

## Compatibilité liant-particules végétales des bétons végétaux

Elodie Prud'Homme, Fabien Delhomme, Sofiane Amziane, Evelyne Toussaint,

Sandrine Marceau

#### ► To cite this version:

Elodie Prud'Homme, Fabien Delhomme, Sofiane Amziane, Evelyne Toussaint, Sandrine Marceau. Compatibilité liant-particules végétales des bétons végétales. 22ème édition des Journées Scientifiques du  $\rm (RF)^2B$ : Le béton pour une construction durable, Jul 2024, Rennes, France. hal-04682591

### HAL Id: hal-04682591 https://hal.science/hal-04682591v1

Submitted on 30 Aug2024

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

## **Compatibilité liant-particules végétales des bétons** végétaux

# Elodie Prud'Homme<sup>1</sup>, Fabien Delhomme<sup>2</sup>, Sofiane Amziane<sup>3</sup>, Evelyne Toussaint<sup>3</sup> et Sandrine Marceau<sup>4</sup>

<sup>1</sup> INSA Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, MATEIS, F-69621 Cedex Villeurbanne, France ; elodie.prudhomme@insa-lyon.fr

- <sup>2</sup> INSA-Lyon, GEOMAS, UR7495, F-69621, Villeurbanne, France ; fabien.delhomme@insa-lyon.fr
- <sup>3</sup>Université Clermont Auvergne, CNRS, INP Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France ; sofiane.amziane@uca.fr (S.A.) ; evelyne.toussaint@uca.fr
- <sup>4</sup> Université Gustave Eiffel, MAST/CPDM, 77454 Marne-la-Vallée Cedex 2, France ; sandrine.marceau@univ-eiffel.fr

**RÉSUMÉ** Les bonnes propriétés d'isolation et la faible empreinte carbone des bétons végétaux rendent leur utilisation de plus en plus pertinente dans la construction. Pour optimiser la production et les propriétés de ces matériaux, il est crucial de mieux comprendre la zone de transition interfaciale (ITZ) entre les particules végétales et la pâte de ciment, en se concentrant sur les réactions impliquées et la taille de la surface affectée. Cette recherche a permis d'établir un test visuel fiable permettant d'observer la zone de transition interfaciale, et d'en suivre la formation et le développement. Diverses combinaisons de particules végétales de (chanvre ou de bambou) et de pâtes de ciment (ciments Portland, Prompt, d'argiles calcinées et de calcaire, et pouzzolanique) ont été testées pour comparer la formation de l'ITZ. Une corrélation claire a été trouvée entre la concentration en sucre et la taille de l'ITZ. L'analyse d'images a révélé que l'ITZ résulte de réactions physicochimiques, impliquant l'extraction de molécules de saccharides libres des particules végétales et l'absorption d'eau, suivies de leur libération dans la pâte de ciment.

Mots-clefs béton végétal, bio-granulat, ciment, hydratation, durabilité

Modalité de présentation Poster

#### I. INTRODUCTION

Les bétons végétaux sont composés de granulats végétaux et d'un liant minéral. Ils présentent de nombreux avantages, notamment en termes de propriétés thermiques, acoustiques et hygrométriques. Ils constituent une solution viable pour répondre aux exigences de la nouvelle réglementation environnementale française RE2020 [1] tout en conservant une empreinte carbone négative. En effet, les particules végétales, telles que le chanvre, sont des matériaux locaux, car leur culture est répandue sur le territoire français et ne nécessite pas une utilisation massive d'engrais.

L'utilisation de ce type de matériau est cependant limitée en raison de la variabilité importante des propriétés mécaniques et de la faiblesse de l'interface entre les particules végétales et les liants. Cette zone d'interface n'est pas propre aux bétons végétaux, elle existe également dans les bétons classiques entre la pâte de ciment et les granulats [2]. Cependant, la zone affectée est beaucoup plus petite. Dans le cas du béton végétal, une large zone appelée zone de transition interfaciale (ITZ) se forme autour des particules végétales (Figure 1) [3].



FIGURE 1. Visualisation de l'ITZ autour d'une pastille de chènevottes de chanvre broyées dans la pâte de ciment Portland après 24 heures

Des recherches antérieures indiquent que l'ITZ est constituée de ciment non hydraté. Deux hypothèses principales ont été proposées pour expliquer ce phénomène [4]. La première, une hypothèse physique, suggère que l'absorption de l'eau de la pâte de ciment par les particules végétales crée localement une zone non hydratée en raison du manque d'eau. La seconde, une hypothèse chimique, postule que les composés végétaux libres sont extraits lors du malaxage et que certaines molécules végétales, comme l'hémicellulose ou la lignine, se dégradent en raison de la valeur de pH alcaline du liant minéral. Ces composés, dont les polysaccharides et les polyphénols, se diffusent alors dans la pâte de ciment [5].

Les polysaccharides, qui sont des composés à base d'hydrates de carbone, ont le potentiel de modifier les propriétés des matériaux cimentaires. L'ajout de polysaccharides aux mélanges de ciment affecte divers aspects du processus d'hydratation du ciment et les propriétés mécaniques du béton qui en résulte [6]. Les polysaccharides peuvent agir comme des agents dispersants, modifiant les propriétés rhéologiques et améliorant potentiellement la maniabilité et la fluidité de la pâte de ciment fraîche [7-10]. Par exemple, des études ont exploré l'utilisation de gommes de

polysaccharides hydrosolubles pour augmenter la viscosité apparente des pâtes de ciment à de faibles taux de cisaillement [7].

Plusieurs études de Peschard et al [9-11] mettent en évidence le retard de prise associé à l'ajout de différents polysaccharides dans les pâtes de ciment. L'effet varie en fonction de la composition chimique du polysaccharide et du type de ciment, notamment de sa teneur en C3A. Le retard pourrait être lié à la formation d'hydrates initiaux ayant un revêtement moins perméable. Les polysaccharides peuvent également renforcer l'adhérence entre les particules de ciment et d'autres matériaux, tels que les fibres de cellulose ou les additifs d'origine biologique, et augmenter la capacité de rétention d'eau du ciment. Cela conduit à une libération interne contrôlée de l'eau pendant l'hydratation du ciment [11,12], ce qui a un impact sur le temps de prise et le développement de la résistance des matériaux cimentaires.

Ainsi, la compréhension des interactions entre les polysaccharides et l'hydratation du ciment permet d'adapter les compositions et les formulations des mélanges de ciment afin d'obtenir les propriétés et les caractéristiques de performance souhaitées. Dans l'ensemble, les études soulignent l'importance des polysaccharides dans la technologie du béton biologique, en donnant un aperçu de leurs effets sur l'hydratation du ciment, les propriétés rhéologiques et les performances mécaniques des matériaux cimentaires.

L'étude de la zone de transition interfaciale (ITZ) entre les agrégats végétaux et les liants dans le béton à l'aide de méthodologies conventionnelles, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX), et les essais physiques, présente plusieurs limites. Il s'agit notamment de la sensibilité réduite à la matière organique, qui rend difficile la saisie des nuances d'interaction et des réactions chimiques spécifiques aux agrégats végétaux, telles que la libération de substances qui affectent l'hydratation du ciment. En outre, les propriétés physiques inhérentes aux agrégats végétaux, telles qu'une porosité et une absorption d'eau plus élevées, créent une ITZ plus complexe que les méthodes d'essai standard ne peuvent pas évaluer avec précision. La nature destructive de ces techniques conventionnelles empêche également les études de longue durée sur l'évolution de l'ITZ, ce qui est particulièrement contraignant pour comprendre le comportement à long terme du béton végétal. De plus, la complexité et la durée de ces méthodes ne sont pas pratiques pour la réalisation de contrôle qualité de routine sur les agrégats végétaux dont la variabilité est importante. Il existe donc un besoin pressant de techniques d'analyse alternatives, non destructives et rapides, mieux adaptées aux défis uniques posés par les agrégats végétaux dans le béton.

L'objectif de cet article est de développer un test pratique et robuste pour observer la formation de l'ITZ et évaluer la compatibilité entre différents liants et particules végétales. Sur la base du test décrit par Diquelou [13], un nouveau protocole est proposé, qui permet de mieux comprendre les phénomènes à l'origine de l'ITZ. Des recherches antérieures [3] indiquent que la composition chimique de la chènevotte est peu influencée par son origine, le type de récolte ou la méthode de défibrage. Dans cette étude, deux types de particules végétales ont été utilisées : le chanvre (H) et le bambou (B), qui ont été étudiés par Martinhao [14]. L'interaction entre les particules végétales et les liants a été examinée en utilisant quatre liants de compositions différentes : un ciment Portland classique CEM I 52.5 (CP), du ciment Prompt naturel (CNP), un ciment d'argiles calcinées et de calcaire (LC3) et un ciment pouzzolanique CEM IV (CEMIV).

#### II. METHODE ET EQUIPEMENT

Le test mis au point par Diquelou [3,6] constitue une méthode expérimentale pour observer et étudier la formation et le développement de l'ITZ. Le principe consiste à créer un halo dans la pâte de ciment autour d'une particule végétale afin d'obtenir une zone de transition visible et quantifiable. Pour ce faire, une pastille de particules végétales broyées, de dimensions et de poids contrôlés, est produite afin d'éviter les divergences liées à l'utilisation de particules végétales individuelles (en raison des variations de taille, de masse et de forme). Le broyage des particules augmente leur surface spécifique, ce qui améliore l'extraction des composés libres et permet de surmonter les différences de taille des particules entre les types de plantes étudiés. La pastille est ensuite mise en contact avec la pâte de ciment et la prise autour d'elle est observée.

Le protocole suivant est issu du protocole original, auquel des améliorations ont été apportées afin de réduire les incertitudes liées à la configuration de l'expérience. La répétabilité de l'expérience devait notamment être améliorée [15]. Après avoir validé la robustesse et la fiabilité du nouveau protocole par une première série d'essais, les hypothèses suivantes ont été regardées :

- L'impact de la combinaison liant/particules végétales sur la taille de l'ITZ ;
- L'absorption d'eau et la libération de composants végétaux, phénomène dominant responsable de la formation de l'ITZ.

Au total, 92 pastilles de chanvre et 60 pastilles de bambou ont été testées (avec au moins 12 résultats par combinaison). Pour déterminer l'importance de l'absorption, une pastille en mousse à forte capacité d'absorption (jusqu'à 200 fois son poids en eau) et une pastille en plastique, ne pouvant absorber aucun fluide, ont été utilisées à la place de la pastille de particule végétal. Pour tester l'hypothèse concernant le lien entre la libération des molécules végétales et la formation du halo, des pastilles de mousse ont été testées dans une solution sucrée dont la concentration en saccharose était connue. Au total, 25 pastilles de mousse (avec 3 à 4 résultats par concentration de saccharose) ont été testées.

#### A. Amélioration du protocole existant

Un moule spécial a été conçu pour accueillir une plaque de verre recouverte d'un film transparent, sur laquelle les pastilles ont été collées (figure 2). La pâte de ciment peut alors être versée pour remplir le cadre. La différence entre une auréole obtenue avec le protocole initial et avec le nouveau protocole est visible sur la figure 2.



**FIGURE 2. Montage expérimental** 

#### B. Production de pastilles de particules végétales

Les particules végétales utilisées ont été séchées dans une étuve à 40 °C pendant au moins 24 h. Ensuite, 2g de particules végétales ont été broyées à l'aide d'un broyeur planétaire pendant 4 min pour le chanvre et 10 min pour le bambou. Les pastilles sont composées de  $0,1\pm0,08g$  (chanvre) ou  $0,105g \pm 0,08g$  (bambou) afin d'avoir un volume constant de  $108 \text{ mm}^2 \pm 9 \text{mm}^2$  (approximativement 13 mm de diamètre et 0,8 mm d'épaisseur). Les particules végétales broyées ont été pressées ensemble à l'aide d'une presse hydraulique manuelle sous 10 tonnes pendant 1 min. Ensuite, les pastilles ont été séchées une seconde fois dans un four à 40 °C pendant une nuit.

#### C. Production de pastilles de mousse trempées dans une solution de saccharose

Un cylindre de mousse de 16 mm de diamètre a été découpé dans un panneau de mousse. Le cylindre a ensuite été découpé en tranches pour obtenir une pastille d'environ 1 mm d'épaisseur et de 16 mm de diamètre. Pour l'imbiber d'une solution de saccharose, du sucre a été dissous dans de l'eau du robinet afin d'obtenir une solution à la concentration souhaitée. Les pastilles de mousse ont ensuite été plongées dans la solution et laissées à tremper pendant 10 minutes. Les pastilles de mousse ont ensuite été placées sur une feuille de papier sulfurisé et mises au four à 50 °C pendant au moins 24 heures.

#### D. Préparation du film d'acétate

Les pastilles ont été collées sur un film d'acétate à l'aide de colle en spray. Un gabarit a d'abord été placé sous le film pour marquer la position des pastilles afin d'éviter que deux pastilles ne soient trop proches l'une de l'autre et n'interagissent. Sur un film de taille A4, il était possible de coller jusqu'à 12 pastilles. La colle a été pulvérisée sur un côté de la pastille à une distance d'environ 200 mm. Après quelques minutes, le temps que le solvant s'évapore selon les instructions du fournisseur de colle, les pastilles ont été collées sur le film et pressées avec un poids de 800 g pendant une minute. La figure 3 montre un film préparé.



# FIGURE 3. Cadre en téflon avec le film d'acétate sur la plaque de verre. Du ruban adhésif a été utilisé pour sceller le bord du cadre

#### E. Préparation de la pâte de ciment

La pâte de ciment a été préparée pour remplir le cadre en téflon, dont les dimensions étaient de 210 mm × 297 mm × 20 mm. La pâte de ciment était un mélange de 950 g d'eau du robinet et de 1900 g de liant (rapport eau/ciment E/C = 0.5).

#### F. Mise en place de l'expérience

Le film d'acétate, sur lequel les pastilles ont été collées, a été fixé au moule en téflon avec du ruban adhésif afin d'éviter que la pâte de ciment ne coule sous le film. Le moule a été placé sur une table percée de manière à ce que son fond soit visible d'en bas (figure 4). L'horizontalité de la table d'expérimentation a dû être vérifiée pour éviter les coulures. L'ensemble du moule était visible par la caméra (mvBlueFOX3-2 2071a avec un capteur Sony IMX428 et une résolution de 3216 × 2208, un objectif de 28 mm et une ouverture maximale de f:1,8). Les réglages de la caméra devaient permettre d'obtenir une image claire et sans reflet pour chaque pastille. Ensuite, la pâte de ciment a été versée et nivelée en agitant lentement le moule pour éliminer les bulles d'air. Un film plastique a été placé sur le cadre pour éviter l'évaporation de l'eau.



**FIGURE 4**. Dispositif expérimental

#### G. Traitement et analyse d'images

Les images ont été capturées à l'aide d'un programme LabView personnalisé 20.0 [16]. Pour utiliser les résultats, la surface du halo a dû être mesurée. Le logiciel ImageJ 1.51 [17] a été utilisé pour mesurer la surface du halo en dessinant une ellipse. Cette mesure, soustraite de la surface initiale de la pastille, donne la valeur qui sera prise en compte pour les analyses suivantes.

#### III MATERIAUX ET PARAMETRES

Les particules végétales testées sont le chanvre et le bambou. Leurs caractéristiques [7] sont résumées dans le tableau 1. Quatre liants ont été utilisés : un ciment Portland classique CEM I 52.5 (CP), du ciment naturel Prompt (CNP), un ciment d'argiles calcinées et de calcaire (LC3) et un ciment pouzzolanique CEM IV (CEMIV). Leurs caractéristiques trouvées dans la littérature [18-23] sont données dans le tableau 2. Pour les pastilles de mousse, le paramètre testé était la concentration en sucre de la solution (g/l) dans laquelle les pastilles étaient trempées.

	Chanvre	Bambou
H D50 [mm]	4.7	5.0
L D50 [mm]	2.8	3.1
Teneur en poussières (%)	1.4	11.5
Taux d'absorption initial (%)	226	38
Densité apparente avant séchage, Qwet	110	305
[kg/m ] <sup>3</sup>		
Densité apparente après séchage, Qdry	110	304
[kg/m] <sup>3</sup>		

#### TABLEAU 1. Caractéristiques des particules végétales

#### **TABLEAU 2.** Caractéristiques des liants

	Portland	Prompt	LC3	CEM IV
Composition	10% Ca <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>6</sub>			
	8% Ca <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>10</sub>	51,4 % de CaO	45,7 % de CaO	51,3 % CaO
	20% Ca <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	19,6 % SiO <sub>2</sub>	27% SiO <sub>2</sub>	27,3 % SiO <sub>2</sub>
	55% Ca <sub>3</sub> SiO <sub>5</sub>	9,1% PF 950° C	9,4 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,7 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	>2% Na <sub>2</sub> O - K <sub>2</sub> O	8,1 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,9% PF 950°	5,6 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	5% CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O			
Début de la prise de la pâte de ciment (min)	> 60	2.7	37	200
Finesse (F) - Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2. 75 - 3. 2	2.99	2.92	3.07
Résistance sur cube de mortier à 28 jours (MPa)	50	27.3	58.2	52.8

Des essais mécaniques ont également été menés pour déterminer la résistance à la compression des pâtes de ciment coulées dans les essais de l'ITZ. Des échantillons cylindriques de 20,1±0,2 mm de hauteur et de 36,6±3,2 mm de diamètre ont été coulés avec un mélange de ciment et d'eau, avec le même rapport eau/ciment (c'est-à-dire E/C=0,5) que celui utilisé dans les essais de l'ITZ. Après le coulage, ils ont été placés dans des sacs en plastique scellés à une température d'environ 20 °C. Les échantillons ont été testés après un temps de séchage de 24 heures, 7 et 28 jours. Au total, 36 échantillons cylindriques ont été réalisés, 9 pour chaque liant, afin d'obtenir 3 résultats par liant et par temps de cure. Les résistances moyennes à la compression mesurées sont représentées sur la figure 5. Les résultats pour le ciment Prompt ne sont pas fournis. En effet, le coulage et la vibration ont été problématiques, en raison de la prise très rapide du mélange, qui a provoqué une présence significative de vides dans les échantillons. Pour tous les liants testés, une augmentation constante de la résistance dans le temps est observée. Dans les essais de l'ITZ, les halos ont été mesurés et comparés jusqu'à 24h. Pour ce temps de cure, le ciment Portland (CP) a la résistance à la compression la plus élevée, suivi par le ciment d'argiles calcinées et calcaire (LC3) et ensuite, le ciment pouzzolanique (CEM IV), avec 10,0±2,4 MPa, 7,3±0,9 MPa et 4,4±0,7 MPa, respectivement.



FIGURE 5. Résistance à la compression des pâtes de ciment utilisées dans les essais de l'ITZ

#### IV ANALYSES ET DISCUSSION

#### A. Origine de l'ITZ

Pour déterminer l'origine de la formation de l'ITZ, les mêmes tests ont été effectués avec des pastilles de plastique et de mousse. Les halos formés sont présentés respectivement dans les figures 5 et 6. Ces résultats ont montré que l'influence de l'absorption était négligeable, puisqu'aucun halo ne s'est formé avec une pastille en plastique (figure 6) ou en mousse, pouvant absorber jusqu'à deux cents fois sa propre masse, plongée dans l'eau (figure 7). Par conséquent, la cause du halo semble être la libération de molécules par les particules végétales. Les sucres sont connus pour être des agents retardateurs de la prise de la pâte de ciment. En étudiant l'auréole formée par les pastilles de mousse imbibées de différentes concentrations de sucre (Figure 7), il apparaît clairement que la taille de l'auréole est liée à la quantité de sucre : plus il y a de sucre, plus l'auréole est grande. Cette influence est clairement visible dans la figure 8, même avec de très faibles concentrations de saccharose. Le halo atteint une taille maximale lorsque la concentration en saccharose dépasse une

valeur seuil, qui se situe entre 10 et 20 g/L (avec du saccharose imbibé dans une pastille de mousse de 16 mm de diamètre et d'environ 1 mm d'épaisseur). En outre, des essais avec différents sucres présents dans les particules végétales, comme le xylose, et avec différentes porosités de mousse devront être étudiés. Pour réduire la taille de l'auréole, un moyen serait de réduire la quantité de sucre dans les particules végétales ou de limiter le phénomène de libération des sucres dans la pâte de ciment.



FIGURE 6. Résultats obtenus avec une pastille en plastique dans du une pâte de ciment Portland



FIGURE 7. ITZ formée autour des pastilles de mousse non imbibées (en haut) et imbibées de sucre (80 g/L) (en bas) dans une pâte de ciment Portland



FIGURE 8. Taille du halo en fonction de la concentration en saccharose. Pastilles de mousse de 16 mm de diamètre dans une pâte de ciment Portland (CP). Ligne verte de référence : pastilles de chanvre dans une pâte de ciment Portland

#### B. Impact de la masse des particules végétales

Le bambou étant presque trois fois plus dense que le chanvre, ses granulés ont un volume plus petit (épaisseur plus faible) pour la même masse de particules broyées puis placées dans la presse hydraulique manuelle. Des pastilles de bambou de masse différente, avec une épaisseur différente, ont été testés (figure 9). Il est clair que la masse de la pastille a une influence sur le halo obtenu. Cette interdépendance peut s'expliquer par le fait qu'une masse accrue implique une plus grande quantité de molécules susceptibles d'être extraites. Elle pourrait également s'expliquer par le fait que la zone de contact entre les particules végétales et le liant est augmentée, accroissant la quantité de molécules extractibles pouvant être libérées dans le liant.



FIGURE 9. Surface de l'ITZ obtenue avec des pastilles de bambou de différentes masses dans de la pâte de ciment Portland

#### B. Couleur et cinétique de l'apparition du halo

Lors des essais, la couleur du halo a changé de manière significative au cours du temps : d'abord plus foncée, la couleur du halo s'éclaircie au fur et à mesure de la prise du liant (Figure 10). Au cours des premières heures suivant le début de l'essai, l'eau de la pâte de ciment a été absorbées dans la pastille (jusqu'à 3h30 pour le ciment Portland et 3h pour le ciment Prompt). Cela était clairement visible car la pastille change de couleur au fur et à mesure qu'elle est imbibée. Après cette phase, l'eau contenant des composants végétaux a été progressivement relâchée dans la pâte de ciment en raison de la pression interstitielle. La pastille a repris sa couleur d'origine, ce qui signifie qu'elle était à nouveau sèche, et l'auréole a commencé à apparaître.



FIGURE 10. Formation du halo pour les granulés de chanvre dans de la pâte de ciment Portland

Avec de la pâte de ciment Prompt, la formation d'un halo très diffus autour de la pastille a été observée (Figure 11). Ceci est probablement dû au fait que la prise rapide de la pâte n'a pas laissé suffisamment de temps pour interagir avec les particules végétales. Une mesure précise de la limite externe du halo étant impossible, aucune valeur d'ITZ ne sera fournie pour le ciment Prompt.



FIGURE 11. Halo diffus formé avec la paste de ciment Prompt

#### D. Compatibilité entre les particules végétales et les liants

La figure 12 compile les résultats à 24 heures pour le chanvre et le bambou avec une pâte de ciment Portland CEMI 52.5 (CP), de ciment d'argile calcinées et de calcaire (LC3) et de ciment pouzzolanique CEM IV (CEMIV). Une grande disparité suivant le couple particules végétales/ciments utilisés est constatée. En effet, le couple chanvre/ciment Portalnd donne une surface de halo supérieure de plus de 30% au couple chanvre/ciment d'argiles calcinées et de calcaire avec 104 et 70 mm<sup>2</sup>, respectivement. Une variabilité de la surface de l'ITZ de l'ordre de 10 % en moyenne est à noter. Néanmoins, pour un volume de particules végétales constant, le chanvre semble donner des surfaces de halo plus faibles que le bambou sauf pour le ciment Portland. Le ciment d'argiles calcinées et de calcaire (LC3) et le ciment pouzzolanique CEM IV (CEMIV) semblent être les liants les plus efficaces.



FIGURE 12. Surface moyenne de l'ITZ à 24 heures pour le chanvre (H) et le bambou (B) avec une pâte de ciment Portland CEMI 52.5 (CP), de ciment d'argiles calcinées et de calcaire (LC3) et de ciment pouzzolanique CEM IV (CEMIV).

#### V CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude a permis de développer un test innovant et simple à utiliser pour évaluer la compatibilité entre diverses particules végétales et liants utilisés dans la production de béton végétal. En examinant la formation et les caractéristiques de la zone de transition interfaciale (ITZ) entre les agrégats végétaux et les pâtes de ciment, des informations cruciales ont été obtenues sur les interactions physiques et chimiques qui affectent les propriétés mécaniques des matériaux composites résultants.

Les principaux résultats de notre recherche sont les suivants :

- Compatibilité des particules végétales et des liants : Parmi les combinaisons testées, le chanvre mélangé à du ciment d'argiles calcinés et de calcaire, et à du ciment pouzzolaniques a montré la plus grande compatibilité, caractérisée par une ITZ significativement plus petite. Cette compatibilité est essentielle pour optimiser les propriétés mécaniques de ces bétons.
- Formation de l'ITZ : nos essais ont révélé que l'ITZ se forme non pas en raison de l'absorption de l'eau de la pâte de ciment par les particules végétales, mais par la diffusion de molécules organiques issues des végétaux, en particulier de molécules de saccharides libres, dans la pâte de ciment. Cette découverte permet de mieux comprendre et de contrôler la libération de ces molécules, dépendant notamment de la masse de particules végétales utilisée dans la formulation, afin d'améliorer les performances de ces matériaux.
- Impact de la concentration en sucre et de la masse des pastilles : La taille de l'ITZ est liée à la concentration en sucre des particules végétales et à la masse des pastilles de particules végétales. Des concentrations de sucre pastilles plus élevées se traduisent par des ITZ plus grandes, ce qui indique que le contrôle de ces facteurs est crucial pour la conception de ces matériaux.
- Protocoles expérimentaux : L'affinement de nos protocoles expérimentaux a permis des observations plus cohérentes et plus fiables de l'ITZ, soulignant l'importance d'une conception expérimentale méticuleuse dans la recherche sur ces matériaux.

Les recherches futures exploreront plusieurs domaines clés afin de tirer parti de ces résultats :

- Étudier d'autres sucres et d'autres porosités : L'étude des effets de différents sucres dans les particules végétales, tels que le xylose, et de la variation de la porosité des mousses pourrait permettre de mieux comprendre les mécanismes de formation des ITZ.
- Études sur les interactions de surface : D'autres tests devraient se concentrer sur la surface d'interaction entre les particules végétales et les liants, en considérant différentes tailles de pastilles pour comprendre le rôle du contact physique dans la formation de l'ITZ.
- Analyse à long terme de l'ITZ : L'étude de l'ITZ sur de longues périodes sera cruciale pour évaluer les processus d'hydratation retardée et la réduction éventuelle de la taille de l'ITZ, qui pourrait affecter les propriétés mécaniques à long terme de ces bétons.
- Essais mécaniques : Des essais de compression utilisant des échantillons cubiques de béton végétal sont nécessaires pour établir une corrélation directe entre les caractéristiques de l'ITZ et la résistance mécanique de ces matériaux, validant ainsi l'efficacité de l'essai mis au point pour prédire leur performance.

En conclusion, notre étude représente une avancée significative dans la compréhension et le développement des bétons à base de plantes, soulignant le potentiel de ces matériaux pour la construction durable. Les connaissances acquises jettent les bases de futures innovations dans ce domaine, visant à optimiser le béton végétal pour des applications pratiques.

#### VI ACKNOWLEDGEMENTS

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet ANR BIO-UP soutenu par l'Agence Nationale de Recherche (ANR-21-CE22-0009).

#### REFERENCES

- 1. Ministère de la Transition Ecologique et de la Cohésion des Territoires. Réglementation Environnementale RE2020. Available online: www.ecologie.gouv.fr/reglementationenvironnementalere2020 (accessed on 1<sup>st</sup> October 2022).
- Jebli, M.; Jamin, F.; Malachanne, E.; Garcia-Diaz, E.; El Youssoufi, M. Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete. *Constr. Build. Mater.* 2018, 161, 16– 25.
- 3. Diquelou, Y. 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. Ph.D. Thesis, Université de Reims, Reims, France, 2015.
- 4. Delhomme et al. Effect of Hemp on cement hydration: Experimental characterization of the interfacial transition zone. *Results Chem.* **2022**, *4*, 100440.
- Magniont, C.; Escadeillas, G. Chemical Composition of Bio-aggregates and Their Interactions with Mineral Binders. In *Bio-aggregates Based Building Materials*; Amziane, S., Collet, F., Eds.; RILEM State-ofthe-Art Reports; Springer: Dordrecht, The Netherlands, 2017; Volume 23. https://doi.org/10.1007/978-94-024-1031-0\_1
- 6. Friedemann, K.; Stallmach, F.; Kaerger, J. Carboxylates and sulfates of polysaccharides for controlled internal water release during cement hydration. *Cem. Concr. Compos.* **2009**, *31*, 244–249. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.02.010
- 7. Ghio, V.; Monteiro, P.; Demsetz, L. The rheology of fresh cement paste containing plysaccharide gums. *Cem. Concr. Res.* **1994**, *24*, 243–249. https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)90049-3
- Lu, Z.Y.; Hux, X.B.; Hou, Y.; Zeng, T.; Tao, X.M. The influence of polyacrylamide, polyether polysaccharide and aminosulfonic acid-based superplasticzer on properties of cement paste. In Proceedings of the 6th International Symposium on Cement & Concrete and CANMET/ACI International Symposium on Concrete Technology for Sustainable Development; Tongbo, S., Rongxi, S., Wensheng, Z., Eds.; Chinese Ceram Society: Beijing, China, 2006; Volumes 1 and 2, pp. 1537–1543.
- Peschard, A.; Govin, A.; Fredon, E.; Grosseau, P.; Fantozzi, G. Influence of polysaccharides on cement hydration. In *EURO CERAMICS VIII, PTS 1-3, Key Engineering Materials*; Mandal, H., Ovecoglu, L., Eds.; Turkish Ceram Society: İstanbul, Turkey; European Ceram Society: Mons, Belgium, 2006; pp. 2141–2144. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.264-268.2141
- Peschard, A.; Govin, A.; Grosseau, P.; Guilhot, B.; Guyonnet, R. Effect of polysaccharides on the hydration of cement paste at early ages. *Cem. Concr. Res.* 2004, 34, 2153–2158. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.04.001
- 11. Peschard, A.; Govin, A.; Pourchez, J.; Fredon, E.; Bertrand, L.; Maximilien, S.; Guilhot, B. Effect of polysaccharides on the hydration of cement suspension. *J. Eur. Ceram. Soc.* **2006**, *26*, 1439–1445. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.02.005
- 12. Zhang, H.; Feng, P.; Li, L.; Wang, W. Effects of starch-type polysaccharide on cement hydration and its mechanism. *Thermochim. Acta* **2019**, *678*, 178307. https://doi.org/10.1016/j.tca.2019.178307
- 13. Diquelou, Y. Influence of Binder Characteristics on the Setting and Hardening of Hemp Lightweight Concrete. Ph.D. Thesis, Université de Reims, Reims, France, 2016.

- 14. Martinhao, N. *Mechanical and Thermal Properties of Mineral-Vegetal Composites;* Polytech Clermont: Ferrant, France, 2022.
- 15. Julliot, C. Effect of Hemp on Cement Hydration; PIRD INSA Lyon: Lyon, France, 2021.
- 16. NI. LabVIEW: Logiciel de Développement de Systèmes Pour les Applications de Test, de Mesure et de Contrôle/Commande. Available online: https://www.ni.com/enus/support/downloads/software-products/download.labview.html (accessed on January 2023).
- 17. NIH Image. ImageJ Version 1.53. Available online: https://imagej.net/ij/docs/guide/index.html (accessed on January 2023).
- 18. Sidney Mindess, J Francis Young, David Darwin, et al. Concrete prentice-hall. Englewood Cliffs, NJ, 481:939, 1981.
- 19. Bhavani Sirangi and MLV Prasad. A low carbon cement (lc3) as a sustainable material in high strength concrete: green concrete. Materiales de Construcción, 73(352):e326–e326, 2023. https://doi.org/10.3989/mc.2023.355123
- 20. Michael S Mamlouk and John P Zaniewski. Materials for civil and construction engineers. Pearson Prentice Hall Upper Saddle River, NJ, USA, 2006.
- 21. VICAT. Fiche Technique Ciment : PERFORMAT-R-CEM-I-52-5-R-CE-CP2-NF, 2016.
- 22. VICAT. Fiche Technique Ciment : Ciment Prompt Naturel. 2022.
- 23. VICAT. Fiche Technique Ciment : CEM IV/A (P) 42,5 R CE NF. 2022.