

Impact de vieillissements accélérés sur les propriétés de bétons de chanvre

Sandrine MARCEAU¹, Philippe GLE², Etienne GOURLAY², Marielle GUEGUEN-MINERBE¹, Guillaume DELANNOY¹, Sofiane AMZIANE³, Fabienne FARCAS¹

¹ Paris-Est, IFSTTAR, MAST/CPDM, 77447 MARNE-LA-VALLEE CEDEX 2,
mail : sandrine.marceau@ifsttar.fr, marielle.gueguen@ifsttar.fr, guillaume.delannoy@ifsttar.fr,
fabienne.farcas@ifsttar.fr

² CEREMA Est, Laboratoire de Strasbourg, 67035 STRASBOURG CEDEX 2,
mail : philippe.gle@cerema.fr, etienne.gourlay@ifsttar.fr

³ Université Blaise Pascal, Institut Pascal, BP 20206, CLERMONT-FERRAND,
mail : sofiane.amziane@polytech.univ-bpclermont.fr

RÉSUMÉ. L'objectif global de cette étude est de caractériser l'évolution des propriétés fonctionnelles des bétons de chanvre (propriétés thermiques, acoustiques, résistance mécanique...) lorsque qu'ils sont soumis à différents types de sollicitations hygrothermique et/ou au développement microbiologique. Pour cela, des bétons de chanvre correspondant à une formulation "mur" ont été fabriqués à partir de ciment naturel prompt et de deux types de chènevotte, tamisée ou fibrée. Après trois mois de durcissement et de séchage, les éprouvettes ont été soumises à différents types de vieillissements accélérés : des cycles d'humidification/séchage, une atmosphère saturée en vapeur d'eau et à l'extérieur sans abri. Un lot de référence a été conservé en laboratoire pour servir de témoin. Après 75 jours de vieillissement, aucune variation significative des propriétés physico-chimiques, microstructurales et fonctionnelles (conductivité thermique, propriétés acoustiques) n'a été mise en évidence. Ces vieillissements en laboratoire ont été prolongés jusqu'à une durée de deux ans pour évaluer l'évolution des propriétés des matériaux pendant cette période.

ABSTRACT. The main objective of this study is to characterize the evolution of the functional properties of hemp concretes (thermal, acoustic properties, mechanical strength ...) when they are subjected to different types of hydrothermal stress and / or microbiological growth. For this, hemp concretes, corresponding to a "wall" formulation, were prepared from natural prompt cement and two types of shiv, sieved or fibred. After three months of curing and drying, the specimens were submitted to different types of accelerated aging tests: wetting / drying cycles, a moisture-saturated atmosphere and outside without protection. A reference batch was kept in a laboratory as a control. After 75 days of aging, no significant change in physicochemical properties, microstructural and functional properties (thermal conductivity, acoustic properties) has been highlighted. These aging laboratory tests were extended to a period of two years to assess the evolution of material properties during this period.

MOTS-CLÉS : béton de chanvre, vieillissement, durabilité, acoustique, thermique, microstructure
KEY WORDS : hemp concrete, ageing, durability, acoustics, thermal properties, microstructure.

1. Introduction

Afin de répondre aux enjeux du développement durable, l'isolation des bâtiments neufs ou en rénovation est impérative. Pour cela, de nouveaux matériaux isolants, fabriqués à partir de ressources végétales renouvelables, sont en développement, comme les laines végétales ou les isolants contenant des granulats végétaux, comme le chanvre, le lin ou le colza. Partiellement ou totalement issus de la biomasse, leurs propriétés d'isolation thermique et acoustique permettent d'améliorer l'efficacité énergétique et le confort des bâtiments. En particulier, le béton de chanvre, composé de granulats appelés chènevotte enrobés dans un liant minéral, est particulièrement utilisé en France [AMZ 13].

Les propriétés fonctionnelles de ces matériaux (propriétés thermiques, hygrothermiques, acoustiques et mécaniques) après durcissement et séchage ont été décrites dans différents travaux [ELF 08, NGU 09, GLE 13, GOU 14, NOZ 12]. Cependant, leur utilisation à plus grande échelle nécessite d'apporter des garanties aux utilisateurs concernant leur durabilité et très peu d'études existent à ce propos [WAL 14, ARI 15].

En effet, du fait de leur composition, leur porosité est élevée et ils présentent des propriétés hygroscopiques intéressantes [COL 14]. Toutefois, ces propriétés peuvent évoluer dans le temps selon leurs conditions d'utilisation (température, humidité, ventilation...) [GOU 15]. Par exemple, le développement de moisissures ou la variation de la microstructure des matériaux peuvent être observés dans certaines circonstances [HEL 14], ce qui peut avoir des conséquences sur les propriétés fonctionnelles des matériaux et sur leur impact sanitaire.

L'objectif global de cette étude est d'analyser la durabilité de ces bétons végétaux après les avoir exposés à différents types d'environnements correspondants à leurs conditions usuelles d'utilisation (variations de température et d'humidité, développement de moisissures...). Pour cela, des bétons de chanvre, formulés selon les recommandations de la construction en chanvre [RP2 12], ont été fabriqués. Des protocoles de vieillissement accéléré en laboratoire ont été mis en place en fonction des propriétés des matériaux biosourcés et d'environnements d'utilisation réalistes dans une habitation. L'objectif est de relier l'évolution des performances des bétons végétaux au vieillissement biologique, c'est-à-dire au développement de microorganismes dans les bétons, ou à un vieillissement environnemental, correspondant à des conditions de température et d'humidité variables. En conclusion, ce travail permettra de développer des recommandations techniques à la fois pour optimiser la durabilité des matériaux biosourcés utilisés dans les bâtiments et pour prévoir la durée de vie de ces matériaux en fonction de leurs conditions d'utilisation.

Cet article présente les résultats préliminaires de cette étude. L'influence du type de granulats sur les propriétés des matériaux durcis est analysée. L'évolution de ces performances après un temps de vieillissement en laboratoire assez court (75 jours) est présentée. Enfin, des paramètres pouvant influencer le développement de moisissures sur les matériaux sont identifiés. Les vieillissements appliqués sont prolongés afin d'observer des variations significatives des propriétés de matériaux.

2. Matériaux et techniques expérimentales

2.1. Composition des bétons de chanvre

Le liant utilisé est du ciment naturel prompt (CNP). Un retardateur de prise (acide citrique) est utilisé en raison du temps de prise très rapide de ce liant.

Deux types de chènevotte provenant de régions différentes en France ont été utilisés : la chènevotte CA est obtenue par défilage mécanique de la paille de chanvre. Les particules sont ensuite calibrées et dépoussiérées. La chènevotte CB est fibrée (figure 1). Les caractéristiques principales de ces granulats végétaux sont reportées dans le tableau 1.

Tableau 1. Caractéristiques des deux types de chènevotte utilisés

Type de chènevotte	CA	CB
Masse volumique brute (kg/m ³)	95,5 ± 3	69,6 ± 2
Taux d'absorption d'eau initial (%)	159	138
Densité de squelette (kg/m ³)	1080	780

La présence de fibres dans la chènevotte CB réduit sa compacité et rend sa masse volumique apparente plus faible. Son taux d'absorption initial est également plus faible. Cette valeur correspond à l'absorption d'eau après une minute d'immersion.



Chènevotte CA



Chènevotte CB

Figure 1. Photographies des deux types de chènevotte

2.2. Fabrication des éprouvettes

Deux gâchées de béton de chanvre ont été préparées selon les procédures recommandées dans les règles professionnelles construction chanvre [RP2 2012]. Chaque gâchée contient un type de chènevotte et le CNP dans les mêmes proportions massiques, correspondant à une formulation de type "mur" : 33,6% de liant, 16,8% de chènevotte, 49,6% d'eau et 0,1% de retardateur de prise. La compaction des échantillons est ajustée pour obtenir une masse volumique du mélange frais de l'ordre 570 kg/m^3 . Les éprouvettes sont des cylindres de 10 cm de diamètre et de 4 et 20 cm de hauteur.

Après leur fabrication, les échantillons sont conservés dans les conditions suivantes :

- 7 jours dans le moule fermé;
- 83 jours en laboratoire après ouverture des extrémités des moules ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, $50 \pm 10\%$ HR);
- 10 jours dans une étuve ventilée à 40°C après démoulage jusqu'à stabilisation de la masse (variation inférieure à 0,1% en 24 heures).

2.3. Vieillissement accéléré des matériaux en laboratoire

Après ces 100 jours de séchage, les échantillons sont soumis à différents types d'environnements :

- Une partie des échantillons est conservée en laboratoire ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, $50 \pm 10\%$ HR). Ces matériaux seront utilisés comme références.
- Une deuxième partie des échantillons est soumise à 8 cycles d'humidification/séchage à 40 et 98 % d'humidité relative et à une température de 30°C , favorisant le développement moisissures. La durée d'un cycle est de 8 jours et ce vieillissement dure 75 jours au total.
- Afin d'étudier spécifiquement le vieillissement biologique des matériaux, une dernière partie d'entre eux, ainsi que de la chènevotte brute, est conservée à 30°C et 98% d'humidité relative en chambre climatique pendant plusieurs mois. Le développement de moisissures et le pH de surface des bétons sont mesurés périodiquement.

L'évaluation des propriétés des bétons de chanvre présentée dans cet article concerne des durées de vieillissement de 75 jours. Ces vieillissements ont été prolongés jusqu'à deux ans et les résultats de ces caractérisations seront très prochainement disponibles.

2.4. Méthodes de caractérisation

2.4.1. Microstructure

La microstructure des bétons de chanvre est étudiée par microscopie électronique à balayage (PHILIPS QUANTA). Les échantillons sont observés sous vide partiel en mode électrons rétrodiffusés sans métallisation préalable. Différents paramètres peuvent être analysés grâce à ces observations, comme le degré d'hydratation du liant, la qualité de l'interface liant/granulat, la porosité du matériau ou la présence de moisissures.

Un porosimètre à air (Figure 2) a également été utilisé pour quantifier la porosité ouverte et la densité de squelette des échantillons [LEC 03, GOU 15].

2.4.2. Propriétés physico-chimiques

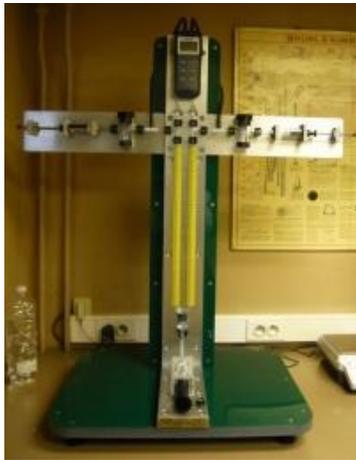
La spectrophotométrie IRTF-ATR est utilisée pour suivre et analyser le développement des microorganismes via la croissance d'un biofilm à la surface des matériaux. Les analyses ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre Nicolet impact 380 associé à un dispositif ATR Diamant Durascope.

2.4.3. Propriétés acoustiques

Le coefficient d'absorption α et l'indice d'affaiblissement acoustique TL sont mesurés avec un tube de Kundt (Akustikforschung AFD1000/AFD1200, figure 2) à incidence normale entre 100 et 2000 Hz [GLE 13].

2.4.4. Conductivité thermique

Les propriétés thermiques des bétons de chanvre sont mesurées en utilisant un régime transitoire (HOTDISK, Figure 2). Cette technique permet de mesurer la conductivité thermique λ . Les mesures ont été réalisées à 25°C et 0% HR.



Porosimètre à air



Système hotdisk



Tube de Kundt

Figure 2. Appareils utilisés pour la caractérisation des matériaux

3. Microstructure des matériaux

Les masses volumiques des deux formulations de béton sont reportées dans le tableau 2 pour le mélange frais et les éprouvettes durcies avant et après les cycles d'humidification/séchage. On peut observer que ces masses volumiques sont très proches quel que soit le type de chènevotte utilisé. Cependant, la densité de squelette, mesurée par porosimétrie à l'air, est supérieure pour le béton contenant la chènevotte A. En conséquence, la porosité de ce béton est plus élevée, même si la masse volumique brute de cette chènevotte est plus élevée.

Tableau 2. Caractéristiques des bétons végétaux à l'état frais, et avant et après les cycles d'humidification/séchage

Formulation	Masse volumique du mélange frais (kg/m^3)	Masse volumique (kg/m^3)	Densité de squelette (kg/m^3)	Porosité accessible à l'air (%)
CNP - CA	578 ± 20	Avant H/S : 327	1 535	79
		Après H/S : 342	1 402	75,5
CNP - CB	573 ± 17	Avant H/S : 325	1 210	73
		Après H/S : 335	1 177	71,5

Après les cycles d'humidification/séchage, la masse volumique des deux bétons diminue très légèrement, de même que la densité de squelette et la porosité. Ce résultat peut être dû à la poursuite de l'hydratation du liant en présence d'eau pendant les cycles, ou au gonflement des particules végétales avec l'humidité. Des analyses chimiques du matériau sont nécessaires pour confirmer ces hypothèses.

4. Propriétés fonctionnelles

L'évolution des propriétés fonctionnelles des bétons de chanvre (performances thermiques et acoustiques) a été analysée avant et après les cycles d'humidification/séchage.

4.1 Propriétés thermiques

Les valeurs de conductivité thermique mesurées avant et après les cycles d'humidification/séchage sont reportées dans le tableau 3.

Tableau 3. Conductivité thermique des bétons de chanvre avant et après les cycles d'humidification/séchage

Conductivité thermique (W/(m.K))	CNP - CA	CNP - CB
Avant les cycles d'H/S	0,102 ± 0,006	0,105 ± 0,005
Après les cycles d'H/S	0,103 ± 0,003	0,112 ± 0,008

La conductivité thermique des bétons est du même ordre de grandeur pour les deux formulations, aux incertitudes de mesure près. Cela est en accord avec les valeurs de masse volumique mesurées qui sont également identiques. Les cycles d'humidification/séchage réalisés n'ont donc pas d'influence sur les propriétés thermiques des bétons.

4.2 Propriétés acoustiques

De la même manière, les propriétés acoustiques des deux formulations de béton ont été caractérisées avant et après les cycles d'humidification/séchage, après stabilisation à 0% HR (figure 3). Ces résultats correspondent à ceux déterminés classiquement pour des bétons végétaux [GLE 13].

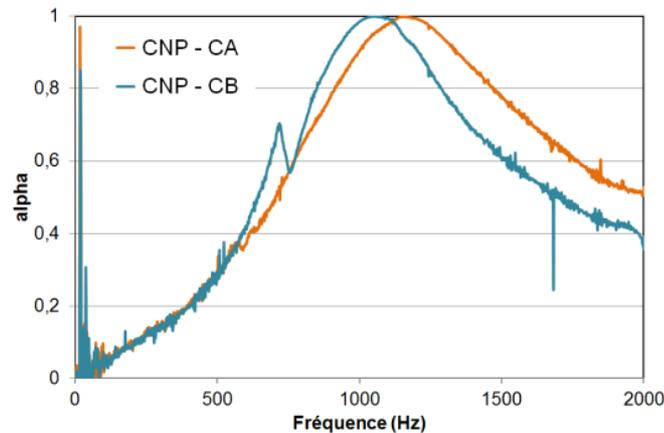


Figure 3. Absorption acoustique des bétons végétaux à 0% HR avant les cycles d'humidification/séchage

On peut observer une légère différence entre les deux formulations car leurs masses volumiques sont très proches mais leurs porosités sensiblement différentes. Cette différence est principalement due à la tortuosité plus importante du mélange CNP-CB, qui s'explique par la granulométrie plus étendue de la chènevotte utilisée. En général, des variations significatives des propriétés acoustiques apparaissent pour des masses volumiques différentes de bétons de chanvre [GLE 13]. Les mêmes caractérisations ont été réalisées après les cycles d'humidification/séchage mais aucune variation de ces propriétés n'a été observée.

5. Vieillesissement biologique

L'objectif de l'étude du développement fongique sur les bétons végétaux est d'analyser quelles sont les conditions qui permettent la croissance de ces microorganismes à la surface des matériaux. Dans un premier temps, le développement naturel de moisissures sur la chènevotte et les bétons de chanvre a été observé quand les échantillons sont soumis aux cycles d'humidification/séchage.

Dans un second temps, des bétons végétaux âgés de 14 et 120 jours ont été inoculés avec des suspensions contenant trois souches bactériennes prélevées sur des bétons de chanvre. Ces échantillons ont été ensuite incubés dans des conditions environnementales favorables au développement des moisissures (30°C, 98% HR) et la présence de microorganismes a été observée périodiquement.

5.1 Développement fongique naturel pendant les cycles d'humidification/séchage

Pendant les 75 jours de cycles d'humidification/séchage, le développement potentiel de moisissures a été analysé sur les bétons de chanvre et les deux types de chènevotte brute.

Ce développement fongique a été observé sur les deux types de chènevotte uniquement (figure 4). Plusieurs types de moisissures sont visibles à cette échelle : elles peuvent prendre la forme de filaments blancs, de points noirs ou d'un duvet gris. Dans le cas de la chènevotte CB, fibrée, on constate que des moisissures sont particulièrement visibles au niveau des amas de fibres.



Figure 4. Observation des moisissures sur les deux types de chènevotte

Pour observer plus finement l'aspect de ces moisissures, des observations ont été réalisées au microscope électronique à balayage (figure 5). Sur ces images, on peut observer la présence de filaments, les hyphes, éléments végétatifs caractéristiques des moisissures, ainsi que des sphères, les spores, leurs organes de reproduction. Des spores de tailles différentes peuvent être distinguées, qui peuvent correspondre aux différents types de moisissures visibles. Néanmoins, d'autres types de moisissures pourraient également être présents et observés après prélèvement et mise en culture [HEL 13].

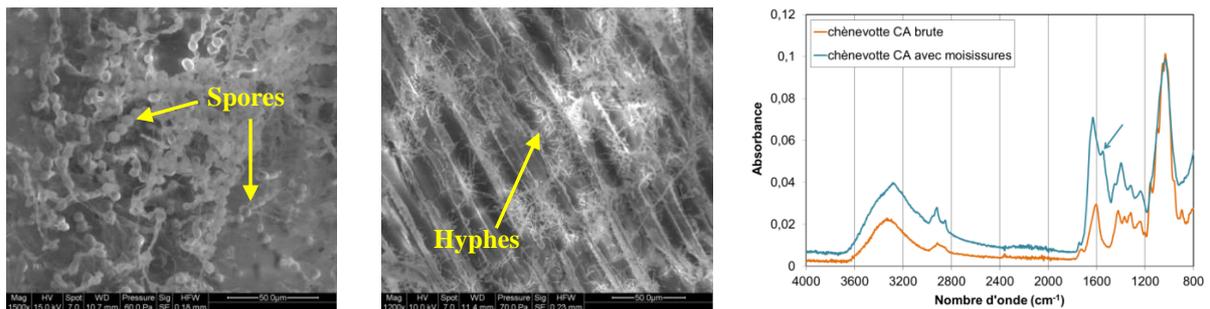


Figure 5. Observation des moisissures par microscopie électronique à balayage sur la chènevotte et analyse par spectroscopie infra-rouge en mode ATR de la chènevotte CA brute et après développement de moisissures

Au niveau chimique, la présence de moisissures est caractérisée par l'apparition d'un pic à 1550 cm^{-1} en spectroscopie infra-rouge en mode ATR (figure 5). Ce pic correspond à la liaison amide II des protéines des moisissures [SCH 98]. Il est caractéristique de la présence de microorganismes à la surface de la chènevotte.

Dans une étude précédente [HEL 13], seule une exposition de plusieurs mois à 30°C et 98% HR a permis le développement de moisissures à la surface du béton. En conséquence, une valeur élevée d'humidité relative, proche de la saturation, paraît nécessaire pour permettre la prolifération de microorganismes. Cela pourrait

expliquer pourquoi aucune moisissure n'apparaît après 7 mois à 30°C et 80% HR dans un autre travail [WAL 14].

Cependant, les microorganismes étant présents sur la chènevotte seule dans les mêmes conditions, on peut supposer que c'est la présence du liant qui limite leur développement. De plus, de telles valeurs d'humidité dans un bâtiment sont exceptionnelles et peuvent être dues à des facteurs accidentels, comme un dégât des eaux ou des remontées capillaires, ou à un défaut de ventilation dans certaines pièces humides.

5.2 Croissance de microorganismes sur des matériaux inoculés

Pour analyser le rôle du liant dans le développement fongique, des échantillons de béton à base de CNP et des deux types de chènevotte ont été inoculés 14 et 120 jours après leur fabrication avec des suspensions contenant trois souches bactériennes prélevées sur des bétons de chanvre. On sait que le ciment durci carbonate en réagissant avec le CO₂ de l'air, entraînant une diminution de son pH de surface. Cette valeur de pH pourrait être un paramètre important influençant le développement fongique.

Après inoculation, les échantillons sont conservés à 30°C et 98% HR. Après 100 jours, la présence de microorganismes à la surface des échantillons est analysée et le pH de surface des bétons mesuré. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 4 et l'aspect des échantillons est présenté dans le tableau 5. Dans le cas de ces bétons, on ne voit pas de différence de comportement en fonction du type de chènevotte utilisé.

Tableau 4. *pH de surface des bétons de chanvre et présence de moisissures*

<i>Age des bétons</i>	<i>14 jours</i>		<i>120 jours</i>	
<i>Type de de chènevotte</i>	<i>CA</i>	<i>CB</i>	<i>CA</i>	<i>CB</i>
pH	10,5	10,4	8,7	9,2
Présence de moisissures?	Non	Non	Oui	Oui

On constate que le pH des échantillons fabriqués en même temps est le même, et qu'il diminue en fonction du temps, ce qui confirme bien la carbonatation du liant. On observe également que les moisissures sont présentes uniquement sur les échantillons inoculés à 120 jours. Les échantillons ont alors un pH plus faible et cette valeur est suffisamment faible pour permettre la prolifération des microorganismes.

6. CONCLUSION

Dans cet article, les premiers résultats d'une étude générale sur la durabilité des bétons végétaux utilisés pour l'isolation des bâtiments sont présentés.

Des cycles d'humidification/séchage ont été appliqués à ces matériaux pendant 75 jours. Après ce vieillissement accéléré en laboratoire, les performances des matériaux ont été analysées. Parmi les propriétés mesurées, ce vieillissement a un effet significatif sur la porosité des bétons végétaux et leur densité de squelette. Aucune variation notable de conductivité thermique ou de propriétés acoustiques n'a pu être mise en évidence. Les essais se poursuivent sur ces matériaux pour des temps de vieillissement plus longs pour observer l'évolution de leurs performances et valider le protocole de vieillissement utilisé en laboratoire.

Ce travail a aussi permis de montrer que différents paramètres influençaient le développement de microorganismes à la surface de ces échantillons : une humidité relative élevée, proche de la saturation (98% HR dans cette étude) et une valeur de pH du liant inférieure à 10. La diminution du pH est liée à la carbonatation naturelle du liant. Elle est observée quelques mois après la fabrication des bétons et peut favoriser le développement fongique.

Ces résultats seront confirmés et généralisés avec des caractérisations complémentaires pluridisciplinaires et pour des temps de vieillissements plus longs pour obtenir une analyse multiéchelle du vieillissement des bétons végétaux.

7. Bibliographie

- [AMZ 13] AMZIANE S., ARNAUD L., *Bio-aggregate based building materials: applications to hemp concrete*, Wiley-ISTE, 2013
- [ARI 15] ARIZZI A., VILES H., MARTIN-SANCHEZ I., CULTRONE G., Predicting the long-term durability of hemp-lime renders in inland and coastal areas using Mediterranean, Tropical and Semi-arid climatic simulations, *Science of the Total Environment*, vol. 542, 2015, p. 757-770
- [COL 14] COLLET F., PRETOT S., Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall, *Building and Environment*, vol. 82, 2014, p. 459-466
- [ELF 08] ELFORDY, S, LUCAS, F, TANCRET, F., SCUDELLER, Y, GOUDET, L., Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hempcrete") manufactured by a projection process, *Construction and Building materials*, vol. 22, 2008, p. 2116-2123
- [GLE 13] GLE, P., Acoustique des matériaux du bâtiment à base de fibres et particules végétales – Outils de caractérisation, modélisation et optimisation, thèse de doctorat, ENTPE, 2013
- [GOU 14] GOURLAY, E., Caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques hygrothermiques du béton de chanvre : détermination de l'impact des matières premières et la méthode de mise en œuvre, Thèse de doctorat, ENTPE, 2014
- [GOU 15] GOURLAY, E., GLÉ, P., FOY, C., MARCEAU, S.; MOSCARDELLI, S., Impact of the water content of hemp concretes on their thermal and acoustical properties, *ICBBM 2015*, Clermont-Ferrand, 2015
- [HEL 14] HELLEBOIS, P., MARCEAU, S., GUÉGUEN, M., AMZIANE, S. , Influence of wetting and drying cycles on the properties of hemp concrete, *7th International RILEM symposium on Self-Compacting Concrete*, Paris, 2013
- [LEC 03] LECLAIRE, P, UMNova O., HOROSHENKOV, K.V., MAILLET, L., Porosity measurement by comparison of air volumes, *Review of scientific Instruments*, vol. 74, 20013, p. 1366-1370
- [NGU 09] NGUYEN, T.T., PICANDET, V., AMZIANE, S., BALEY, C., Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 13, 2009, p. 1039-1050
- [NOZ 12] NOZAHIC, V., AMZIANE, S., TORRENT, G., SAÏDI, K., Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice-lime binder. *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, 2012, p. 231-241
- [RP2 12] *Règles professionnelles d'exécution d'ouvrages en béton de chanvre*, Commission "Règles Professionnelles Construction Chanvre", RP2C, 2012
- [SCH 98] SCHMITT, J., FLEMMING H.-C., FTIR-spectroscopy in microbial and material analysis, *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 41, 1998, p. 1-11
- [WAL 14] WALKER R., PAVIA S., MITCHELL R., Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes, *Construction and Building Materials*, vol.61, 2015, p. 340-348