990.

[186] M. Chabannes, E. Garcia-Diaz, L. Clerc, et J.-C. Bénézet, « Studying the hardening and mechanical performances of rice husk and hemp-based building materials cured under natural and accelerated carbonation », *Construction and Building Materials*, vol. 94, p. 105-115, 2015.

[187] M. Chabannes, E. Garcia-Diaz, L. Clerc, et J.-C. Bénézet, « Effect of curing conditions and Ca(OH)2-treated aggregates on mechanical properties of rice husk and hemp concretes using a lime-based binder », *Construction and Building Materials*, vol. 102, Part 1, p. 821-833, 2016.

[188] F. A. W. Chik, B. H. A. Bakar, M. A. M. Johari, et R. P. Jaya, « Properties of concrete block containing rice husk ash subjected to girha », *International Journal of Recent Research and Applied Studies*, vol. 8, n° 1, 2011.

[189] E. V. Laruan, R. B. Bonares, K. A. Moam-mar, et R. M. Ruiz, « Compressive Strengths of Concrete Hollow Blocks Using Rice Husk Ash », *Student Engineer PULSAR*, vol. 2, n° 1, p. 1–1, 2013.

[190] H. T. Le, S. T. Nguyen, et H.-M. Ludwig, « A Study on High Performance Fine-Grained Concrete Containing Rice Husk Ash », *Int J Concr Struct Mater*, vol. 8, n° 4, p. 301-307, 2014.

[191] R. Bayuaji, « The Influence Of Microwave Incinerated Rice Husk Ash On Foamed Concrete Workability And Compressive Strength Using Taguchi Method », *Jurnal Teknologi*, vol. 75, n° 1, p. 265–274, 2015.

[192] D. Chopra, R. Siddique, et Kunal, « Strength, permeability and microstructure of self-compacting concrete containing rice husk ash », *Biosystems Engineering*, vol. 130, p. 72-80, 2015.

[193] A. P. Gursel, H. Maryman, et C. Ostertag, « A life-cycle approach to environmental, mechanical, and durability properties of “green” concrete mixes with rice husk ash », *Journal of Cleaner Production*, vol. 112, Part 1, p. 823-836, 2016.

[194] « NF P 94-056 Sols : reconnaissance et essais - Analyse granulométrique - Méthode par tamisage à sec après lavage », *AFNOR*, 1996.

[195] C. Igathinathane, L. O. Pordesimo, E. P. Columbus, W. D. Batchelor, et S. Sokhansanj, « Sieveless particle size distribution analysis of particulate materials

through computer vision », *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 66, n° 2, p. 147–158, 2009.

[196] H. Fares et A. Lecomte, « Paramètres de composition des mélanges de particules de chènevotte pour l'élaboration de béton de chanvre », in *Conférence Matériaux 2014 - Colloque Ecomatériau*, Montpellier, France, 2014.

[197] « NF EN 1097-6 Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau », *AFNOR*, p. 56, 2014.

[198] J.-M. Mechling, A. Lecomte, et K. Merriaux, « Mesure de l'absorption d'eau des additions minérales des bétons par évaporométrie », *Materials and Structures*, vol. 36, n° 1, p. 32–39, 2003.

[199] AFNOR, « NF P 18-555 Granulats. Mesures des masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sables », *AFNOR*, 1980.

[200] J. E. S. Venart, « A simple radial heat flow apparatus for fluid thermal conductivity measurements », *Journal of scientific instruments*, vol. 41, n° 12, p. 727, 1964.

[201] S. Gauthier, « Caractérisation thermique de la matière par la méthode 3w », Thèse de Doctorat, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2012.

[202] R. Speyer, *Thermal analysis of materials*. CRC press, 1993.

[203] D. Robert et J. C. Roland, « Biologie végétale », *Doin, Paris*, 1989.

[204] R. El Hage, « Prétraitement du miscanthus x giganteus: vers une valorisation optimale de la biomasse lignocellulosique », Thèse de Doctorat, Nancy 1, 2010.

[205] R. Sun, J. M. Lawther, et W. B. Banks, « Fractional and structural characterization of wheat straw hemicelluloses », *Carbohydrate polymers*, vol. 29, n° 4, p. 325–331, 1996.

[206] K. V. Sarkanen et C. H. Ludwig, *Liguins. Occurrence, formation, structure, and reactions*. New York.; Wiley-Interscience, 1971.

[207] D. S. Argyropoulos et S. B. Menachem, « Lignin », in *Biopolymers from renewable resources*, Springer, 1998, p. 292–322.

[208] A. U. Buranov et G. Mazza, « Lignin in straw of herbaceous crops », *Industrial crops and products*, vol. 28, n° 3, p. 237–259, 2008.

[209] « Extracteur de Soxhlet », *Wikipédia*. 2016.

[210] P. I. Penchev, « Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions », Thèse de Doctorat, INPT, 2010.

[211] S. J. Duff et W. D. Murray, « Bioconversion of forest products industry waste cellulosics to fuel ethanol: a review », *Bioresource technology*, vol. 55, n° 1, p. 1–33, 1996.

[212] F. De Larrard, *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*. CRC Press, 1999.

[213] R. Féret, « Sur la compacité des mortiers hydrauliques », *Annales des ponts et chaussées*, vol. 4, p. 5-164, 1892.

[214] E. Gennesseaux, « Éxcavabilité et formulation des matériaux traités aux liants hydrauliques pour tranchées », Ecole Centrale de Nantes, 2015.

[215] AFNOR, « NF EN 196-1. Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances », 2016.

[216] AFNOR, « NF EN 12667 Performance thermique des matériaux de et ptoduits de l'environnement - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits de haute et moyenne résistance thermique », *AFNOR*, 2001.

[217] V. Nozahic et S. Amziane, « Vers des bétons de chanvre à hautes performances mécaniques », *AUGC, Chambéry*, 2012.

[218] S. Benfratello, C. Capitano, G. Peri, G. Rizzo, G. Scaccianoce, et G. Sorrentino, « Thermal and structural properties of a hemp–lime biocomposite », *Construction and Building Materials*, vol. 48, p. 745-754, 2013.

[219] C. Magniont, G. Escadeillas, M. Coutand, et C. Oms-Multon, « Use of plant aggregates in building ecomaterials », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 16, n° sup1, p. s17-s33, 2012.

[220] D. Samri, « Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction : approche expérimentale et modélisation numérique », École Nationale des Travaux Publics de l'Etat, 2008.

[221] R. Walker et S. Pavía, « Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes », *Construction and Building Materials*, vol. 64, p. 270-276, 2014.

[222] G. Balčiūnas, S. Vėjelis, S. Vaitkus, et A. Kairytė, « Physical Properties and Structure of Composite Made by Using Hemp Hurds and Different Binding Materials », *Procedia Engineering*, vol. 57, p. 159-166, 2013.